

SINTESA SURFAKTAN METIL ESTER SULFONAT (MES) DARI *PALM OIL METYHL ESTER* DAN NATRIUM BISULFIT MENGGUNAKAN KATALIS CaO; VARIASI RASIO MOL DAN KECEPATAN PENGADUKAN

Hedri Yanti¹, Syaiful Bahri², Panca Setia Utama²

¹Mahasiswa Jurusan Teknik Kimia, ²Dosen Jurusan Teknik Kimia

Laboratorium Teknik Reaksi Kimia

Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Riau

Kampus Bina Widya Jl. HR. Soebrantas KM 12,5 Simpang Baru, Panam, Pekanbaru, 28293

E-mail: hedri.yanti@student.unri.ac.id

ABSTRACT

Surfactant (surface active agent) is a chemical compound used to reduce the surface tension of the liquid. Surfactants are divided into four groups: anionic, nonionic, cationic and amphoteric. The most widely used surfactant is an anionic surfactant which is synthesized from Linier Alkylbenzene Sulphonate (LABS) a petroleum base surfactant. LABS is not ecofriendly, low resistant to high salinity levels, hard to degradable, expensive and still imported. Methyl Ester Sulfonate (MES) is an anionic surfactant which is currently being developed. These surfactants can be produced from POME. MES produced by sulfonation reaction with addition of sulfonation agents. In this research sodium bisulfite used as sulfonation agent. The aims of this research was to synthesized MES from POME and Sodium Bisulfite (NaHSO₃) and Calcium Oxide as the catalyst, to characterize the product, and to study the effects of mole ratio and stirring speed of surface tension and emulsion stability MES. POME obtained from PT. Cemerlang Eka Perkasa Dumai Riau Province. Sulfonation process was carry out at the mole ratio of 1:1, 1:1,5 and 1:2, stirring speed of 300, of 500, of 700 rpm, temperature of 80°C, and the time of 6 hours. The best characteristic of the MES was obtain at stirring speed of 500 rpm and mole ratio of 1:2 density of 0,8659 gr/ml; viscosity of 2,002 cP; pH of 3,52; surface tension of 33,3 dyne/cm; interfacial surface tension of 29,2 dyne/cm and emulsion stability of 89%. The yield of 83,51% can be obtained in this research.

Keyword : *Methyl Ester, Methyl Ester Sulfonate, Sulfonation, Surfactant.*

I. Pendahuluan

Surfaktan merupakan zat aktif permukaan (*surface active agent*) yang dapat menurunkan tegangan permukaan suatu media cairan. Sifat ini disebabkan struktur ampifilik surfaktan yang memiliki gugus hidrofilik dan gugus hidrofobik (Chasani dkk, 2014). Surfaktan yang paling banyak digunakan adalah surfaktan anionik sebesar 66%, sedangkan untuk surfaktan kationik hanya 9%, surfaktan nonionik 24% dan surfaktan amfoterik kurang dari 1% (Harti, 2015). Surfaktan anionik memiliki karakteristik hidrofilik yang disebabkan adanya gugus ion sulfat

atau sulfonat. Surfaktan Metil Ester Sulfonat (MES) adalah surfaktan anionik yang berbasis oleokimia yang bersifat ramah lingkungan yang diproduksi menggunakan bahan baku metil ester dari minyak sawit dan dapat di aplikasikan pada produk deterjen (Permadani dkk, 2017). Surfaktan MES memiliki kelebihan yaitu ramah lingkungan (*biodegradable*), dan memiliki sifat deterjensi yang baik (Hidayati, 2009).

Potensi Indonesia sebagai surfaktan minyak sawit semakin besar seiring dengan meningkatnya produksi minyak

sawit di Indonesia. *Crude Palm Oil* (CPO) adalah bahan yang potensial sebagai bahan dasar pembuatan surfaktan MES, dan Indonesia merupakan produsen minyak sawit utama didunia dengan jumlah produksi pada tahun 2017 mencapai 38,17 juta ton (GAPKI, 2018). Keunggulan CPO sebagai bahan baku surfaktan MES yaitu ramah lingkungan dan bersifat terbarukan. Selain itu CPO memiliki komposisi C_{16} dan C_{18} yang banyak yaitu masing-masing sebanyak 46% dan 39%. Surfaktan MES dari metil ester C_{16-18} memiliki daya deterjensi yang baik, sifat toleransi terhadap ion Ca, dan aktivitas permukaan yang baik dibandingkan *Linear Alkylbenzene Sulphonate* (LABS)(Sulastri, 2010).

