

PENGARUH SUHU DAN KECEPATAN PENGADUKAN PADA PROSES PEMBUATAN SURFAKTAN NATRIUM LIGNOSULFONAT DARI TEMPURUNG KELAPA

Jhon Peri Rinaldo Sirait, Nico Sihombing, Zuhrina Masyithah
Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Sumatera Utara,
Jalan Almamater Kampus USU Medan 20155, Indonesia
Email: jhonrait@ymail.com

Abstrak

Tempurung kelapa merupakan limbah pertanian yang mempunyai nilai ekonomis yang rendah. Penelitian ini bertujuan untuk memanfaatkan limbah tempurung kelapa untuk bahan baku pembuatan surfaktan. Dasar pemanfaatan ini adalah karena kandungan lignin yang cukup besar, yaitu sekitar 29,4%. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui isolasi lignin dengan penambahan katalis NaOH dan penambahan H₂SO₄ serta identifikasi lignin, mengamati pengaruh temperatur dan kecepatan pengadukan pada proses pembuatan surfaktan. Penelitian dilakukan menggunakan reaktor labu leher tiga pada suhu 100 °C, 110 °C, 120 °C, waktu reaksi 3 jam, pH 6, kecepatan pengadukan 80 rpm, 90 rpm, 100 rpm dan bahan baku tempurung kelapa. Tempurung kelapa kering dihaluskan dan dikumpulkan serbuknya sebagai bahan baku. Serbuk tempurung kelapa direaksikan dengan larutan natrium bisulfit dengan perbandingan 1:0,5. Hasilnya disaring sehingga dihasilkan residu dan filtrat. Filtrat yang mengandung surfaktan hasil reaksi dianalisis dengan metode spektrofotometri FT-IR. Berdasarkan penelitian didapatkan kemurnian surfaktan maksimal pada penggunaan natrium bisulfit dengan perbandingan reaktan 1:0,5; kecepatan 100 rpm dan suhu 120 °C.

Kata kunci : surfaktan, tempurung kelapa, spektrofotometri FT-IR, spektrofotometri UV-Visible

Abstract

Coconut shell is one of agricultural wastes that having low commercial value. This research is objected to use coconut shell as the base material of producing surfactant. The use of coconut shell is basically due to its content of lignin, about 29,4%. The objective of this research is to obtain isolate lignin with increasing chatalis NaOH and H₂SO₄ with lignin identification, the effect of temperature and agitation rate of producing surfactant. The research was done in a reactor with temperature of 100 °C, 110 °C, 120 °C, 3 hours reaction time, pH 6, 80 rpm, 90 rpm, 100 rpm agitation rate, and coconut shell as the base material. Dry coconut shell is grinded and the powder is collected to be reacted. The coconut shell powder is reacted with sodium bisulfite solution with variation in ratio of 1:0,5. The product is filtered to get filtrate and residue. The filtrate is further analyzed by using the FT-IR spectrophotometry method. From the research we get maximum purity of surfactant at sodium bisulfite with reactant ratio of 1:0,5; Speed 100 rpm and temperature 120 °C.

Keywords : surfactant, coconut shell, FT-IR spectroscopy, UV-Visible spectroscopy

Pendahuluan

Latar Belakang

Surfaktan adalah zat seperti deterjen yang ditambahkan pada cairan untuk meningkatkan sifat penyebaran atau pembasahan dengan menurunkan tegangan permukaan cairan khususnya air. Lignosulfonat juga disebut lignin sulfonat atau *sulphite lignin* merupakan suatu surfaktan yang dihasilkan dari proses sulfite pulping pada kayu. Pada proses *sulphite pulping*, lignin dibuat larut dalam solven polar (air) melalui proses sulfonasi dan hidrolisis [5]. Keberhasilan isolasi lignin dipengaruhi oleh kondisi optimum pada saat pengasaman dan proses pemisahannya [6]. Keberhasilan proses sintesis senyawa lignosulfonat dipengaruhi oleh suhu, pH, konsentrasi bisulfit dan lama [2].

Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Isolasi lignin dengan penambahan katalis NaOH dan H₂SO₄ serta identifikasi lignin.
2. Mengetahui pengaruh temperatur dan kecepatan pengadukan pada proses pembuatan surfaktan.

Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian yang dilakukan adalah dapat memberikan pengetahuan pada peneliti serta masyarakat umum proses pembuatan surfaktan natrium lignosulfonat dari tempurung kelapa.

