

Sintesis dan Karakterisasi Ester Sukrosa Asam Lemak sebagai Surfaktan

Synthesizing and Characterization of Fatty Acid Sucrose Ester as Surfactant

Simping Yuliatun¹⁾, Ghuftron Bisri Mustofa²⁾
dan Reza Rodhatul Janah²⁾

1) Pusat Penelitian Perkebunan Gula Indonesia, Pasuruan

2) Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta

Alamat korespondensi, Email: simping7@gmail.com

ABSTRAK

Surfaktan ester sukrosa asam lemak (ESAL) bersifat *biodegradable* dan banyak digunakan dalam bidang makanan, kosmetik dan produk pembersih karena dapat bersifat sebagai pengemulsi, pembusa dan bahan dispersan. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui karakteristik produk ESAL yang disintesis menggunakan jenis katalis basa karbonat serta pengemulsi kalium asam lemak. Proses sintesis surfaktan ini diawali dengan pembuatan ester metil asam lemak (EMAL) dari minyak sawit, selanjutnya dilakukan reaksi transesterifikasi antara EMAL dengan sukrosa dan ditentukan derajat esterifikasinya. Reaksi ini menggunakan variasi perlakuan jenis pengemulsi berupa kalium palmitat dan kalium stearat, serta jenis katalis berupa K_2CO_3 dan Na_2CO_3 . Tiap perlakuan dilakukan dengan 3 kali ulangan. ESAL yang dihasilkan dikarakterisasi untuk parameter derajat esterifikasi, tegangan permukaan, konsentrasi misel kritis (KMK) dan kesetimbangan hidrofilik lipofilik (KHL). Hasil penelitian menunjukkan hasil ESAL yang tertinggi diperoleh pada reaksi transesterifikasi menggunakan katalis kalium karbonat dan pengemulsi kalium stearat. ESAL yang dihasilkan dari reaksi tersebut sebesar 14,73% dengan derajat esterifikasi sebesar $12,74 \pm 0,51\%$. Karakteristik dari surfaktan ESAL yang dihasilkan adalah tegangan permukaan $10,68 \pm 0,51$ dyne/cm, KMK $15,0 \pm 0,2$ ppm, nilai KHL sebesar 17,58.

Kata kunci: surfaktan, ester sukrosa asam lemak, katalis, pengemulsi

ABSTRACT

Fatty acid sucrose ester (FASE) surfactant is biodegradable and is widely used on food, cosmetics and cleaning products because it's properties as an emulsifier, foamer and dispersant agent. The objective of this research is to determine the characteristics of FASE products synthesized using carbonate base catalists and potassium fatty acid emulsifiers. The synthesis process of this surfactant is started with the synthesis of fatty acid methyl ester (FAME) from palm oil, followed by transesterification reaction between FAME and sucrose, then the degree of esterification is determined. The experimental design used was a completely randomized with 2 factors, there were transesterification catalyst (K_2CO_3 and Na_2CO_3) and the emulsifier (potassium stearate and potassium palmitate). Each treatment was repeated three times. The resulting FASE surfactants were characterized for the parameters of degree of esterification, surface tension, critical micelle concentration (CMC) and hydrophilic lipophilic balance (HLB). The results showed that the highest FASE result was obtained in the transesterification reaction using potassium carbonate catalyst and potassium stearate emulsifier. The FASE yield from the reaction was 14.73% with an esterification degree of $12.74 \pm 0.51\%$. The characteristics of the FASE surfactant produced were a surface tension 10.68 ± 0.51 dyne / cm, CMC 15.0 ± 0.2 ppm, and HLB value of 17.58.

Keywords: surfactant, sucrose ester, catalyst, emulsifier

PENDAHULUAN

Surfaktan adalah sekelompok molekul amfifilik yaitu memiliki domain hidrofobik dan hidrofilik (Nagtode *et al.*, 2023), memiliki kemampuan untuk mengurangi tegangan permukaan antara dua permukaan atau antar muka. Adanya surfaktan bila ditambahkan cairan cenderung mengumpul di permukaan dengan bagian hidrofiliknya menghadap ke air dan bagian hidrofobiknya menjauhi air. Interaksi antara molekul-molekul cairan berkurang, karena surfaktan mengganggu gaya kohesi diantara molekul air, sehingga terjadi pengurangan tegangan permukaan. Tegangan permukaan yang lebih rendah nilainya, permukaan cairan menjadi lebih "lembut", memungkinkan berbagai proses, seperti emulsi, pembersihan, dan dispersi dapat terjadi dengan lebih mudah.

Surfaktan ester sukrosa adalah salah satu jenis surfaktan anionik yang bersifat *biodegradable* (Nagtode *et al.*, 2023) dan ramah lingkungan. Sifat karakteristik surfaktan ester sukrosa ditentukan oleh kesetimbangan gugus hidrofilik dan gugus lipofilik. Sintesa surfaktan ester sukrosa asam lemak adalah proses kimia yang melibatkan reaksi antara sukrosa (gula) dan asam lemak untuk menghasilkan senyawa yang dikenal sebagai ester sukrosa. Surfaktan ester sukrosa ini banyak digunakan dalam berbagai aplikasi, termasuk makanan, kosmetik, dan produk pembersih, karena dapat bersifat sebagai pengemulsi, pembusa, dan bahan dispersan.

Beberapa faktor dalam proses sintesis dapat mempengaruhi hasil (*yield*) dan karakteristik produk. Dua faktor yang penting adalah jenis katalis yang digunakan dan jenis pengemulsi yang terlibat dalam reaksi. Katalis adalah senyawa yang mempercepat laju reaksi kimia tanpa terpengaruh secara permanen oleh reaksi tersebut. Jenis katalis yang digunakan dalam sintesis ester sukrosa asam lemak dapat mempengaruhi efisiensi reaksi, tingkat esterifikasi, dan karakteristik akhir produk.

