



## SINTESIS SURFAKTAN METIL ESTER SULFONAT (MES) DARI METIL LAURAT

### [Synthesis of Methyl Ester Sulfonic (MES) from Methyl Laurate]

Nur Iman<sup>1\*</sup>, Abdul Rahman R.<sup>1</sup> dan Nurhaeni<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Tadulako

Diterima 28 Januari 2016, Disetujui 24 Maret 2016

#### ABSTRACT

Synthesis of surfactant methyl ester sulfonate (MES) of methyl laurate has been done. This study aims to determine the best mole ratio between the methyl esters of lauric acid with sulfonated agent NaHSO<sub>3</sub> in sulfonated methyl laurate. Mole variation used in this study are 1:1; 1:1,2; 1:1,4 and 1:1,6 (v/w). Best value MES emulsion stability, acid value and the surface tension is 94,5 minutes, 1.3 ml KOH/ g sample, 39.3 dyne/cm in 1:4 ratio produces. MES synthesis produced by sulfonate group shown in the FTIR spectra in the wave number around 1366.52 to 1015.30 cm.

**Keywords :** Surfactant Methyl Ester Sulfonate, Methyl Laurate.

#### ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian tentang Sintesis Surfaktan Metil Ester Sulfonat (MES) dari Metil Laurat. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan perbandingan mol terbaik antara metil ester dari asam laurat dengan agen pensulfonasi NaHSO<sub>3</sub> dalam sulfonasi metil laurat. Variasi rasio mol yang digunakan mencakup perbandingan 1:1; 1:1,2; 1:1,4; dan 1:1,6 (v/b). Rasio 1 : 1,4 menghasilkan MES yang terbaik dengan nilai stabilitas emulsi 94,5 menit, bilangan asam 1,3 ml KOH/g sampel dan tegangan permukaan sebesar 39,3 dyne/cm. Sintesis MES dihasilkan dengan adanya gugus sulfonat yang diperlihatkan dalam spektra FTIR pada bilangan gelombang di sekitar 1366,52 hingga 1015,30 cm<sup>-1</sup>.

**Kata kunci:** Surfaktan Metil Ester Sulfonat, Metil Laurat.

\*) Corresponding Author : imanहुldi@rocketmail.com (hp: +6281340570826)

## LATAR BELAKANG

Surfaktan merupakan senyawa aktif penurun tegangan permukaan (*surface active agent*) yang dapat diproduksi secara sintesis kimiawi atau biokimiawi. Salah satu jenis surfaktan yang dapat digunakan sebagai bahan aktif penurun tegangan permukaan tersebut adalah Metil Ester Sulfonat (MES) yang berbahan dasar minyak nabati (Lestari, 2006).

Surfaktan MES merupakan jenis surfaktan anionik yang umumnya dimanfaatkan sebagai bahan aktif dalam produk detergen. Bahan dasar pembuatan detergen adalah rantai panjang alkohol jenuh  $C_{12}$  hingga  $C_{18}$ . Detergen mengandung gugus sulfat atau sulfonat yang dapat larut dalam air dan memiliki rantai karbon panjang yang larut dalam oli dan vaselin (Sastrohamidjojo, 2005).

Surfaktan metil ester sulfonat diperoleh dari proses esterifikasi/ transesterifikasi dan dilanjutkan dengan proses sulfonasi yaitu dengan mereaksikannya dengan pereaksi sulfonat. Disebut dengan reaksi sulfonasi karena melibatkan penambahan sulfat pada senyawa organik. Bernardini (1983) dan Pore (1993) dalam Supriningsih (2010) menjelaskan bahwa salah satu pereaksi yang umum digunakan pada proses sulfonasi adalah  $NaHSO_3$ . Sulfonasi merupakan penghasil produk turunan yang terbentuk melalui reaksi antara kelompok sulfat dengan minyak, asam lemak dan alkohol lemak.

Salah satu jenis asam lemak yang potensial dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan MES adalah asam laurat yang memiliki jumlah atom karbon sebanyak 12 ( $C_{12}$ ).

Menurut Foster (1996) dalam Hidayati (2012), beberapa hal yang harus dipertimbangkan untuk menghasilkan kualitas MES terbaik adalah rasio mol, suhu reaksi, lama reaksi, konsentrasi grup sulfat yang ditambahkan, bahan untuk sulfonasi ( $NaHSO_3$ ,  $H_2SO_4$ ), waktu netralisasi, pH dan suhu netralisasi. Beberapa hasil penelitian yang telah dilakukan menunjukkan bahwa hasil optimum dari proses sulfonasi diperoleh dengan rasio mol yang berbeda.

Menurut Hidayati (2009), dalam proses sulfoansi menggunakan bahan CPO pada rasio mol 1:1,5 dan lama reaksi di atas 5 jam dapat meningkatkan nilai tegangan muka. Hidayati (2009) juga menjelaskan bahwa menurut Sheats dan Arthur (2002), rasio mol reaktan yang digunakan untuk sulfonasi menggunakan gas  $SO_3$  pada kisaran 1:1,2–1:1,3. Rasio mol berlebihan akan menghasilkan produk samping berupa olefin, asam sulfat dan hidrolisis ester yang menghasilkan di-*salt*. Berdasarkan hasil penelitian lainnya, berdasarkan optimasi proses pembuatan MES dari bahan baku metil ester minyak Jarak Pagar menunjukkan bahwa kondisi kombinasi perlakuan optimum terjadi pada suhu sulfonasi  $102^\circ C$ , lama sulfonasi 3,9 jam.

