

SINTESIS SURFAKTAN METIL ESTER SULFONAT (MES) DARI PALM OIL METHYL ESTER (POME) DAN NATRIUM BISULFIT (NaHSO_3) DENGAN VARIASI SUHU SULFONASI DAN RASIO MOL POME : NaHSO_3

Yuliatmi¹, Syaiful Bahri², Yelmida²

¹Mahasiswa Jurusan Teknik Kimia, ²Dosen Jurusan Teknik Kimia

Laboratorium Teknik Reaksi Kimia dan Katalisis

Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Riau

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

E-mail: yuliatmi.y@student.unri.ac.id

ABSTRACT

Methyl Ester Sulfonate (MES) is an anionic surfactant which is currently being developed. These surfactants can be produced from palm oil methyl ester. MES produced from sulfonation reaction with addition of sulfonation agents. MES can be synthesized from Palm Oil Methyl Ester (POME) and Sodium Bisulfite (NaHSO_3) as the sulfonation agent with Calcium Oxide as the catalyst. The aims of this research are to determine the characteristic of the product, and to determine the effects of temperature and mole ratio of the product produced. Sulfonation process was carry out at the temperature of 80, 100, 120°C, the mole ratio of 1:1, 1:1,5, 1:2, the stirring speed of 450 rpm, and the time of 6 hours. Then purification of the MES surfactant and product analysis is carried out. The best characteristic of the MES is at temperature 100°C and mole ratio 1:2 with the density of 0,860 gr/ml, the viscosity of 1,966 cP, the pH of 3,53, the surface tension of 37,45 dyne/cm, the interfacial tension of 26,3 dyne/cm, the emulsion stability of 89%, and the yield of 83,25%.The surface tension is accordance to the commercial MES.

Keyword : MES, POME, Sulfonation, Surfactant, Surface Tension.

I. Pendahuluan

Surfaktan adalah *surface active agent* yang banyak diaplikasikan dalam industri kimia dalam menurunkan tegangan permukaan suatu cairan karena mempunyai kemampuan menggabungkan bagian antar fase yang berbeda seperti udara dan air ataupun fase yang mempunyai kepolaran yang berbeda seperti minyak dan air. Sifat ini disebabkan struktur ampifilik surfaktan (Chasani dkk., 2014). Menurut Harti (2015), 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%. Surfaktan anionik adalah surfaktan yang bermuatan negatif pada bagian hidrofilik atau aktif permukaan (*surface-*

active). Surfaktan Metil Ester Sulfonat (MES) adalah surfaktan anionik baru yang merupakan produk turunan minyak nabati (Ismail dkk., 2011). Kelebihan surfaktan MES adalah detergensinya yang lebih tinggi pada dosis yang lebih rendah, stabil dalam *hard water*, biodegradasi yang baik, kerusakan akibat *oral toxicity* (2,2-3,8 g/kg berat), keracunan terhadap hewan yang rendah dan *skin compatibility* yang baik (Permadani dkk., 2018). Surfaktan ini dapat diproduksi menggunakan bahan baku metil ester dari minyak sawit. Surfaktan MES memiliki kelebihan yaitu ramah lingkungan (*Biodegradable*), dan memiliki sifat deterjensi yang baik (Hidayati, 2009).

Pemanfaatan minyak kelapa sawit menjadi surfaktan merupakan peningkatan

nilai tambah produk kelapa sawit. Potensi Indonesia sebagai penghasil surfaktan yang disintesa dari metil ester minyak kelapa sawit semakin besar seiring dengan meningkatnya produksi minyak sawit di Indonesia. Menurut GAPKI (2018), pada tahun 2017 Indonesia adalah produsen minyak sawit utama di dunia dengan jumlah produksi *Crude Palm Oil* (CPO) pada tahun 2017 mencapai 38,17 juta ton. Sebagian besar produk minyak sawit Indonesia tersebut diekspor dalam bentuk CPO dengan jumlah ekspor 31,05 juta ton pada tahun 2017. Nilai ekspor minyak sawit 2017 ini merupakan nilai tertinggi yang pernah dicapai sepanjang sejarah ekspor minyak sawit Indonesia. Berdasarkan data tersebut diketahui pemanfaatan minyak sawit untuk industri hilir di Indonesia masih relatif rendah.

