

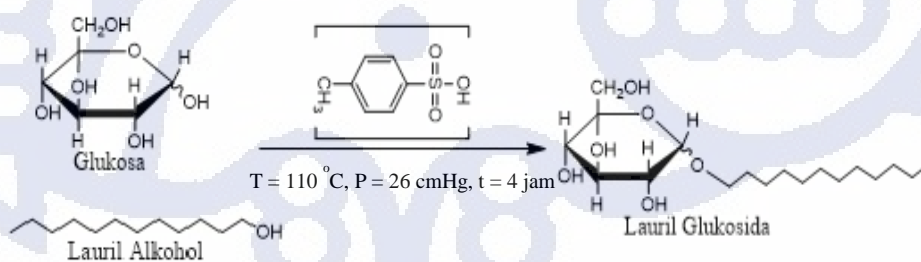
4 Hasil dan Pembahasan

Pada bab ini akan dijelaskan mengenai hasil penelitian yang telah dilakukan. Dimulai dari sintesis lauril glukosida, uji kualitatif, karakterisasi senyawa produk hasil sintesis dan uji sifat fisik produk sebagai surfaktan.

4.1 Sintesis Lauril Glukosida

Pada penelitian ini, sintesis lauril glukosida diawali dengan mengeluarkan molekul air yang kemungkinan berada pada reaktannya yaitu glukosa anhidrat dan lauril alkohol dimana keberadaan molekul air pada sistem reaksi akan menyebabkan terbentuknya produk samping yang tidak diinginkan (McMurry *et al.*, 1990) sehingga pengeluaran molekul air dalam reaksi harus dilakukan. Molekul air dalam reaktan dapat dihilangkan dengan cara distilasi vakum pada campuran glukosa dan lauril alkohol dalam labu leher tiga pada temperatur 90 °C dan tekanan 26 cmHg selama 1 jam. Setelah 1 jam, pada labu penampung didapati air dalam jumlah yang sedikit.

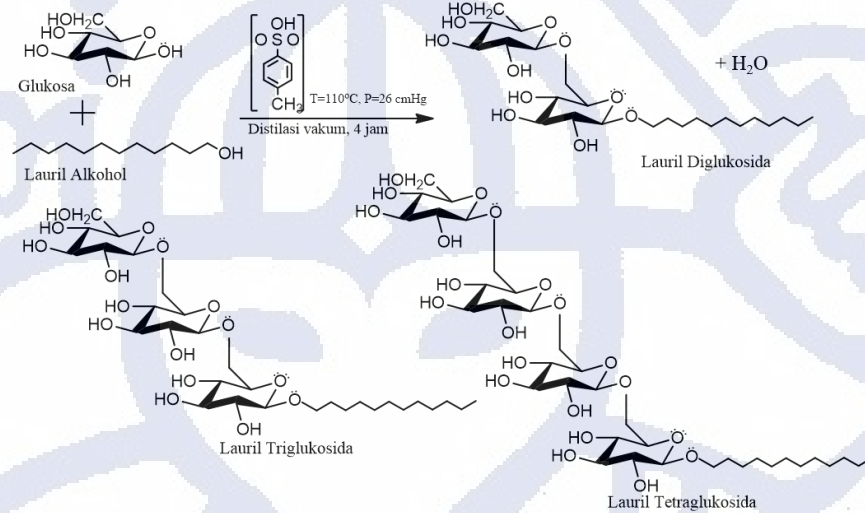
Setelah molekul air dihilangkan, dimasukkan katalis asam *p*-toluenesulfonat kedalam sistem reaksi dan temperatur dinaikkan hingga 110 °C dan waktu reaksi asetilasi $t=0$ dimulai ketika temperatur reaksi tepat mencapai 110 °C. Skema reaksi sintesis lauril glukosida dapat dilihat pada **Gambar 4.1** dan **Gambar 4.2**.



Gambar 4.1 Skema reaksi sintesis lauril monoglukosida

Pada awal reaksi, diamati didalam labu leher tiga terlihat glukosa tidak larut dalam lauril alkohol dikarenakan kelarutan glukosa dalam lauril alkohol sangat rendah. Tekanan rendah yang diaplikasikan dalam sistem reaksi akan mengakibatkan titik leleh glukosa lebih rendah daripada titik leleh glukosa pada tekanan atmosfer dan diharapkan glukosa dalam fase cair akan lebih mudah larut dalam lauril alkohol hingga membentuk sistem reaksi yang homogen. Ketika satu molekul glukosa bereaksi dengan satu molekul lauril alkohol, akan terbentuk lauril

glukosida dengan menghasilkan satu molekul air (McMurry *et al.*, 1990), dan molekul air ini harus segera dikeluarkan dari sistem reaksi dengan cara menaikkan temperatur sistem reaksi diatas titik didih air (normal) dan tekanan diturunkan hingga mendekati vakum.



Gambar 4.2 Produk lauril poliglukosida yang terbentuk pada reaksi Fischer.

Setelah 4 jam reaksi, akan didapatkan campuran reaksi berupa cairan yang kental berwarna kuning kecoklatan. Munculnya warna kuning kecoklatan disebabkan adanya senyawa hidroksimetil furfural yang terbentuk akibat dehidrasi glukosa (McMurry, 1990).

Produk kemudian didinginkan hingga suhu kamar. **Gambar 4.3** menunjukkan pengamatan pada awal reaksi dan saat reaksi selesai.

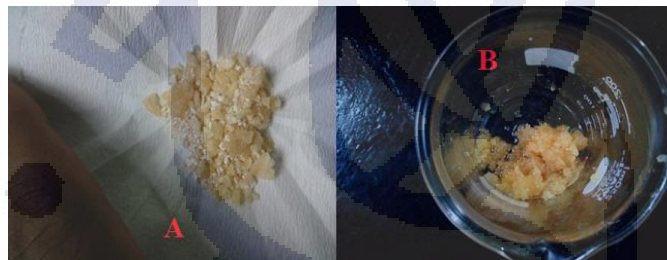


Gambar 4.3 Pengamatan sintesis lauril poliglukosida A: awal reaksi; B: akhir reaksi

Pada penelitian ini tidak dilakukan netralisasi dengan penambahan larutan basa natrium hidroksida karena dikhawatirkan ion hidroksi akan memutus ikatan ether yang terbentuk pada lauril glukosida. Selain itu pada penelitian ini tidak dilakukan distilasi pada suhu tinggi untuk pemisahan lauril alkohol yang tidak bereaksi dari produk. Pemisahan lauril alkohol yang tidak bereaksi dilakukan dengan cara menambahkan pelarut aseton pada produk. Menurut Borsotti *et al.* (1996), alkil glukosida tidak larut dalam aseton sedangkan lauril alkohol larut dalam aseton sehingga aseton dapat digunakan untuk memisahkan produk lauril glukosida dengan lauril alkohol yang tidak bereaksi.

