

SINTESIS COCO-DIETHANOLAMIDE DARI MINYAK KELAPA DENGAN METODE AMIDASI

(SYNTHESIS OF COCO-DIETHANOLAMIDE
FROM COCONUT OIL BY AMIDATION METHOD)

Kendedes Yuniasri
Balai Besar Kimia dan Kemasan

ABSTRAK

Coco-diethanolamide merupakan surfaktan non-ionik yang dapat di buat dari minyak kelapa. *Coco-diethanolamide* lebih mudah terurai secara biologis apabila dibandingkan dengan surfaktan yang diperoleh dari sintesis petrokimia. Penelitian sintesis *Coco-diethanolamide* skala laboratorium telah dilakukan dengan dua metode, yaitu dengan cara metode langsung dan metode bertingkat. Melalui metode langsung, yaitu reaksi antara trigliserida dari minyak kelapa dengan dietanolamina perbandingan molar 1 : 6, diperoleh total amina tertinggi 31,84% pada kondisi suhu operasi 90°C selama 150 menit. Pada percobaan dengan metode bertingkat, trigliserida dijadikan metil ester dahulu kemudian disintesis dengan dietanolamina menggunakan perbandingan molar 1 : 1, kondisi operasi terbaik adalah pada suhu 90°C dengan lama pemanasan 120 menit, yang menghasilkan total amina tertinggi yaitu 61,39%.

Kata kunci : trigliserida, metil ester, dietanolamina, *Coco-diethanolamide*, minyak kelapa

ABSTRACT

Coco-diethanolamide is non-ionic surfactant which can more biologically degradable compare to the surfactant which is obtained from petrochemical synthesis. Research on synthesis of *Coco-diethanolamide* has been carried out in laboratory scale by two methods i.e.: direct method and two step method. Direct method was conducted by direct reaction between triglyceride from coconut oil and diethanolamine in molecular ratio 1:6 at 90°C for 150 minutes. Total amine obtained was 31,84%. The two step method was consists of two step reactions. First reaction was esterification of triglyceride to obtain methyl ester and then followed by reaction with diethanolamine in molecular ratio 1:1 at 90°C for 120 minutes. By this method total amine obtained was 61.39%.

Keywords : triglyceride, methyl ester, diethanolamine, *coco-diethanolamide*, coconut oil.

PENDAHULUAN

Kebutuhan akan produk yang berbasis ramah lingkungan terus meningkat seiring dengan semakin sadarnya masyarakat mengenai pelestarian lingkungan. Salah satu produk yang banyak digunakan adalah

surfaktan non-ionik, seperti yang dapat dilihat dari semakin berkembangnya produk dari industri tekstil, kimia, cat, kosmetik dan industri makanan yang semuanya membutuhkan surfaktan sebagai bahan aktif.

Pada umumnya surfaktan disintesis dari turunan minyak bumi dan gas alam. Minyak

bumi merupakan bahan baku yang sulit untuk diperbaharui dan surfaktan yang dihasilkan dari sintesis minyak bumi sukar terdegradasi oleh alam sehingga sering menimbulkan masalah berupa pencemaran lingkungan. Alternatif yang dapat dipakai untuk mengatasi hal tersebut adalah memanfaatkan minyak nabati atau hewani untuk digunakan sebagai bahan baku pembuatan surfaktan. Beberapa jenis minyak nabati yang dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan surfaktan antara lain minyak sawit, minyak zaitun, minyak kedelai, minyak biji matahari, minyak kelapa dan beberapa jenis minyak nabati lainnya.

Minyak kelapa memiliki potensi yang besar untuk dijadikan sebagai bahan baku surfaktan. Salah satu surfaktan yang dapat disintesis dari minyak kelapa adalah *coco-diethanolamide* yang banyak digunakan sebagai peningkat busa, pengemulsi, pelembut dan pengental pada industri kosmetik, seperti sabun cair, sampo, dan cairan pencuci tangan.