CPO sebagai bahan baku surfaktan MES memiliki keunggulan yaitu ramah lingkungan dan bersifat terbarukan jika dibandingkan dengan surfaktan berbahan dasar petroleum. Selain itu CPO memiliki komposisi C_{16} (palmitat) dan C_{18} (oleat) yang banyak yaitu masing-masing sebanyak 44% dan 39,2% (Iman dkk, 2016). Surfaktan MES dari metil ester C_{16-18} memiliki daya deterjensi yang baik, sifat toleransi terhadap ion Ca, dan aktivitas permukaan yang baik sekitar 90% dibandingkan *Linear Alkylbenzene Sulphonate* (LABS)(Sulastri, 2010).

Hal ini menunjukkan CPO berpotensi sebagai bahan baku pembuatan surfaktan MES. Penggunaan CPO sebagai bahan baku surfaktan MES akan lebih menarik dengan menggunakan agen pensulfonasi yang murah yaitu Natrium Bisulfit ($NaHSO_3$) dan Natrium Metabisulfit ($Na_2S_2O_5$). 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 penulis memandang perlu melakukan 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 karakterisasi surfaktan MES yang mendekati surfaktan MES referensi.

II. Metode Penelitian

2.1 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu POME, Natrium Bisulfit ($NaHSO_3$), 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*, porselin, 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.

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, kecepatan pengadukan 450 rpm, dan waktu reaksi 6 jam. Sedangkan Variabel berubahnya adalah suhu sulfonasi $80^{\circ}C$, $100^{\circ}C$, $120^{\circ}C$ 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 analisa produk.

2.4.1. Proses Sulfonasi

Sulfonasi surfaktan MES dilakukan dengan mereaksikan POME dan NaHSO₃ dengan perbandingan rasio mol 1:1 serta penambahan katalis CaO 1% POME. 200 ml POME dimasukkan kedalam reaktor leher empat alas datar, selanjutnya ditambahkan NaHSO₃ sebanyak 63,13 gr. Reaksi sulfonasi berlangsung selama 6 jam pada temperatur 80°C dan kecepatan pengadukan 450 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 adalah fasa cair yang berada dilapisan atas dan CaO berada pada fasa padat yang terdapat pada lapisan bawah. Proses sulfonasi dilakukan dengan perbandingan rasio mol yang berbeda yaitu 1:1,5 dan 1:2 serta variasi suhu sulfonasi 100°C dan 120°C.

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 SO₃ 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

POME yang digunakan pada penelitian ini dilakukan analisa sifat fisika 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 berhubungan dengan suhu sulfonasi. Semakin tinggi suhu sulfonasi maka kontak antar zat semakin banyak sehingga membentuk produk yang tinggi. Interaksi antara reaktan didalam reaksi kimia dapat dilakukan dengan perataan pereaksi melalui kecepatan pengadukan (Tadros, 2005).

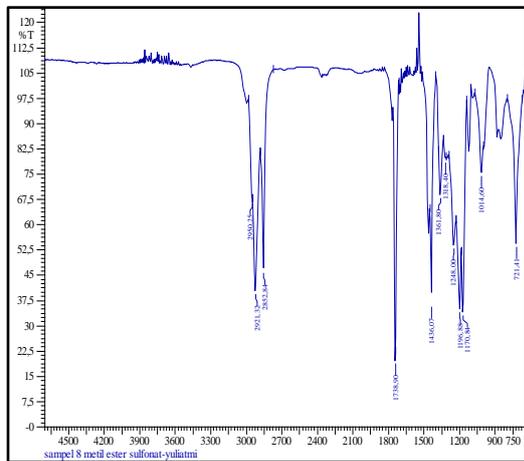
Oleh sebab itu, pada penelitian ini dilakukan variasi suhu sulfonasi 80°C, 100°C, 120°C dan waktu reaksi selama 6 jam. Faktor rasio mol reaktan juga mempengaruhi jumlah surfaktan yang terbentuk. Rasio mol yang digunakan pada penelitian ini yaitu 1:1, 1:1,5, 1:2.