Katalis asam berfungsi mendorong reaksi transesterifikasi. Katalis ini dapat mempercepat reaksi, tetapi mungkin juga menyebabkan bersifat korosif. Katalis basa relatif lebih aman dibandingkan katalis asam. Natrium hidroksida dapat digunakan untuk reaksi transesterifikasi. Namun demikian, katalis NaOH ini menghasilkan air yang dapat menghidrolisa ester yang dihasilkan (Schuchardt *et al.*, 1998).

Pengemulsi adalah zat yang membantu penggabungan dua fase yang biasanya tidak bercampur, seperti minyak dan air. Jenis pengemulsi non-ionik tidak bermuatan dan cenderung lebih lembut pada sistem reaksi. Pengemulsi jenis ini dapat membantu menciptakan lingkungan reaksi yang lebih stabil dan meminimalkan pembentukan produk samping. Pengemulsi ionik memiliki muatan dan dapat memiliki efek yang lebih kuat pada proses reaksi. Pengemulsi jenis ini dapat meningkatkan efisiensi reaksi tetapi mungkin juga menyebabkan pembentukan busa yang berlebihan atau perubahan lain dalam karakteristik produk.

Natrium karbonat dan kalium karbonat termasuk katalis basa (alkali) dalam reaksi transesterifikasi (Hamid, 2021). Sifat pengemulsi juga terdapat pada campuran kalium stearat-palmitat (Ansmann, 1988). Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari penggunaan katalis basa karbonat yaitu Na_2CO_3 dan K_2CO_3 serta jenis pengemulsi berupa kalium stearat dan kalium palmitat terhadap karakteristik produk sintesa ester sukrosa asam lemak (ESAL) yang dihasilkannya.

METODE

Waktu dan tempat penelitian:

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Penelitian Pasca Panen, Pusat Penelitian Perkebunan Gula Indonesia, Pasuruan. Waktu penelitian dilakukan bulan Februari - April 2022.

Bahan dan alat

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah minyak kelapa sawit, sukrosa, metanol, etanol, NaHCO_3 , MgSO_4 , akuades, indikator PP, HCl , KOH , isopropanol, *toluena*, asam palmitat, asam stearat, K_2CO_3 , Na_2CO_3 , petroleum eter, dan asam asetat glasial.

Alat yang digunakan dalam penelitian adalah seperangkat alat refluks; gelas beker; elenmeyer, labu ukur; labu alas bulat; *magnetic stirrer*; corong pisah; kertas saring; buret; pipa kapiler; jangka sorong; dan neraca analitik.

Prosedur penelitian

Sintesa ester metil asam lemak (EMAL)

Minyak sawit ditambahkan KOH sebanyak 1% dari berat minyak yang dilarutkan ke dalam methanol. Campuran direfluks selama 2 jam pada suhu $60\text{ }^\circ\text{C}$. Setelah refluks selesai, Campuran didiamkan hingga dingin, dan dilakukan pemisahan. Fase air diambil, dan fase organik ditambahkan dengan larutan NaHCO_3 dan dikocok sehingga membentuk 2 lapisan sebagai fase air dan fase organik. Fase air dan fase organik dipisahkan ke dalam gelas beker. Fase organik ditambahkan MgSO_4 . Campuran disaring menggunakan kertas saring. EMAL yang sudah terbentuk ditimbang, dan diidentifikasi angka asam dan angka penyabunannya (Arita *et al.*, 2008)

Penentuan angka asam

Isopropanol dan *toluena* dengan perbandingan dengan skala 1:1 sebanyak 15 ml ditambahkan indikator PP 2 tetes kemudian dititrasi menggunakan KOH 0,1 N. Sampel sebanyak 5 g ditambahkan ke dalam campuran yang sudah dititrasi kemudian dilakukan titrasi ulang sampai warna berubah menjadi merah muda (ASTM D664).

Penentuan angka penyabunan

Sampel sebanyak 2,5 g ditambah 25 ml KOH kemudian dimasukkan ke dalam erlenmeyer. Campuran larutan direfluks selama 1 jam dengan suhu $60\text{ }^\circ\text{C}$. Larutan didinginkan, dan ditambah indikator PP sebanyak 2 tetes selanjutnya dititrasi dengan larutan HCl 0,5 N (Pearson, 1976).

Sintesa ester sukrosa asam lemak (ESAL)

Rancangan percobaan dilakukan dengan rancangan acak lengkap faktorial dengan 2 faktor yaitu faktor penggunaan katalis dan pengemulsi. Katalis yang digunakan berupa Na_2CO_3 dan K_2CO_3 . Pengemulsi yang digunakan berupa kalium stearat dan kalium palmitat. Tiap perlakuan percobaan dilakukan dengan 3 kali ulangan.

Pembuatan sukrosa ester ini digunakan perbandingan skala 2:4:1:1 dengan urutan sukrosa : EMAL : pengemulsi : katalis. Percobaan ini dilakukan dengan menggunakan katalis K_2CO_3 dan Na_2CO_3 , dan pengemulsi kalium stearat dan kalium palmitat.

EMAL yang telah diperoleh dari percobaan sebelumnya ditambahkan sukrosa dan pengemulsi (kalium stearat atau kalium palmitat), serta katalis (K_2CO_3 atau K_2CO_3). Campuran direfluks selama 5 jam dengan suhu $120 - 140\text{ }^\circ\text{C}$. Setelah refluks selesai kemudian dibiarkan dingin, selanjutnya ditambah asam asetat glasial sebanyak 10% dan direfluks kembali pada suhu $50\text{ }^\circ\text{C}$ selama 1 jam. Campuran dibiarkan dingin dan dipisahkan menggunakan corong pisah. Lapisan bawah disisihkan. Lapisan atas ditambahkan petroleum eter dan digojok merata untuk selanjutnya dibiarkan membentuk 2 lapisan. Lapisan bawah yang terbentuk merupakan ESAL dan lapisan atas merupakan sisa dari EMAL dan garam-garam lainnya. ESAL yang terbentuk diuji derajat esterifikasinya, tegangan permukaan, kesetimbangan hidrofilik dan lipofilik (KHL), dan konsentrasi misel kritis (KMK) (Martoyo, 1995 dengan sedikit modifikasi).

