

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

Rino Hasanatul Isra, Syaiful Bahri, Wisrayetti

¹⁾Mahasiswa Jurusan Teknik Kimia, ²⁾Dosen 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: rinohasanatulisra@gmail.com

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 time of 5, 7, 9 hours, the mole ratio of 1:1, 1:1,5, 1:2, the stirring speed of 450 rpm, and the temperature of 80 °C. Then purification of the MES surfactant and product analysis is carried out. The best characteristic of the MES is at time 7 hours and mole ratio 1:2 with the density of 0,943 gr/ml, the viscosity of 2,1027 cP, the pH of 3,53, the surface tension of 33,95 dyne/cm, the interfacial tension of 28,85 dyne/cm, the emulsion stability of 89%, and the yield of 83,45%. The surface tension is accordance to the commercial MES.

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

I. Pendahuluan

Surfaktan merupakan zat aktif permukaan (*surface active agent*) yang menurunkan tegangan permukaan suatu media, karena mempunyai kemampuan untuk 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 yang memiliki gugus hidrofilik dan gugus hidrofobik (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 memiliki karakteristik hidrofilik yang disebabkan adanya gugus ion sulfat atau sulfonat.

Surfaktan Metil Ester Sulfonat (MES) adalah salah satu surfaktan anionik yang berbasis oleokimia yang bersifat ramah lingkungan, dapat disintesis dengan mudah menggunakan ketersediaan bio-oil dan dapat digunakan untuk aplikasi deterjen (Permadani dkk, 2017). 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).

Potensi Indonesia sebagai surfaktan yang disintesa dari minyak kelapa 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. 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 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 dan ($NaHSO_3$) 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

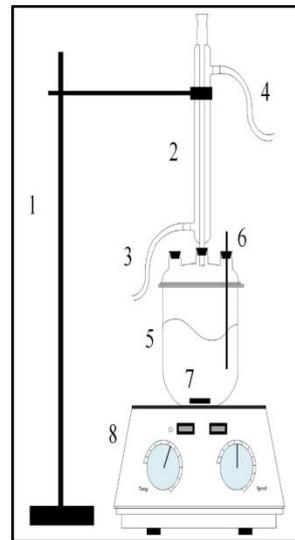
2.1 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu POME 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*, 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.



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 pengadukan sulfonasi 450 rpm. Sedangkan Variabel berubahnya adalah waktu proses sulfonasi 5 jam, 7 jam, 9 jam 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 $NaHSO_3$ 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 63,36 gr. Reaksi sulfonasi berlangsung selama 5 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 waktu 5 jam, 7 jam, dan 9 jam.

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

Metil ester yang digunakan pada penelitian ini adalah POME yang diperoleh dari PT. Cemerlang Eka Perkasa Dumai Provinsi Riau. 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	0,877
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 kecepatan pengadukan. Semakin tinggi kecepatan pengadukan 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 (Ebbing dan Wrighton, 1990).

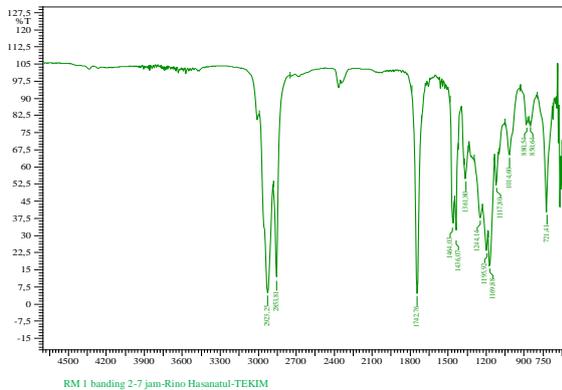
Oleh sebab itu, pada penelitian ini dilakukan variasi waktu sulfonasi 5 jam, 7 jam, 9 jam dan kecepatan pengadukan 450 rpm. Faktor rasio mol reaktan juga mempengaruhi jumlah surfaktan yang terbentuk. Rasio mol yang digunakan pada penelitian ini yaitu 1:1, 1:1,5, 1:2.

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 (SO₃) berhasil bereaksi dengan metil ester atau tidak. Bila terdapat gugus

sulfonat dalam sampel, gugus akan terdeteksi pada spektrum bilangan gelombang puncak 1235-1070 cm^{-1} (ASTM, 2001).