Berdasarkan hal tersebut, maka perlu dilakukan penelitian untuk menentukan kondisi yang optimum dari rasio mol untuk memproduksi MES secara maksimal dengan menggunakan bahan baku asam laurat dengan agen pensulfonasi  $\text{NaHSO}_3$ .

## METODE PENELITIAN

### Bahan dan Peralatan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah surfaktan metil ester yang berasal dari asam laurat. Bahan kimia yang digunakan untuk proses produksi surfaktan MES adalah natrium bisulfat ( $\text{NaHSO}_3$ ), metanol, katalis aluminat ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ),  $\text{NaOH}$ , dan bahan-bahan kimia untuk analisa.

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah reaktor leher dua, *hotplate magnetic stirrer*, termometer, neraca analitik, kondensor *reflux*, sentrifugasi, pipet, dan peralatan gelas lainnya.

### Prosedur Penelitian

Pembuatan metil ester sulfonat dilakukan melalui proses sulfonasi metil ester dengan reaktan  $\text{NaHSO}_3$ . Variabel yang digunakan untuk proses sulfonasi adalah rasio mol metil ester terhadap  $\text{NaHSO}_3$  adalah 1:1; 1:1,2; 1:1,4; dan 1:1,6 (v/b) dengan penambahan katalis  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dengan konsentrasi 1,5 % dengan waktu reaksi sulfonasi selama 4,5 jam (Safitri, 2003 dan Mahardhika, 2003). Suhu dan kecepatan pengadukan yang digunakan dalam proses sulfonasi ini adalah suhu  $100^\circ\text{C}$  dengan kecepatan pengadukan 500

rpm. Selanjutnya, dilakukan pemurnian dan penetralan menggunakan metanol 30% dan  $\text{NaOH}$  20%.

Parameter yang dilakukan untuk menganalisis produk MES untuk mengidentifikasi gugus sulfonat yang bereaksi dengan metil laurat adalah dengan menggunakan FTIR. Uji kualitatif lainnya adalah penentuan bilangan asam, stabilitas emulsi dan penentuan tegangan permukaan menggunakan metode cincin Du-Nouy.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Surfaktan Metil Ester Sulfonat

Surfaktan MES merupakan jenis surfaktan anionik yang umumnya dimanfaatkan sebagai bahan aktif dalam produk detergen. Bahan dasar pembuatan detergen adalah rantai panjang alkohol jenuh  $\text{C}_{12}$  hingga  $\text{C}_{18}$ . Detergen mengandung gugus sulfat atau sulfonat, keduanya berguna karena larut dalam air dan memiliki rantai karbon panjang yang larut dalam oli dan vaselin (Sastrohamidjojo, 2005).

Produksi surfaktan MES dihasilkan melalui proses sulfonasi dengan mereaksikan metil ester dengan agen sulfonasi  $\text{NaHSO}_3$ . Keunggulan dari Na-bisulfat ( $\text{NaHSO}_3$ ) menurut Hidayati (2006) bahwa produk yang dapat dihasilkan berwarna lebih cerah dan mudah diaplikasikan pada skala produk kecil. Dalam penelitian ini dilakukan variasi rasio mol dengan agen pensulfonasi dibuat berlebih. Penggunaan natrium bisulfat

( $\text{NaHSO}_3$ ) berlebih bertujuan untuk memaksimalkan terbentuknya gugus sulfonat pada metil ester. Menurut Adiandri (2006), ekse mol  $\text{SO}_3$  diperlukan untuk menjamin terjadinya proses sulfonasi sesuai yang diharapkan karena sulfonasi ini berlangsung melalui satu atau lebih tahap intermediate yang membutuhkan dua mol  $\text{SO}_3$  untuk setiap mol metil ester. Oleh karena itu di dalam industri  $\text{SO}_3$  dibuat berlebih sekitar 15-30%. Mansur dkk. (2007) melakukan proses sulfonasi untuk menghasilkan MES yang optimal dengan membuat mol reaktan  $\text{SO}_3$  berlebih pada perbandingan mol reaktan metil ester dan  $\text{SO}_3$  adalah 1,6 : 1 dan menurut Hapsari (2003) dan Mahardhika (2003) kondisi terbaik dalam proses sulfonasi adalah masing-masing pada suhu reaksi  $100\text{ }^\circ\text{C}$  dan lama reaksi 4,5 jam.

Reaksi sulfonasi berlangsung cukup lama sehingga menggunakan katalis aluminium oksida ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) 1,5 % (b/b) untuk mempercepat reaksi. Metil ester sulfonat (MES) yang dihasilkan dari proses sulfonasi selanjutnya didiamkan selama 24 jam untuk memisahkannya dengan sisa  $\text{NaHSO}_3$  dan mengendapkan sisa katalis  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Metil ester sulfonat kemudian disentrifuge untuk memisahkan MES dari katalis  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Reaksi sulfonasi antara metil ester dengan  $\text{NaHSO}_3$  terjadi pada bagian  $\alpha$ -atom karbon. MES yang terbentuk dari hasil sulfonasi berwarna hijau yang merupakan MES kasar yang diduga masih mengandung di-*salt* (disodium karboksi sulfonat) sebagai hasil samping reaksi

sulfonasi. Menurut Chasani dkk. (2014), di-*salt* merupakan surfaktan yang memiliki daya deterjensi yang rendah dan cenderung menurunkan kinerja MES sehingga keberadaan di-*salt* tidak diinginkan. Kandungan di-*salt* (disodium karboksi sulfonat) dalam MES dapat dikurangi dengan melakukan pemurnian terhadap MES hasil sulfonasi. Kondisi pH setelah proses sulfonasi sebelum dilakukan penetralan cenderung bersifat asam, berkisar pH 4.

