

Pengaruh Sonikasi Terhadap Sifat Fisik Formula Herbisida yang Ditambahkan Surfaktan Dietanolamida

Ika Agustin Rusdiana, Erliza Hambali, dan Mulyorini Rahayuningsih

Departemen Teknologi Industri Pertanian Fakultas Teknologi Pertanian
Institut Pertanian Bogor

Korespondensi : Ika.rusdiana@gmail.com

ABSTRACT

Diethanolamide is a non-ionic surfactant from palm oil derivatives that can replace the use of polyoxyetilenamine surfactant in a commercial herbicides. But there is a weakness in the formula it has low visual appearance to the consumer industry. The aim of this research was to study the improvement of herbicide characterization through sonication method. This study was designed using a complete randomized design of 2 factors with factor 1 is the time of sonication (0, 30, 60, 90 minutes) and factor 2 is amplitude (20%, 30%, 40%). The best herbicide formula after sonication at 40% amplitude, 90 minute sonication time having a surface tension of 23,42 dyne/cm, contact angle of 0° and turbidity of 98 NTU.

Keywords: surfactants, sonication, herbicide, formula

PENDAHULUAN

Formula herbisida komersial yang umum dipakai industri agrokimia terdiri dari 48% isopropilamina glifosat, 15% surfaktan polioksietilenamin (POEA) dan sisanya berupa pelarut air. Surfaktan POEA dalam herbisida komersial memberikan pengaruh negatif yakni sangat korosif dan memiliki toksisitas tinggi untuk organisme air dan hewan (Mesnage *et al.* 2015). Surfaktan POEA dalam konsentrasi rendah mampu mengganggu sel manusia, plasenta, sel pusat dan menyebabkan kerusakan genetik namun kerusakan tersebut tidak disebabkan oleh bahan aktif glifosat yang digunakan (Benachour and Seralini, 2008). Untuk itu tim peneliti SBRC IPB mengembangkan surfaktan dietanolamida (DEA) yang disintesis dari reaksi amidasi antara dietanolamina dan metil ester ataupun asam lemak minyak kelapa sawit yang memiliki tegangan

permukaan paling rendah dibandingkan dengan surfaktan lainnya seperti APG, APEO dan lauril betain (Suryani *et al.* 2012). Surfaktan DEA memiliki sifat lebih *biodegradable* dan tidak bersifat toksik bagi lingkungan. Surfaktan bekerja dengan memperluas penyebaran genangan (*coverage*) larutan herbisida pada permukaan daun gulma sehingga bahan aktif herbisida dapat tersebar merata dan bertahan lebih lama di atas permukaan daun gulma (Tominack, 2000). Formulasi herbisida yang dilakukan Singarimbun (2012) menggunakan 10% surfaktan DEA berbasis asam laurat yang difraksinasi dari *Palm Kernel Oil* (PKO) dan isopropilamina glifosat 48% menghasilkan formula dengan kenampakan visual berwarna kuning tua yang keruh dan terdapat bahan yang tidak homogeny dalam formula. Sementara herbisida komersial berwarna kuning keemasan dan bening. Perbedaan warna

tersebut mengikuti warna surfaktan yang digunakan. Dari kelemahan formula herbisida yang memiliki warna kurang bagus tersebut menyebabkan konsumen industri dan pasar memberikan penilaian produk yang rendah dan belum dapat menerima produk herbisida yang dihasilkan sehingga perlu pengembangan lebih lanjut dalam penyempurnaan produk tersebut.