Penggunaan CPO sebagai bahan baku surfaktan MES akan lebih menarik dengan menggunakan agen pensulfonasi yang murah yaitu Natrium Bisulfit ($NaHSO_3$) dan Natrium Metabisulfit ($Na_2S_2O_5$) dengan warna produk lebih cerah. Penggunaan agen pensulfonasi $Na_2S_2O_5$ dan metil ester dari CPO pada proses pembuatan surfaktan MES telah dilakukan Harti (2015). Surfaktan MES yang dihasilkan memiliki nilai tegangan permukaan 33,85 mN/m. Sedangkan penggunaan agen sulfonasi $NaHSO_3$ telah dilakukan Hidayati (2009) dengan bahan baku yang sama diperoleh nilai tegangan permukaan 33 dyne/cm pada temperatur $106^{\circ}C$ dan waktu 4,5 jam.

Dari uraian di atas maka perlu dilakukan penelitian untuk mensintesa surfaktan Metil Ester Sulfonat (MES) dari bahan baku nabati yang sangat potensial di Indonesia yaitu POME dengan agen pensulfonasi yang ekonomis yaitu natrium bisulfit ($NaHSO_3$) dan diharapkan produk yang dihasilkan memberikan karakteristik surfaktan MES yang mendekati surfaktan MES referensi.

II. Metode Penelitian

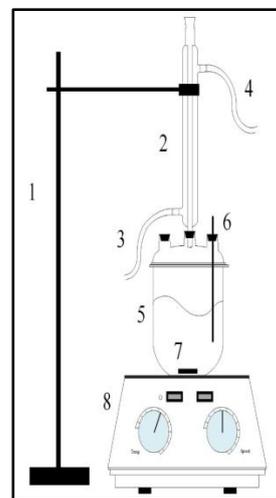
2.1 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu POME produksi PT.

Cemerlang Energi Perkasa Dumai Provinsi Riau. Bahan-bahan kimia yang digunakan antara lain Natrium bisulfit ($NaHSO_3$) teknis, Kalsium Oksida (CaO) dalam bentuk bubuk teknis, Xilen, dan Akuades.

2.2 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu reaktor leher empat alas datar ukuran 1 liter, *hot plate*, *magnetic stirrer*, termometer, kondensor, gelas ukur 100 ml, oven, pipet tetes, piknometer 10 ml, labu ukur 1 liter, cawan penguap, viskometer *oswald*, gelas piala, tensiometer *du Nouy*, tabung reaksi, kertas saring, timbangan analitik dan pH meter.



Keterangan:

1. Statif dan klem
2. Kondensor
3. Aliran air masuk
4. Aliran air keluar
5. Reaktor leher empat alas datar
6. Termomete
7. *Magnetic Stirrer*
8. *Hot Plate*

Gambar 1. Rangkaian Alat Sulfonasi

2.3 Variabel Penelitian

Variabel penelitian ini meliputi variabel tetap dan variabel berubah. Variabel tetap penelitian ini adalah Volume POME 200 ml, komposisi katalis CaO 1% b/b dari massa POME, temperatur sintesis $80^{\circ}C$, dan waktu reaksi 6 jam. Sedangkan Variabel berubahnya adalah kecepatan pengadukan proses sulfonasi 300 rpm, 500 rpm, 700 rpm serta rasio mol POME : $NaHSO_3$ adalah 1:1, 1:1,5 dan 1:2.

2.4 Prosedur Penelitian

Prosedur yang akan dilakukan pada penelitian ini terdiri dari proses sulfonasi, pemurnian surfaktan MES dan karakteristik produk.