Lignosulfonat adalah lignin yang mengandung gugus sulfonat dan merupakan salah satu senyawa larut air, yang dapat diproduksi dari bahan nabati [1].

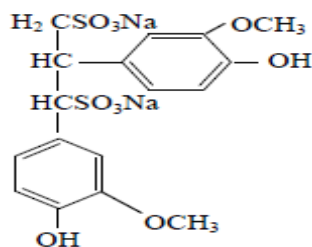
Teori

Lignin dapat diisolasi dari kayu bebas ekstraktif sebagai yang tidak larut setelah penghilangan polisakarida dengan hidrolisis. Secara alternatif, lignin dapat dihidrolisis dan diekstraksi dari kayu atau diubah menjadi turunan yang larut. Menurut Achmadi [1] sifat-sifat lignin yang disebabkan oleh struktur molekul dan letaknya dalam dinding sel menyebabkan isolasi lignin dalam bentuk tak berubah, belum dapat dilakukan.

Semua metode isolasi menunjukkan kekurangan, baik secara mendasar mengubah struktur lignin asli maupun melepaskan bagian lignin yang nisbi tak berubah. Metode isolasi lignin terbagi dalam dua kelompok, yaitu:

- a. Metode yang menghasilkan lignin sebagai sisa (residu).
- b. Metode yang melarutkan lignin, baik dengan ekstraksi pelarut atau membentuk turunan yang larut.

Struktur senyawa lignosulfonat yang diusulkan oleh Gargulak dan Lebo (2000) [4] dapat dilihat pada gambar 1 di bawah.



Gambar 1. Struktur Senyawa Natrium Lignosulfonat

Senyawa lignosulfonat dapat diperoleh dari:

1. Larutan sisa pemasak limbah pulp (lindi hitam) proses sulfit dengan cara ultrafiltrasi.
2. Proses sulfonasi isolat lignin.

Tabel 1. Karakteristik Natrium Lignosulfonat (NLS) Komersil [6]

Karakteristik	NLS Standar Komersial
Kemurnian, %	80,00
pH: 20% larutan	7,50
Gula pereduksi, %	7,00
Kandungan air, %	7,00
Berat jenis, kg/m ³	368,42

Metodologi Penelitian

Bahan baku yang digunakan dalam penelitian ini adalah tempurung kelapa, larutan pemasak etanol 96 % : air (1:1), katalis NaOH 10 %, benzene : etanol 96 % (2:1, v/v) sebagai ekstraktor, NaHSO₃ sebagai perekasi pembuatan surfaktan natrium lignosulfonat, sedangkan air (H₂O) sebagai pelarut. Tempurung kelapa dibersihkan, dikeringkan, kemudian digiling. Kemudian diayak melewati 100 mesh dan dikeringkan di oven pada suhu 60 °C selama 16 jam. Kemudian diekstraksi dengan menggunakan benzene : etanol 96 % (2:1, v/v) selama 6 jam untuk memperoleh tempurung kelapa bebas ekstraktif. Pada proses isolasi lignin, serbuk tempurung kelapa bebas ekstraktif 250 gr dimasukkan pada digester dengan penambahan larutan pemasak 10 : 1 v/b, ditambahkan katalis NaOH 10 %. Campuran kemudian dimasak pada digester hingga mencapai suhu 170 °C kemudian dipertahankan selama 1 jam pada suhu tersebut. Lindi hitam (lignin terlarut) kemudian disaring dengan kain. Kemudian disentrifuse dengan kecepatan 4500 rpm selama 20 menit, akan terbentuk endapan. Endapan kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 60 °C selama 16 jam. Pada proses pembuatan surfaktan natrium lignosulfonat, sebanyak 5 gr lignin dicampurkan dengan NaHSO₃ dengan perbandingan 1:0,5; lalu disuspensikan dalam 150 ml air. Lignin disuspensikan dalam labu leher tiga ukuran 500 ml menggunakan pengaduk. Kemudian pH diatur 6 dengan penambahan NaOH 15 %. Campuran selanjutnya direfluks pada suhu 100 °C, 110 °C, 120 °C sambil dilakukan pengadukan dengan alat pengaduk (80 rpm, 90 rpm, 100 rpm), agar campuran reaksi sempurna, dengan pemanas listrik selama 3 jam. Surfaktan pekat yang diperoleh dikeringkan dalam oven pada suhu 60 °C hingga berat rendemennya konstan.