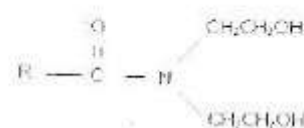
Berdasarkan data tahun 2002 volume ekspor minyak kelapa sebesar 666.172 ton dengan nilai US \$ 292.691.000,-. Jika minyak kelapa diekspor dalam bentuk turunannya, maka akan memberikan nilai tambah. Karakteristik minyak kelapa memungkinkan bagi industri untuk melakukan diversifikasi. Salah satunya adalah untuk memproduksi surfaktan. Pemanfaatan minyak kelapa untuk pembuatan surfaktan memiliki peluang yang cukup baik. Pada saat ini industri-industri deterjen, farmasi dan kosmetika berkembang dengan pesat sehingga menyebabkan kebutuhan surfaktan meningkat. Dengan adanya bahan baku nabati pada pembuatan surfaktan, maka kebutuhan surfaktan yang aman dan ramah lingkungan untuk keperluan industri dapat terpenuhi.

Pada penelitian ini akan dicari kondisi proses optimum sintesis senyawa N-*etanol alkyl amida* dari trigliserida minyak kelapa dan esternya yang dapat direaksikan dengan senyawa yang mengandung gugus nitrogen yaitu dietanolamina menjadi dietanolamida.

Reaksi esterifikasi dapat menggunakan katalis, baik katalis asam (HCl, H₂SO₄) atau katalis basa (NaOCH₃, KOH, NaOH dan sodium metilat). Reaksi ini dipengaruhi oleh beberapa faktor, antara lain suhu, kecepatan pengadukan, jumlah metanol dan pemakaian

katalis. Semakin besar suhu yang digunakan untuk esterifikasi, semakin singkat waktu yang diperlukan untuk bereaksi. Reaksi esterifikasi akan berlangsung lebih cepat bila suhu dinaikkan mendekati titik didih metanol. Kecepatan pengadukan akan berpengaruh terhadap kecepatan reaksi. Semakin tinggi kecepatan pengadukan, metil ester akan semakin cepat terbentuk. Pemakaian metanol berlebih akan mendorong reaksi ke arah pembentukan metil ester. Perbandingan metanol – asam lemak 6 : 1 pada reaksi esterifikasi dengan teknik *batch* akan memberikan metil ester dengan karakteristik terbaik (Gunadi, 1999).

Dietanolamida merupakan surfaktan non-ionik dengan struktur molekul sebagai berikut :



Gugus R merupakan bagian hidrofobik dietanolamida yang biasanya merupakan rantai karbon dari asam laurat sebagai komponen asam lemak terbanyak pada minyak kelapa. Sedangkan bagian hidrofiliknya merupakan molekul yang tidak bermuatan, sehingga disebut sebagai surfaktan non-ionik.

Dietanolamida termasuk kelompok senyawa alkanolamida, yaitu senyawa yang merupakan produk reaksi dari alkanolamina dengan asam lemak, metil ester, atau trigliserida seperti minyak kelapa (Alton E. Bailey 1996). Ada empat kelompok senyawa alkanolamida, yaitu monoetanolamida (MEA), dietanolamida (DEA), monoisopropanolamida (MIPA), dan etoksilat alkanolamida.

Minyak kelapa sebagai bahan baku pembuatan *Coco-diethanolamide* tersusun dari beberapa asam lemak seperti yang terlihat pada Tabel 1.