Salah satu alternatif yang digunakan yakni menggunakan metode sonikasi dalam formulasi formula herbisida. Metode sonikasi merupakan metode dengan memanfaatkan gelombang ultrasonik dimana generator listrik ultrasonik akan membuat sinyal listrik kemudian diubah menjadi getaran fisik atau gelombang ultrasonik sehingga memiliki efek sangat kuat yang disebut dengan efek kavitasi pada larutan yang menyebabkan pecahnya molekul-molekul larutan tersebut. Beberapa keunggulan metode sonikasi adalah memiliki ukuran partikel sangat kecil sehingga mencegah terjadinya proses *creaming* atau sedimentasi selama masa penyimpanan, menghasilkan luas permukaan yang besar sehingga dapat mempercepat penetrasi bahan aktif dan memudahkan penyebarannya serta berwarna transparan (Tardos, 2005). Proses ini diharapkan mampu memperbaiki penampilan produk herbisida yang akhirnya dapat juga meningkatkan preferensi konsumen industri terhadap produk tersebut dan diharapkan pula penggunaan produk di alam lebih sedikit, aman dan meminimalkan dampak lingkungan. Tujuan penelitian ini adalah mengetahui pengaruh metode sonikasi

terhadap sifat fisik formula herbisida yang dihasilkan.

BAHAN DAN METODE

Pelaksanaan penelitian dilakukan di laboratorium *Surfactant and Bioenergy Research Center* (SBRC) IPB Barangsiang pada bulan Desember 2017 – Maret 2018. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah metil ester kelapa sawit, dietanolamina, NaOH, isopropilamina glifosat dari PT. Petrokimia Kayaku, herbisida komersial dan aquades. Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah reaktor amidasi, timbangan, termometer, homogenizer rotor stator (*Daihan homogenizer model HG-15D*) dan alat ultrasonikasi (*Cole Parmer 20 kHz, 130 watt*). Alat analisis tegangan permukaan (*Spinning drop tensiometer*), sudut kontak (*Contact angle analyzer phoenix 300*) dan *Turbidity* meter.

Penelitian ini menggunakan formula herbisida berbahan aktif isopropilamina glifosat dengan penambahan surfaktan dietanolamida dari metil ester minyak kelapa sawit. Formula yang sudah jadi akan dilakukan proses sonikasi untuk penyempurnaan produk tersebut. Adapun metode yang digunakan dalam penelitian tersebut adalah metode Rancangan Acak Lengkap (RAL) faktorial 2 faktor. Faktor 1 adalah lama waktu sonikasi dan faktor 2 adalah amplitudo alat ultrasonikator. Perlakuan dilakukan dua kali pengulangan. Adapun model matematikanya adalah

$$Y_{ijk} = \mu + \alpha_i + \beta_j + (\alpha\beta)_{ij} + \epsilon_{ijk}$$

Keterangan:

- Y_{ijk} = Pengamatan perlakuan waktu sonikasi taraf ke-i, amplitudo alat ultrasonikator taraf ke-j dan ulangan ke-k
 μ = Rataan umum
 α_i = Pengaruh perlakuan waktu sonikasi taraf ke-i (i=0, 30, 60, 90 menit)
 β_j = Pengaruh perlakuan amplitudo ultrasonikator taraf ke-j (j=20, 30, 40 %)
 $(\alpha\beta)_{ij}$ = Pengaruh interaksi waktu dan amplitudo ultrasonikator taraf ke-j
 ϵ_{ijk} = Pengaruh kesalahan percobaan

Kemudian dianalisis dalam tegangan permukaan, sudut kontak dan uji kekeruhan formula. Data yang diperoleh selanjutnya dianalisis statistika dengan menggunakan analisis ragam (ANOVA). Apabila pada analisis ragam didapatkan pengaruh nyata pada perlakuan, maka dilanjutkan analisis menggunakan uji lanjut Duncan pada taraf kepercayaan 95%.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Analisis tegangan permukaan