2.4.1. Proses Sulfonasi

Sulfonasi surfaktan MES dilakukan dengan mereaksikan POME dan NaHSO_3 dengan perbandingan rasio mol 1:1 serta penambahan katalis CaO 1% b/b dari massa POME. POME sebanyak 200 ml dimasukkan kedalam reaktor leher empat alas datar, selanjutnya ditambahkan NaHSO_3 sebanyak 63,13 g. Reaksi sulfonasi berlangsung selama 6 jam pada temperatur 80°C dan kecepatan pengadukan 300 rpm.

Setelah proses sulfonasi selesai, selanjutnya campuran hasil reaksi dilakukan pemisahan secara gravimetri. Tujuan dilakukan pemisahan adalah untuk memisahkan MES dengan katalis yang digunakan. MES berupa fasa cair yang berada di lapisan atas dan pada lapisan bawah berupa endapan CaO dan NaHSO_3 . Selanjutnya dilakukan dengan variasi rasio mol 1:1,5 dan 1:2 serta variasi kecepatan pengadukan 500 dan 700 rpm.

2.4.2. Proses Pemurnian MES

Proses pemurnian MES dilakukan dengan pencucian menggunakan akuades. Proses pemurnian ini bertujuan untuk melarutkan garam-garam dan kotoran yang masih terkandung didalam surfaktan MES. Akuades yang digunakan dipanaskan terlebih dahulu sampai temperatur 50°C dan ditambahkan kedalam corong pisah yang telah berisi surfaktan MES. Akuades yang telah tercampur dengan surfaktan MES digoncang terlebih dahulu dan didiamkan selama 90 menit agar garam-garam dan kotoran yang masih terkandung didalam surfaktan MES dapat terlarutkan. Proses pemurnian dilakukan sebanyak 3 kali.

2.4.3. Analisa Produk

Merujuk pada penelitian Harti (2015), produk MES dianalisa menggunakan *Fourier Transform infrared* (FT-IR). FT-IR digunakan untuk mengidentifikasi gugus SO_3 yang bereaksi dengan metil ester. Uji produk MES lainnya adalah uji densitas, viskositas, pH,

tegangan permukaan, tegangan antarmuka, dan stabilitas emulsi.

III. Hasil dan Pembahasan

3.1 Analisa POME

Analisa sifat fisika POME berupa densitas, viskositas dan nilai pH. Sifat fisika POME dilihat pada tabel 1.

Tabel 1. Sifat Fisika POME

No.	Sifat Fisika	Nilai
1.	Densitas, gr/cm^3	0,847
2.	Viskositas, cP	1,854
3.	pH	3,72

3.2 Proses Sulfonasi MES

Surfaktan MES dari POME dibuat melalui reaksi sulfonasi. Jenis agen sulfonasi yang digunakan adalah natrium bisulfit dan digunakan katalis kalsium oksida. Pembentukan produk MES dipengaruhi oleh kecepatan pengadukan. Kecepatan pengadukan dapat meningkatkan kemungkinan bereaksinya metil ester dengan NaHSO_3 karena pengadukan dapat menambah luas bidang sentuh antara pereaksi yang berbeda fase sehingga reaksi akan berlangsung lebih cepat. Pada reaksi sulfonasi, gugus sulfur dari NaHSO_3 akan berikatan langsung dengan rantai karbon di bagian ikatan rangkap atau bagian α atom karbon sehingga terbentuk surfaktan MES (Hapsari, 2003).

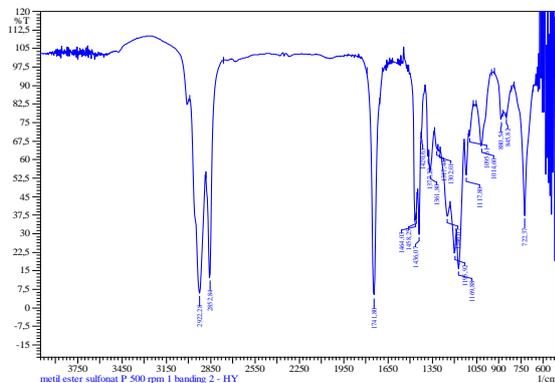
Faktor rasio mol reaktan juga mempengaruhi jumlah surfaktan yang terbentuk. Rasio mol reaktan harus dikendalikan dalam proses sulfonasi karena kelebihan reaktan (SO_3) akan menyebabkan pembentukan produk samping. Rasio mol yang digunakan pada penelitian ini yaitu 1:1, 1:1,5, 1:2.