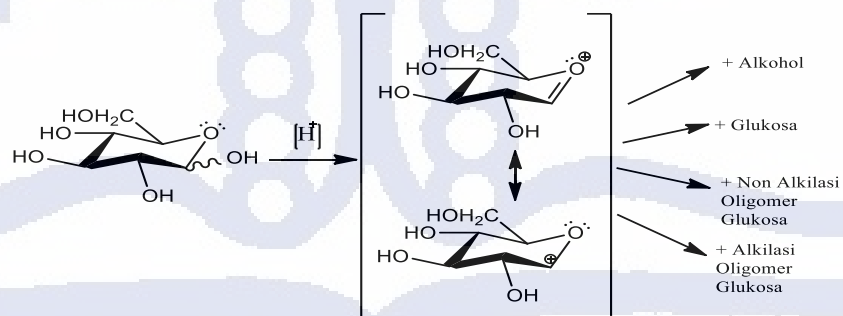
Setelah penambahan aseton, produk dibiarkan dalam sehari semalam untuk proses *bathing*, kemudian produk disaring dengan penyaringan *Buchner* dan didapatkan produk lauril glukosida berupa padatan berwarna putih dengan sedikit kekuningan dengan massa sebesar 2,973 gram serta filtrat yang berisikan aseton dan lauril alkohol berwarna kuning bening. Katalis asam p-toluenesulfonat akan berada dalam aseton bersama lauril alkohol yang tidak bereaksi, hal ini dibuktikan dengan pengukuran pH dengan kertas pH universal dan menghasilkan pH sekitar 3. Untuk memisahkan aseton dari lauril alkohol, dilakukan distilasi pada suhu 60 °C, didapatkan cairan lauril alkohol berwarna kuning bening dan setelah 24 jam cairan tersebut mengental seperti gel. **Gambar 4.4** menggambarkan padatan produk lauril glukosida dan lauril poliglukosida serta residu sisa lauril alkohol.

Produk kemudian dimurnikan kembali dengan pencucian menggunakan kombinasi pelarut air:metanol:etanol = 60:35:5 (v/v/v). Pencucian ini bertujuan untuk memisahkan glukosa yang tidak bereaksi dalam produk dimana pada sistem kombinasi pelarut ini, glukosa akan larut dalam kombinasi pelarut sedangkan produl lauril glukosida tidak.



Gambar 4.4 A: Padatan produk lauril poliglukosida; B: residu sisa lauril alkohol.

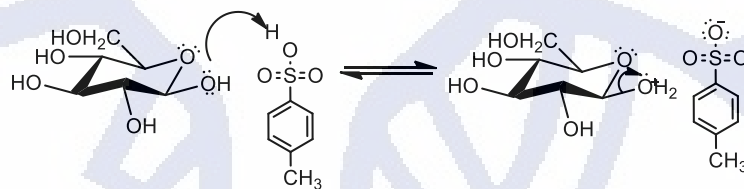
Menurut Gorius (2001) dalam sistem reaksi akan terjadi kompetisi reaksi dimana karbon nomor 1 pada glukosa dapat diserang oleh nukleofilik selain lauril alkohol seperti glukosa, non alkilasi oligomer glukosa dan alkilasi oligomer glukosa (**Gambar 4.5**) sehingga pada produk yang didapatkan tidak hanya lauril monoglukosida murni melainkan lauril monoglukosida dan lauril poliglukosida (lauril diglukosida hingga lauril tetraglukosida) (von Rybinski, 1998).



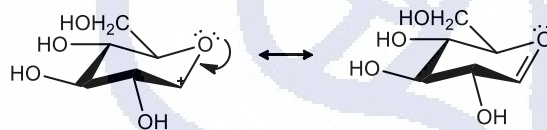
Gambar 4.5 Kompetisi reaksi yang terjadi pada reaksi Fischer (Gorius, 2001).

Berdasarkan Klein (2012), mekanisme reaksi yang memungkinkan terjadi pada reaksi asetalisasi glukosa dan lauril alkohol dapat dilihat pada **Gambar 4.6**. Dalam suasana asam, molekul glukosa akan mengalami protonasi oleh katalis asam *p*-toluensulfonat pada gugus hidroksi yang terikat pada atom karbon nomer 1 glukosa (atom C anomer) kemudian glukosa yang terprotonasi akan melepas molekul air dan membentuk karbokation glukosa. Pada karbokation glukosa tersebut terjadi resonansi kestabilan karbokation. Karbokation glukosa kemudian diserang oleh electron bebas yang terdapat pada atom oksigen gugus hidroksi lauril alkohol membentuk senyawa intermediet dengan muatan positif. Selanjutnya katalis yang telah terdeprotonasi, akan mengambil hidrogen pada senyawa intermediet menghasilkan produk lauril glukosida.

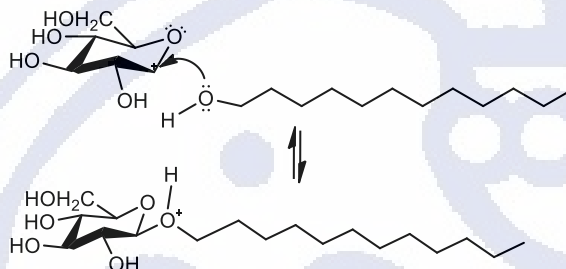
Tahap 1. Protonasi Gugus Hidroksi Glukosa oleh Asam *p*-toluensulfonat



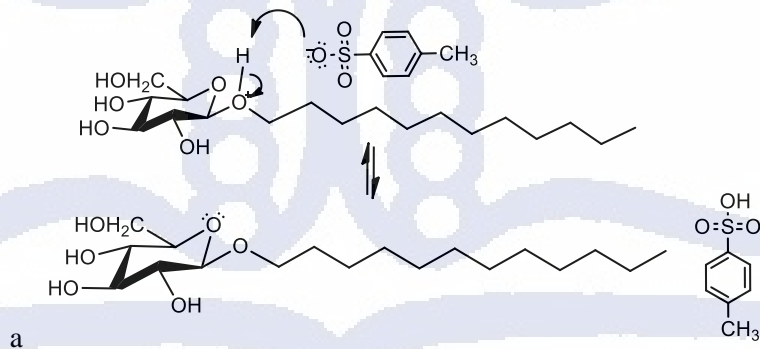
Tahap 2. Resonansi



Tahap 3. Lauril Alkohol menyerang atom karbon positif pada glukosa



Tahap 4. Pembentukan Lauril Monoglukosida

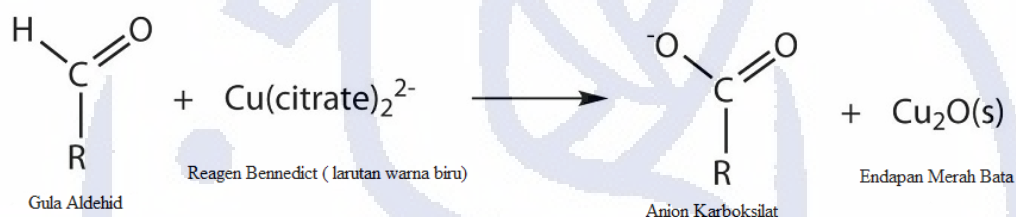


Gambar 4.6 Mekanisme reaksi substitusi elektrofilik pada reaksi asetalisasi senyawa glukosa dan lauril alkohol.