Formula yang digunakan dalam penelitian ini adalah formula dari penelitian terdahulu yakni herbisida dengan komposisi surfaktan dietanolamida 5% (b/b) yang disintesis dari olein kelapa sawit berupa metil ester yang direaksikan dengan dietanolamina menggunakan katalis basa berupa NaOH 30% sebanyak 1% dari total seluruh bahan dalam pembuatan surfaktan DEA. Kemudian ditambahkan bahan aktif berupa isopropilamina glifosat sebanyak 48% (b/b) dan selebihnya pelarut berupa air. Formulasi herbisida dilakukan menggunakan alat homogenizer dengan kecepatan pencampuran 2000-3000 rpm selama 10-15 menit (Hambali *et al.* 2015). Formula herbisida yang terbentuk berwarna kuning tulang sedikit keruh. Untuk mengurangi kekeruhan tersebut

ditambahkan proses sonikasi dengan perlakuan amplitudo 20%, 30% dan 40% dengan lama waktu sonikasi 0, 30, 60, 90 menit dalam suhu ruang. Tegangan permukaan ialah tekanan dari dalam yang terjadi akibat gaya tarik menarik molekul ke bawah permukaan pada permukaan suatu larutan. Hasil pengukuran tegangan permukaan menunjukkan adanya penurunan nilai tegangan permukaan sebelum dan sesudah dilakukan proses sonikasi (Tabel 1).

Nilai tegangan permukaan sebelum sonikasi antara 30,58 hingga 30,81 dyne/cm dan setelah dilakukan proses sonikasi terjadi penurunan yang signifikan berdasarkan hasil analisis ragam dan uji lanjut Duncan pada taraf kesalahan 5%. Semakin tinggi amplitudo yang digunakan dan waktu sonikasi yang semakin lama menghasilkan nilai tegangan permukaan yang semakin rendah.

Tabel 1. Hasil rerata nilai tegangan permukaan herbisida setelah dilakukan sonikasi

Amplitudo (%)	Waktu (menit)	Rata-rata nilai tegangan permukaan (dyne/cm)
20	0	30,73 ± 0,44d
20	30	30,15 ± 0,14c
20	60	29,57 ± 0,16bc
20	90	28,87 ± 0,06b
30	0	30,58 ± 0,23d
30	30	29,66 ± 0,09bc
30	60	28,37 ± 0,09b
30	90	26,80 ± 0,15b
40	0	30,81 ± 0,41d
40	30	29,25 ± 0,08bc
40	60	26,48 ± 0,17b
40	90	23,42 ± 0,09a

Keterangan: Kelompok Duncan dengan huruf yang sama menunjukkan hasil yang tidak berbeda nyata antar taraf perlakuan, sedangkan kelompok Duncan dengan huruf yang berbeda menunjukkan hasil berbeda nyata.

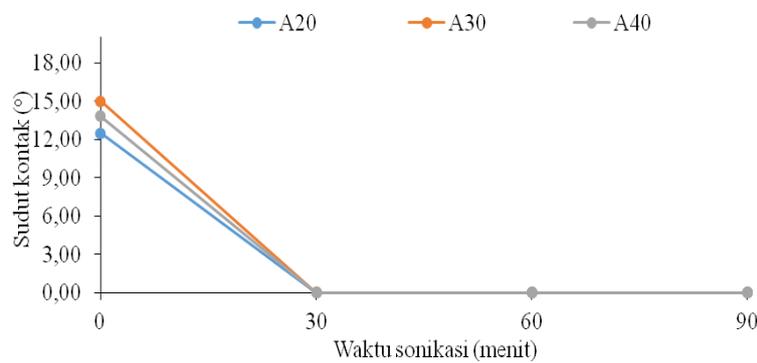
Tabel 1. menggambarkan hasil nilai tegangan permukaan terendah pada formula yang dihasilkan setelah sonikasi pada perlakuan amplitudo 40% dengan lama waktu sonikasi 90 menit sebesar 23,42 dyne/cm. Nilai tegangan permukaan pada perlakuan waktu sonikasi yang sama dengan perbedaan amplitudo 30% menghasilkan nilai tegangan permukaan 26,80 dyne/cm dan 28,87 dyne/cm untuk perlakuan amplitudo 20%. Perbedaan nilai yang dihasilkan tersebut dapat diduga karena adanya energi masukan yang diterima oleh larutan formula herbisida yang berbeda kekuatannya. Nilai tegangan permukaan yang rendah tersebut menunjukkan adanya gaya tarik menarik permukaan yang lebih rendah pada formula perlakuan tersebut dibandingkan dengan perlakuan lainnya. Hal tersebut diduga karena partikel-partikel dalam larutan menerima efek dengan adanya peningkatan amplitudo dan lama waktu sonikasi sehingga terjadi peningkatan energi yang menyebabkan perubahan

