SINTESIS SURFAKTAN METIL ESTER SULFONAT DARI *PALM OIL METHYL ESTER* DAN NATRIUM METABISULFIT DENGAN PENAMBAHAN KATALIS KALSIUM OKSIDA

Nirwana, Irdoni, dan Jatikta Yuniharti

Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Riau

Email: nirwana.hamzah@yahoo.com

ABSTRACT

The most widely used surfactant is an anionic surfactant which is synthesized from petroleum namely Linear Alkylbenzene sulphonate (LABS). Methyl Ester Sulfonate which is currently being developed. Surfactant can produced from palm oil methyl ester via sulfonation sulfonate. When in this research using sodium metabisulphite. The aims of this work is to synthesize Methyl Ester Sulfonate surfactant from Palm Oil Methyl Ester using Sodium Metabisulphite and a catalyst Calcium Oxide. The effects of time and the mole ratio are also investigated. Sulfonation process carried out in 4, 5, 6 hours with mole ratio of 1: 0,5, 1:1, 1: 1,5, temperature of 80° C and with stirring speed of 450 rpm. It haven been found that the surfactant produced has density of (0.89490 g/cm³ - 0.89545 g/cm³), viscosity (2.0323 cP - 2.1329 cP), pH (2,03 - 2,48), surface tension (32.60 mN/m - 33.60 mN/m), interfacial tension (30.45 mN/m - 30.94 mN/m), and the stability emulsion (59.17% - 89, 17%).

Keywords: *methyl ester, methyl ester sulfonate, sulfonated, surfactant*

PENDAHULUAN

Surfaktan (*surface active agent*) merupakan senyawa kimia yang bersifat aktif permukaan yang dapat menurunkan tegangan permukaan cairan. Menurut Hapsari^[1], surfaktan yang paling banyak digunakan adalah surfaktan anionik (~66%). Surfaktan anionik memiliki karakteristik hidrofilik yang disebabkan adanya gugus ion sulfat atau sulfonat. Surfaktan metil ester sulfonat (MES) adalah surfaktan anionik yang saat ini sedang dikembangkan. Surfaktan ini dapat diproduksi menggunakan bahan baku metil ester dari minyak sawit. Surfaktan MES memiliki kelebihan yaitu ramah lingkungan (*biodegradable*), dan memiliki sifat detergensi yang baik^[2].

Potensi Indonesia sebagai produsen surfaktan yang disintesis dari minyak sawit sangat besar, mengingat produksi minyak sawit Indonesia yang mengalami peningkatan. *Crude Palm Oil* (CPO) merupakan bahan yang potensial sebagai bahan dasar pembuatan surfaktan MES karena Indonesia adalah produsen minyak sawit utama di dunia

dengan jumlah produksi pada tahun 2014 mencapai 31,5 juta ton. Keunggulan CPO sebagai bahan baku surfaktan MES yaitu ramah lingkungan dan bersifat terbarukan. Selain itu CPO memiliki komposisi C₁₆ dan C₁₈ yang banyak, yaitu masing-masing sebanyak 42,63% dan 39,32%. Surfaktan MES dari Metil ester C₁₆₋₁₈ memiliki daya detergensi yang baik, sifat toleransi terhadap ion Ca, dan aktivitas permukaan yang baik sekitar (~90%) dibandingkan *Linear Alkylbenzene Sulphonate* (LABS)^[3].

Berdasarkan fakta-fakta tersebut CPO berpotensi sebagai bahan baku pembuatan surfaktan MES. Penggunaan CPO sebagai bahan baku surfaktan MES akan lebih menarik dengan menggunakan agen pensulfonasi yang murah seperti natrium bisulfit (NaHSO₃) dan natrium metabisulfit (Na₂S₂O₅). Penggunaan agen pensulfonasi NaHSO₃ dan metil ester dari CPO pada proses pembuatan surfaktan MES telah dilakukan oleh Hidayati^[4]. Surfaktan MES yang dihasilkan memiliki nilai tegangan permukaan 33 dyne/cm. Sedangkan Penggunaan agen sulfonasi Na₂S₂O₅ telah dilakukan Helianty dan Zulfansyah (2011)

dengan bahan baku metil ester palm stearin. Metil ester palm stearin dapat disulfonasi pada suhu 80°C namun belum menunjukkan karakterisasi dari surfaktan MES^[5].