4.2 Uji Kualitatif pada Produk Lauril Glukosida

4.2.1 Uji Benedict

Uji benedict adalah uji kualitatif untuk menentukan adanya gugus gula pereduksi. Gula pereduksi yang dapat diuji berupa oleh uji benedict antara lain adalah monosakarida dan disakarida kecuali sukrosa. Larutan benedict akan menguji keberadaan gugus aldehida dan keton pada gula aldosa dan ketosa. Larutan benedict mengandung sodium sitrat, natrium karbonat anhidrat, dan tembaga sulfat. $7H_2O$, dan semua garam tersebut dilarutkan dalam air. Terdapat perbedaan dengan larutan Fehling yang berkerja pada basa kuat karena mengandung kalium hidroksida, sedangkan dalam larutan Benedict hanya terdapat natrium karbonat sehingga tidak terlalu basa. Hasil positif yang ditunjukkan dari uji ini adalah terbentuk endapan berwarna merah bata yang tidak larut. Endapan merah bata diakibatkan reaksi dari ion logam tembaga(II) direduksi menjadi tembaga (I) (<http://wwwchem.uwimona.edu.jm/courses/Fehling.html>, diakses pada 30 Mei 2017). Skema reaksi uji benedict ditunjukkan pada **Gambar 4.7**.



Gambar 4.7 Reaksi yang terjadi pada uji Benedict pada gula aldehid.

Pada penelitian ini dilakukan uji benedict pada padatan produk lauril glukosida dan residu lauril alkohol serta glukosa sebagai pembanding. **Tabel 4.1** menunjukkan pengamatan uji benedict pada lauril glukosida, cairan pada residu lauril alkohol.

Dari hasil pengamatan uji benedict, dapat disimpulkan bahwa didalam padatan produk padatan lauril glukosida masih terdapat glukosa yang tidak bereaksi, hal ini dibuktikan dengan terbentuknya larutan berwarna oranye pada uji benedict pada produk APG. Warna oranye pada uji benedict menandakan adanya sedikit molekul glukosa dalam produk APG, sehingga $\text{Cu}(i)$ yang terbentuk sedikit akibatnya warna endapan yang terbentuk tidak berwarna merah bata melainkan berwarna oranye. Selain itu, glukosa yang tidak bereaksi juga didapatkan pada residu lauril alkohol. Ketika fase residue lauril alkohol dilakukan uji benedict, terbentuk endapan merah bata. Hal ini menandakan bahwa glukosa yang tidak bereaksi lebih banyak berada dalam residu lauril alkohol daripada dalam produk APG.

Tabel 4.1 Hasil pengamatan uji benedict

NO	Sampel	Pengamatan
1	Residu lauril alkohol	Terjadi perubahan warna dari biru menjadi coklat sedikit merah setelah dipanaskan selama 2 menit.
2	Produk	Terjadi perubahan warna dari biru menjadi oranye setelah dipanaskan agak lama.
3	Glukosa (pembeding)	Terjadi perubahan warna dari biru menjadi merah bata sesaat setelah dipanaskan

4.2.2 Uji Kelarutan dalam Air

Alkil glukosida dengan panjang rantai karbon C8-C14 merupakan senyawa surfaktan yang larut dalam air, sedangkan alkil glukosida dengan panjang rantai karbon lebih dari 14 tidak larut dalam air (von Rybinski, 1998). Lauril glukosida merupakan senyawa surfaktan nonionik dengan panjang rantai karbon 12 dan secara teoritis lauril glukosida akan larut dalam air.

Dalam penelitian ini padatan produk lauril glukosida, APG Komersil dan residu lauril alkohol dilakukan uji kelarutan dalam air. **Tabel 4.2** menunjukkan pengamatan uji kelarutan dalam air pada lauril alkohol, APG komersil dan residu lauril alkohol.

Hasil pengamatan uji kelarutan dalam air menunjukkan bahwa padatan produk lauril glukosida hasil sintesis larut dalam air. Saat tabung reaksi dikocok, terbentuk banyak busa dan busa yang terbentuk bertahan dalam waktu yang lama. Hal ini menunjukkan didalam padatan produk hasil sintesis terdapat senyawa lauril glukosida. Hal ini diperkuat dengan terbentuknya busa mengingat salah satu sifat surfaktan yaitu sebagai agen pembusa (*foaming agent*).

Tabel 4.2 Hasil pengamatan uji kelarutan dalam air

NO	Sampel	Pengamatan
1	Produk APG	Larut dalam air dan berbusa saat dikocok
2	APG Komersil	Larut dalam air dan berbusa saat dikocok
3	Residu Lauril Alkohol	Tidak larut dalam air

4.2.3 Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

Pada penelitian ini dilakukan kromatografi lapis tipis pada padatan produk lauril glukosida, glukosa, dodekanol/lauril alkohol dan APG komersil menggunakan prosedur yang dilakukan oleh Ware *et al.* (2007) dan von Rybinski (1998). Eluen yang digunakan adalah kloroform dan metanol dengan perbandingan volume 8:2 (v/v). Zat penampak noda yang digunakan adalah 0,1 gram thymol, 19 mL etanol dan 1 mL asam sulfat pekat.

Dari hasil kromatografi lapis tipis **Gambar 4.8** didapatkan nilai Rf untuk lauril alkohol adalah 0,8 (**Gambar 4.8A**); Rf glukosa 0,5 (**Gambar 4.8B**). Pada produk 2 (**Gambar 4.8D**) terdapat dua noda yang muncul dimana noda pertama memiliki nilai Rf 0,2 dan noda kedua memiliki nilai Rf 0,72.



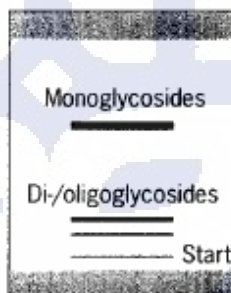
Gambar 4.8 Hasil KLT A: lauril alkohol; B:glukosa; C: produk 1; D: produk 2.

Dari hasil KLT dapat disimpulkan bahwa lauril glukosida berhasil disintesis. Hal ini dibuktikan dengan nilai Rf produk (**Gambar 4.8D**) berada diantara nilai Rf senyawa-senyawa pereaktannya yaitu glukosa dan lauril alkohol yang menandakan bahwa gugus lauril berhasil menempel pada molekul glukosa.