ukuran *droplet*. Partikel akan menyerap gelombang ultrasonik yang diberikan dari alat ultrasonikator. Peristiwa tersebut dapat meningkatkan tegangan geser yang mengakibatkan penurunan ukuran partikel (Kemala *et al.* 2011). Kinerja surfaktan DEA yang maksimal dapat dilihat dari nilai tegangan permukaan yang rendah pada formula herbisida. Surfaktan DEA yang berukuran kecil akan cepat bekerja dengan cara melapisi bagian dinding-dinding *droplet* bahan aktif. Semakin kecil dan seragam ukuran *droplet* yang dihasilkan dari penyerapan gelombang ultrasonik pada alat ultrasonikator tersebut maka semakin luas permukaan dinding yang akan terlapisi oleh surfaktan DEA. Surfaktan DEA berfungsi sebagai senyawa aktif penurunan tegangan permukaan cairan yang dapat maksimum jika semakin kecil dan seragam ukuran globula maka akan semakin luas permukaan dinding yang dapat terlapisi oleh surfaktan DEA tersebut (Ferdian *et al.* 2016).

Analisis sudut kontak

Nilai tegangan permukaan akan berbanding lurus dengan nilai sudut kontak yang terbentuk pada daun gulma. Formula yang diharapkan dari hasil proses sonikasi adalah formula yang memiliki nilai tegangan permukaan rendah dan sudut kontak kecil sehingga akan mempermudah dalam penyebaran dan penetrasi larutan herbisida ke daun gulma sehingga kinerja

bahan aktif dapat maksimal dalam mematikan gulma. Berdasarkan hasil analisis ragam dengan taraf kesalahan 5% menunjukkan adanya perbedaan nyata pada perlakuan lama waktu sonikasi terhadap sudut kontak yang dibentuk pada formula herbisida namun tidak menunjukkan pengaruh signifikan dari perlakuan amplitudo terhadap nilai sudut kontak yang dibentuk.



Gambar 1. Pengaruh perlakuan amplitudo dan waktu sonikasi terhadap tegangan permukaan formula herbisida

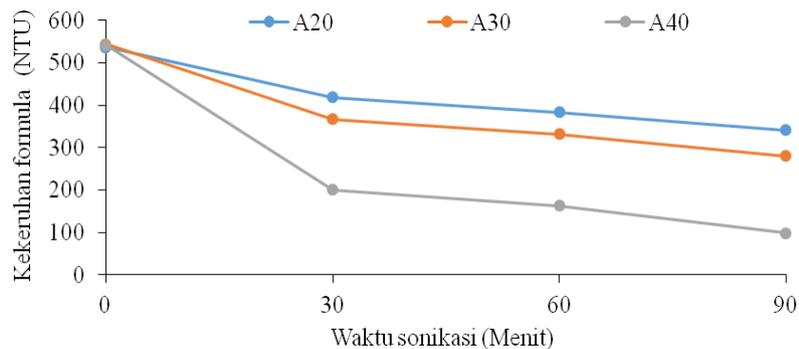
Gambar 1 menunjukkan adanya penurunan nilai sudut kontak sebelum sonikasi sebesar $12,51^\circ$ hingga $15,01^\circ$ kemudian menjadi 0° setelah dilakukan proses sonikasi. Semua perlakuan setelah sonikasi menunjukkan nilai sudut kontak yang sangat bagus. Hal tersebut terlihat pada saat pengukuran yang menunjukkan formula herbisida setelah ditetaskan ke permukaan daun gulma, formula tersebut langsung menyebar sehingga tidak membentuk sudut. Sudut kontak 0° dipengaruhi oleh nilai tegangan permukaan yang rendah dan ukuran *droplet* yang berubah ukuran menjadi lebih kecil daripada sebelum dilakukan proses sonikasi. Tegangan permukaan terkait dengan kinerja surfaktan DEA dalam melapisi ukuran *droplet* yang lebih kecil sehingga proses pelapisan *droplet* tersebut