BAHAN DAN METODE

Bahan dan Peralatan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini terdiri dari minyak kelapa yang diperoleh di pasaran, metanol, KOH, NaOH, sodium metilat, dietanolamina, indikator *phenolphthalein*, HCl, *bromphenol blue*, alkohol, isopropanol dan metil ester. Alat yang digunakan dalam penelitian adalah *reactor Parr* kapasitas satu galon

Tabel 1 Komposisi asam lemak yang terdapat pada minyak kelapa (%)

Asam Lemak	Young (1983)	George (1994)
Asam kaproat (C6:0)	1,20	Tidak terdeteksi
Asam kaprilat (C8:0)	3,4-15	5,60
Asam kaprat (10:0)	3,2-15	5,80
Asam laurat (C12:0)	41-50	46,20
Asam miristat (C14:0)	13-23	18,60
Asam palmitat (C16:0)	4,2-12	10,30
Asam stearat (C18:0)	1,0-4,7	13,10
Asam oleat (C18:0)	3,4-12	8,20
Asam linoleat (C18:2)	0,9-3,7	1,90
Asam linolenat (C18:3)	Tidak terdeteksi	Tidak terdeteksi

Metode

1. Penelitian Pendahuluan

Pada tahap awal penelitian dimulai dengan analisa minyak kelapa sebagai penelitian pendahuluan untuk mengetahui karakteristik dari minyak kelapa dengan menganalisis sifat fisiko kimia minyak sebagai bahan baku yang bisa dikembangkan. Sifat fisiko kimia yang dianalisis meliputi parameter kotoran, kadar air, bilangan iod, kadar asam lemak bebas dan minyak pelikan.

2. Sintesis *coco-diethanolamide* dengan metode langsung

Sintesis *coco-diethanolamide* dengan metode langsung adalah mereaksikan trigliserida yang ada dalam minyak kelapa dengan dietanolamina dalam perbandingan molar 1:6 atau perbandingan berat antara minyak kelapa dan dietanolamina 638g : 630g, menggunakan katalis sodium metilat 0,8%, suhu divariasikan 90°C dan 105°C dengan tekanan 1 atm dan waktu reaksi 90, 120, 150 dan 180 menit.

3. Sintesis *coco-diethanolamide* dengan metode bertingkat

Sintesis dengan cara ini disebut juga cara superamida yaitu mereaksikan dietanol-

amina dengan metil ester, dengan perbandingan molar 1:1, katalis yang digunakan adalah sodium metilat 0,5%. Reaksi berlangsung pada tekanan 1 atm dengan suhu divariasikan 90 °C dan 105°C waktu reaksi 90, 120, 150 dan 180 menit.

Metil ester diperoleh dari esterifikasi trigliserida minyak kelapa dengan kondisi suhu operasi 60°C selama 2 jam menggunakan katalis sodium metilat 0,5% dengan perbandingan molar methanol dan minyak kelapa 6 :1.

4. Analisis produk

Untuk mengetahui terjadinya reaksi, dilakukan analisis pada produk meliputi total amida, warna, pH, berat jenis, viskositas, dan FFA.

HASIL DAN PEMBAHASAN

1. Penelitian Pendahuluan

Minyak kelapa merupakan minyak nabati yang dapat diolah lebih lanjut menjadi turunannya yang banyak dibutuhkan pada industri oleokimia, salah satunya adalah menjadi *coco-diethanolamide*. Hasil analisa sifat fisiko-kimia minyak kelapa yang digunakan dalam penelitian ini dapat dilihat pada Tabel 2.

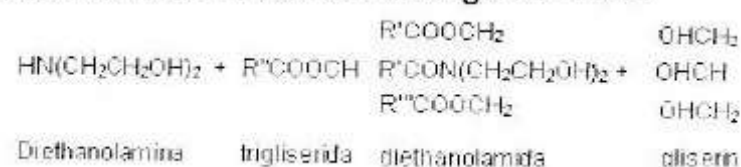
Ternyata asam lemak bebas yang terkandung dalam minyak kelapa cukup tinggi. Namun hal ini masih memungkinkan untuk dilakukannya reaksi esterifikasi dan amidasi pada minyak kelapa, karena ikatan rangkap yang masih ada dapat diurai menjadi ikatan yang lebih sederhana. Kualitas minyak kelapa yang digunakan akan berpengaruh terhadap total amida yang dihasilkan. Semakin kecil kadar asam lemak bebas dalam minyak kelapa yang digunakan, maka akan diperoleh hasil total amida yang lebih besar.