3.3 Analisa Sifat Fisika-Kimia MES

3.3.1 Analisa FT-IR

Pengujian dengan FT-IR bertujuan untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terdapat pada produk. Pengujian dengan FT-IR akan menunjukkan apakah gugus sulfonat (SO_3) berhasil bereaksi dengan

metil ester atau tidak. Bila terdapat gugus sulfonat dalam sampel, gugus akan terdeteksi pada bilangan spektrum puncak gelombang 1235-1070 cm^{-1} yang menunjukkan bahwa proses sulfonasi berhasil terbentuk (ASTM, 2001).

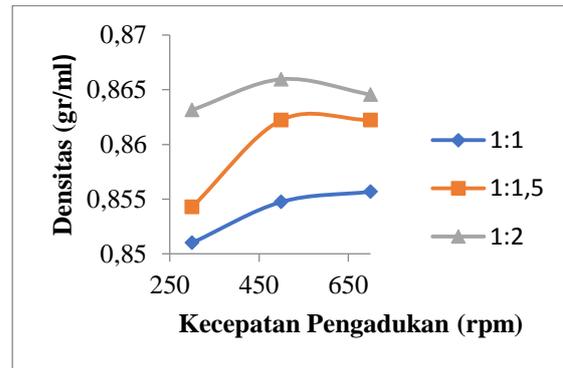


Gambar 2. Analisa FT-IR MES

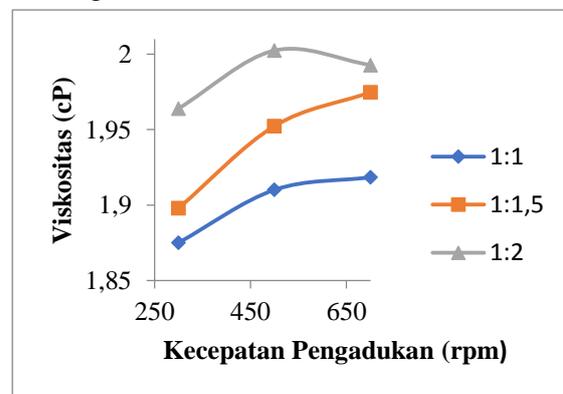
Menurut Adiandri (2006) menjelaskan dalam hasil penelitiannya bahwa gugus sulfonat terdeteksi pada bilangan gelombang 1243,4-1172,2 cm^{-1} dan gugus S=O pada bilangan gelombang 1029,1 cm^{-1} . Dan menurut Hidayati (2009), pembentukan gugus sulfonat terdapat pada bilangan gelombang 1235-1172 cm^{-1} . Hal ini menunjukkan bahwa spektrum untuk gugus sulfonat berada disekitar bilangan gelombang 1250-1050 cm^{-1} .

Pada gambar 2 terdapat spektrum puncak pada bilangan gelombang 1169,88 cm^{-1} yang menunjukkan bahwa produk MES pada penelitian ini terdapat gugus sulfonat. Selain itu juga terdeteksi spektrum puncak gelombang 1741,80 cm^{-1} yang menunjukkan adanya gugus karbonil (C=O) yang berasal dari POME. Pada panjang gelombang 2922,28 dan 2852,84 cm^{-1} menunjukkan gugus C-H. Hal ini sesuai dengan penelitian Harti (2015) dimana gugus C=O terdapat pada bilangan gelombang 1735-1750 cm^{-1} dan gugus C-H pada bilangan gelombang 2922,78 dan 2853,67 cm^{-1} . Dapat disimpulkan bahwa sulfonasi POME dengan agen sulfonasi NaHSO_3 berhasil membentuk surfaktan MES dengan terdeteksinya gugus sulfonat.