Penentuan derajat esterifikasi ester sukrosa asam lemak

Derajat ester (DE) ditentukan secara titrimetrik dengan metoda Sayah *et al.* (2016). Sampel ditambahkan akuades 25 ml dan ditambah PP 2 tetes, selanjutnya dititrasi dengan larutan NaOH 0,25M untuk menetralisasi asam-asam bebas. Volume NaOH untuk titrasi dicatat sebagai V1. Selanjutnya campuran tersebut ditambahkan 10 ml larutan NaOH 0,25M dan di aduk selama 30 menit, kemudian ditambahkan 10 ml HCl 0,25M dan diaduk hingga warna merah muda hilang. Sisa HCl yang ada dicampuran dititrasi dengan larutan NaOH 0,1N. Volume larutan NaOH 0,1 N dicatat sebagai V2 yaitu banyaknya gugus karboksil yang telah teresterifikasi. Derajat esterifikasi (DE) dihitung berdasar persamaan berikut:

$$\%DE = \frac{V_2}{V_2 + V_1} * 100$$

Penentuan tegangan permukaan

Perhitungan tegangan permukaan dengan metode pipa kapiler (Pawignya *et al.*, 2018) dilakukan dengan rumus:

$$\begin{aligned} \text{tegangan permukaan } (\gamma) \\ = \frac{1}{2} \times r \times h \times \rho \times g \end{aligned}$$

Keterangan: r = jari-jari pipa kapiler (cm)

h = tinggi kenaikan (cm)

ρ = densitas cairan (g/cm³)

g = gravitasi (cm/s²)

Penentuan konsentrasi misel kritis (KMK)

Penentuan konsentrasi misel kritis (KMK)

Penentuan KMK dilakukan dengan membuat grafik hubungan antara konsentrasi surfaktan dengan tegangan permukaan (Pawignya *et al.*, 2018). Konsentrasi misel kritis (KMK) atau *critical micelle concentration (CMC)* merupakan nilai yang menunjukkan batas konsentrasi kritis surfaktan dalam suatu

cairan ketika membentuk misel atau agregat. Nilai KMK ditentukan dengan membuat grafik antara konsentrasi surfaktan (sumbu x) dan nilai tegangan permukaan (sumbu y).

Penentuan kesetimbangan hidrofilik-lipofilik (KHL)

Nilai kesetimbangan hidrofilik dan lipofilik (KHL) menurut Gadhve (2014) dapat diperoleh dari titrasi angka penyabunan (S) dan angka asam (A) surfaktan, dengan rumus:

$$KHL = 20\left(1 - \frac{S}{A}\right)$$

Analisa statistik

Analisis statistik data diolah menggunakan *software statistix 8* dengan Anova pada rancangan acak lengkap. Uji lanjut tiap perlakuan dilakukan dengan analisis beda nyata terkecil (*least significant difference /LSD*) dengan taraf 5%.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Trans-esterifikasi asam lemak dari minyak sawit

Minyak sawit terdiri dari asam lemak jenuh dan tak jenuh dengan rantai karbon yang panjang yang terdiri dari sekitar 44% asam palmitat, 40% asam oleat, 10 % asam linoleat dan 4,5 % asam stearat (Maulinda dkk., 2017), dimana asam lemak ini dapat diubah menjadi metil ester. Pembentukan ester metil asam lemak (EMAL) dari minyak sawit dengan mereaksikannya dengan metanol adalah tahap awal dalam menyiapkan produk ester sukrosa asam lemak. Pembentukan EMAL ini diperlukan agar diperoleh gugus-gugus reaktif yang mampu untuk bereaksi dengan sukrosa pada tahap reaksi berikutnya. Karakteristik ester metil asam lemak disajikan pada Tabel 1.

Tabel 1. Karakteristik ester metil asam lemak hasil trans-esterifikasi minyak sawit
Table 1. Characteristic of fatty acid methyl ester yield of trans-esterification of palm oil

| | Angka asam (mg KOH/g) <i>Acid value (mg KOH/g)</i> | Bilangan penyabunan (mg KOH/g) <i>Saponification value (mg KOH/g)</i> | Derajat esterifikasi (%) <i>Degree of esterification (%)</i> |
|--|---|--|---|
| Ester metil asam lemak <i>Fatty acid methyl ester</i> | 0,67 ± 0,12 | 175,97 ± 2,53 | 89,23 ± 0,22 |

Keterangan: Nilai angka adalah rata-rata dari 3 ulangan dan penyimpangan standar

Note: The values are the mean of three replicates and standard deviations

Tabel 1. menunjukkan angka asam, bilangan penyabunan dan derajat esterifikasi dari EMAL hasil reaksi transesterifikasi antara metanol dengan minyak sawit berturut-turut sebesar 0,67 ± 0,12 mg KOH/g; 175,97 ± 2,53 mg KOH/g; dan 89,23 ± 0,22%. Kandungan ester akan menurun dengan peningkatan kadar asam lemak bebas dalam reaksi transesterifikasi pada pembentukan EMAL (Hamid, 2011). Semakin banyak trigliserida yang terkonversi menjadi metil ester, maka semakin tinggi derajat esterifikasi sehingga EMAL yang dihasilkan juga tinggi (Dalimunthe *et al.*, 2016).