Analisa Lignin

Analisa yang dilakukan adalah analisa lignin yang dihasilkan dengan spektroskopi FT-IR, analisa kemurnian surfaktan dengan menggunakan spektrofotometri UV-Visible dan penentuan kemurnian NaLS, analisa tegangan permukaan (*Surface Tension*) dan analisa nilai HLB (*Hydrophylic-Lipophylic Balance*) dan penentuan nilai HLB (*Hydrophylic-Lipophylic Balance*).

Hasil Dan Pembahasan

Analisa dengan Spektrofotometer FT-IR

Identifikasi Surfaktan Natrium Ligosulfonat hasil sulfonasi menggunakan spektrofotometer FT-IR dimaksudkan untuk melihat mekanisme reaksi sulfonasi lignin membentuk surfaktan natrium ligosulfonat. Mekanisme reaksi sulfonasi lignin melalui substitusi SO₃ dengan gugus -OH; C= serta gugus guaiasil (metoksil). Natrium ligosulfonat standart dari Aldrich (NLS Aldrich) sebagai pembanding.

Tabel 2. Pencirian gugus fungsi NaLS Aldrich dan NaLS 1:0,5 [3]

Bilangan Gel. NaLS Aldrich (cm ⁻¹)	Bilangan Gel. NaLS 1:0,5 (cm ⁻¹)	Gugus Fungsi
1120-1230	1220,94	SO ₃
1005-1055	1080,14	S=O
750-1000	829,39	S-O

Pada Gambar 2 dan Gambar 3, hasil identifikasi gugus fungsi dengan spektrofotometer FT-IR, surfaktan natrium ligosulfonat menunjukkan pola serapan pada daerah bilangan gelombang yang mirip dengan NLS Aldrich.

Analisa dengan Spektrofotometri UV-Visible
Perhitungan % kemurnian NaLS

Dari analisa diperoleh data:

$$A_{232} = 0,054$$

$$FP = 1000$$

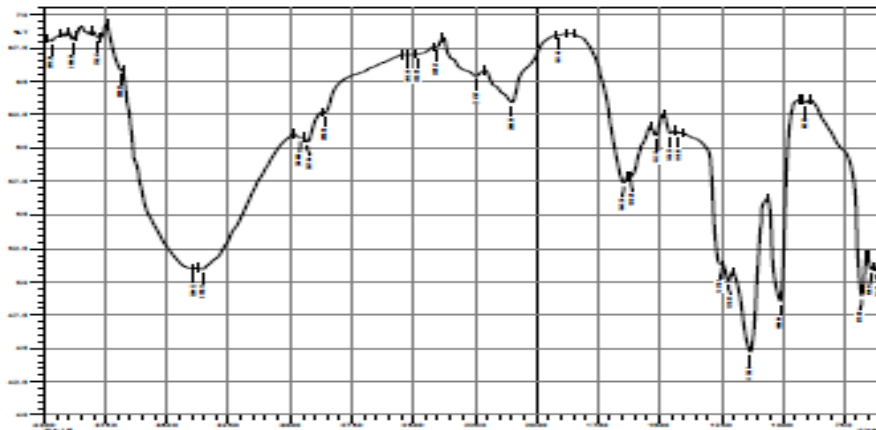
$$g = 0,002$$

maka:

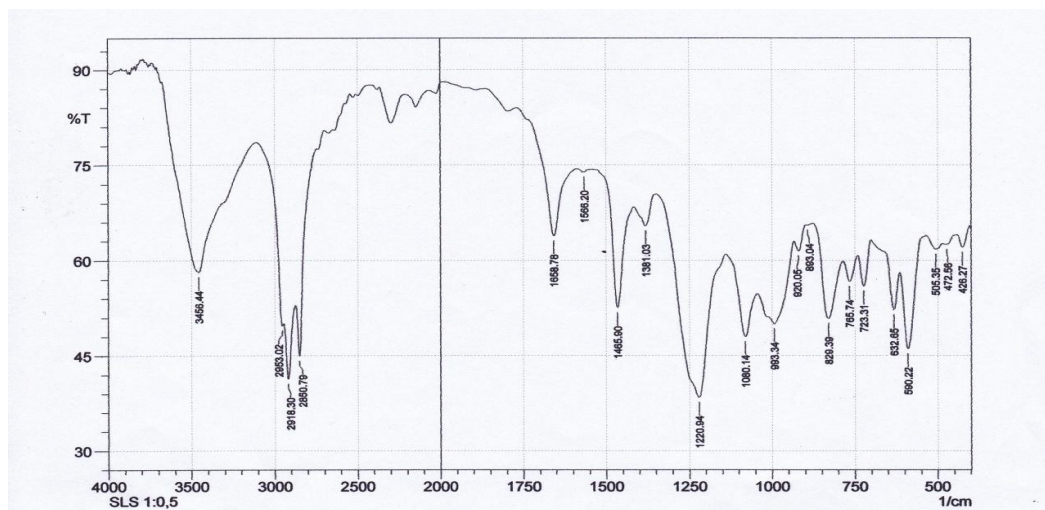
$$\% \text{ Kemurnian NaLS} = \frac{A_{232} \times FP}{Faktor \times g \times 10}$$