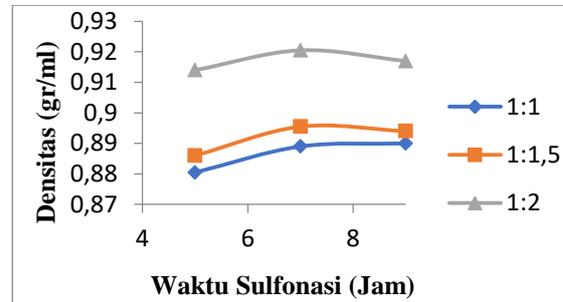


Gambar 2. Analisa FT-IR MES

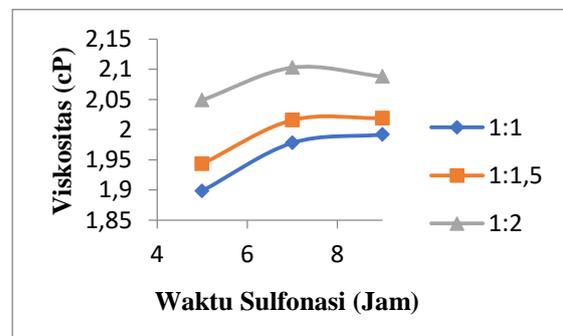
Dari hasil uji FT-IR, terbukti adanya gugus sulfonat dalam produk yang didapat dan menandakan bahwa surfaktan yang terbentuk adalah surfaktan MES. Analisa sampel dengan FT-IR terjadi pada daerah infra red pertengahan, yaitu pada bilangan gelombang 4500-450 cm^{-1} . Hasil analisa sampel menunjukkan bahwa spektrum dari IR tidak hanya memperlihatkan spektrum komponen utama yaitu gugus sulfonat tetapi juga memperlihatkan komponen-komponen lain yang ikut terbentuk dari spektrum IR. Daerah resapan dengan bilangan gelombang 2800-3300 cm^{-1} adalah gugs C-H. Pada penelitian ini gugus C-H terdeteksi pada bilangan gelombang 2922,28 cm^{-1} dan 2858,81 cm^{-1} yang berasal dari bahan baku POME. Pada spektrum juga terdeteksi gugus C=O yang berada pada resapan bilangan gelombang 1640-1820 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 1742,76 cm^{-1} . Sedangkan gugus sulfonat hasil analisa FT-IR pada gambar 2 terjadi pada bilangan gelombang sekitar 1169,88 cm^{-1} . Terdeteksinya gugus sulfonat maka disimpulkan bahwa sulfonasi POME

dengan agen sulfonasi NaHSO_3 berhasil membentuk surfaktan MES.

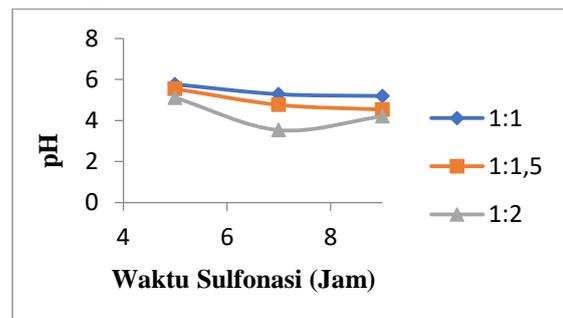
3.3.2 Hasil analisa densitas, viskositas, pH, tegangan permukaan, tegangan antarmuka, stabilitas emulsi dan *yield*



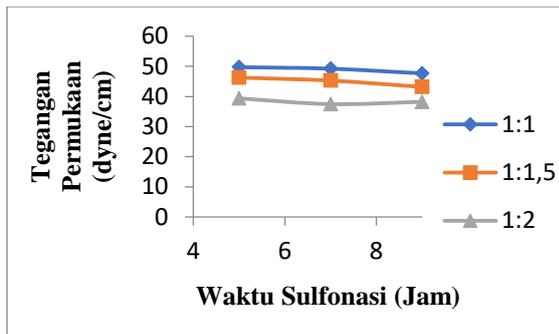
Gambar 3. Hubungan antara Waktu Sulfonasi terhadap Densitas pada Berbagai Rasio Mol



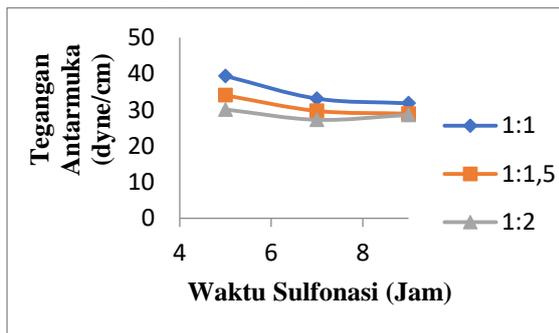
Gambar 4. Hubungan antara Waktu Sulfonasi terhadap Viskositas pada Berbagai Rasio Mol