Trans-esterifikasi untuk sintesa ester sukrosa asam lemak (ESAL)

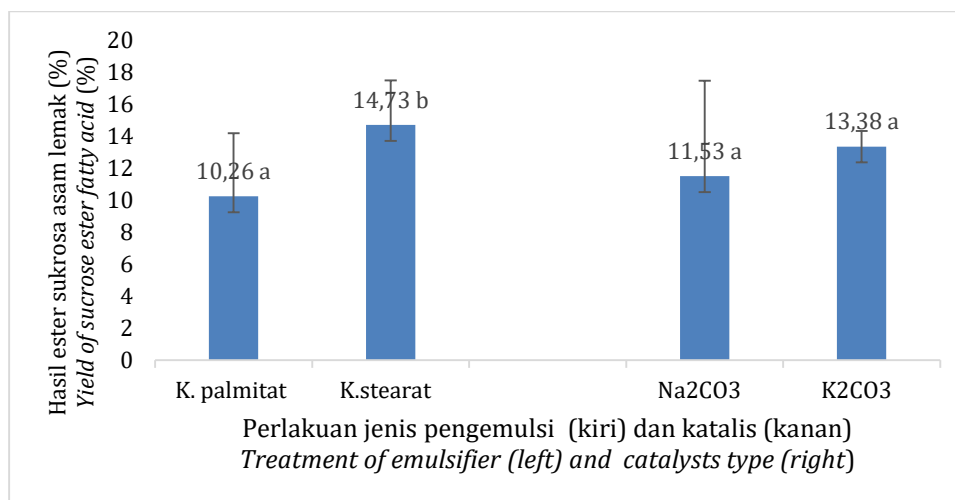
Reaksi transesterifikasi adalah reaksi yang mempertukarkan antar gugus alkil dari suatu ester. Sukrosa dengan EMAL adalah dua bahan yang saling tidak bercampur. Zat pengemulsi diperlukan agar kelarutan sukrosa meningkat sehingga meningkatkan efektivitas kontak dan produktivitas reaksi transesterifikasi meningkat pula (Gutierrez *et al.*, 2018).

ESAL disintesa dari reaksi sukrosa dengan EMAL menggunakan katalis basa karbonat dan pengemulsi kalium asam lemak. Hasil sintesa ester sukrosa

disajikan pada Gambar 1. Penggunaan pengemulsi kalium stearat dan kalium palmitat menghasilkan ESAL sebesar berturut-turut 14,73% dan 10,26%. Pengemulsi kalium stearat menghasilkan ester sukrosa lebih tinggi dan berbeda nyata daripada kalium palmitat.

Pengemulsi dalam sintesis ester sukrosa dapat membantu mendistribusikan komponen-komponen secara merata dan mencegah pemisahan fase (Gutiérrez *et al.*, 2018). Penggunaan pengemulsi kalium palmitat dan kalium stearat membantu dispersi sukrosa ke dalam ester metil asam lemak (EMAL).

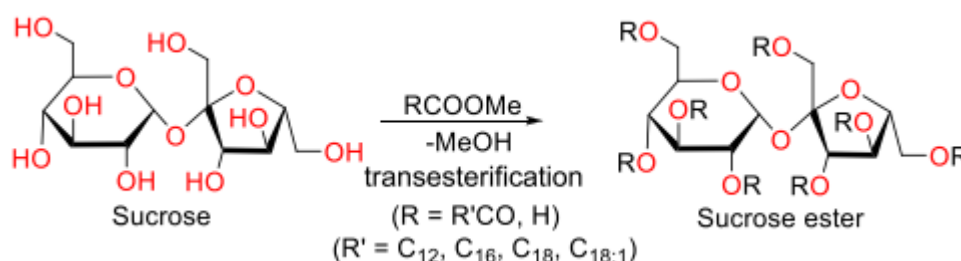
Pembuatan ESAL ini digunakan EMAL dan sukrosa (Gambar 2). Sukrosa berperan penting sebagai senyawa utama untuk pembuatan ESAL. Reaksi sukrosa dengan EMAL diperlukan bahan pengemulsi dan katalis untuk mempercepat laju reaksi. Kalium palmitat atau kalium stearat digunakan sebagai pengemulsi di reaksi tanpa pelarut ini. Katalis basa berupa K₂CO₃ atau Na₂CO₃ digunakan untuk mempercepat reaksi transesterifikasi. Katalis ini mengikat ion H⁺ dari sukrosa sehingga terbentuk alkoksi atau RO⁻. Alkoksi dari sukrosa ini akan mengikat gugus alkil asam lemak dari EMAL. Hal ini dapat mempercepat proses reaksi transesterifikasi.



Keterangan: Nilai angka adalah rata-rata dari 3 ulangan, bilah kesalahan menunjukkan simpangan baku. Notasi huruf yang berbeda menyatakan beda nyata pada uji BNT ($\alpha=0,05\%$)

Note: The values are the mean of three replicates, error bars indicate standard deviations. Different script letters indicated significant differences ($\alpha=0,05\%$)

Gambar 1. Hasil reaksi trans-esterifikasi sukrosa dan ester metil asam lemak (ESAL)
Figure 1. Yield of trans-esterification reaction on sucrose and methyl ester fatty acid



Gambar 2. Reaksi trans-esterifikasi sukrosa dengan ester metil asam lemak (Nagtode *et al.*, 2023)

Figure 2. Trans-esterification reaction of sucrose and fatty acid methyl ester (Nagtode *et al.*, 2023)

Derajat esterifikasi

Sukrosa memiliki 8 gugus fungsional hidroksi (Gambar 3). Gugus-gugus hidroksi tersebut dapat disubstitusi oleh gugus karboksil dari asam lemak, terutama gugus hidroksi primer nomor 1' ; 6 dan 6' (Teng *et al.*, 2020). Derajat esterifikasi menunjukkan berapa banyak gugus hidroksi dari sukrosa yang dapat tersubstitusi oleh gugus karboksil dari EMAL. Derajat esterifikasi EMAL pada penggunaan kombinasi pengemulsi dan

katalis basa karbonat disajikan pada Tabel 2.

Tabel 2. menunjukkan derajat esterifikasi ESAL berkisar antara $6,36 \pm 1,18\%$ hingga $16,71 \pm 2,75\%$. Hal ini menunjukkan bahwa hanya satu gugus hidroksi dari sukrosa yang dapat tersubstitusi oleh gugus karboksil dari EMAL membentuk ESAL. Semakin kecil nilai derajat esterifikasi semakin sedikit gugus hidroksi yang tersubstitusi dan sebaliknya.