$$\% \text{ Kemurnian NaLS} = \frac{0,054 \times 1000}{35 \times 0,002 \times 10}$$

$$\% \text{ Kemurnian NaLS} = 77,14 \%$$



Gambar 2. Spektrum FT-IR NaLS Aldrich [3]



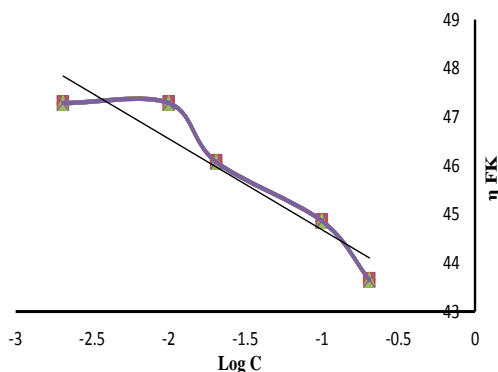
Gambar 3. Spektrum FT-IR NaLS dengan perbandingan reaktan 1:0,5, temperature 120°C dan 100 rpm

Penentuan Tegangan Permukaan dan Nilai HLB Natrium Lignosulfonat

Penentuan Tegangan Permukaan dan Nilai HLB Natrium Lignosulfonat dengan Perbandingan Reaktan 1:0,5; 120 °C dan 100 rpm.

Tabel 3. Tegangan Permukaan dengan Perbandingan Reaktan 1:0,5; 120 °C dan 100 rpm

C	η	FK	η.FK	Log C
1x10 ⁻³	40	1,2125	48,5	-3
2x10 ⁻³	39	1,2125	47,2875	-2,69
1x10 ⁻²	39	1,2125	47,2875	-2
2x10 ⁻²	38	1,2125	46,075	-1,69
1x10 ⁻¹	37	1,2125	44,8625	-1
2x10 ⁻¹	36	1,2125	43,65	-0,69



Gambar 4. Grafik Hubungan Log c vs ηFK

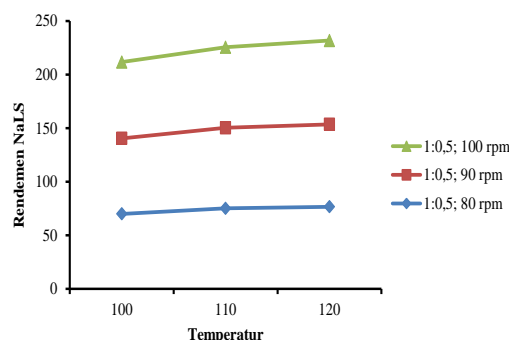
Dari Gambar 4, diperoleh nilai $C_w = -1,345$
Perhitungan :

$$\begin{aligned} \text{Log } C_w &= -1,345 \\ C_w &= 0,0452 \\ C_o &= 100 - C_w \\ &= 99,9548 \end{aligned}$$

Maka:

$$\begin{aligned} \text{HLB} &= 7 - 0,36 \ln \frac{C_o}{C_w} \\ &= 7 - 0,36 \ln \frac{99,9548}{0,0452} \\ &= 7 - 0,36(7,7014) \\ &= 4,2275 \end{aligned}$$

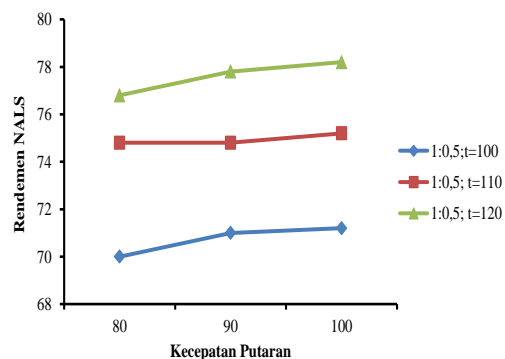
Pengaruh Temperatur pada Proses Pembuatan Surfaktan Natrium Lignosulfonat