3.3.2 Hasil analisa densitas, viskositas, pH, tegangan permukaan, tegangan antarmuka, stabilitas emulsi dan *yield*



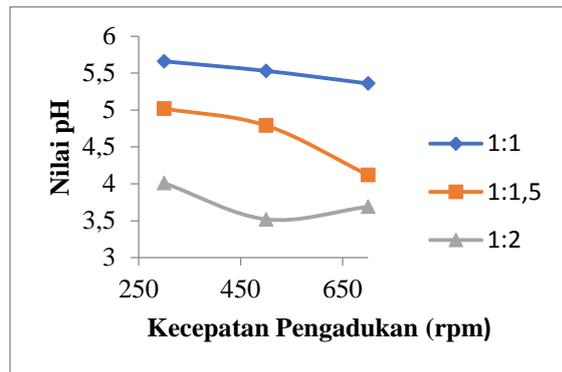
Gambar 3. Pengaruh Kecepatan Pengadukan terhadap Densitas pada Berbagai Rasio Mol



Gambar 4. Pengaruh Kecepatan Pengadukan terhadap Viskositas pada Berbagai Rasio Mol

Dari gambar 3 dan 4 nilai densitas MES yang dihasilkan mengalami peningkatan dari nilai densitas bahan baku POME, yaitu dari 0,847 g/ml menjadi 0,8659 g/ml, begitu juga dengan nilai viskositas dari 1,854 cP menjadi 2,002 cP. Bertambahnya nilai densitas dan viskositas merupakan indikator bahwa selama proses sulfonasi terjadi konversi POME menjadi surfaktan MES. Meningkatnya nilai densitas dan viskositas dipengaruhi oleh ukuran molekul dan gaya antarmolekul. Terikatnya gugus sulfonat SO_3 pada POME menjadikan MES cenderung memiliki ukuran molekul yang lebih besar sehingga memiliki densitas dan viskositas yang lebih tinggi dibandingkan bahan bakunya. Nilai densitas dan viskositas terbaik dari penelitian ini yaitu pada

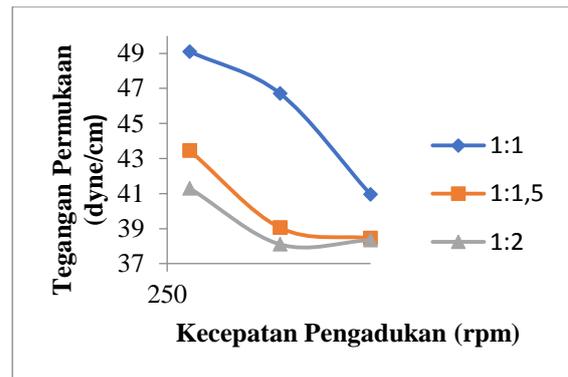
kecepatan pengadukan 500 rpm dan rasio mol 1:2.



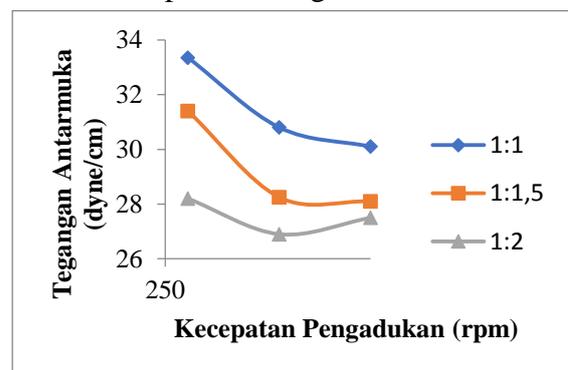
Gambar 5. Pengaruh Kecepatan Pengadukan terhadap pH pada Berbagai Rasio Mol

Selanjutnya dilakukan analisa nilai pH dengan tujuan untuk mengetahui derajat keasaman MES yang dihasilkan pada proses sulfonasi. Hasil analisa pH MES pada berbagai kondisi operasi proses menunjukkan kisaran nilai antara 3,52–5,66. Dari gambar 5, nilai pH MES mengalami penurunan seiring dengan semakin besarnya rasio mol dan semakin besarnya kecepatan pengadukan. Penurunan nilai pH ini diduga karena semakin banyaknya gugus SO_3^- yang diikat oleh POME dan melepaskan H sehingga menyebabkan produk MES bersifat asam. Reaksi sulfonasi antara metil ester dengan Natrium bisulfit akan terjadi pada α -atom karbon atau pada bagian rantai tidak jenuh (ikatan rangkap) (Hapsari, 2003). Nilai pH MES terbaik yang dihasilkan dalam penelitian ini lebih rendah dibandingkan dengan nilai pH MES komersial (Sheats dan MacArthur, 2002).