Tabel 2. Sifat fisiko kimia minyak kelapa yang digunakan untuk penelitian

No	Parameter	Hasil uji
1	Kotoran (% berat)	0,66
2	Kadar air (% berat)	0,29
3	Bilangan jod (g jod/100 g contoh)	5,85
4	Asam lemak bebas (% berat)	9,43
5	Minyak pelikan	Negatif

2. Sintesis *Coco-diethanolamide* dengan Metode Langsung

Sintesis secara langsung dalam penelitian ini menggunakan trigliserida dari minyak kelapa yang mempunyai gugus karboksilat dalam struktur senyawanya, dan gugus karboksilat ini bereaksi dengan senyawa yang mengandung gugus nitrogen. Reaksi antara trigliserida dalam minyak kelapa dengan dietanolamina pada perbandingan jumlah molar yang telah ditetapkan secara teoritis akan terbentuk sebagai berikut :



Dari reaksi dapat dilihat bahwa pada cara pertama, antara trigliserida dan dietanolamina dengan perbandingan 1:6 akan dihasilkan senyawa dengan gugus ester amida dan gliserin.

• Asam lemak bebas

Pada metode langsung suhu dan waktu berpengaruh pada kandungan asam lemak bebas dalam produk *coco-diethanolamide*. Dengan adanya pemanasan pada proses amidasi akan menurunkan jumlah asam lemak bebas yang ada dalam produk *coco-diethanolamide*. Turunnya asam lemak dimungkinkan karena putusnya rantai asam lemak menjadi asam lemak bebas berantai pendek yang mudah menguap seperti hidrokarbon dan keton.

Reaksi pembentukan *coco-diethanolamide* dilakukan pada suhu 90°C dan 105°C dengan tekanan 1 atm, waktu reaksi 90, 120, 150 dan 180 menit.

Terhadap *coco-diethanolamide* yang terbentuk dilakukan analisa yang meliputi total amida, viskositas, berat jenis, pH, warna dan asam lemak bebas. Hasil analisa selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 3.

Hal ini nampak bahwa jumlah asam lemak bebas dari minyak kelapa sebelum diproses 9,43%. Sesudah proses amidasi pada percobaan menggunakan suhu 90 °C lama reaksi 90 menit, hasil uji asam lemak bebas 0,0478%. Kandungan asam lemak bebas lebih tinggi untuk waktu reaksi makin lama, terlihat pada waktu reaksi 120 menit kandungan asam lemak bebasnya 0,1382% dan untuk yang 150 menit 0,1957% dan 180 menit 0,1973%.

Apabila suhu reaksi dinaikkan menjadi 105°C, angka asam lemak bebas memberikan besaran yang berbeda pula. Untuk waktu reaksi 90 menit 0,3126% makin lama waktu reaksi yaitu 180 menit asam lemak bebasnya lebih besar yaitu 0,6371%.

• Viskositas dan berat jenis

Viskositas dan berat jenis dari hasil percobaan pada beberapa variabel menunjukkan bahwa, perbedaan perlakuan suhu dan lama waktu reaksi, yaitu suhu 90°C dan 105°C dengan waktu 90 menit, 120, 150 dan 180 menit angka viskositasnya berkisar 692 cP sampai 742 cP. Sedang berat jenis produk *coco-diethanolamide* hasil percobaan berkisar antara 1,01 pada 15/15°C sampai 1,02 pada 15/15°C.

• pH dan warna

Pada hasil uji dari percobaan menunjukkan bahwa untuk perlakuan dengan suhu 90°C pH produk adalah 9,0 sedang pada suhu

Tabel 3 . Produk *coco-diethanolamide* hasil reaksi antara trigliserida dalam minyak kelapa dengan dietanolamina .