Gambar 5. Grafik Hubungan rendemen surfaktan NaLS Vs Temperatur

Dalam Gambar 5 ditunjukkan hubungan antara rendemen surfaktan NaLS dengan temperatur. Perubahan temperatur dari 100 °C sampai 120 °C memberikan kenaikan yang positif terhadap rendemen sodium lignosulfonat yang dihasilkan, yaitu dari 70 % - 78,2 %.

Pengaruh Kecepatan Pengadukan pada Proses Pembuatan Surfaktan Natrium Lignosulfonat



Gambar 6. Grafik Hubungan rendemen surfaktan NaLS Vs Kecepatan Putaran

Dalam Gambar 6 ditunjukkan hubungan antara rendemen surfaktan NaLS dengan kecepatan putaran. Perubahan kecepatan pengadukan dari 80 rpm sampai 100 rpm memberikan kenaikan yang positif terhadap rendemen sodium lignosulfonat yang dihasilkan, walaupun pengaruhnya rendah. Pada perbandingan reaktan 1;0,5 (b/b) dan temperatur 120 °C terjadi peningkatan rendemen sodium lignosulfonat dari kecepatan pengadukan 80 rpm - 100 rpm, yaitu dari 76,8 % - 78,2 %.

Kesimpulan

Hasil yang diperoleh dari penelitian ini menunjukkan bahwa:

1. Penambahan katalis natrium hidroksida (NaOH) berfungsi untuk mendegradasi dan melarutkan lignin sehingga mudah dipisahkan dari selulosa dan hemiselulosa.
2. Penambahan asam sulfat (H_2SO_4 15 %) sampai pH 2 pada saat pentitrasi sangat berpengaruh terhadap kadar isolat lignin yang dihasilkan, Penambahan H_2SO_4 15 % juga berpengaruh terhadap rendemen dan tingkat kemurnian isolat lignin.
3. Kemurnian surfaktan natrium lignosulfonat yang dihasilkan dengan perbandingan reaktan 1:0,5; suhu reaksi $120^\circ C$ dan pengadukan 100 rpm adalah 78,2%.
4. Nilai HLB (*Hidrophile-Lipophile Balance*) surfaktan natrium lignosulfonat yang dihasilkan dengan perbandingan reaktan 1:05 dengan suhu reaksi $120^\circ C$, dan pengadukan 100 rpm adalah 4,2275.

Daftar Pustaka

- [1] Achmadi, S.S, Kimia Kayu, Departemen Pendidikan dan Kebudayaan, Direktorat Pendidikan Tinggi, Pusat Antar Universitas Bioteknologi, Institut Teknologi Bogor, Bogor, 1990.
- [2] Ani Suryani, Djumali Mangunwijaya, Erliza Hambali dan Kosi Anwar, Tesis, Proses Optimasi Suhu dan Konsentrasi Sodium Bisulfit pada Pembuatan Sodium lignosulfonat Berbasis Tandan Kosong Kelapa Sawit, Fakultas Teknologi, Pertanian Institut Pertanian Bogor, Bogor, 2007.
- [3] Fengel. D dan Wegener. G, Kimia, Ultra struktur, Reaksi-reaksi. Edisi 2, Terjemahan dari Wood: Chemistry, Ultra Structure, Reactions, Sastrohamidjojo, penerjemah; Prawirohatmodjo, penyunting, Gajah Mada University Press, Yogyakarta, 1995.
- [4] Ismiyati, Disertasi, Perancangan proses sulfonasi lignin menjadi surfaktan natrium lignosulfonat (NLS), Institut Pertanian Bogor, Bogor, 2008.
- [5] Kirk, R.E. and Othmer, D.P., Encyklopedia of Chemichal Technology, Fourth Edition, Volume 14, John Willey and Sons Inc, New York, 1981.
- [6] Wesco Technology, Ltd, Typical properties of weschem ammonium lignosulfonat, calcium lignosulfonat, sodium lignosulfonat, zinc lignosulfonat, 1995, www.wtl.com/aprops.html, diakses tanggal 15 September 2011.