3.3 Analisa Sifat Fisika-Kimia MES

3.3.1 Analisa FT-IR

Pengujian dengan FT-IR bertujuan untuk mengidentifikasi senyawa dan mengetahui secara kualitatif kemungkinan berhasil atau tidaknya proses sulfonasi yang berlangsung. 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 spektrum bilangan gelombang puncak $1235\text{-}1070\text{ cm}^{-1}$ (ASTM, 2001).

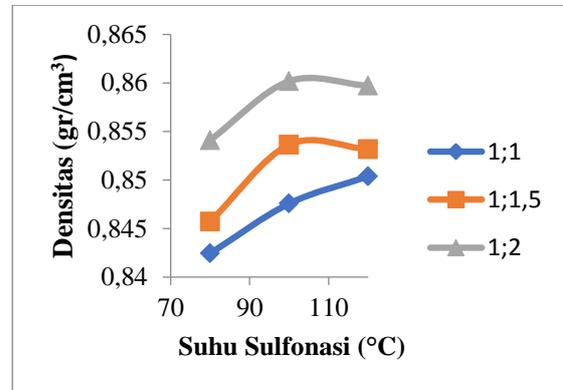


Gambar 2. Analisa FT-IR MES

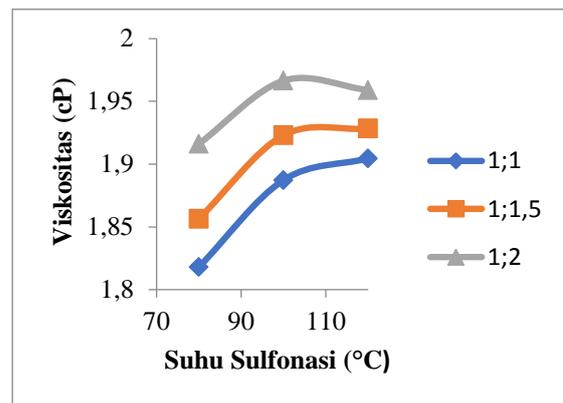
Dari hasil uji FT-IR, terbukti adanya gugus sulfonat dalam produk yang didapat dan menandakan bahwa surfaktan yang terbentuk adalah surfaktan MES. Analisa sampel dengan FT-IR terjadi pada bilangan gelombang $4500\text{-}750\text{ cm}^{-1}$. Hasil analisa sampel menunjukkan bahwa spektrum dari IR tidak hanya memperlihatkan spektrum komponen utama yaitu gugus sulfonat tetapi juga memperlihatkan komponen-komponen lain yang berasal dari POME. Daerah resapan dengan bilangan gelombang $2800\text{-}3300\text{ cm}^{-1}$ adalah gugus C-H. Pada penelitian ini gugus C-H terdeteksi pada bilangan gelombang $2921,32\text{ cm}^{-1}$ dan $2852,84\text{ cm}^{-1}$ yang berasal dari bahan baku POME. Pada spektrum juga terdeteksi gugus C=O yang berada pada resapan bilangan gelombang $1640\text{-}1820\text{ cm}^{-1}$. Gugus C=O ini disebut juga gugus karbonil. Gugus karbonil yang terdeteksi berasal dari POME. Pada spektrum terlihat bahwa gugus C=O terdeteksi pada daerah sekitar $1738,90\text{ cm}^{-1}$. Sedangkan gugus sulfonat hasil analisa FT-IR pada gambar 2 terjadi pada bilangan gelombang sekitar $1170,84\text{ cm}^{-1}$. Terdeteksinya gugus sulfonat maka disimpulkan bahwa sulfonasi POME

dengan agen sulfonasi NaHSO_3 berhasil membentuk surfaktan MES.