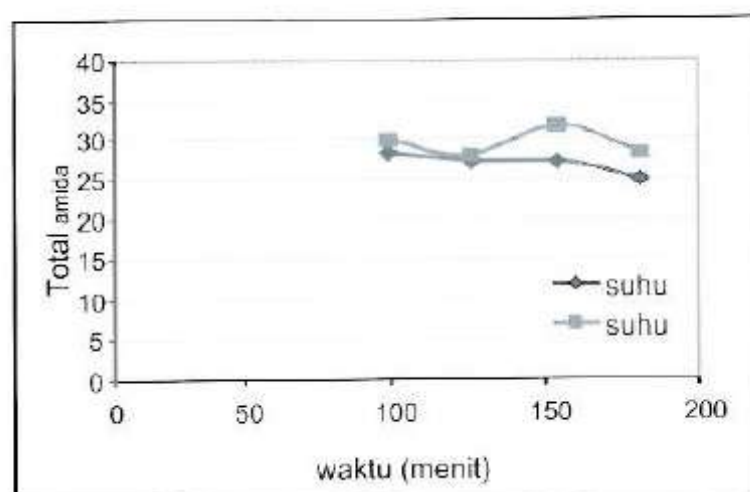
No	Variabel		%FFA	Viskositas cp	Berat jenis	pH	Warna	% total amida
	°C	menit						
1	90	90						
2	90	120	0,1382	705	1,02	9,0	Kuning jernih	28,40
3	90	150	0,1957	710	1,02	9,0	Kuning jernih	31,84
4	90	180	0,1973	712	1,02	9,0	Kuning kuning	28,57
5	105	90	0,3125	690	1,01	8,0	Kuning jernih	28,43
6	105	120	0,5530	699	1,01	8,0	Kuning jernih	27,41
7	105	150	0,5718	730	1,02	8,0	Kuning jernih	27,58
8	105	180	0,6371	742	1,02	8,0	Kuning jernih	25,49

105°C pHnya 8,0. Warna produk yang dihasilkan dari beberapa percobaan warnanya sama yaitu kuning jernih.

• Total amida

Terbentuknya total amida dalam pembuatan dietanolamida pada proses reaksi antara dietanolamina dengan trigliserida dalam minyak kelapa pada suhu 90 °C dengan waktu reaksi berbeda akan memberikan besaran hasil amida yang berbeda pula. Pada waktu reaksi 90 menit total amida yang terbentuk 30,04%. Nilai total amida tertinggi pada waktu reaksi 150 menit, yaitu sebesar 31,84%. Makin lama reaksi berjalan total amida yang terbentuk menjadi turun yaitu 28,57%.

Jika suhu reaksi dinaikkan menjadi 105 °C dengan waktu reaksi 90 menit, 120, 150 dan 180 menit ternyata total amida yang terbentuk makin berkurang. Hasil uji laboratorium menunjukkan bahwa pada waktu reaksi 90 menit, total amida yang terbentuk 28,43% dan pada 180 menit menjadi 25,49%. Hubungan suhu dan lama waktu reaksi terhadap terbentuknya total amida dalam reaksi dapat dilihat pada Gambar 1.



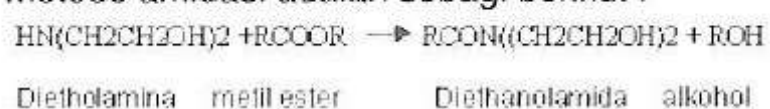
Gambar 1. Hubungan waktu dan suhu terhadap terbentuknya total amina dari hasil reaksi antara trigliserida dengan dietanolamina

mahal untuk konstruksi serta mudah didegradasi.