Untuk mengetahui karakteristik surfaktan MES (Metil Ester Sulfonat) yang dihasilkan dari penelitian ini dilakukan uji sifat surfaktan yaitu tegangan permukaan, tegangan antarmuka dan stabilitas emulsi.



Gambar 6. Pengaruh Kecepatan Pengadukan terhadap Nilai Tegangan Permukaan pada Berbagai Rasio Mol

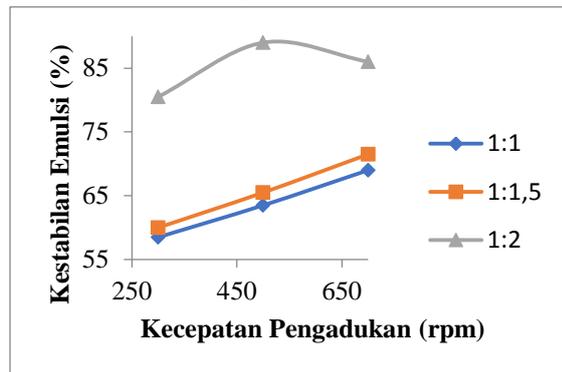


Gambar 7. Pengaruh Kecepatan Pengadukan terhadap Tegangan Antarmuka antar xilen-air pada Berbagai Rasio Mol

Dari gambar 6 terlihat bahwa surfaktan MES mampu menurunkan tegangan permukaan air dari 71,4 dyne/cm menjadi 38,1 dyne/cm dengan nilai penurunan tegangan permukaan 33,3 dyne/cm, yang menunjukkan bahwa surfaktan yang dihasilkan cukup efektif untuk menurunkan tegangan permukaan air. Penurunan tegangan permukaan yang dihasilkan pada penelitian ini telah mendekati karakteristik MES komersil.

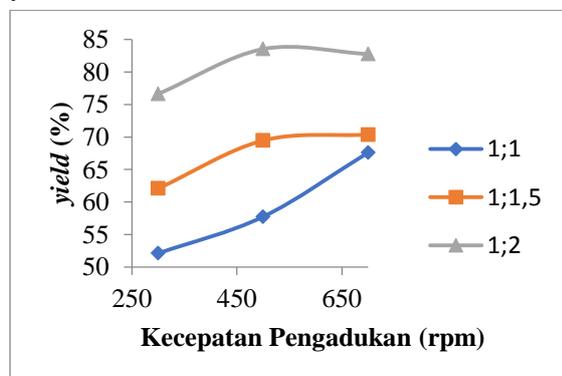
Dari gambar 7 surfaktan juga mampu menurunkan tegangan antarmuka antara air sebagai fasa polar dan xilen sebagai fasa nonpolar. Surfaktan MES yang dihasilkan pada penelitian ini mampu menurunkan tegangan antarmuka air dari 56,1 dyne/cm menjadi 26,9 dyne/cm dengan nilai penurunan tegangan antarmuka 29,2 dyne/cm. Pada penelitian ini penurunan tegangan permukaan dan

antarmuka terbaik yaitu pada kecepatan pengadukan 500 rpm dan rasio mol 1:2.



Gambar 8. Hubungan Antara Kecepatan Pengadukan terhadap Stabilitas Emulsi pada Berbagai Rasio Mol

Surfaktan MES yang dihasilkan dapat berperan sebagai emulsifier yang dapat menyatukan dua fasa yang berbeda derajat polaritasnya secara homogen. Stabilitas emulsi yang dihasilkan mengalami peningkatan seiring dengan meningkatnya rasio mol dan kecepatan pengadukan. Nilai kestabilan emulsi tertinggi terjadi pada perlakuan rasio mol 1:2 dan kecepatan pengadukan 500 rpm yaitu 89%.