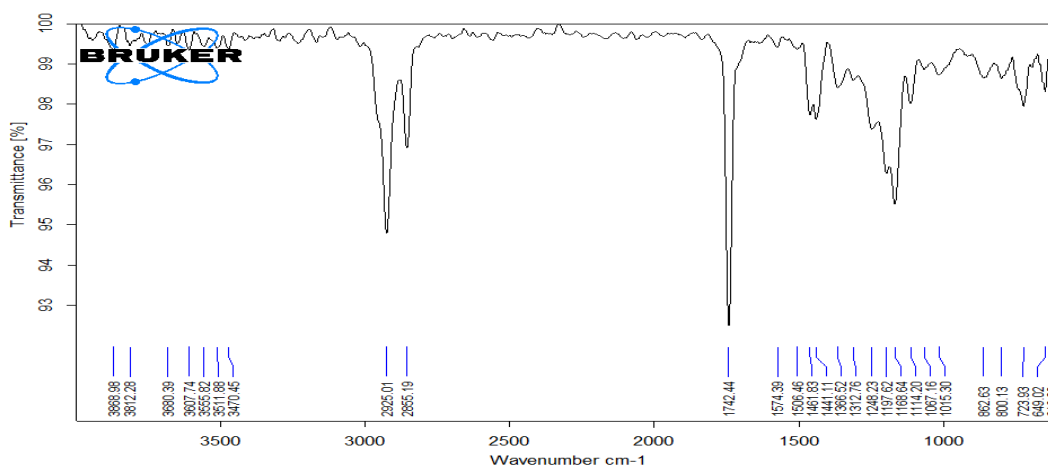
Pemurnian untuk mengurangi terbentuknya garam dilakukan dengan cara menambahkan metanol ( $\text{CH}_3\text{OH}$ ). Metanol memiliki sifat yang reaktif dan dapat mengurangi terjadinya substitusi gugus metil pada struktur MES. Menurut Hovda (2002) dalam Purwanto (2006), selain mengurangi terbentuknya garam, alkohol akan mengikat air yang terdapat pada MES. Penambahan alkohol juga memberikan pengaruh besar pada viskositas larutan sehingga menjadi lebih encer. Karena reaksi sulfonasi merupakan reaksi eksoterm, maka penambahan metanol memberikan keuntungan lain yaitu mampu meningkatkan pindah panas selama reaksi berlangsung. Setelah tahap pemurnian selesai, alkohol diuapkan. Tahap ini disebut tahap penguapan metanol. Karena MES yang dihasilkan masih bersifat asam dengan pH berkisar 4,5-5,5 maka diperlukan tahap penetralan. MES dinetralkan dengan menggunakan  $\text{NaOH}$  20 % dan dipanaskan pada suhu  $55\text{ }^\circ\text{C}$  selama 30 menit. Rata-rata jumlah

rendemen MES yang diperoleh dari hasil perlakuan adalah sebanyak 35 ml.

Pendeteksian gugus sulfonat pada sampel MES dilakukan dengan menggunakan FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*). Sampel dianalisa dengan meneteskan larutan sampel pada pellet KBr. Menurut Rivai (2004), pendeteksian asam sulfonat menggunakan spektrum IR dikarakterisasi oleh angka gelombang 1342–1250  $\text{cm}^{-1}$  dan pada angka gelombang 1250–1150  $\text{cm}^{-1}$  dan 1075–1000  $\text{cm}^{-1}$ .

Adiandri (2006) menjelaskan dalam hasil penelitiannya bahwa gugus sulfonat

terdeteksi pada bilangan gelombang 1243,4 sampai 1172,2  $\text{cm}^{-1}$  dan gugus S=O pada bilangan gelombang 1029,1  $\text{cm}^{-1}$ . Dan menurut Hidayati (2009), pembentukan gugus sulfonat diperlihatkan pada bilangan gelombang 1235 sampai 1172  $\text{cm}^{-1}$ . Hal ini menunjukkan bahwa spektrum untuk gugus sulfonat berada di sekitar bilangan gelombang 1250–1050  $\text{cm}^{-1}$ . Perbedaan penampakan bilangan gelombang yang diperoleh dapat diakibatkan beberapa faktor yang dipengaruhi oleh frekuensi vibrasi.