Metil ester dari minyak kelapa pada reaksi tersebut dapat diperoleh dari esterifikasi minyak kelapa. Proses ini dikenal juga dengan nama alkoholisis atau secara spesifik disebut dengan metanolisis karena menggunakan metanol dalam prosesnya. Reaksi esterifikasi dari asam lemak ini dapat dilihat sebagai berikut :



Reaksi pembuatan *coco-diethanolamide* dari metil ester – dietanolamina dengan metode amidasi adalah sebagai berikut :



Proses dilakukan pada tekanan atmosfer dengan suhu dan waktu divariasi. Variasi suhu yang digunakan 90°C dan 105°C sedangkan variasi waktu yang ditetapkan 90 menit, 120 menit 150 dan 180 menit. Data hasil sintesis *coco-diethanolamide* dengan cara kedua dapat dilihat pada Tabel Tabel 4.

Tabel 4. Produk *coco-diethanolamide* hasil reaksi antara metil ester dengan dietanolamina

NO	Variabel		%FFA	Viskositas cp	Berat jenis	pH	Warna	% total amida
	°C	menit						
1	90	90	0,2238	149	0,8543	10	Kuning jernih	60,63
2	90	120	0,2242	145	0,8573	10	Kuning jernih	61,39
3	90	150	0,2216	91	0,8569	10	Kuning jernih	57,73
4	90	180	0,2547	80	0,8794	10	Kuning kuning	50,03
5	105	90	0,5673	139	0,8878	10	Kuning jernih	45,87
6	105	120	0,5381	120	0,8763	10	Kuning jernih	46,98
7	105	150	0,4190	87	0,8877	10	Kuning jernih	42,28
8	105	180	0,3690	78	0,8200	10	Kuning jernih	32,93

• Berat jenis , pH dan warna

Hasil uji laboratorium untuk berat jenis , pH dan warna pada pembuatan *coco-diethanolamide* dengan cara yang kedua, baik pada suhu operasi 90°C maupun 105°C hasil analisa untuk berat jenis berkisar antara 0,8200 sampai 0,8877 dan pHnya 10,0. Sedang warna dari produk yang dihasilkan dari beberapa percobaan adalah kuning jernih.

• Asam lemak bebas dan viskositas

Asam lemak bebas yang ada dalam metil ester sebelum diamidasi besarnya 0,94% dengan pemanasan suhu 90°C dan 105°C pada percobaan ini besarnya berkisar antara 0,2238% - 0,5673%. Viskositas untuk suhu 90°C waktu 90 menit 149 cP. Makin lama waktu reaksi yaitu 180 menit viskositas turun menjadi 80 cP.

Bila suhu proses dinaikkan menjadi 105°C viskositasnya mengalami penurunan pula yaitu untuk waktu reaksi 90 menit 139 cP sedang 180 menit 78 cP. Pada cara kedua suhu dan waktu reaksi berpengaruh pada besaran nilai viskositas.

• Total amida

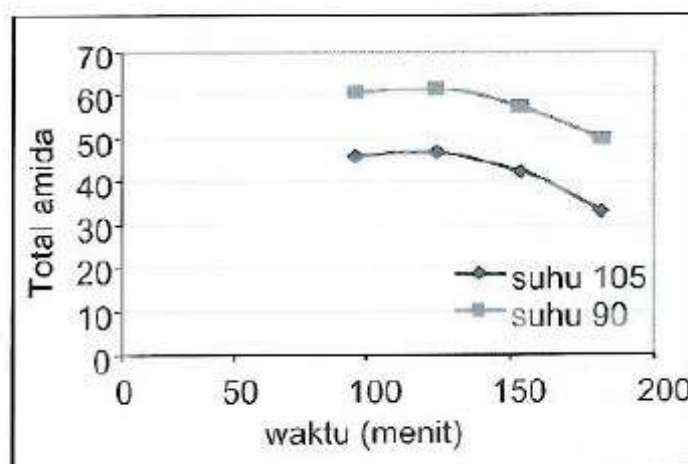
Pada suhu 90°C dan waktu 90 menit, total amida yang terbentuk adalah 60,63% dan untuk 120 menit adalah 61,39%. Namun dengan waktu reaksi 180 menit total amida turun menjadi 50,03%.