Tabel 2. Derajat esterifikasi ester sukrosa asam lemak dari reaksi trans-esterifikasi dengan kombinasi pengemulsi dan katalis

Table 2. Degree of esterification of sucrose ester fatty acid from trans-esterification reactions with emulsifier and catalyst combination

| Kombinasi pengemulsi dan katalis <i>Emulsifier and catalyst combination</i> | Derajat esterifikasi (%) <i>Degree of esterification (%)</i> |
|--|---|
| K.Stearat, K ₂ CO ₃ | 12,74 ± 0,51 ^b |
| K.Stearat, Na ₂ CO ₃ | 16,71 ± 2,75 ^a |
| K.Palmitat, K ₂ CO ₃ | 14,03 ± 1,07 ^{ab} |
| K.Palmitat, Na ₂ CO ₃ | 6,36 ± 1,18 ^c |

Keterangan : Angka pada kolom yang mempunyai notasi huruf yang berbeda menyatakan beda nyata pada uji BNT ($\alpha=0,05\%$)

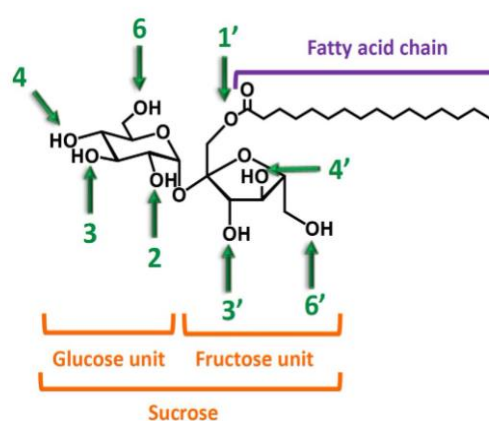
Note: Different superscript letters indicated significant differences ($\alpha=0,05\%$)

Penggunaan kombinasi pengemulsi kalium stearat+Na₂CO₃ menghasilkan derajat esterifikasi paling tinggi yaitu 16,7±2,75% dan berbeda nyata terhadap kombinasi kalium stearat+K₂CO₃, namun demikian tidak berbeda nyata terhadap kombinasi kalium palmitat+K₂CO₃. Kombinasi kalium palmitat+Na₂CO₃ menghasilkan derajat esterifikasi paling rendah yaitu 6,36±1,18%.

Menurut Wai *et al.*, (2016), derajat esterifikasi dapat dipengaruhi oleh suhu proses. Semakin rendah suhu proses semakin meningkat derajat esterifikasinya. Tingkat reaktivitas gugus hidroksi yang memungkinkan untuk disubstitusi dengan asam lemak membentuk ester juga mempengaruhi derajat esterifikasinya. Monoester ESAL mudah dicapai daripada bentuk di-ester dan tri-ester (Teng *et al.*, 2020).

Salah satu kendala utama dalam proses sintesa ESAL adalah kurangnya kompatibilitas reaktan sukrosa dan EMAL. Kompatibilitas reaktan yang rendah dapat diatasi dengan penambahan zat pengemulsi sehingga proses transesterifikasi dapat berlangsung baik. Penggunaan zat pengemulsi atau *emulsifier* untuk membantu mendispersikan sukrosa ke dalam metil ester (Gutiérrez *et al.*, 2018). Penggunaan kalium palmitat menjadikan reaktan terdispersi lebih baik daripada

kalium stearat, sehingga reaksi transesterifikasi dapat berjalan lebih baik.



(Sumber : Teng *et al.*, 2020).

Gambar 3. Struktur ester sukrosa asam lemak

Figure 3. Structure of sucrose ester fatty acid

Reaksi alkali karbonat dengan alkohol digambarkan dalam persamaan reaksi berikut:



Keterangan: M = logam alkali (Na, K)

ROH = alkohol

Sukrosa adalah alkohol polihidrat. Alkohol akan terjadi deprotonisasi membentuk senyawa alkoksi. Alkali karbonat akan membentuk alkali bikarbonat dan melepaskan ion positif logam alkali. Reaksi pada pembentukan sukrosa ester terjadi, dimana sukrosa sebagai alkohol polihidrat terdeprotonisasi menjadi senyawa alkoksi yaitu berupa anion dari gugus hidroksinya. Menurut Killion and Stella (1990), reaksi katalitik alkohol polihidrat ditunjukkan pada anion yang diturunkan dari gugus hidroksinya.

Na_2CO_3 dan K_2CO_3 termasuk jenis katalis basa homogen dalam reaksi transesterifikasi ini (Hamid, 2021). Katalis karbonat dapat digunakan secara efisien untuk produksi biodiesel dari campuran trigliserida dengan kandungan asam lemak bebas (*free fatty acid/FFA*) tinggi.

Karakterisasi surfaktan ester sukrosa asam lemak

Karakter surfaktan ESAL yang disintesis dengan menggunakan katalis basa karbonat dan pengemulsi dari kalium stearat atau kalium palmitat disajikan pada Tabel 3. Nilai konsentrasi misel kritis (KMK) surfaktan ESAL berkisar antara $15,0 \pm 0,2$ hingga $18,3 \pm 3,0$ ppm. Penggunaan kombinasi pengemulsi kalium stearat dan katalis kalium karbonat menghasilkan nilai KMK paling kecil yaitu $15,0 \pm 0,2$ ppm. Semakin kecil nilai KMK menunjukkan konsentrasi rendah dalam pemakaian surfaktan, lebih dipilih karena penggunaan surfaktan lebih hemat. Namun demikian kombinasi pasangan katalis dan pengemulsi ini menunjukkan nilai KMK yang tidak berbeda nyata.