Pada gambar **4.8C**, menunjukkan hasil kromatografi lapis tipis pada produk 1 yang disintesis dengan perlakuan yang berbeda. Produk 1 didapatkan dari reaksi antara glukosa dan lauril alkohol dengan perbandingan mol 1:2. Hasil KLT produk 2 terlihat mengekor dan memiliki Rf yang sama dengan glukosa. Hal ini dikarenakan jumlah lauril alkohol dalam reaksi tidak cukup untuk melarutkan glukosa sehingga sistem reaksi tidak homogen. Dengan tidak homogennya sistem reaksi, glukosa akan lebih senang untuk bereaksi dengan molekul glukosa lainnya dan membentuk polidektrosa dibandingkan dengan bereaksi dengan lauril alkohol. Hal ini diperkuat dengan bentuk noda KLT yang berbentuk *tailing* dan nilai Rf dibawah nilai Rf glukosa.

Munculnya dua noda pada hasil KLT APG pada produk menandakan adanya campuran senyawa (alkil monoglukosida, alkil diglukosida, alkil triglukosida, alkil tetraglukosida, alkil pentaglukosida, alkil heksaglukosida dan alkil heptaglukosida). Dalam von Robinski (1998),

sintesis alkil glukosida tidak akan didapatkan produk murni alkil monoglukosida melainkan campuran dari alkil monoglukosida hingga alkil heptaglukosida. Alkil monoglukosida akan bermigrasi lebih jauh pada plat silika dibandingkan alkil di/oligoglukosida karena alkil di/oligoglukosida lebih polar (alkil di/oligoglukosida memiliki gugus hidroksi lebih banyak daripada alkil monoglukosida) daripada alkil monoglukosida sehingga terjadi interaksi yang kuat antara senyawa polar pada alkil di/oligoglukosida dan plat silika.



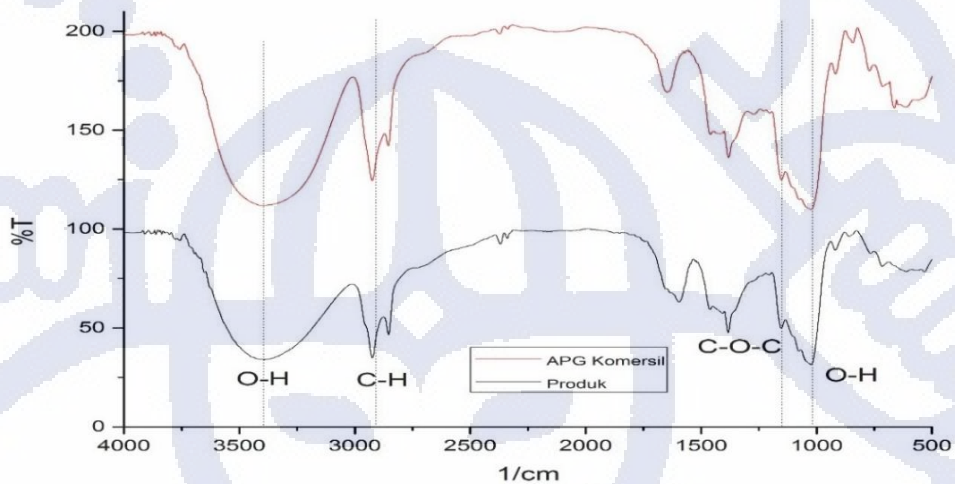
Gambar 4.9 Pemisahan alkil poliglukosida dalam pelat silika (von Rybinsky, 1998)

4.3 Karakterisasi pada Produk Lauril Glukosida

4.3.1 *Fourier Transform Infra-Red Spectroscopy (FTIR)*

Dari hasil analisis FTIR diperoleh puncak-puncak serapan pada bilangan gelombang yang hampir sama antara produk lauril glukosida dengan alkil glukosida yang disintesis oleh el-Sukkary (2008) dan juga dengan spektrum FTIR APG komersil. Terbentuknya gugus eter (C-O-C) menandakan bahwa sintesis antara gugus hidroksil dari glukosa dengan lauril alkohol telah terjadi, sedangkan gugus O-H menunjukkan bahwa gugus hidrofilik dari produk telah terbentuk. Puncak serapan yang menandakan adanya gugus ether berada disekitar bilangan gelombang 1150 cm^{-1} . Perbandingan spektrum FTIR produk dan APG komersil dapat dilihat pada **Gambar 4.10**.

Pada produk lauril glukosida terdapat puncak pita serapan pada bilangan gelombang $1151,50\text{ cm}^{-1}$, yang artinya terjadi pergeseran untuk serapan gugus C-O-C dimana pada glukosa gugus C-O-C terdapat pada bilangan gelombang 1153 cm^{-1} , sedangkan pada lauril alkohol tidak dijumpai puncak untuk pita serapan khas gugus C-O-C. Menurut Sukkary (2008), bahwa gugus eter (C-O-C) sebagai komponen gugus utama pada APG terdapat pada bilangan gelombang $1120\text{--}1170\text{ cm}^{-1}$, sedangkan gugus OH terbentuk pada bilangan gelombang $3200\text{--}3400\text{ cm}^{-1}$. Terbentuknya gugus eter menandakan terbentuknya ikatan glikosidik pada atom karbon nomer 1 pada glukosa dengan atom oksigen dari lauril alkohol. **Tabel 4.3** menunjukkan perbandingan puncak-puncak serapan gugus fungsi pada produk lauril glukosida dengan C8 APG hasil sintesis Sukkary (2008) dan dengan APG komersil.

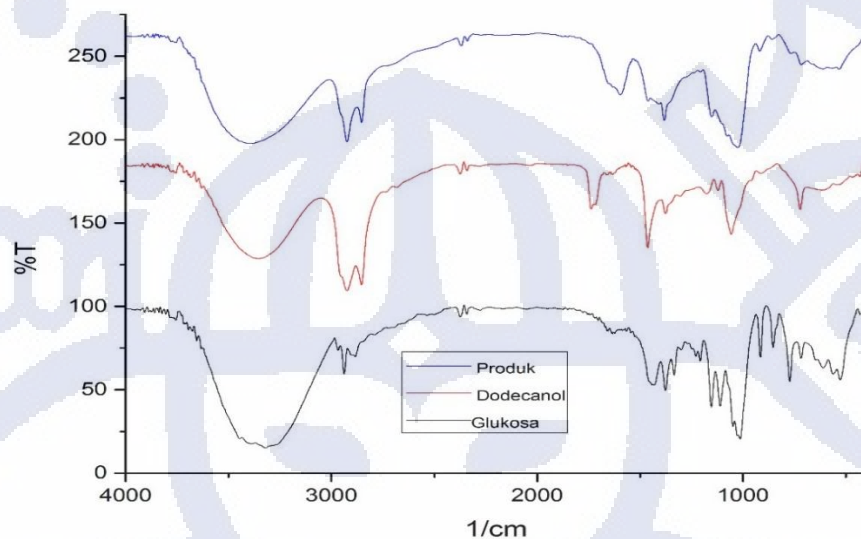


Gambar 4.10 Spektrum FTIR bawah: produk lauril poliglukosida; atas: APG komersil

Perbandingan spektrum FTIR produk dengan pereaktannya yaitu glukosa dan lauril alkohol dapat dilihat pada **Gambar 4.11**, menunjukkan adanya pergeseran puncak serapan gugus O-H pada lauril glukosida dimana pada lauril alkohol puncak serapan gugus O-H berada pada $3354,21\text{ cm}^{-1}$, pada glukosa $3317,56\text{ cm}^{-1}$ dan $3388,93\text{ cm}^{-1}$, sedangkan pada lauril glukosida $3406,29\text{ cm}^{-1}$.