Pada percobaan cara kedua dapat dilihat bahwa suhu operasi mempengaruhi terbentuknya total amida. Pada suhu 90°C dan 105°C dengan waktu reaksi yang sama 120 menit, total amida yang terbentuk tidak sama. Total amida yang terbentuk dengan suhu 90°C adalah 61,39% dan dengan suhu 105°C adalah 46,98% (Gambar 2).

Informasi dari industri kosmetik menyatakan bahwa salah satu persyaratan surfaktan yang dapat digunakan harus mempunyai total amida 60%.

KESIMPULAN

Coco-diethanolamide dapat diperoleh dengan cara mereaksikan minyak kelapa atau metil ester dengan dietanolamina. Metode bertingkat memberikan kadar total amida lebih tinggi dan viskositas rendah bila dibanding dengan yang menggunakan metode langsung,



Gambar 2. Hubungan waktu dan suhu terhadap terbentuknya total amida dari hasil reaksi antara metil ester dengan dietanolamina

karena proses esterifikasi merubah trigliserida menjadi ester. Dengan proses amidasi ester bereaksi sempurna membentuk amida. Dari hasil penelitian diatas dapat disimpulkan bahwa :

- Dari sintesis *coco-diethanolamide* dengan metode langsung diperoleh : total amida berkisar 25,49 – 31,84%, viskositas cenderung besar 692 – 742 Cp, berat jenis 1,02, dengan pH 8,0 – 9,0 dan asam lemak bebas (FFA) terendah 0,0478 dan tertinggi 0,6371 %.
- Sedangkan dengan menggunakan metode bertingkat diperoleh data : total amida terendah 32,93% dan tertinggi 61,39%, viskositas 78 – 149 Cp, berat jenis 0,8200 - 0, 8878, pH 10,0 dan asam lemak bebasnya 0,2238 – 0, 5673%.
- Hasil optimal dari penelitian yang dilakukan adalah menggunakan metode bertingkat dengan perbandingan molar 1 : 1 pada kondisi proses suhu 90°C, waktu 120 menit, pH 10,0. Karakteristik *Coco-diethanolamide* yang dihasilkan adalah : total amida 61,39%, viskositas 145 cp, berat jenis 0,8537 dengan kadar FFA 0,224 % .

DAFTAR PUSTAKA

1. Alton E. Bailey. 1996. *Bailey Industrial Oil and Fat Products : Vol. Industry and Consumer Nonedible Products from Oil and Fats*. Jhon Wiley & Sons, New York.
2. Boocock, D.G.B, S.K. Konar, Mao, C. Lee, & S. Buligan. 1998. Fast Formation of High-Purity Methyl Esters from Vegetable Oils. *JAOCS* (75) : 1167-1172

3. Darnoko, D & M. Cheryan. 2000. Continuous Production of Palm Methyl Esters. *JAOCS* (77) : 1269-1272.
4. Gunadi, F. 1999. Pemanfaatan Minyak Goreng Bekas sebagai Bahan Baku Ester Metilat. Skripsi. Fakultas Teknologi Pertanian Institut Pertanian Bogor, Bogor.
5. Hui, Y.H. 1996. Bailey's Industrial Oil and Fat Products : *Edible Oil and Fat products Oil and Oilseeds*. Jhon Wiley & Sons, New York.
6. Ketaren, S. 1986. *Pengantar Teknologi Minyak dan Lemak Pangan*. UI Press, Jakarta.
7. Nuryanto, E & S. Sadi. 1996. Pembuatan Senyawa N-etanolalkil amida dari asam lemak sawit. Puspitek Serpong, Jakarta.
8. Spitz, L. 1996. *Soap and Detergents : A Theoretical and Practical Review*. American Oils Chemists Society Champaign, Illinois.
9. Supple, B, R. Howard-Hiddige, E. Gonzalez, & J.J. Leahy. 2002. The Effect of Steam Treating Waste Cooking Oil on the Yield of Methyl Ester. *JAOCS* (79) : 175-178.