Tabel 3. Pengaruh kombinasi pengemulsi dan katalis yang digunakan dalam reaksi transesterifikasi terhadap nilai konsentrasi misel kritis (KMK) dan tegangan permukaan dari ester sukrosa asam lemak (ESAL) yang dihasilkan

Table 3. Emulsifier and catalyst combination of trans-esterification reactions on CMC and surface tension values of sucrose ester fatty acid

| Kombinasi pengemulsi dan katalis <i>Emulsifier and catalyst combination</i> | Konsentrasi misel kritis (KMK) (ppm) <i>Critical Micelle Concentration (ppm)</i> | Tegangan permukaan (dyne/cm) <i>Surface tension (dyne/cm)</i> |
|--|--|---|
| K.Stearat, K_2CO_3 | $15,0 \pm 0,2^a$ | $10,68 \pm 2,23^a$ |
| K.Stearat, Na_2CO_3 | $18,3 \pm 3,0^a$ | $8,73 \pm 2,86^a$ |
| K.Palmitat, K_2CO_3 | $18,3 \pm 3,0^a$ | $9,47 \pm 0,75^a$ |
| K.Palmitat, Na_2CO_3 | $16,7 \pm 3,0^a$ | $14,01 \pm 5,31^a$ |

Keterangan : Angka pada kolom yang mempunyai notasi huruf yang berbeda menyatakan beda nyata pada uji BNT ($\alpha=0,05\%$)

Note: Different superscript letters indicated significant differences ($\alpha=0,05\%$)

Tabel 3. menunjukkan nilai tegangan permukaan antara $8,73 \pm 2,86$ hingga $14 \pm 5,31$ dyne/cm. Nilai tertinggi dari tegangan permukaan surfaktan sebesar $14 \pm 5,31$ dyne/cm diperoleh dari kombinasi penggunaan katalis Na_2CO_3 dan pengemulsi kalium palmitat, sementara nilai tegangan permukaan terkecil diperoleh pada kombinasi penggunaan katalis

Na_2CO_3 dan pengemulsi kalium stearat. Nilai tegangan permukaan paling kecil biasanya lebih dipilih dalam aplikasi surfaktan. Tegangan permukaan adalah kerja yang dilakukan untuk memperluas permukaan cairan dalam satuan luas. Tegangan permukaan terjadi karena permukaan zat cair cenderung untuk menegang, sehingga permukaannya tampak

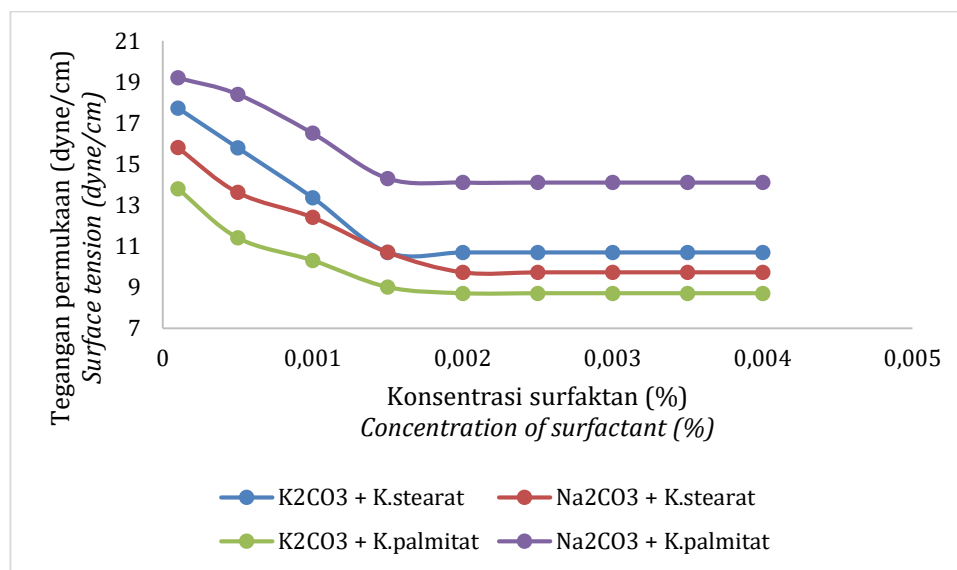
seperti selaput tipis. Hal ini dipengaruhi oleh adanya gaya kohesi antara molekul air.

Parameter fisik-kimia utama suatu surfaktan murni adalah aktivitas permukaan dan kemampuan membentuk agregasi. Terjadinya perubahan sifat fisika dan kimia secara mendadak saat terbentuknya misel akibat perubahan konsentrasi surfaktan yang ditambahkan pada suatu larutan di kenal dengan istilah konsentrasi misel kritis (KMK) (Karimi *et al.*, 2015).

Sifat pengemulsi dari ESAL ditentukan oleh banyaknya substitusi gugus hidroksil ini oleh asam lemak serta panjang rantai asam lemak tersebut. Bila rantai asam

lemak tersebut pendek maka lebih bersifat hidrofilik. Sejumlah ester gula dapat disintesis, memiliki sifat fisika kimia tergantung pada derajat esterifikasi dan sifat asam lemak dan/atau gulanya. Aktivitas permukaan dan kapasitas pengemulsi ester gula menjadikan ester gula prospek untuk aplikasi dalam industri makanan (Neta *et al.*, 2015). Banyaknya gugus hidroksi pada gula membuatnya bersifat polar. Semakin banyak gugus hidroksi yang tersubstitusi oleh karboksil asam lemak akan menurunkan sifat kepolarannya. Hal ini membuat lipofilisitas gula terbatas (Marathe *et al.*, 2022).

Konsentrasi misel kritis (KMK)



Gambar 4. Hubungan konsentrasi surfaktan ester sukrosa asam lemak dengan tegangan permukaan

Figure 4. Relation of surfactant concentration of sucrose ester fatty acid and surface tension

Konsentrasi misel kritis (KMK)

Salah satu parameter fisik-kimia utama dari suatu surfaktan terhadap aktivitas permukaannya dalam membentuk misel atau agregat adalah konsentrasi misel kritis (KMK). Nilai KMK akan dipilih pada konsentrasi surfaktan terkecil untuk mencapai tegangan permukaan yang konstan (Pawignya *et al.*, 2018). Gambar 4.

