



TESIS - TK185401

**PEMBUATAN DAN KARAKTERISASI SURFAKTAN
ANIONIK METIL ESTER SULFONAT DARI MINYAK
SAWIT DENGAN BANTUAN MICROWAVE**

**SAHIBA SAHILA
02211850012003**

**DOSEN PEMBIMBING
Dr. Lailatul Qadariyah, ST, MT
Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA**

**PROGRAM MAGISTER
BIDANG KEAHLIAN TEKNOLOGI PROSES
DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI DAN REKAYASA SISTEM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2021**



TESIS - TK185401

**PEMBUATAN DAN KARAKTERISASI SURFAKTAN
ANIONIK METIL ESTER SULFONAT DARI MINYAK
SAWIT DENGAN BANTUAN MICROWAVE**

**SAHIBA SAHILA
02211850012003**

**DOSEN PEMBIMBING
Dr. Lailatul Qadariah, ST, MT
Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA**

**PROGRAM MAGISTER
BIDANG KEAHLIAN TEKNOLOGI PROSES
DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI DAN REKAYASA SISTEM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2021**

LEMBAR PENGESAHAN TESIS

Tesis disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar

Magister Teknik (M.T)

Di

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh:

SAHIBA SAHILA

NRP: 02211850012003

Tanggal Ujian: 15 Februari 2021

Periode Wisuda: April 2021

Disetujui Oleh:

Pembimbing:

1. Dr. Lailatul Qadariyah, S.T., M.T.

NIP. 1976 09 18 2003 12 2002

2. Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA

NIP. 1961 08 02 1986 01 1001

Penguji:

1. Prof. Dr. Ir. Ali Altway, M. Sc

NIP. 1951 08 04 1974 12 1001

2. Firman Kurniawansyah, S.T., M.Eng. Sc., PhD

NIP. 1977 05 29 2003 12 1002

3. Prof. Dr. Ir. Kuswandi, DEA

NIP. 1958 06 12 1984 03 1003

Kepala Departemen Teknik Kimia
Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem



Dr. Eng Widiyastuti, S.T., M.T

NIP. 1975 03 06 2002 12 2002

KATA PENGANTAR



Assalamu'alaikum warahmatullahi wabarakaatuh

Alhamdulillahirobbil'alamin, segala puji dan syukur penulis ucapkan kepada Allah SWT, karena atas berkat rahmat dan karunia-Nya yang telah memberikan penulis kekuatan dan kesabaran dalam sehingga penulis dapat menyusun Laporan Tesis kami dengan judul:

“PEMBUATAN DAN KARAKTERISASI SURFAKTAN ANIONIK METIL ESTER SULFONAT DARI MINYAK SAWIT DENGAN BANTUAN MICROWAVE”.

Tesis ini merupakan syarat kelulusan bagi mahasiswa tahap Pascasarjana di Departemen Teknik Kimia FTI-ITS Surabaya. Selama penyusunan tesis ini penulis banyak sekali mendapat bimbingan, dorongan, dan motivasi dari berbagai pihak. Sehingga pada kesempatan ini, penulis ingin mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya atas segala bantuan dan pertolongan dalam penyelesaian laporan tesis ini kepada kepada:

1. Orang tua penulis, Bapak Kamaludin dan Ibu Aznita dan saudara-saudara penulis yang dengan sabar memberikan semangat kepada penulis dalam menyelesaikan laporan ini.
2. Ibu Dr. Lailatul Qadariyah, S.T., M.T selaku Dosen Pembimbing I.
3. Bapak Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA, selaku Dosen Pembimbing II dan juga Kepala Laboratorium Teknologi Proses Kimia, Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
4. Ibu Dr. Eng Widiyastuti, S.T., M.T selaku kepala Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
5. Bapak dan Ibu Dosen pengajar serta seluruh karyawan Departemen Teknik Kimia FTI-ITS Surabaya.

6. Rekan-rekan pascasarjana Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya
7. Keluarga besar Institut Teknologi Sepuluh Nopember serta semua pihak lain yang membantu dan terlibat dalam penyusunan tesis ini hingga selesai, yang tidak bisa penulis sebutkan satu per satu.

Kami menyadari bahwa penyusunan Laporan Tesis ini masih jauh dari sempurna, karena itu kami mengharapkan segala kritik dan saran yang membangun. Semoga Laporan Tesis penelitian yang kami laksanakan ini dapat bermanfaat khususnya dibidang Teknik Kimia dan aplikasi dunia Industri Kimia. Terima kasih.