Tabel 4.3 Puncak Khas FTIR produk lauril poliglukosida dan C8 APG hasil sintesis El-Sukkary (2008) serta APG komersil

Gugus Fungsi	APG Produk	El Sukkary (2008)	APG Komersil
CH ₂ Ulur simetrik	2854,65	2854	2837,85
CH ₂ Ulur asimetrik	2924,09	2932	2954,09
O-H vibrasi	3406,29	3200-3600	3388,93
C-O	1024,20	1055	1044,10
C-O-C	1151,50	1150	1155,80



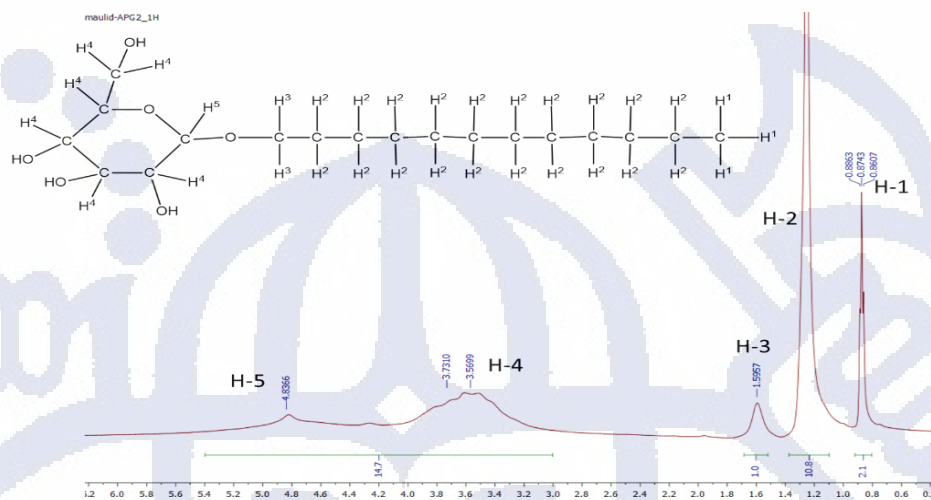
Gambar 4.11 Perbandingan spectrum FTIR produk lauril glukosida dengan pereaktannya.

4.3.2 Nuclear Magnetic Resonance (NMR)

Pengukuran spektrum ^1H NMR dilakukan untuk mengetahui geseran kimia proton pada senyawa produk. Menurut Sukkary (2008) senyawa APG dengan rantai karbon 12 memiliki lima sinyal kimia khas pada daerah geseran kimia $\delta = 0,85$ (3H, CH_3), $\delta = 1,23$ (20H, CH_2 - $(\text{CH}_2)_{10}$), $\delta = 3,47$ (2H, $\text{O}-\text{CH}_2(\text{CH}_2)_{10}$), $\delta = 3,44-4,6$ (6H, $\text{O}-\text{CH}$), $\delta = 4,2$ pada atom karbon asetal. Sedangkan menurut Focher (1990), senyawa APG dengan rantai karbon 12 memiliki lima sinyal kimia khas pada daerah geseran kimia $\delta = 0,94$ (3H, CH_3), $\delta = 1,5-1,2$ (18H, CH_2 - $(\text{CH}_2)_9$), $\delta = 1,73-1,63$ (2H, $(2\text{H}, \text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}_2(\text{CH}_2)_9)$), $\delta = 3,85-3,33$ (8H, $\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}_2$) & ($\text{O}-\text{CH}$), $\delta = 4,81$ H pada atom karbon asetal.

Berdasarkan hasil pengukuran spektrum ^1H NMR (**Gambar 4.12**), diduga senyawa lauril glukosida berhasil disintesis. Hal ini karena dari spektrum ^1H NMR yang tampak, terlihat terdapat 5 sinyal geseran kimia proton yang mirip dengan literatur Sukkary (2008) dan Focher (1990). Puncak-puncak tersebut antara lain terdapat pada geseran kimia $\delta = 0,87$ untuk H pada gugus metil $-\text{CH}_3$, $\delta = 1,25$ untuk H metilen $-\text{CH}_2-$, $\delta = 1,59$ untuk H pada $-\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}_2$, $\delta = 3,2-4$ untuk (6H, $\text{O}-\text{CH}$), $\delta = 4,83$ untuk H pada atom karbon asetal.

Dari data spektrum ^1H NMR produk lauril glukosida, pada geseran kimia 3,2-4,83 memiliki integrasi dengan besar 14,7 dan puncak yang melebar, hal ini menunjukkan bahwa pada produk membentuk campuran polimer antara lauril monoglukosida, lauril diglukosida, lauril triglukosida dan lauril tetraglukosida.



Gambar 4.12 Spektrum ^1H NMR (500 MHz, D_2O) produk lauril glukosida.

4.3.3 *Thermal Gravimetric Analysis (TGA)*

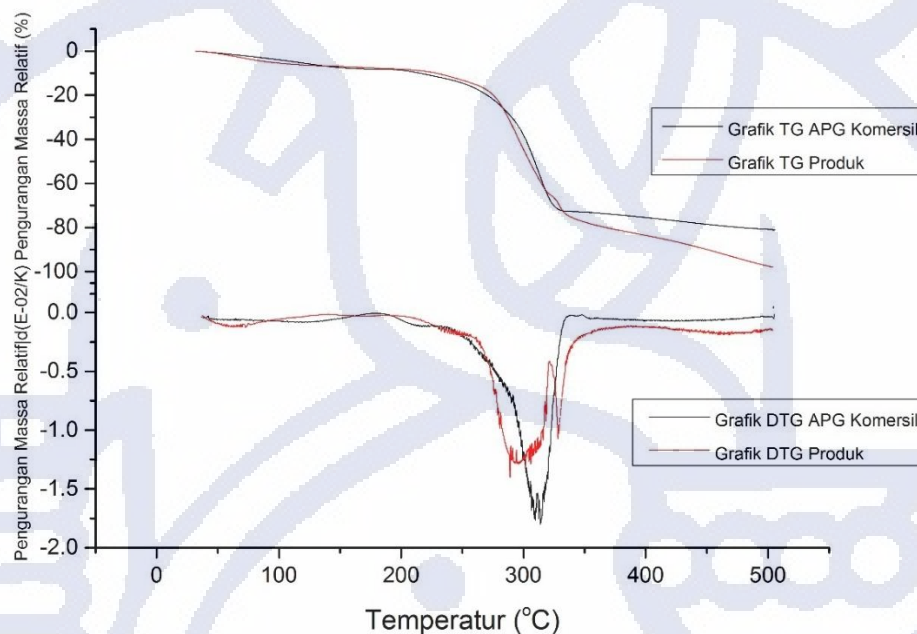
Uji termal atau *Thermal Gravimetric Analysis* digunakan untuk mengetahui ketahanan termal suatu senyawa atau polimer, komposisi senyawa dan untuk menentukan kemurnian suatu senyawa. Dari data uji termal pula dapat ditentukan apakah suatu padatan berjenis kristalin atau amorf.