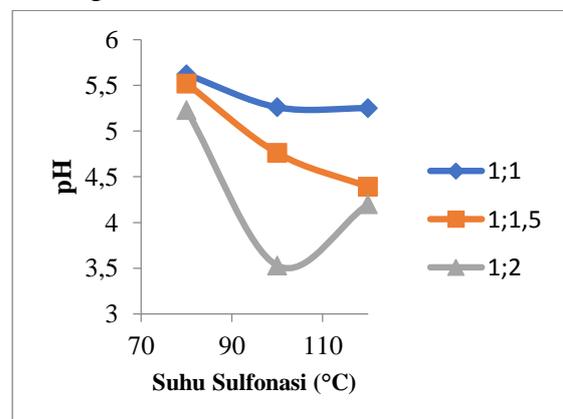
3.3.2 Hasil analisa densitas, viskositas, pH, tegangan permukaan, tegangan antarmuka, stabilitas emulsi dan *yield*



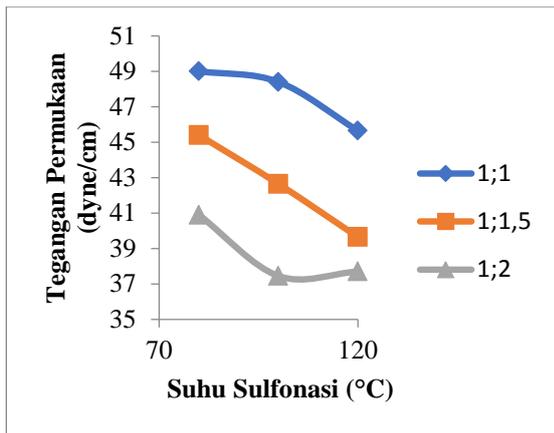
Gambar 3. Hubungan antara Suhu Sulfonasi terhadap Densitas pada Berbagai Rasio Mol



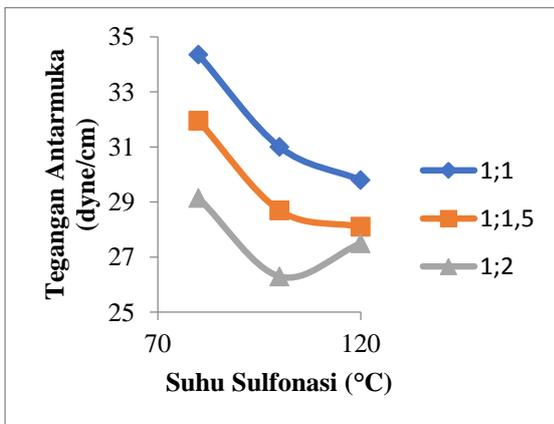
Gambar 4. Hubungan antara Suhu Sulfonasi terhadap Viskositas pada Berbagai Rasio Mol



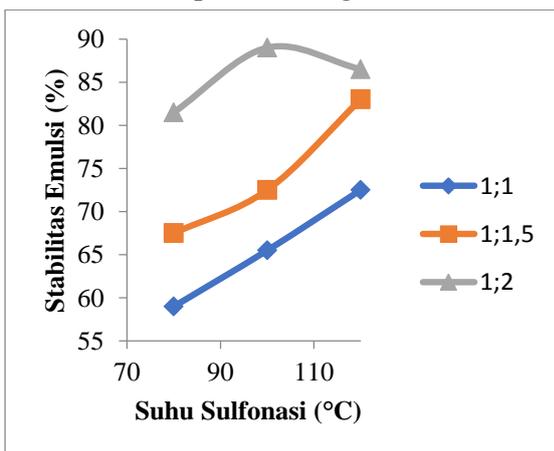
Gambar 5. Hubungan antara Suhu Sulfonasi terhadap pH pada Berbagai Rasio Mol