Gambar 1. Spektrum FTIR MES

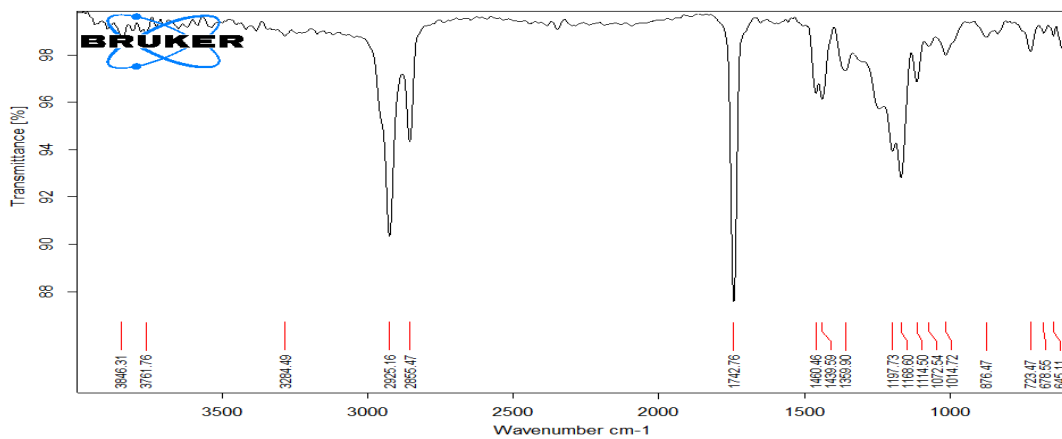
Pita serapan di daerah 1742,44  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi regangan gugus karbonil (C=O). Pada panjang gelombang 2855,19 sampai 2925,01  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan gugus CH pada alkana yang sangat kuat. Sedangkan Ismiyati (2009) menjelaskan bahwa terbentuknya gugus sulfonat ( $\text{SO}_3^-$ ) yang ditunjukkan oleh adanya pita serapan pada bilangan gelombang 1219–1128  $\text{cm}^{-1}$  serta adanya

rentangan S=O dan S–O yang ditunjukkan pada rentangan bilangan gelombang 1006,84  $\text{cm}^{-1}$  dan 902,69  $\text{cm}^{-1}$  (Gambar 1). Menurut Ismiyati (2009), NaLS yang terbentuk memiliki kemiripan dengan natrium lignosulfonat standar dari Aldrich (NLS-Aldrich) yang memiliki rentangan vibrasi gugus sulfonat ( $\text{SO}_3$ ) pada bilangan gelombang 1120–1230 dan gugus S=O simetri pada bilangan gelombang 1,005–

1,055, serta rentangan S–O pada bilangan gelombang 750–1000  $\text{cm}^{-1}$ .

Penelitian yang dilakukan Helianty dan Zulfansyah (2011) dengan mensulfonasi ester metil palm stearin menggunakan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ , sampel MES yang dianalisis menggunakan FTIR terdeteksi gugus sulfonat pada bilangan gelombang 1234 sampai 1070  $\text{cm}^{-1}$ . Sedangkan, penelitian lainnya yang dilakukan oleh Mansur dkk. (2007) diperoleh bahwa terbentuknya gugus sulfonat dapat dilihat dengan munculnya puncak  $\text{SO}_3\text{H}$  pada angka gelombang 1781,34  $\text{cm}^{-1}$ .

Grafik hasil pengujian FTIR sampel surfaktan MES disajikan pada Gambar 1. Berdasarkan data literatur di atas, maka dapat dikatakan bahwa dari gambar tersebut gugus sulfonat diperlihatkan pada bilangan gelombang sekitar 1366,52 hingga 1015,30  $\text{cm}^{-1}$  dan gugus S=O pada bilangan gelombang 1114,20  $\text{cm}^{-1}$ . Pita serapan yang menyerupai gugus S–O seperti telah dijelaskan sebelumnya, diperoleh dari gambar grafik FTIR di atas berada di daerah sidik jari yaitu pada bilangan gelombang antara 723–862  $\text{cm}^{-1}$ .



Gambar 2. Spektrum FTIR Metil Ester

Tabel 1. Spektra FTIR Metil Ester Sulfonat (MES)

Pita Serapan Gugus Fugsi	Panjang Gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )		
	MES Hasil Analisis	Supriningsih (2010)	Adiandri (2006)
Ulur C–H	2925,01 – 2855,19	2924,88 – 2853,27	2924,9 – 2855,8
Ulur C=O	1742,44	1740,17 – 1738,99	1742,5
Ulur C–O	1197,62 – 1168,64	1188,72 – 1167,72	1196,1 – 1172,2
C–H tekuk	1461,83	1461,14	1458,3
Gugus Sulfonat	1366,52 – 1015,30	1300 – 1000	1243,4 – 1172,2

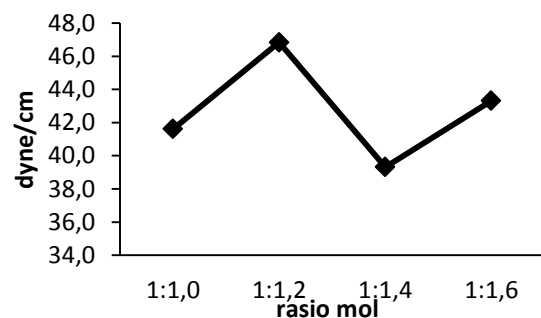
## Pengaruh Rasio Mol terhadap Kualitas MES

Rasio mol merupakan salah satu faktor yang menentukan kualitas MES. Bahan pensulfonasi yang digunakan adalah NaHSO<sub>3</sub> dengan rasio antara metil laurat dengan natrium bisulfit adalah 1:1,0, 1:1,2, 1:1,4, dan 1:1,6 (v/b). Penggunaan natrium bisulfit dibuat berlebih bertujuan untuk memaksimalkan terbentuknya gugus sulfonat pada metil ester. Namun, rasio mol reaktan yang berlebihan akan menyebabkan reaksi samping terbentuknya garam yang tidak diinginkan, sehingga perlu dilakukan tahap pemurnian dengan menggunakan metanol terhadap MES yang terbentuk untuk mengurangi terbentuknya garam, mengikat air yang terdapat pada MES dan dapat menurunkan tegangan permukaan.