Dari uraian diatas, maka penulis memandang perlu melakukan penelitian mengenai sintesis surfaktan MES dari bahan baku nabati yang sangat potensial di Indonesia yaitu Palm Oil Methyl Ester (POME) dengan menggunakan agen pensulfonasi yang ekonomis dan diharapkan produk yang dihasilkan memberikan karakterisasi surfaktan MES yang mendekati surfaktan MES referensi.

METODOLOGI PENELITIAN

Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah POME. Bahan-bahan kimia yang digunakan antara lain natrium metabisulfit

($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$), kalsium oksida (CaO), xilen, dan aquadest. Sedangkan alat adalah reaktor leher empat, stirrer dan rotor, water bath, kondensor, tachometer, termometer 100°C , hot Plate, gelas ukur, gelas piala, tabung reaksi, piknometer, viskometer *Oswald*, pipet tetes, pH meter, *tensiometer Du Nouy*. Skema rangkaian alat sulfonasi dapat dilihat pada Gambar 1.

Variabel Penelitian

Pene Variabel yang digunakan dalam penelitian ini terdiri dari variabel tetap dan variabel berubah. Variabel tetap adalah volume POME 100 ml (85,61 gr), Komposisi katalis CaO 1% w/w POME (0,8561 gr), temperatur sintesis 80°C dan kecepatan pengadukan 450 rpm. Variabel berubah adalah waktu sulfonasi 4, 5 dan 6 jam serta rasio mol POME : $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ adalah 1:0,5; 1:1 dan 1:1,5.

Gambar 1. Rangkaian Alat Sulfonasi

Prosedur Penelitian

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

Proses Sulfonasi

Sulfonasi surfaktan MES dilakukan dengan mereaksikan POME dan natrium metabisulfit ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$) dengan rasio mol 1:0,5, serta penambahan katalis CaO 1% w/w POME. 100 ml POME dimasukkan kedalam reaktor leher empat, selanjutnya ditambahkan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ sebanyak 58,288 gr dan katalis CaO 0,8561 gr. Reaksi sulfonasi berlangsung selama 4 jam pada temperatur 80°C dan kecepatan pengadukan 450 rpm.

Setelah proses sulfonasi selesai 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 juga dengan perbandingan rasio mol yang berbeda yaitu 1:1 dan 1:1,5 serta variasi waktu 5 dan 6 jam.

Proses Pemurnian MES

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

Analisa Produk

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 densitas, viskositas, pH, tegangan permukaan, dan tegangan antarmuka.

HASIL DAN DISKUSI

Analisa POME

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

Proses Sulfonasi MES

Surfaktan MES dari POME dibuat melalui reaksi sulfonasi. Jenis agen sulfonasi yang digunakan adalah Natrium Metabisulfit dan digunakan katalis Kalsium Okisida. Pembentukan produk MES berhubungan dengan waktu reaksi. Semakin lama reaksi berlangsung 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^[6].

Oleh sebab itu pada penelitian ini dilakukan variasi waktu 4, 5 dan 6 jam dan kecepatan pengadukan pada proses sulfonasi adalah 450 rpm. Faktor Rasio mol reaktan juga mempengaruhi jumlah surfaktan yang terbentuk. Rasio mol yang digunakan pada penelitian ini dilakukan variasi yaitu 1:0,5 : 1:1 dan 1:1,5. Rasio mol merupakan perbandingan jumlah mol antara bahan baku minyak dengan agen sulfonasi yang digunakan. Rasio mol merupakan salah satu faktor yang harus dikendalikan dalam proses sulfonasi untuk menghasilkan surfaktan MES. Rasio mol reaktan sangat penting karena kelebihan reaktan menyebabkan reaksi samping berupa senyawa garam yang tidak diinginkan^[7].

Tabel 1 Sifat Fisika POME

No	Sifat Fisika	Nilai
1	Berat Jenis, gr/cm^3	0,8561
2	Viskositas, cp	1,9731
3	pH	3,65

Analisa Sifat Fisika-Kimia MES

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 1235-1070 cm^{-1} [8].

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 4000-600 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 gugus C-H.