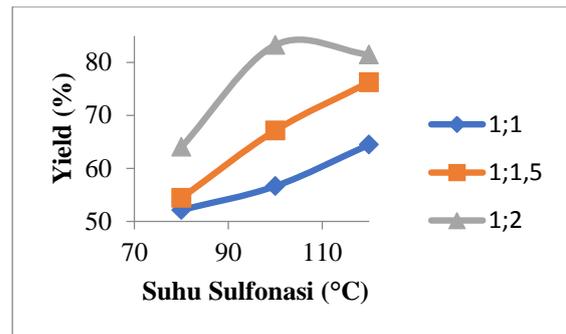
Gambar 6. Hubungan antara Suhu Sulfonasi terhadap Nilai Tegangan Permukaan pada Berbagai Rasio Mol



Gambar 7. Hubungan antara Suhu Sulfonasi terhadap Tegangan Antarmuka antar xilen-air pada Berbagai Rasio Mol



Gambar 8. Hubungan Antara Suhu Sulfonasi terhadap Stabilitas Emulsi pada Berbagai Rasio Mol



Gambar 9. Hubungan antara Suhu Sulfonasi terhadap Yield pada Berbagai Rasio Mol MES

Pada Tabel 1 ditampilkan sifat fisika POME yang diperoleh dari PT. Cemerlang Eka Perkasa Dumai Provinsi Riau. POME yang digunakan untuk sintesis surfaktan MES memiliki nilai densitas 0,847 gr/ml, viskositas 1,854 cP, pH 3,72. Selanjutnya POME digunakan sebagai bahan baku proses sintesis surfaktan MES dengan proses sulfonasi.

Selanjutnya dilakukan analisa nilai densitas, viskositas, pH pada produk surfaktan MES. Nilai densitas MES yang dihasilkan pada penelitian mengalami peningkatan dari nilai densitas bahan baku POME, yaitu dari 0,847 gr/ml menjadi 0,860 gr/ml. Nilai viskositas MES yang dihasilkan pada penelitian ini juga mengalami peningkatan dari viskositas bahan baku POME yaitu 1,854 cP menjadi 1,966 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 (Ketaren, 2005). 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 MES meningkat seiring dengan peningkatan suhu sulfonasi dan rasio mol reaktan antara POME dan NaHSO_3 yaitu pada rasio mol 1:2 dan suhu sulfonasi 100°C.

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 3,53 – 5,62. Pada penelitian ini nilai pH MES mengalami penurunan seiring dengan semakin besarnya rasio mol dan semakin besarnya suhu sulfonasi. Penurunan nilai pH ini terjadi karena reaksi metil ester dengan Natrium Bisulfit yang 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 yaitu 5,3 (Sheats dan MacArthur, 2002). Penurunan pH ini diduga karena semakin banyaknya Natrium Bisulfit yang terikat pada POME seiring dengan semakin tingginya suhu sulfonasi dan semakin besarnya rasio mol reaktan.

Untuk mengetahui karakteristik surfaktan MES yang dihasilkan dari penelitian ini dilakukan uji sifat surfaktan yaitu tegangan permukaan, tegangan antarmuka dan stabilitas emulsi. Surfaktan MES yang dihasilkan pada penelitian ini mampu menurunkan tegangan permukaan air dari 71,4 dyne/cm menjadi 37,45 dyne/cm dengan nilai penurunan tegangan permukaan 33,95 dyne/cm. Hasil analisa menunjukkan bahwa surfaktan yang dihasilkan cukup efektif untuk menurunkan tegangan permukaan air.

Surfaktan MES yang dihasilkan dalam penelitian ini 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 26,3 dyne/cm dengan nilai penurunan tegangan antarmuka 29,8 dyne/cm. Selanjutnya MES yang

dihasilkan dapat berperan sebagai emulsifier ketika dua fasa yang berbeda kepolarannya dapat bercampur secara homogen karena adanya surfaktan yang mampu menyatukan dua fasa yang berbeda derajat polaritasnya.