Dalam penelitian ini, produk APG dan APG komersil telah dilakukan uji termal. **Gambar 4.13** menunjukkan perbandingan kurva TG (*thermal gravimetric*) dan kurva DTG (*differential thermal gravimetri*) pada produk APG dan APG komersil. Grafik TG produk APG memiliki pola yang mirip dengan grafik TG APG komersil.

Pada grafik TG APG produk terjadi pengurangan massa sebesar 6,47% pada rentang temperatur 35-106 °C, yang diduga adanya aseton dan air yang berada pada APG produk. Pengurangan massa sebanyak 6,97% pada grafik TG APG produk pada rentang temperatur 218-253 °C diduga disebabkan oleh adanya glukosa sisa reaksi yang meleleh dan berpolimer serta lauril alkohol sisa reaksi akan berisomer dan berpolimer. Menurut Orsi (1973) pada temperatur 165-240 °C terjadi dua proses reaksi pada glukosa. Reaksi pertama glukosa akan meleleh dan beberapa gugus hidroksi pada molekul glukosa akan terdehidrasi membentuk molekul air dimana pada temperatur tersebut molekul air yang terbentuk akan langsung menguap. Reaksi kedua, glukosa akan membentuk polimer dengan menghasilkan molekul air dimana pada temperatur tersebut molekul air akan langsung menguap. Berdasarkan Mettler Toledo Thermal Analysis Application No. HB 604, pada temperatur 237,7 °C lauril alkohol akan terputus menjadi alkohol dengan rantai yang lebih pendek dan rantai alkena. Kemudian kedua senyawa hasil degradasi lauril alkohol tersebut berisomerisasi dan berpolimerisasi membentuk rantai alkil dengan gugus vinyl dan hidroksil diikuti dengan terbentuknya molekul air dimana pada temperatur tersebut molekul air akan langsung menguap.

Pengurangan massa relatif terbesar pada APG produk sebesar 56,5% terjadi pada rentang temperatur 270-334 °C sedangkan pada APG komersil terjadi pengurangan massa relative sebesar 64,35% pada rentang temperatur 279-332 °C. Pada rentang temperatur ini senyawa lauril poliglukosida akan terdekomposisi. Mingkau (2011) menyebutkan bahwa rantai utama APG akan terdekomposisi pada rentang temperatur 257-365 °C.

Pada grafik TG APG produk terjadi pengurangan massa sebesar 22,68% pada rentang temperature 415-500 °C. Berdasarkan Mettler Toledo Thermal Analysis Application No. HB 604, pada temperatur 395,1 °C rantai alkil dengan gugus vinyl dan hidroksil akan terdegradasi. Pada temperatur ini lelehan caramel glukosa dan polisakarida akan terdekomposisi (Orsi, 1973).



Gambar 4.13 Grafik uji termal (TG dan DTG) produk lauril poliglukosida dan APG komersil

4.4 Uji Surfaktan

4.4.1 Tegangan Permukaan dan Tegangan Antarmuka

Pada produk APG telah dilakukan pengukuran tegangan permukaan dengan tensiometer metode cincin du nuoy. Pengukuran tegangan permukaan dilakukan pada konsentrasi 0,001-1 g/L dan temperatur 25 °C. Sebagai pembanding, dilakukan juga pengukuran tegangan permukaan APG komersil. Hasil pengukuran tegangan permukaan ditunjukkan pada **Tabel**

4.4. Gambar 4.14 menunjukkan grafik tegangan permukaan dalam berbagai konsentrasi larutan pada temperatur 25 °C.

Tegangan permukaan air pada temperatur ruang tanpa adanya surfaktan adalah 71,97 dyne/cm. Pada konsentrasi 1 g/L produk lauril glukosida mampu menurunkan tegangan permukaan air hingga 38,32 dyne/cm (46,76%). Alkil glukosida hasil sintesis Sukkary *et al.* (2008) mampu menurunkan tegangan permukaan air hingga 32 dyne/cm (55,53%) pada konsentrasi 0,297 mmol/L. Sedangkan Alkil glukosida hasil sintesis Ware *et al.* (2007) mampu menurunkan tegangan permukaan air hingga 36,3 dyne/cm (49,56%) pada konsentrasi 0,3 g/L.

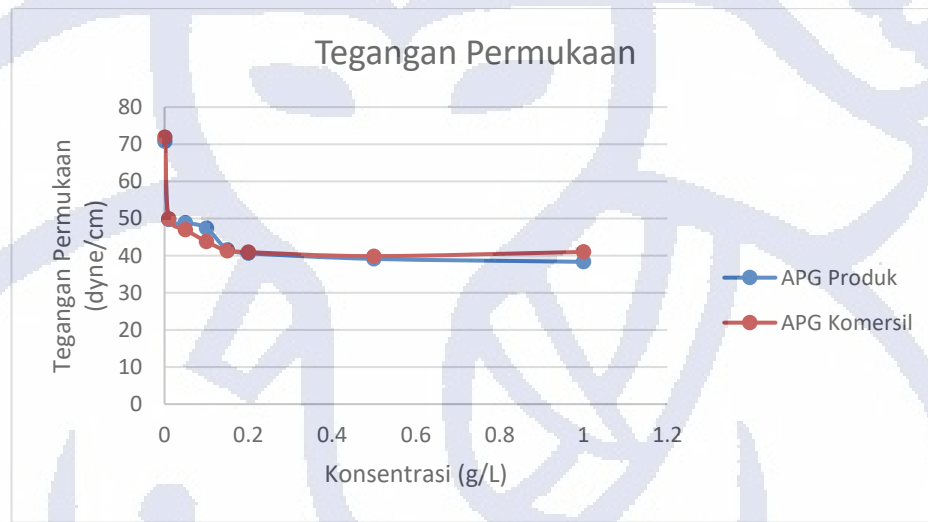
Tabel 4.4 Hasil pengukuran tegangan permukaan dalam berbagai konsentrasi surfaktan

Konsentrasi (g/L)	Tegangan Antar Muka (dyne/cm)	
	Produk APG	APG Komersil
0,001	70,77	71,86
0,01	49,76	49,93
0,05	48,91	46,97
0,1	47,37	43,79
0,15	41,56	39,86
0,2	40,65	41,00
0,5	39,12	41,28
1	38,32	40,94

Surfaktan berfungsi sebagai senyawa aktif yang dapat menurunkan energi yang membatasi dua cairan yang tidak saling larut. Kemampuan ini disebabkan oleh gugus hidrofilik dan hidrofobik yang dimiliki oleh surfaktan, dimana surfaktan akan menurunkan gaya kohesi dan meningkatkan gaya adhesi sehingga mampu menurunkan tegangan permukaan (Anslyn and Dougherty, 2006). Pada metode ini tegangan permukaan sebanding dengan gaya yang diperlukan untuk menarik cincin hingga lapisan tipis tepat putus.