Berdasarkan pada Gambar 2, adanya gugus C-H terdapat pada bilangan gelombang 2922,78 cm^{-1} dan 2853,67 cm^{-1} yang berasal dari bahan baku POME. Pada spektrum juga terdeteksi Gugus C=O yang berada pada resapan bilangan gelombang 1735-1750 cm^{-1} . Gugus ester yang terdeteksi berasal dari POME. Pada Gambar 2 terlihat bahwa gugus C=O terbentuk pada resapan bilangan

gelombang 1742,42 cm^{-1} . Sedangkan gugus sulfonat hasil analisa FT-IR pada Gambar 2 terjadi pada bilangan gelombang sekitar 1169,78 cm^{-1} . Terdeteksinya gugus sulfonat maka disimpulkan bahwa sulfonasi POME dengan agen sulfonasi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ berhasil membentuk surfaktan MES. Semakin murni suatu produk maka semakin tajam pola spektra yang terbentuk.

Hasil analisa densitas, viskositas, pH, tegangan permukaan, dan tegangan antarmuka surfaktan 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 0,8561 gr/cm^3 , Viskositas 1,9731 cp, dan nilai pH 3,65. Selanjutnya POME digunakan sebagai bahan baku proses sintesis surfaktan MES dengan proses sulfonasi.

Pada penelitian ini yield yang dihasilkan dari proses sulfonasi yaitu sebesar 87%. Yield Produk surfaktan MES yang dihasilkan cenderung meningkat dengan penggunaan katalis CaO 1%. Hal ini disebabkan karena katalis CaO yang digunakan akan meningkatkan jumlah tumbukan antara POME dengan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$. Peningkatan jumlah tumbukan dapat diduga mempercepat reaksi sulfonasi dengan menurunkan energi aktivasi sehingga semakin banyaknya $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ yang terikat dengan POME membentuk surfaktan MES

Gambar 2. Hasil uji FT-IR sampel MES

Selanjutnya dilakukan analisa nilai densitas, viskositas, dan nilai pH pada produk surfaktan MES. Nilai densitas MES yang dihasilkan pada penelitian mengalami peningkatan dari nilai densitas bahan baku POME, yaitu dari $0,8561 \text{ g/cm}^3$ menjadi $0,8954 \text{ g/cm}^3$. Nilai viskositas MES yang dihasilkan pada penelitian juga mengalami peningkatan dari viskositas bahan baku POME yaitu dari $1,9731 \text{ cP}$ menjadi $2,1329 \text{ cP}$. Hubungan antara rasio mol dan waktu reaksi terhadap densitas dan viskositas dapat dilihat pada Gambar 3 dan 4.

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 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ yaitu pada rasio mol 1:1,5 dan waktu sulfonasi selama 6 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 2,03 – 2,48.

Gambar 3. Grafik Hubungan antara Rasio Mol dan Waktu Reaksi terhadap Densitas

Gambar 4. Grafik Hubungan antara Rasio Mol dan Waktu Reaksi terhadap Viskositas

Pada penelitian ini nilai pH MES mengalami penurunan seiring dengan semakin besarnya rasio mol dan semakin lamanya proses sulfonasi. Penurunan pH ini diduga karena semakin banyaknya $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ yang terikat pada POME seiring dengan semakin lamanya waktu sulfonasi dan semakin besarnya rasio mol reaktan. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ yang digunakan sebagai pereaksi merupakan kelompok garam asam yang bersifat asam lemah.

pH MES yang dihasilkan pada penelitian lebih rendah jika dibandingkan dengan pH MES komersil^[9] yang dihasilkan dari chemithon adalah 5,3. Hal ini disebabkan pada proses sintesis MES yang dilakukan chemiton, adanya proses tambahan yang dapat meningkatkan nilai pH MES yaitu proses netralisasi dengan penambahan *Sodium Hidroksida* (NaOH). Pengaruh penambahan proses netralisasi dapat dilihat dari penelitian yang dilakukan Adiandri^[10], dimana pH MES sebelum dilakukan proses netralisasi adalah 3,95 – 4,93 dan setelah dilakukan proses netralisasi pH meningkat menjadi 6,92 – 7,67. Hubungan antara rasio mol dan waktu reaksi terhadap pH dapat dilihat pada Gambar 5.