Surfaktan MES berdasarkan sifat tegangan permukaan dihasilkan telah memenuhi standar MES komersil. Penurunan tegangan permukaan yang dihasilkan pada penelitian lebih kecil dibandingkan dengan nilai MES komersil. Dapat disimpulkan bahwa semakin kecil nilai tegangan permukaan, maka semakin besar nilai penurunan tegangan permukaannya sehingga semakin banyak gugus aktif surfaktan yang terbentuk.

Stabilitas emulsi yang dihasilkan pada penelitian ini mengalami peningkatan seiring dengan meningkatnya rasio mol dan kecepatan pengadukan. Nilai kestabilan emulsi tertinggi terjadi pada perlakuan rasio mol 1:2 dan suhu sulfonasi 100°C yaitu 89%. Hal ini karena semakin banyaknya surfaktan yang terbentuk. Semakin tinggi rasio mol dan suhu sulfonasi maka akan semakin banyak jumlah NaHSO_3 yang terikat dengan metil ester membentuk surfaktan MES.

Pada penelitian ini *yield* yang dihasilkan dari proses sulfonasi yaitu sebesar 83,25%. *Yield* produk surfaktan MES yang dihasilkan cenderung meningkat dengan meningkatnya rasio mol reaktan dan suhu sulfonasi. Suhu sulfonasi dapat meningkatkan kemungkinan bereaksinya metil ester dengan Natrium Bisulfit (NaHSO_3) karena suhu 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 adalah rasio mol 1:2 dan suhu sulfonasi 100°C.

Karakteristik surfaktan yang dihasilkan pada penelitian ini mampu menurunkan tegangan permukaan air, tegangan antarmuka xilen-air dan stabilitas emulsi sebesar 33,95 dyne/cm, 29,8 dyne/cm dan 89%, pH 3,53, densitas 0,860 gr/ml, dan viskositas 1,966 cP.

Daftar Pustaka

- American Society for Testing and Material (ASTM), (2001), *Annual Book of ASTM Standards: Surface and Interfacial Tension of Solutions of Surface-Active Agents*, Easton, MD, USA: ASTM D1331.Vol 15.04.
- Chasani, M., Nursalim, V. H., Widyaningsih, S., Budiasih, I. N., dan Kurniawan, W. A., (2014), "Synthesis, Purification and Characterization Methyl Ester Sulphonate as Core Material Detergent from Seed Oil of *Calopyllum inopyllum* L". *Molekul*, 9(1) : 63-72.
- 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*, Program Magister Teknik Kimia, Jurusan Teknologi Pertanian, Institut Pertanian Bogor.
- Harti, Y.J., (2015), "Sintesis Surfaktan Metil Ester Sulfonat dari *Palm Oil Methyl Ester* dan Natrium Metabisulfid dengan Penambahan katalis Kalsium Oksida", *Skripsi*, Program Sarjana Teknik Kimia, Jurusan Teknik Kimia, Universitas Riau, Pekanbaru.
- 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.
- Iman, N., Rahman, A., dan Nurhaeni, R., (2016), "Sintesis Surfaktan Metil Ester Sulfonat (MES) dari Metil Laurat", *Kovalen*, 2 (9) : 54-66.
- Ismail, Z., Yusoff, M.S.A., dan Hashim, K., (2011), "Palm Oil-Based Methyl Ester Sulphonate Premixes for Use in Dish-Washing Liquids", *Journal of Oil Palm Research*, 23 (8) : 1051-1054.
- Ketaren, S., (2005), "Pengantar Teknologi Minyak dan Lemak Pangan", Universitas Indonesia Press : Jakarta.
- Permadani, R.L., Ibadurrohman, M., dan Slamet, (2018), "Utilization of Waste Cooking Oil as Raw Material for Synthesis Methyl Ester Sulfonates (MES) Surfactant", *IOP Conference Series : Earth and Environmental Science*, DOI : 10.1088/1755-1315/105/1/012036.
- Sheats, W.B., dan 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*, Sekolah Pascasarjana, Institut Pertanian Bogor, Bogor.
- Tadros, T.F. (2005). *Applied Surfactants-Principles and Applications*. United Kingdom: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co.