Gambar 9. Hubungan antara Kecepatan Pengadukan terhadap Yield pada Berbagai Rasio Mol MES

Dari gambar 9 terlihat yield maksimum yaitu sebesar 83,1%. Yield Produk surfaktan MES yang dihasilkan cenderung meningkat dengan meningkatnya rasio mol reaktan dan kecepatan pengadukan. Kecepatan pengadukan dapat meningkatkan kemungkinan bereaksinya metil ester dengan Natrium Bisulfit (NaHSO_3) karena

pengadukan dapat menambah luas permukaan bidang sentuh antar pereaksi yang berbeda fase sehingga reaksi akan berlangsung lebih cepat (Hapsari, 2003).

4. Kesimpulan

Berdasarkan kriteria tegangan permukaan, tegangan antarmuka dan stabilitas emulsi maka dapat disimpulkan kondisi proses sulfonasi terbaik dari rasio mol reaktan dan kecepatan pengadukan adalah rasio mol 1:2 dan kecepatan pengadukan. Karakteristik surfaktan yang dihasilkan pada penelitian ini mampu menurunkan tegangan permukaan air, tegangan antarmuka xilen-air dan stabilitas emulsi sebesar 33,3 dyne/cm, 29,2 dyne/cm dan 89%, pH 3,52, densitas 0,8659 gr/ml, dan viskositas 2,002 cP.

Daftar Pustaka

- Adiandri R,S. (2006). Kajian Pengaruh Konsentrasi Metanol dan Lama Reaksi pada Proses Pemurnian Metil Ester Sulfonat terhadap Karakteristik Detergen Bubuk. *Tesis*. Institut Pertanian Bogor.
- American Society for Testing and Material (ASTM). (2001). Annual Book of ASTM Standards: Soap and Other Detergent, Polishes, Leather, Resilient Floor Covering. Baltimore: ASTM PP 915-919.
- Chasani, M., Nursalim, V. H., Widyaningsih, S., Budiasih, I. N., & Kurniawan, W. A. (2014). Synthesis, Purification and Characterization Methyl Ester Sulphonate as Core Material Detergent from Seed Oil of Calopyllum ino
- GAPKI. (2018). Refleksi Industri Kelapa Sawit 2017 dan Prospek 2018. Jakarta.
- Hapsari, M. (2003). Kajian Pengaruh Suhu dan Kecepatan Pengadukan pada Proses Produksi Surfaktan dari Metil Ester Minyak Inti Sawit dengan Metode Sulfonasi. *Thesis*. Institut Pertanian Bogor. *pyllum L. Molekul*, 9(1), 63-72.

- Harti, Y.J., (2015). Sintesis Surfaktan Metil Ester Sulfonat dari *Palm Oil Methyl Ester* dan Natrium Metabisulfit dengan Penambahan katalis Kalsium Oksida. *Skripsi*. Universitas Riau.
- Hidayati, S. (2009). Pengaruh Rasio Mol, Suhu dan Lama Reaksi terhadap Tegangan Permukaan dan Stabilitas Emulsi Metil Ester Sulfonat Dari CPO. *Jurnal Teknologi Industri dan Hasil Pertanian*, 14(1), 38-44.
- Mansur, D., N. Astrini., Tasrif & S.R. Waryaningsih. (2007). Pembuatan Metil Ester Sulfonat dari Refined Bleached Deodorized Stearin Minyak Sawit menggunakan Oleum. *Indonesian Journal of Materials Science*, 8:220-225.
- Permadani, R.L., Ibadurrohman, M., & Slamet. (2018). Utilization of Waste Cooking Oil as Raw Material for Synthesis Methyl Ester Sulfonates (MES) Surfactant. *IOP Conference Series : Earth and Environmental Science*, 105(1).
- Sheats, W.B., & MacArthur, B.W. (2002). *Methyl Ester Sulphonate Products*. The Chemithon Corporation, USA.
- Sulastri, Y. (2010). Sintesis Methyl Ester Sulfonic Acid (MESA) dari Crude Palm Oil (CPO) menggunakan Single Tube Falling Film reaktor. *Thesis*. Institut Pertanian Bogor.