Surfaktan MES yang dihasilkan pada penelitian ini mampu menurunkan tegangan permukaan air dari 71,4 mN/m menjadi 37,55 mN/m – 38,8 mN/m, dengan nilai penurunan tegangan permukaan antara 33,85

mN/m – 32,60 mN/m. 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 non polar. Surfaktan MES yang dihasilkan pada penelitian ini mampu menurunkan tegangan antarmuka air dari 35,8 mN/m menjadi 4,87 mN/m – 5,35 mN/m, dengan nilai penurunan tegangan permukaan antara 30,45 mN/m – 30,94 mN/m.

Nilai tegangan permukaan air yang dihasilkan pada penelitian ini lebih rendah jika dibandingkan dengan nilai tegangan permukaan air yang dihasilkan Pore^[11] yang mampu menurunkan tegangan permukaan air dari 72 mN/m menjadi 39 mN/m – 40,2 mN/m, dengan nilai penurunan tegangan permukaan antara 33 mN/m – 31,8 mN/m. Nilai tegangan permukaan yang rendah akan menghasilkan nilai penurunan tegangan permukaan yang tinggi. Sehingga surfaktan MES yang dihasilkan sudah memenuhi standar surfaktan komersil.

Hubungan antara rasio mol dan waktu reaksi terhadap nilai tegangan permukaan dan tegangan antarmuka dapat dilihat pada Gambar 6 dan 7.

Gambar 5. Grafik Hubungan antara Rasio Mol dan Waktu Reaksi terhadap pH

Gambar 6. Grafik Hubungan antara Rasio Mol dan Waktu Reaksi terhadap Nilai Tegangan Permukaan

Gambar 7. Grafik Hubungan antara Rasio Mol dan Waktu Reaksi terhadap Tegangan Antar-muka antara air-xilen

KESIMPULAN

Berdasarkan kriteria tegangan antarmuka dan tegangan permukaan, maka dapat disimpulkan kondisi proses sulfonasi terbaik dari rasio mol reaktan dan lama reaksi adalah 1:1,5 selama 6 jam. Karakteristik surfaktan yang dihasilkan pada penelitian ini mampu menurunkan tegangan permukaan air dan tegangan antarmuka xilen-air sebesar 33,85 mN/m dan 5,5 mN/m, pH 2,48, Densitas 0,8954 g/cm³, dan Viskositas 2,13 cP.

DAFTAR PUSTAKA

1. Hapsari, M. 2003. Kajian pengaruh suhu dan kecepatan pengadukan pada proses produksi surfaktan dari metil ester minyak inti sawit dengan metode sulfonasi. Thesis. IPB: Bogor
2. Chasani, M., V.H. Nursalim., S. Widyaningsih., I.N. Budiasih., dan M.A Kurniawan. 2014. Sintesis, Pemurnian dan Karakterisasi Metil Ester Sulfonat (MES) sebagai Bahan Inti Deterjen dari Minyak Biji Nyamplung. Molekul.Vol.9: 63-72
3. Sulastris, Y. 2010. Sintesis Methyl Ester Sulfonic Acid (MESA) dari Crude Palm Oil (CPO) menggunakan Single Tube Falling Film reaktor. Thesis. IPB: Bogor
4. 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*. Vol.14:38-44

5. Helianty, S dan Zulfansyah. 2011. Pembuatan Ester metilsulfonat dari ester metil Palm Stearin. *Jurnal Teknobiologi*. Vol.II: 37 – 39
6. Ebbing, D.D dan M.S Wringhton. 1990. General Chemistry. 3rd Edition. Wilmington-USA: Houghton Mifflin Company
7. Foster, N.C. 1996. Sulfonation and Sulfation Processes. In: Spitz, L. (Ed). Soap and Detergents: A Theoretical and Practical Review. AOCS Press, Champaign, Illinois
8. 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
9. Sheats, W.B dan B.W MacArthur. 2002. Methyl Ester Sulphonate Products: The Chemithon Corporation, USA
10. Adiandri, R.S. 2006. Kajian Pengaruh Konsentrasi Metanol dan Lama Reaksi pada proses Pemurnian Metil Ester Sulfonat terhadap Karakteristik Detergen Bubuk. Thesis. IPB: Bogor
11. Pore, J. 1993. Oils and Fat Manual. Intercept Ltd, Andover, Uk, Paris :New York