terjadi secara cepat sehingga penyebaran pada daun gulma menjadi lebih merata. Penyerapan suatu bahan aktif melalui kulit salah satunya dipengaruhi oleh penentuan ukuran partikel. Ukuran partikel semakin kecil akan memudahkan bahan aktif melalui lapisan kulit (Basera *et al.* 2015). Dari pemaparan tersebut dapat disimpulkan metode sonikasi mampu untuk menurunkan sudut kontak pada formula herbisida berbahan aktif isopropilamina glifosat.

Analisis kekeruhan formula herbisida

Pengujian kekeruhan formula herbisida ini bertujuan untuk melihat sifat optik formula yang ditentukan berdasarkan cahaya yang diserap dan dipancarkan oleh bahan-bahan yang terdapat dalam larutan

formula. Sumber cahaya akan dilewatkan pada sampel sehingga perubahan nilai kekeruhan yang terjadi pada formula sebelum dan sesudah dilakukan proses sonikasi dapat diketahui.



Gambar 2. Pengaruh amplitudo dan waktu sonikasi terhadap kekeruhan formula

Hasil analisis ragam pada taraf kesalahan 5% menunjukkan adanya pengaruh antar perlakuan amplitudo dan waktu sonikasi terhadap kekeruhan formula herbisida yang dihasilkan. Perlakuan kontrol yakni tanpa proses sonikasi berbeda secara signifikan dengan semua perlakuan dalam penelitian ini. Nilai kekeruhan sebelum dilakukan proses sonikasi berkisar antara 537 hingga 543,5 NTU. Kemudian setelah dilakukan sonikasi, nilai kekeruhan formula menghasilkan nilai terkecil yakni 98 NTU pada perlakuan amplitudo 40% dan waktu sonikasi terlama yakni 90 menit (Gambar 2). Semakin tinggi amplitudo dan waktu sonikasi paling lama menghasilkan nilai kekeruhan yang relatif kecil. Hal tersebut juga terjadi pada perubahan warna formula yang dihasilkan setelah dilakukan proses sonikasi. Secara visual formula herbisida sebelum sonikasi berwarna putih tulang dan terlihat keruh. Setelah dilakukan sonikasi formula memiliki warna putih transparan meskipun tidak sejernih hebisida komersial. Hal

tersebut diduga karena terjadi perubahan ukuran partikel selama dilakukan sonikasi sehingga menghasilkan ukuran yang sangat kecil dan homogen. Perubahan ukuran partikel ini terjadi karena adanya pemecahan ukuran partikel dengan memanfaatkan gelombang amplitudo yang dihasilkan oleh alat ultrasonikator. Leong *et al.* (2009) menyatakan ukuran *droplet* yang kecil menyebabkan produk lebih transparan sehingga dengan keunggulan penampilan produk tersebut dapat dicampur dengan berbagai produk berbasis air.

Prinsip kerja dari alat ultrasonikator yang digunakan dalam proses sonikasi yakni mengubah sinyal listrik menjadi getaran fisik yang memiliki efek sangat kuat terhadap larutan sehingga menyebabkan pecahnya partikel menjadi lebih kecil dan menyebabkan produk yang dihasilkan lebih transparan. Ukuran yang lebih kecil dapat menghasilkan larutan herbisida yang mudah larut dalam air saat akan diaplikasikan. Kondisi visual sebelum

dilakukan sonikasi adalah terdapat butiran putih yang terdapat pada permukaan formula herbisida meskipun jumlahnya relatif sedikit, namun setelah disonikasi butiran putih tersebut hilang yang kemungkinan partikel tersebut pecah menjadi butiran yang ukurannya lebih kecil dan lebih homogen daripada sebelumnya sehingga kelarutan formula meningkat. Semakin lama waktu sonikasi cenderung menghasilkan ukuran partikel yang kecil sehingga akan mempertahankan keadaan homogen selama masa penyimpanan (Du *et al.* 2016).