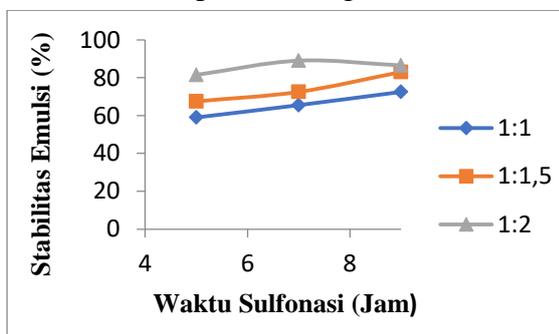
Gambar 5. Hubungan antara Waktu Sulfonasi terhadap pH pada Berbagai Rasio Mol



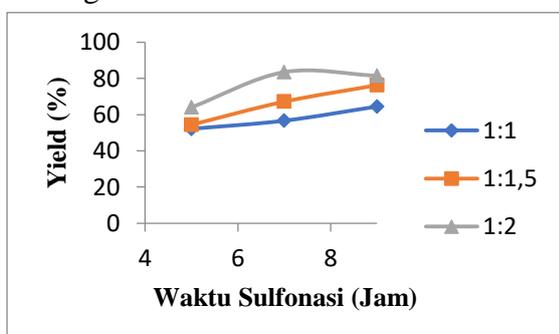
Gambar 6. Hubungan antara Waktu Sulfonasi terhadap Nilai Tegangan Permukaan pada Berbagai Rasio Mol



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



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



Gambar 9. Hubungan antara Waktu 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 0,877 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 0,877 gr/ml menjadi 0,943 gr/ml. Nilai viskositas MES yang dihasilkan pada penelitian ini juga mengalami peningkatan dari viskositas bahan baku POME yaitu 1,854 cP menjadi 2,1027 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 MES meningkat seiring dengan peningkatan waktu reaksi dan rasio mol reaktan antara POME dan NaHSO_3 yaitu pada rasio mol 1:2 dan waktu sulfonasi 7 jam.

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 – 5,76. Pada penelitian ini nilai pH MES mengalami penurunan seiring dengan semakin besarnya rasio mol dan semakin besarnya kecepatan pengadukan 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 kecepatan pengadukan dan semakin besarnya rasio mol reaktan.

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. 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 27,25 dyne/cm dengan nilai penurunan tegangan antarmuka 28,85 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 waktu sulfonasi 7 jam yaitu 89%. Hal ini diduga karena semakin banyaknya surfaktan yang terbentuk. Semakin tinggi rasio mol dan kecepatan pengadukan 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 83,45%. 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 waktu sulfonasi adalah rasio mol 1:2 dan waktu sulfonasi 7 jam. Karakteristik surfaktan yang dihasilkan pada penelitian ini mampu menurunkan tegangan permukaan air, tegangan antarmuka xilen-air dan stabilitas emulsi sebesar 33,95 dyne/cm, 28,85 dyne/cm dan 89%, pH 3,53, densitas 0,943 gr/ml, dan viskositas 2,1027 cP.

Daftar Pustaka

- 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.
- Ariani. (2011). Studi Penggunaan Katalis Padat pada Pembuatan Metil Ester Sulfonat (MES) dari Metil Ester Berbasis Minyak Sawit. *Thesis*. Institut Teknologi Sepuluh November.
- 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
- Dewanto, R & Rahmawati, A.D. (2010). Studi Pembentukan Metil Ester dengan Transesterifikasi sebagai Emulsifier Berbahan Baku Minyak Kelapa Sawit. *Thesis*. Institut Teknologi Sepuluh November.
- Ebbing, D.D dan M.S Wringhton. (1990). General Chemistry. 3 rd Edition. Wilmington-USA: Houhton Miffin Company.
- 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.
- Iman, N., Rahman, A., & Nurhaeni, R. (2016). Sintesis Surfaktan Metil Ester Sulfonat (MES) dari Metil Laurat. *Kovalen*, 2(September), 54-66.
- 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).
- Pore, J. (1993). Oil and Fat Manual. *Journal Surfactants and Detergents*, 9(2):161-167.
- Setianingsih, A. (2017). Pembuatan Biodiesel dari Crude Palm Oil (CPO) dengan Katalis La/NZA. *Skripsi*. Universitas Riau.
- 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.