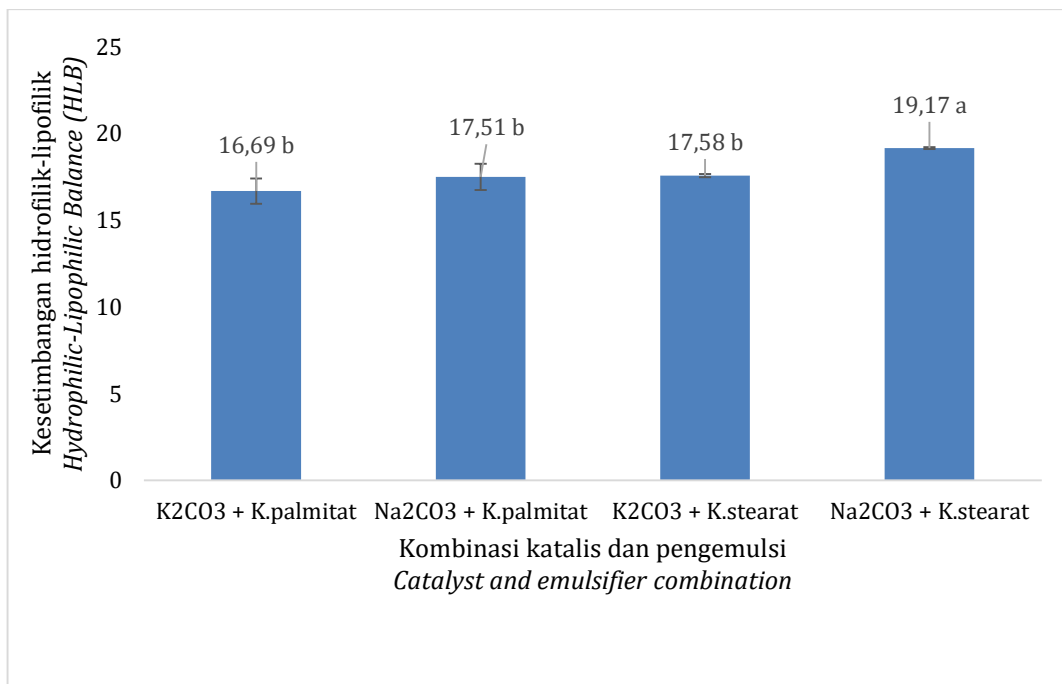
menunjukkan aktivitas ESAL membentuk misel diperoleh pada konsentrasi 0,002% untuk hasil sintesis kombinasi katalis dan pengemulsi K₂CO₃+K.palmitat dan Na₂CO₃+ K.stearat. Sedangkan pada kombinasi K₂CO₃+K.stearat dan Na₂CO₃+ K.palmitat diperoleh nilai KMK pada 0,0015%.

Kestabilan nanopartikel surfaktan secara fisik tergantung pada gaya elektrostatis, sterik, entropik dan gaya Van der Waals. Interaksi energi antara partikel-partikel sebagai penjumlahan gaya elektrostatis dan gaya Van der Waals, menghasilkan kesetimbangan yang menunjukkan stabilitas (suspensi atau flokulasi) dari sistem koloid. Ketika muatan permukaan nanopartikel homogen (bisa positif atau negatif), gaya Van der Waals dan gaya elektrostatis berlawanan satu sama lain, menyebabkan total gaya (*net forces*) antar partikel tolak-menolak dengan kuat dan suspensi yang stabil terbentuk. Bila materi nanopartikel saling berdekatan,

lingkungan ioniknya *overlap* dan gaya tolak menolak meningkat. Sebaliknya interaksi Van der Waals antar materi nanopartikel juga dihasilkan gaya antar individu molekulnya tiap koloid (Cortes *et al.*, 2021).

Kesetimbangan hidrofilik lipofilik (KHL) pada surfaktan

Kesetimbangan hidrofilik lipofilik dari surfaktan non ionik dipengaruhi oleh gugus-gugus hidrofilik dan gugus lipofilik yang ada pada surfaktan tersebut. Nilai KHL dari ester sukrosa asam lemak (ESAL) ditunjukkan pada Gambar 5.



Gambar 5. Nilai HLB sukrosa monoester asam lemak
 Figure 5. HLB value of sucrose monoester fatty acid

Gambar 5 menunjukkan nilai KHL dari ESAL berkisar antar 16,69 hingga 19,17. Nilai KHL pada kombinasi katalis Na₂CO₃ dan pengemulsi kalium stearat paling tinggi berbeda nyata terhadap 3 kombinasi lainnya. Kombinasi katalis dan pengemulsi K₂CO₃+kalium palmitat, Na₂CO₃+kalium palmitat, dan K₂CO₃+kalium stearat menghasilkan KHL yang tidak berbeda nyata satu dengan

lainnya. Namun demikian nilai KHL dari keseluruhan perlakuan ini menunjukkan nilai KHL lebih dari 16, artinya surfaktan ini sesuai untuk fungsi pelarut atau *solubilizers*. Derajat esterifikasi dan jenis asam lemak yang digunakan mempengaruhi nilai KHL ester sukrosa (Teng *et al.*, 2020).

Berdasarkan metode Griffin, surfaktan dengan nilai KHL 3–6 akan berfungsi sebagai pengemulsi air dalam

minyak (w/o), sementara surfaktan yang berfungsi sebagai pengemulsi minyak dalam air (o/w) memiliki nilai KHL 8–16. Aplikasi surfaktan tergantung dari nilai KHLnya (Gadhve, 2014). Nilai KHL kisaran 4-6 untuk pengemulsi air/minyak (w/o), kisaran 7-9 untuk pembasahan (*wetting agent*), kisaran 8-18 untuk pengemulsi minyak/air (o/w), kisaran 13-15 untuk detergen, kisaran 10-18 untuk pelarut (solubilizers).