Dari **Tabel 4.4** dan **Gambar 4.14** dapat dilihat bahwa penurunan tegangan permukaan semakin besar berbanding lurus dengan konsentrasi surfaktan. Surfaktan akan larut dalam air, kemudian molekul surfaktan akan bermigrasi ke bagian permukaan air. Gugus hidrofobik pada molekul surfaktan akan menarik molekul air yang akan bergerak ke atas (kesetimbangan fase cair dan uap pada molekul air), sehingga tegangan permukaan air berkurang. Kenaikan

konsentrasi surfaktan akan meningkatkan migrasi molekul-molekul surfaktan ke permukaan air hingga konsentrasi tertentu dimana permukaan menjadi jenuh. Pada titik ini molekul-molekul surfaktan masih di dalam badan larutan kemudian membentuk misela, dimana ekor-ekor hidrofobik pada molekul surfaktan mengumpul (*aggregate*) dalam misela, sedangkan gugus hidrofilik be terbentuk pada permukaan bagian luar misela. Pada titik ini disebut titik konsentrasi kritis misela. Bila konsentrasi CMC (*critical micella concentration*) ini tercapai maka tidak ada lagi perubahan nilai tegangan permukaan pada larutan meskipun konsentrasi surfaktan dinaikkan.



Gambar 4.14 Grafik tegangan permukaan dalam berbagai konsentrasi surfaktan.

Pada produk lauril glukosida juga telah dilakukan pengukuran tegangan antar muka dengan menggunakan tensiometer metode cincin du nuoy. Pengukuran dilakukan dengan konsentrasi surfaktan antara 0,001-1 g/L dalam air dan o-xilena sebagai fase organik. Secara teoritis nilai tegangan permukaan akan sebanding dengan nilai tegangan antar muka namun nilai tegangan antar muka akan lebih kecil dibandingkan dengan nilai tegangan permukaan.

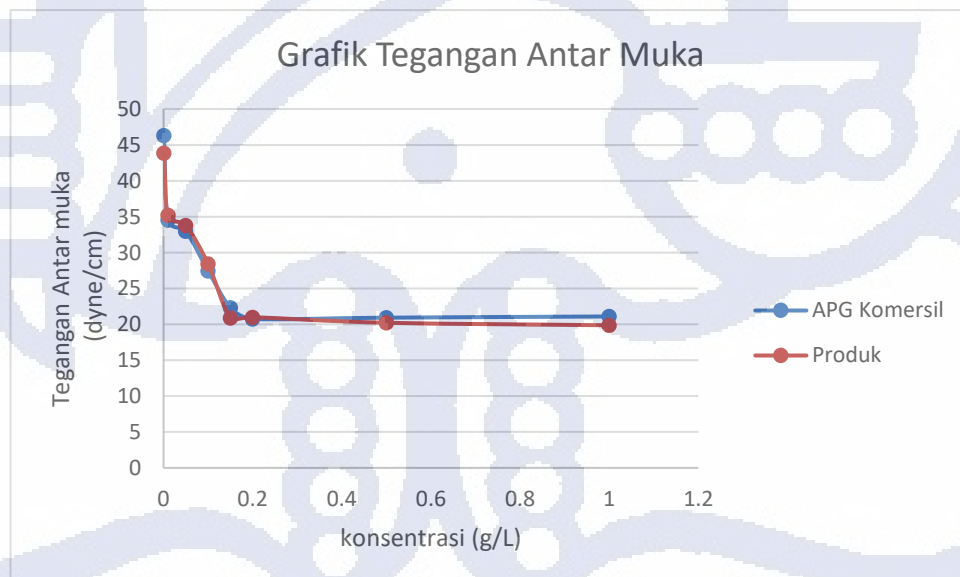
Dari pengukuran nilai tegangan antar muka dapat dilihat bahwa nilai tegangan antar muka air-o-xilena jauh lebih kecil dibandingkan nilai tegangan permukaan air tanpa surfaktan dimana nilai tegangan antar muka air:o-xilena tanpa surfaktan sebesar 46,60 dyne/cm sedangkan nilai tegangan permukaan air tanpa adanya surfaktan sebesar 71,97 dyne/cm.

Dari **Tabel 4.5** dan **Gambar 4.15** dapat dilihat bahwa penurunan nilai tegangan antar muka semakin besar berbanding lurus dengan konsentrasi surfaktan. Pada konsentrasi 1 g/L produk lauril glukosida mampu menurunkan nilai tegangan antar muka air-o-xilena hingga 19,87 dyne/cm atau sebesar 57,36%, dan APG komersil mampu menurunkan tegangan antar muka air xilena hingga 20,78 dyne/cm atau sebesar 55,41% sedangkan lauril poliglukosida hasil sintesis Ware *et al* (2007) pada konsentrasi 1% (b/v) memberikan nilai tegangan antarmuka

air-parafin sebesar 6,5 dyne/cm dan lauril glukosida hasil sintesis Sukkary (2008) pada konsentrasi 0,001 mol/L memberikan nilai tegangan antarmuka ar-parafin sebesar 4 dyne/cm.

Tabel 4.5 Hasil pengukuran tegangan antarmuka air:o-xilena dalam berbagai konsentrasi surfaktan.

Konsentrasi (g/L)	Tegangan Antarmuka (dyne/cm)	
	Produk APG	APG Komersil
0,001	43,86	46,30
0,01	35,20	34,55
0,05	33,78	32,98
0,1	28,42	27,46
0,15	20,89	22,32
0,2	21,00	20,78
0,5	20,22	20,93
1	19,87	21,10



Gambar 4.15 Grafik tegangan antarmuka air-o-xilena dalam berbagai konsentrasi larutan