### Tegangan Permukaan Metode du Nouy

Metode cincin Du-Nouy bisa digunakan untuk mengukur tegangan permukaan ataupun tegangan antar muka. Prinsip dari alat ini adalah gaya yang diperlukan untuk melepaskan suatu cincin platina iridium yang diperlukan sebanding dengan tegangan permukaan atau tegangan antar muka dari cairan tersebut. Tegangan permukaan didefinisikan sebagai usaha yang dibutuhkan untuk memperluas cairan per satuan luas. Umumnya tegangan permukaan dinyatakan dalam dyne per cm atau mili Newton per meter (Adiandri, 2006).

Tegangan permukaan suatu cairan merupakan fenomena dari adanya ketidak-seimbangan antara gaya-gaya yang dialami oleh molekul-molekul yang berada di permukaan. Akibat dari ketidakseimbangan gaya tersebut maka molekul pada permukaan cenderung meninggalkan permukaan (masuk ke dalam cairan) sehingga permukaan cenderung menyusut. Apabila molekul dalam cairan akan pindah ke permukaan untuk memperluas permukaan, maka dibutuhkan usaha untuk mengatasi gaya tarik menarik antar molekul tersebut (Bird *et al.*, 1983). Pore (1993) dalam Hidayati (2006) menyatakan bahwa penggunaan reaktan Na-bisulfit pada suhu 60–100°C selama 3 sampai 6 jam menghasilkan MES dengan nilai tegangan permukaan 40,2 mN/m.



Gambar 3 Grafik hubungan tegangan permukaan terhadap rasio mol

Nilai tegangan permukaan yang diperoleh mengalami kenaikan pada rasio 1:1,2 sebesar 46,85 dyne/cm kemudian kembali turun pada posisi terendah pada rasio 1:1,4 yaitu 39,21 dyne/cm. Yang perlu diperhatikan bahwa produk metil ester sulfonat (MES) masih mengandung

disodium karboksi sulfonat (*di-salt*) dan produk-produk samping lainnya yang akan mengganggu kinerja MES sebagai surfaktan. Sehingga perlu dilakukan proses pemurnian dengan menggunakan metanol untuk menghasilkan MES yang memiliki daya kinerja yang lebih baik. Metanol berfungsi untuk mengurangi pembentukan *di-salt*, mengurangi viskositas dan tegangan permukaan/tegangan antar muka. Keberadaan *di-salt* yang merupakan hasil reaksi berupa garam, dapat mengurangi kelarutan MES dalam air sehingga mengakibatkan nilai tegangan permukaannya naik. Nilai yang diperoleh tersebut dapat disebabkan karena keberadaan hasil samping setelah reaksi. Meskipun telah dilakukan pemurnian, kemungkinan adanya sisa reaksi samping yang dapat mengakibatkan kinerja MES terganggu.

Surfaktan seperti fungsinya sebagai senyawa aktif yang dapat menurunkan tegangan permukaan, maka nilai tegangan permukaan terendah yang diperoleh setelah pemurnian terdapat pada rasio mol antara metil ester sulfonat dengan Na-bisulfit 1:1,4 adalah 39,21 dyne/cm. Menurut Syamsu (2004), salah satu dari karakteristik MES adalah memiliki nilai tegangan permukaan sekitar 39–40,2 mN/m (dyne/cm). Dari hasil perlakuan terbaik dilakukan oleh Adianri (2006) setelah proses pemurnian, diperoleh karakteristik MES untuk penurunan tegangan permukaannya mencapai 42,25 mN/m (dyne/cm) (64,11%), sedangkan nilai

tegangan permukaan MES kasar yang diperoleh sebesar 30,6 mN/m (dyne/cm) (46,36%). Untuk mengetahui pengaruh berbagai perlakuan terhadap penurunan tegangan permukaan digunakan analisa secara statistik. Faktor rasio memberikan pengaruh yang sangat nyata terhadap penurunan tegangan permukaan air.

Hasil uji lanjut *Duncan* pada pengolahan data SPSS 16.0 pada tingkat kepercayaan 95% menunjukkan perlakuan pada rasio 1:1,2 yang memiliki nilai tegangan permukaan tertinggi yaitu 46,85 dyne/cm berbeda signifikan pada rasio 1:1,4 yang memiliki nilai tegangan permukaan terendah yaitu 39,30 dyne/cm. Sedangkan nilai yang diperoleh dari uji tegangan permukaan pada rasio 1:1,0 dan 1:1,6 tidak memberikan perbedaan yang nyata terhadap nilai dari kedua rasionya (1:1,2 dan 1:1,4).

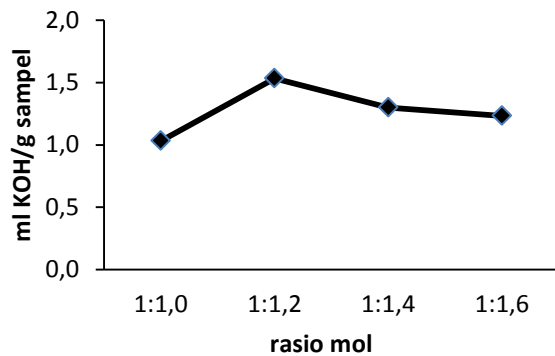
### **Bilangan Asam**

Bilangan asam dinyatakan sebagai jumlah melligram kalium hidroksida yang diperlukan untuk menetralkan asam-asam lemak bebas dari satu gram minyak. Bilangan asam digunakan untuk menentukan jumlah asam lemak bebas yang terdapat dalam minyak/lemak. Nilai bilangan asam ditentukan secara titrasi dengan larutan standar kalium hidroksida menggunakan indikator PP (Mappiratu, 2004).