KESIMPULAN

Sintesa ester sukrosa asam lemak (ESAL) dapat dilakukan dengan reaksi transesterifikasi antara sukrosa dengan ester metil asam lemak (EMAL). EMAL dihasilkan dari reaksi transesterifikasi antara trigliserida dari minyak sawit dengan metanol. Hasil ESAL tertinggi diperoleh dari hasil reaksi transesterifikasi menggunakan katalis kalium karbonat dan pengemulsi kalium stearat yaitu 14,73% dengan derajat esterifikasi sebesar $12 \pm 0,51\%$. Karakteristik surfaktan ESAL dari hasil reaksi tersebut adalah tegangan permukaan $10,68 \pm 0,51\%$, konsentrasi misel kritis (KMK) $15,0 \pm 0,2$ ppm, nilai kesetimbangan hidrofilik-lipofilik sebesar 17,58

DAFTAR PUSTAKA

- Andriyevsky, B., Tarrat, N., Cortes J, and Schon, J.C. (2022). 'Dehydrogenation versus deprotonation of disaccharide molecules in vacuum: a thorough theoretical investigation'. *Royal Society of Chemistry*. 1-24. doi.org/10.1098/rsos.220436
- Ansmann, A., (1988). 'Palmitate-stearate o/w emulsions and their preparation'. US Patent 4,735,742.
- Arita, S., Dara, M.B. dan Irawan, J. (2008). Pembuatan metil ester asam lemak dari CPO off grade dengan metode esterifikasi-transesterifikasi'. *Jurnal Teknik Kimia*, 15(2), 34–43.
- ASTM 664. Determination of total acid number (TAN) according to ASTM
- Cortes H., Parra, H.H., Chavez, S.A.B., Audelo, MLD., Floran, IHC., Jimenez, VWB., Torres, MG., Magana, JJ. and Gomez, GL. (2021). 'Review: Non-ionic surfactants for stabilization of polymeric nanoparticles for biomedical uses'. *Materials*. 14(12): 3197- 32319.
- Dalimunthe, I. S., Restuhadi, F., and Efendi, R. (2016). 'Sintesis biodiesel dari minyak jelantah menggunakan katalis basa heterogen berbahan dasar cangkang telur ayam'. *Jurnal Faperta*, 3(2), 1–11
- Gadhve, A. (2014). 'Determination of hydrophilic-lipophilic balance value'. *International Journal of Science and Research (IJSR)*. 3(4): 375- 575.
- Gutierrez, M.F., Orjuela, A., Rivera, J.L., and Suaza, A. (2018). 'Production of sucrose esters using solvent-free reactive systems containing emulsifiers'. *Ingeniería e Investigación*. 38(1): 16-23.
- Hamid, S. (2011). 'Production and purification of fatty acid methyl esters from plant oils of different origin'. *Disertation*, School of Science University of Greenwich, UK.
- Karimi, M. A., Mozaheb, M. A., Hatefi-Mehrjardi, A., Tavallali, H., Attaran, A. M., dan R. Shamsi. (2015). 'A new simple method for determining the critical micelle concentration of surfactants using surface plasmon resonance of silver nano particles'. *Journal of Analytical Science and Technology*, 6(35): 1–8. DOI: 10.1186/s40543-015-0077-y

- Killion, R.B. and Stella V.J. (1990). 'The nucleophilicity of dextrose, sucrose, sorbitol, and mannitol with *p*-nitrophenyl esters in aqueous solution' *International Journal of Pharmaceutics*. 66(1-2): 149-155
- Nagtode, V.S., Cardoza, C., Yasin, H.K.A., Mali, S.N., Tambe, S.M., Roy, P., Singh, K., Goel, A., Amin, P.D., Thorat, B.R., Cruz, J.N. and Pratap, A.P. (2023). 'Green surfactants (Biosurfactants): A petroleum-free substitute for sustainability-comparison, applications, market, and future prospects'. *American Chemical Society Omega*. 8: 11674–11699.
- Marathe, S., Dedhia, N., and Singhal, R.S. (2022). 'Esterification of sugars and polyphenols with fatty acids: techniques, bioactivities, and applications'. *Current Opinion in Food Science*. 43:163-173.
- Martoyo, T. (1995). Sintesis dan karakterisasi ester sukrosa asam lemak. Tesis. Institut Teknologi Bandung.
- Maulinda, L., ZA, Nasrul., dan Nurbaity. (2017). 'Hidrolisis asam lemak dari buah sawit sisa sortiran'. *Jurnal Teknologi Kimia Unimal*, 6(2): 1–15
- Pawignya, H., Kusworo, T. D., dan B. Pramudono. (2018)/ 'Synthesis of surfactant tert-butyl glycosides from glucose and tert-butanol'. *Reaktor*, 18(4): 202–208.
- Pearson, D. (1976). The chemical analysis of foods (7th ed): 491-492.
- Sayah, M.Y., Chabir, R., Benyahia, H., Kandri, Y.R., Chahdi, F.O, Touzani, H. and Errachidi, F. (2016). 'Yield, esterification degree and molecular weight evaluation of pectins isolated from orange and grapefruit peels under different conditions'. *PLoS ONE*. 11(9), e0161751. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0161751>.
- Schuchardta, U., Serchelia, R., and Vargas, R.V. (1998). 'Transesterification of vegetable oils: a Review'. *J. Braz. Chem. Society*. 9(1): 199-210. 1998.
- Teng, Y., Stewart, SG., Hai, YW., Li, X., Banwell, M.G. and Lan, P. (2020). 'Sucrose fatty acid esters: synthesis, emulsifying capacities, biological activities and structure-property profiles'. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 1-21, DOI: 10.1080/10408398.2020.1798346
- Wai, WW., Alkarkhi, AFM., and Easa, A.M. (2010). 'Effect of extraction conditions on yield and degree of esterification of durian rind pectin: An experimental design'. *Food and Bioproducts Processing*. 88(2-3): 209-214.