KESIMPULAN DAN SARAN

Kesimpulan

Kesimpulan dari penelitian ini adalah hasil formula herbisida terbaik setelah proses sonikasi pada perlakuan 40% amplitudo dengan lama waktu sonikasi 90 menit menghasilkan nilai tegangan permukaan paling rendah 23,42 dyne/cm, sudut kontak 0° dan kekeruhan formula sebesar 98 NTU.

Saran

Penelitian dapat dilanjutkan dengan adanya pengujian di lapang untuk menguji keefektifan dalam mematikan gulma dari formula herbisida yang sudah dibuat.

UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih ditujukan kepada Lembaga Penelitian *Surfactant and Bioenergy Research Center* (SBRC) – LPPM IPB Baranangsiang atas fasilitas yang disediakan dalam menyelesaikan penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Basera K, Bhatt G, Kothiyal P, Gupta P. 2015. Nanoemulgel: a novel formulation approach for topical delivery of hydrophobic drugs. *World Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences*. 4(10): 1872-1876.
- Benachour N, Seralini GE. 2008. Glyphosate formulations induce apoptosis and necrosis in human umbilical, embryonic, and placental cells. *Journal Chemical Research in Toxicology*. 22(1):97-105.
- Du Z, Chuanxin W, Xiumei T, Guoyong W, Xiaoying L. 2016. Optimization and characterization of biocompatible oil-in-water nano-emulsion for pesticide delivery. *ACS Sustainable Chemistry and Engineering*.
- Ferdinan MA, Hambali E, Rahayuningsih M. 2016. Studi perbandingan produk insektisida formulasi EC (*Emulsifiable Concentrate*) dengan penambahan surfaktan dietanolamida menggunakan vortex, mixer dan homogenizer. *Jurnal Teknologi Industri Pertanian* 26(1): 60-67.
- Hambali E, Prijono D, Suryani A. 2015. Peningkatan kinerja insektisida nabati dari ekstrak nimba (*Azadirachtin indica*) untuk pengendalian hama ulat grayak pada kedelai menggunakan surfaktan DEA dari olein sawit. Laporan Penelitian. SBRC IPB Bogor.
- Kemala T, Sjahriza A, Komariah S. 2011. Emulsi dan ultrasonikasi dalam pembentukan nanoenkapsulasi ibuprofen tersalut polipaduan poli (asam laktat) dengan poli (ϵ -kaprolakton). *Jurnal Sains Materi Indonesia*. 12(3):181-187.
- Leong TSH, Wooster TJ, Kentish SE, Ashokkumar M. 2009. Minimising oil

droplet size using ultrasonic emulsification. Journal Ultrasonics Sonochemistry 16(6):721-727.

Mesnager R, Defarge N, Spiroux de Vendômois J, Séralini GE. 2015. Potential toxic effects of glyphosate and its commercial formulations below regulatory limits. Journal Food Chemical Toxicology 84: 133-53.

[SBRC] Surfactant and Bioenergy Research Centre. 2013. SOP for Microscop Leica ICC 50 HD; Spinning Drop Tensiometer; Turbidity Meter. Bogor (ID): SBRC.

Singarimbun BPL. 2012. Pemanfaatan surfaktan berbasis minyak kelapa sawit dalam formulasi herbisida berbahan aktif glifosat. Skripsi. Bogor: Institut Pertanian Bogor.

Suryani A, Dadang, Nisya FN, Nurkania A. 2012. Surfaktan berbasis minyak nabati untuk formulasi herbisida berbahan aktif glifosat. Laporan Penelitian. SBRC IPB. Bogor.

Tardos TF. 2005. Applied surfactants: Surfactants in nanoemulsion. Weinheim: Wiley-VCH. 285-286.

Tominack RL. 2000. Herbicide Formulations. Journal Toxicology Clin Toxicol 38:129 – 135.