Diketahui bahwa semakin tinggi bilangan KOH yang digunakan pada proses titrasi maka semakin tinggi nilai



keasamannya. Berdasarkan grafik di atas, menunjukkan nilai bilangan asam yang diperoleh setelah pemurnian yang tertinggi adalah pada rasio 1:1,2 sebesar 1,5 ml KOH/g sampel, sedangkan yang terendah pada rasio 1:1,0 sebesar 1,1 ml KOH/g sampel.



Gambar 4 Grafik hubungan bilangan asam terhadap rasio mol

Menurut Hidayati (2009), selain rasio mol, faktor yang dapat mempengaruhi peningkatan bilangan asam adalah lama reaksi dan suhu reaksi. Kondisi proses pemurnian juga dapat mempengaruhi kinerja surfaktan MES, seperti pada peningkatan bilangan asamnya. Seperti telah dijelaskan oleh Adiandri (2006) dalam penelitiannya, bahwa kondisi dalam proses pemurnian MES dapat berpengaruh terhadap kualitasnya karena dapat mengandung *di-salt* atau produk-produk samping tersisa yang mungkin akan mengganggu kinerja Metil Ester Sulfonat (MES) sebagai surfaktan. Adiandri (2006) menemukan bahwa kondisi proses pemurnian terbaik untuk menghasilkan surfaktan MES dari metil ester minyak inti sawit dengan asam lemak dominan  $C_{18}$  adalah pada

konsentrasi metanol 40% dan lama reaksi 90 menit.

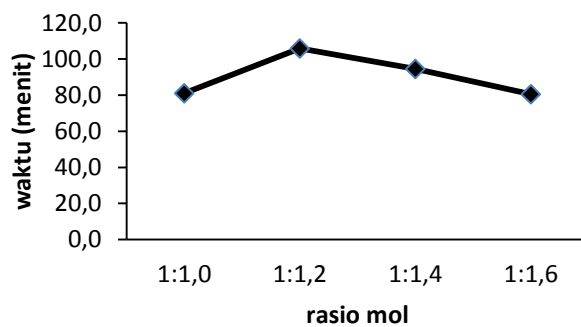
Adiandri (2006) menjelaskan bahwa telah melakukan pemurnian metil ester sulfonat (MES) dengan cara pemucatan dan netralisasi. Pada tahap pemucatan digunakan  $H_2O_2$  sekitar 1 sampai 4 persen kemudian ditambahkan metanol sekitar 31 sampai 40%. Waktu yang dibutuhkan dalam proses ini adalah sekitar 1 sampai 1,5 jam. Ekses metanol secara efektif akan membatasi produksi *di-salt*, dan akan mengurangi viskositas campuran secara signifikan sehingga memperbaiki pencampuran dan transfer panas selama proses pemucatan. Dalam penelitian ini pemurnian dilakukan tanpa melalui pemucatan karena warna MES kasar yang terbentuk tidak berwarna gelap sehingga pemurnian dilakukan dengan menggunakan metanol kemudian dinetralisasi dengan NaOH.

Hasil uji lanjut *Duncan* untuk bilangan asam pada rasio 1:1,2 dengan nilai bilangan asam tertinggi yaitu 1,5 ml KOH/g sampel menunjukkan bahwa tidak memberikan perbedaan nyata terhadap rasio 1:1,4 yang memiliki nilai bilangan asam sebesar 1,3 ml KOH/g sampel. Sedangkan untuk nilai bilangan asam rendah pada rasio 1:1,0 dan 1:1,6 juga tidak memberikan perbedaan yang nyata terhadap rasio 1:1,4.

### Stabilitas Emulsi

Surfaktan dapat berperan sebagai emulsifier ketika dua fasa yang berbeda

dapat bercampur secara homogen karena adanya surfaktan yang mampu menyatukan dua fasa yang berbeda derajat kepolarannya. Kestabilan emulsi diukur antara air dengan xylene. Xylene dengan air dicampur dengan perbandingan 6:4. Pemisahan emulsi antar xylene dengan air diukur berdasarkan lamanya pemisahan antar fasa. Konsentrasi surfaktan yang ditambahkan adalah 1 mL. Lamanya pemisahan antar fasa sebelum ditambahkan surfaktan dibandingkan dengan setelah ditambahkan surfaktan.



Gambar 5 Grafik hubungan stabilitas emulsi terhadap rasio mol

Uji kemampuan produk hasil reaksi dengan pengukuran durasi kestabilan emulsi minyak dalam air. Pengadukan minyak dan air tanpa penambahan larutan hasil hidrogenasi memerlukan waktu rata-rata 36,75 detik, sementara dengan penambahan larutan hasil hidrogenasi tersebut terlihat bahwa campuran minyak dengan air yang tadinya heterogen berubah menjadi homogen. Durasi yang dibutuhkan dari homogen sampai akhirnya heterogen inilah yang akan diukur dalam uji aktivitas ini. Gambar 5 menunjukkan

grafik pengaruh rasio mol terhadap kestabilan emulsi minyak-air.

Kestabilan emulsi dapat dilihat dari grafik di atas, durasi terpanjang adalah selama 114,67 menit untuk produk surfaktan yang dihasilkan yaitu pada rasio 1:1,2. Pada sistem emulsi minyak dalam air, molekul MES akan menyelimuti partikel minyak dengan mengikatnya pada gugus hidrofobik sehingga terbentuk globula. Globula-globula tersebut akan terdispersi dalam air membentuk sistem emulsi. MES membuat globula terdispersi merata dengan ikatan hidrogen antara gugus polar pada MES dengan air. Kondisi ini membuat sistem emulsi menjadi stabil (Adiandri, 2006).