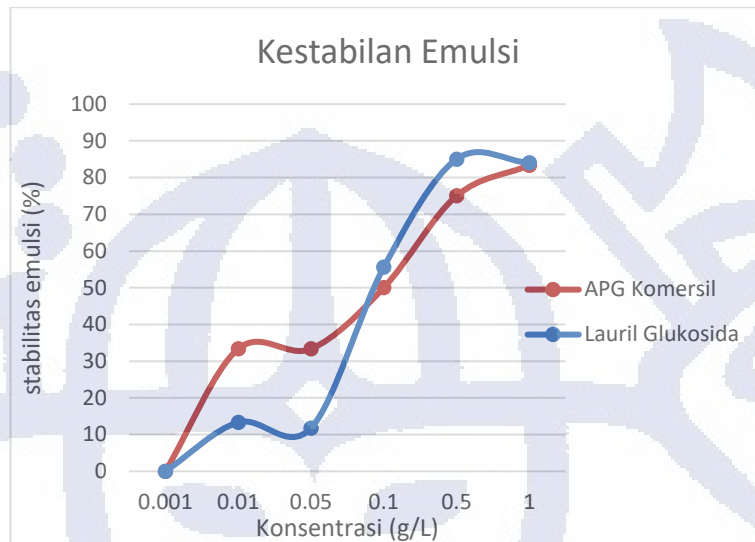
4.4.2 Stabilitas Emulsi

Emulsi merupakan penyatuan dari dua jenis larutan yang tidak saling larut, salah satu cairan terdispersi ke dalam cairan yang lain. Namun karena perbedaan berat molekul ataupun karena pengaruh gaya kohesi maka larutan tersebut secara perlahan akan terpisah lagi. Adanya senyawa surfaktan dapat menghambat terpisahnya emulsi membentuk dua jenis larutan yang terpisah, sifat ini dinamakan kestabilan emulsi. Emulsi yang stabil adalah emulsi yang tidak terpisah (berubah) terhadap waktu. Kestabilan emulsi dipengaruhi oleh gugus hidrofilik dan hidrofobik yang dimiliki oleh surfaktan dan sifat antarmuka.

Penghitungan kestabilan emulsi dilakukan pada rentang konsentrasi larutan surfaktan 0,001-1 g/L dalam air dan o-xilena lalu dikocok dengan menggunakan *vortex mixer* kemudian didiamkan selama 300 menit, tinggi emulsi yang terbentuk kemudian diukur untuk melihat kestabilan emulsinya. Pada pegujian ini digunakan air sebagai bahan polar dan o-xilena sebagai bahan nonpolar, penambahan lauril glukosida diharapkan dapat membentuk emulsi antara air dan o-xilena. Dari **Tabel 4.6** dan **Gambar 4.16**, pengukuran stabilitas emulsi pada air o-xilena menunjukkan bahwa produk APG hasil sintesis dapat membentuk kestabilan emulsi hingga 85% sedangkan APG komersil membentuk kestabilan emulsi hingga 84%.

Tabel 4.6 Hasil pengukuran stabilitas emulsi air:o-xilena dalam berbagai konsentrasi surfaktan.

Konsentrasi (g/L)	Stabilitas Emulsi (%)	
	Produk	APG Komersil
0,001	0	0
0,01	33,33	13,33
0,05	33,33	11,76
0,10	50,00	55,56
0,50	75,00	85,00
1,00	83,33	84,00



Gambar 4.16 Grafik kestabilan emulsi dalam berbagai konsentrasi surfaktan.

4.4.3 Penentuan Nilai HLB

Hydrophilic Lipophilic Balance (HLB) merupakan nilai perbandingan gugus hidrofilik dan lipofilik pada surfaktan. Semakin panjang rantai lipofilik, maka semakin rendah nilai HLB. Surfaktan dengan nilai HLB yang rendah larut dalam minyak dan meningkatkan emulsi air dalam minyak (w/o). Semakin banyak gugus hidrofilik, maka semakin tinggi nilai HLB. Surfaktan dengan nilai HLB tinggi akan larut dalam air dan meningkatkan emulsi minyak dalam air (o/w).

Nilai HLB produk APG hasil sintesis ditentukan dengan titrimetri dengan menggunakan metode bilangan air Greenwald (titrimetri) dengan prosedur yang dijelaskan oleh Verdinelli *et al.*, 2008. Sebanyak 1 gram surfaktan dilarutkan dalam 25 mL campuran piridine dan benzene (95:5 v/v) kemudian dititrasi dengan aquades. Titik akhir titrasi tercapai saat terbentuk kekeruhan permanen. Pada kondisi tersebut larutan telah jenuh dan molekul APG sudah tidak dapat berikatan dengan molekul air maupun piridina dan benzene.

Perhitungan nilai HLB dilakukan dengan mencari persamaan linier dari jenis surfaktan yang telah diketahui nilai HLBnya. Pada penelitian ini digunakan tween 80 (nilai HLB 15), span 20 (nilai HLB 8,6) dan asam oleat (nilai HLB 1).

Data hasil pengukuran penentuan nilai HLB dapat dilihat pada **Tabel 4.7** dan **Gambar 4.17**. Dari data tersebut dibuatkan kurva standarnya, dimana pada perhitungan HLB selanjutnya menggunakan kurva standar tersebut didapatkan persamaan linear $y = 0,2597x - 2,4063$. Hasil pengukuran nilai HLB dari produk APG hasil sintesis diperoleh dengan cara interpolasi dengan kurva standar. Nilai HLB yang diperoleh untuk APG komersial adalah 12,89; untuk APG hasil sintesis adalah 14,60.

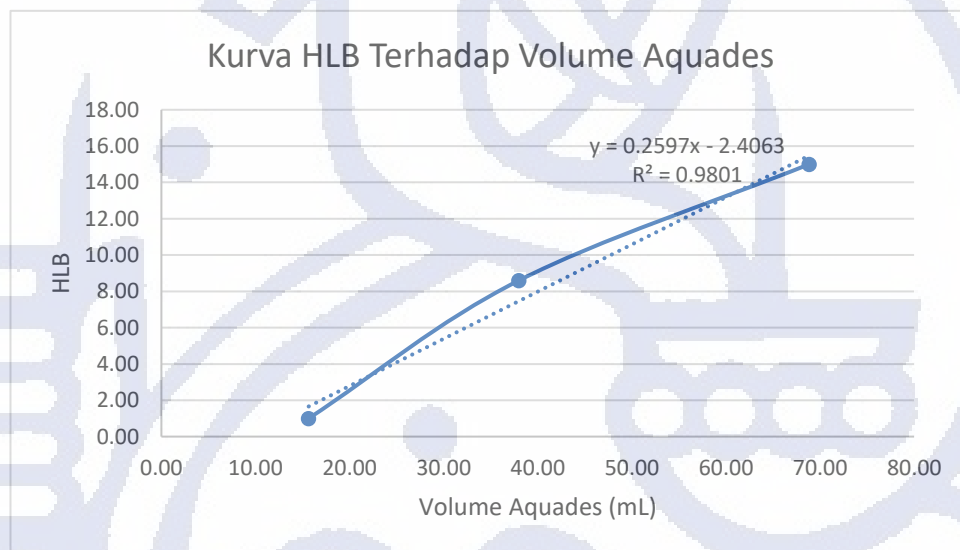
Tabel 4.7 Hasil titrasi berbagai jenis surfaktan

Surfaktan	Volume Aquades (mL)	HLB
Asam oleat	1565	1,00
Span 20	38,00	8,60
Twen 80	68,85	15,00

Persamaan Kurva

$$y = 0.2597x - 2.4063$$

Produk	65,50	14,60
APG Komersil	58,90	12,89



Gambar 4.17 Grafik kurva HLB terhadap volume titrasi.