Menurut Hapsari (2003), interaksi suhu dan kecepatan pengadukan berpengaruh nyata terhadap peningkatan kestabilan emulsi. Untuk uji stabilitas emulsi berdasarkan data statistik menunjukkan bahwa rasio 1:1,6 yang memiliki waktu terlalu lama tidak berbeda nyata dengan lainnya terutama pada rasio 1:1,4. Rasio mol reaktan merupakan salah satu parameter yang harus dikendalikan dalam proses sulfonasi untuk menghasilkan surfaktan metil ester sulfonat. Pengaturan rasio mol dari  $\text{SO}_3$  terhadap komponen organik dalam reaksi sulfonasi sangatlah penting, karena kelebihan  $\text{SO}_3$  dapat menyebabkan reaksi samping yang akan menghasilkan produk samping. Penelitian tentang pengaruh rasio mol reaktan dalam proses sulfonasi untuk menghasilkan surfaktan metil ester

sulfonat (MES) dengan mereaksikan gas  $\text{SO}_3$  dan metil ester dalam tubular falling film reactor, dengan perbandingan reaktan antara  $\text{SO}_3$  dan metil ester, yaitu 1,2:1 hingga 1,3:1.

Hasil uji lanjut *Duncan* pada pengolahan data SPSS 16 pada tingkat kepercayaan 95% dan gambar-gambar grafik di atas menunjukkan bahwa dari masing-masing perlakuan memiliki hasil yang beragam. Seperti yang dijelaskan sebelumnya bahwa terdapat beberapa faktor yang dapat mempengaruhi kinerja dari surfaktan Metil Ester Sulfonat (MES), antara lain: rasio mol, lama reaksi, suhu reaksi, dan kondisi proses pemurnian. Diduga MES yang diperoleh masih mengandung *di-salt* sisa sehingga mempengaruhi kemampuan MES. Sehingga, masih perlu diketahui berapa banyak penambahan metanol untuk menghilangkan *di-salt*-nya. Seperti yang telah dijelaskan sebelumnya bahwa penambahan metanol dari bahan utama (asam lemak) yang berbeda menghasilkan jumlah penambahan metanol yang berbeda pula. Terlihat bahwa dari setiap nilai uji kualitatif tersebut, terdapat beberapa contoh sampel rasio yang mendekati hasil dengan kondisi terbaik. Rasio mol 1:1,4 mendekati kondisi terbaik dari nilai yang diperoleh masing-masing hasil uji kualitatif dengan perbandingan rasio tersebut.

Mekanisme sintesis MES dari ME yang terdiri dari ester asam lemak jenuh melalui proses sulfonasi pada reaktor

falling-film terjadi dalam beberapa tahap reaksi. Menurut Lewandowski dan Schwuger (2003) dalam Somantri (2011), pada tahap pertama atom O pada gugus karbonil bersifat sangat elektromagnetik, menarik semua elektron ke arahnya sehingga atom C pada gugus karbonil menjadi kekurangan elektron. Atom O pada molekul  $\text{SO}_3$  juga bersifat sangat elektronegatif sehingga mudah berikatan dengan C pada karbonil. Atom S yang kekurangan elektron dengan mudah berikatan dengan gugus  $-\text{OCH}_3$  pada ester sehingga membentuk senyawa alfa keto enol berupa asam sulfat anhidrid.

Senyawa berupa alfa keto enol dapat mengalami tautomerisasi sehingga senyawa anhidrid ini berada dalam keadaan setimbang dengan bentuk enolnya, dimana ikatan rangkapnya diserang oleh molekul  $\text{SO}_3$  kedua. Molekul  $\text{SO}_3$  terikat pada ikatan  $\pi$  di ikatan rangkap dan terbentuk ikatan hidrogen antara atom H dan atom O pada gugus  $\text{SO}_3$  sebelumnya. Senyawa yang terbentuk merupakan senyawa anhidrid dengan dua gugus sulfonat yang terikat pada  $\text{C}\alpha$  dan pada gugus karboksil. Pada tahap kedua yang berlangsung lebih lambat, senyawa sulfonat anhidrid ini mengalami penyusunan kembali membentuk ester sulfonat dan melepaskan satu molekul  $\text{SO}_3$  yang pada awalnya terikat pada gugus karboksil.  $\text{SO}_3$  yang dilepaskan ini akan mensulfonasi molekul ME yang lain dan menghasilkan MESA.

Reaksi sulfonasi molekul asam lemak dapat terjadi pada bagian  $\alpha$ -atom karbon. Masuknya gugus sulfonat ke bagian  $\alpha$ -atom karbon disebabkan oleh imbas dari efek induksi gugus O yang berikatan rangkap dengan atom karbon pertama (karboksil). Sifat induksi terjadi karena adanya perbedaan keelektronegatifan. Pengaruh gugus atom yang lebih elektronegatif sepanjang rantai C terhadap perpindahan pasangan elektron ke arah atom yang bersifat elektronegatif. Atom Oksigen yang bersifat elektronegatif akan menginduksi atom C (karbon) pada karboksil sehingga atom C menjadi lebih ber"elektron". Dengan demikian atom C karboksil mampu menginduksi atom C alfa sehingga atom C alfa mempunyai kerapatan elektron lebih.

## KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka dapat diambil kesimpulan bahwa rasio mol 1:1,4 kondisi terbaik berdasarkan dari hasil perlakuan. Beberapa faktor yang dapat mempengaruhi kinerja dari surfaktan Metil Ester Sulfonat (MES), antara lain: rasio mol, lama reaksi, suhu reaksi, dan kondisi proses pemurnian.

Spektra hasil analisis dengan spektrofotometer IR untuk agen sulfonasi  $\text{NaHSO}_3$  menunjukkan adanya gugus sulfonat diperlihatkan pada bilangan gelombang sekitar 1366,52 hingga 1015,30  $\text{cm}^{-1}$  dan gugus S=O pada bilangan gelombang 1114,20  $\text{cm}^{-1}$ . Pita

serapan yang menyerupai gugus S–O diperoleh berada di daerah sidik jari pada bilangan gelombang antara 723–862  $\text{cm}^{-1}$ .

## UCAPAN TERIMAKASIH

Terima kasih disampaikan kepada bapak Dr. Husain Sosidi, S.Si., M.Si. yang telah membantu proses analisis.

## DAFTAR PUSTAKA

- Adiandri RS. 2006. *Kajian Pengaruh Konsentrasi Metanol dan Lama Reaksi pada Proses Pemurnian Metil Ester Sulfonat terhadap Karakteristik Detergen Bubuk*. [Tesis]. Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- Bird T., Nur MA., Syahri M. 1983. *Kimia Fisik. Bagian Kimia*. Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- Chasani M., Nursalim VH., Widyaningsih S., Budiasih IN., Kurniawan AW. 2014. Sintesis, Pemurnian dan Karakterisasi Metil Ester Sulfonat (MES) sebagai Bahan Inti Deterjen dari Minyak Biji Nyamplung (*Calophyllum inophyllum L.*). *Pemantapan Riset Kimia dan Asesmen dalam Pembelajaran Berbasis Pendekatan Saintifik. Prosiding Seminar Kimia dan Pendidikan Kimia VI*; Surakarta, 24 Juni 2014. Surakarta: Program Studi Pendidikan Kimia Jurusan PMIPA FKIP UNS. hlm 231–242.
- Hapsari M. 2003. *Kajian Pengaruh Suhu dan Kecepatan Pengadukan pada Proses Produksi Surfaktan dari Metil Ester Minyak Inti Sawit dengan Metode Sulfonasi*. [Skripsi]. Bogor: Fateta. IPB.
- Helianty S., Zulfansyah. 2011. Pembuatan Ester Metil Sulfonat dari Ester Metil Palm Stearin. *Jurnal Teknobiologi*, II(1): 37 – 39.
- 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.
- Hidayati S., Suryani A, Permadi P., Hambali E., Syamsu K., Sukardi. 2006. Optimasi Proses Pembuatan Metil Ester Sulfonat dari Minyak Inti Sawit. *Jurnal Teknologi Industri Pertanian*. 15(3): 96-100.
- Ismiyati. 2009. *Perancangan Proses Sulfonasi Lignin Isolat Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS) menjadi Surfaktan Natrium Lignosulfonat (NLS)*. [Disertasi]. Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- Lestari A. 2006. *Kajian Pengaruh Suhu, Lama Pemanasan dan Konsentrasi Asam (HCl) terhadap Kemampuan Surfaktan Metil Ester Sulfonat (MES) sebagai Oil Well Stimulation Agent*. [Skripsi]. Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- Mahardika AD. 2003. *Kajian Pengaruh Rasio Mol Reaktan dan Lama Reaksi Pada Proses Produksi Surfaktan Metil Ester Sulfonat*. [Skripsi]. Bogor: Fakultas Teknologi Pertanian IPB.
- Mansur D., Nuri A., Tasfir, Wuryaningsih SR. 2007. Pembuatan Metil Ester Sulfonat dari Refined Bleached Deodorized Stearin Minyak Sawit Menggunakan Oleum. *Jurnal Sains Materi Indonesia*. 8 (3): 220-225.
- Mappiratu. 2004. *Lipida Pangan: Kimia, Biokimia dan Bioteknologi*. Palu: Tadulako University Press.
- Purwanto S. 2006. *Penggunaan Surfaktan Metil Ester Sulfonat dalam Formula Agen Pendesak Minyak Bumi*. [Skripsi]. Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- Safitri M. 2003. *Kajian Pengaruh Penambahan  $Al_2O_3$  Sebagai Katalis pada Proses Produksi Metil Ester Sulfonat dari Metil Ester Minyak Inti Sawit*. [Skripsi]. Depok: UI.
- Sastrohamidjojo H. 2005. *Kimia Organik: Stereokimia, Karbohidrat, Lemak, dan Protein*. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Yogyakarta: Universitas Gadjah Mada.
- Somantri RU. 2011. *Pengaruh Suhu Input pada Proses Pembuatan Surfaktan Methyl Ester Sulfonic Acid (MESA) dari Metil Ester Stearin*. [Tesis]. Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- Supriningsih D. 2010. *Pembuatan Metil Ester Sulfonat (MES) sebagai Surfaktan untuk Enhanced Oil Recovery (EOR)*. [Tesis]. Depok: UI.
- Syamsu K., Suryani A, Nunung DP. 2004. Kajian Pengaruh Konsentrasi  $H_2SO_4$  dan Suhu Reaksi pada Proses Produksi Surfaktan Metil Ester Sulfonat (MES) dengan Metode Sulfonasi. *Jurnal Teknologi Industri Pertanian*. 14(2): 67-73.