Surabaya, 8 Februari 2021

Penyusun

PEMBUATAN DAN KARAKTERISASI SURFAKTAN ANIONIK METIL ESTER SULFONAT DARI MINYAK SAWIT DENGAN BANTUAN MICROWAVE

Nama Mahasiswa : Sahiba Sahila
NRP : 02211850012003
Dosen Pembimbing 1 : Dr. Lailatul Qadariyah, S.T., M.T
Dosen Pembimbing 2 : Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA

ABSTRAK

Surfaktan adalah senyawa organik yang dapat menurunkan nilai tegangan permukaan dan banyak digunakan sebagai detergen, pengemulsi, sabun, shampo, dispersan, cat, tinta, insektisida dan lain-lain. Surfaktan dapat dihasilkan dari bahan nabati yaitu minyak sawit melalui proses sulfonasi. Ketersediannya yang melimpah dan kandungan yang dimiliki sebagai bahan baku pembuatan surfaktan, menjadi pertimbangan untuk memanfaatkan minyak sawit sebagai bahan baku pembuat surfaktan. Penggunaan surfaktan berbahan dasar minyak nabati dibutuhkan karena surfaktan ini mudah terurai dan tidak merusak lingkungan serta menggunakan bahan yang dapat diperbaharui. Selain itu, digunakan bantuan *microwave* sebagai sumber panas pada proses sulfonasi metil ester sulfonate dikarenakan teknologi *microwave* merupakan proses pemanasan yang efisien dan efektif sehingga waktu sulfonasi yang dibutuhkan menjadi lebih cepat dikarenakan *microwave* dapat mengalirkan gelombang panas yang membantu reaksi agar cepat terjadi.

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mempelajari proses pembuatan serta karakteristik surfaktan anionik metil ester sulfonat dari minyak sawit dengan menggunakan *microwave* melalui proses transesterifikasi minyak sawit menjadi metil ester dan sulfonasi metil ester menjadi metil ester sulfonate dengan mempelajari pengaruh parameter waktu reaksi, berat katalis CaO, suhu sulfonasi, serta rasio mol antara metil ester dengan NaHSO₃, serta menentukan model kinetika sulfonasi metil ester dengan menggunakan *microwave*.

Berdasarkan hasil penelitian, kondisi optimum diperoleh pada waktu sulfonasi selama 40 menit, konsentrasi katalis 1,5%, suhu reaksi 100°C, dan rasio antara metil ester:natrium bisulfit sebesar 1:3 yang menghasilkan surfaktan metil

ester sulfonat dengan yield 98.667%, densitas sebesar 0.8657 gr/ml, viskositas kinematik sebesar 3.7507 cSt, pH 2.12, dan tegangan permukaan 27.1033 dyne/cm, dan nilai HLB sebesar 12.2508. Sehingga dapat disimpulkan bahwa metode sulfonasi dengan menggunakan *microwave* lebih efektif dan efisien dibandingkan metode konvensional yang membutuhkan waktu yang lama.

Kata kunci: surfaktan, minyak sawit, metil ester, metil ester sulfonat, *microwave*.

**SYNTHESIS AND CHARACTERISATION OF ANIONIC SURFACTANT
METHYL ESTER SULFONATE FROM PALM OIL USING
MICROWAVE-ASSISTED**

Name : Sahiba Sahila
Student Identity Number : 02211850012003
Advisor : Dr. Lailatul Qadariyah, S.T., M.T
Co Advisor : Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA

ABSTRACT

Surfactants are organic compounds that can lower surface tension values and are widely used as detergents, emulsifiers, soaps, shampoos, dispersants, paints, inks, insecticides, and others. Surfactants can be produced from vegetable materials, namely palm oil through the sulfonation process. Its abundant availability and content as a raw material for making surfactants have garnered considerable attention. The use of vegetable oil-based surfactants is needed because these surfactants are easily biodegradable and do not damage the environment and use renewable materials. In addition, microwave assistance is used as a heat source in the methyl ester sulfonate sulfonation process because microwave technology is an efficient and effective heating process so that the required sulfonation time is faster because microwaves emit heat waves which help the reaction to occur quickly. The purpose of this study was to study the manufacturing process and characteristics of the anionic surfactant methyl ester sulfonate from palm oil using a microwave through the transesterification process of palm oil into methyl ester and sulfonation of methyl ester to methyl ester sulfonate by studying the effect of reaction time parameters, the weight of CaO catalyst, temperature. sulfonation, as well as the mole ratio between methyl ester and NaHSO₃, as well as determining the kinetics model of the sulfonation of methyl esters using a microwave. Based on the research results, the optimum conditions were obtained at the sulfonation time for 40 minutes, the catalyst concentration was 1.5%, the reaction temperature was 100oC, and the ratio between methyl ester: sodium bisulfite was 1: 3 which produced surfactant methyl ester sulfonate with a yield of 98.667%, a density of 0.8657 gr/ml, kinematic viscosity of 3.7507 cSt, pH 2.12, and surface tension of 27.1033 dyne/cm, and the HLB value of 12.2508. So it can be concluded that the sulfonation method using microwave is more effective and efficient than conventional methods which require a longer time.

Keywords: *surfactant, palm oil, methyl ester, methyl ester sulfonate, microwave.*

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
LEMBAR PENGESAHAN TESIS.....	ii
KATA PENGANTAR	iii
ABSTRAK.....	vii
ABSTRACT.....	vii
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL.....	xiv
DAFTAR NOTASI.....	xvi
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Tujuan Penelitian.....	6
1.4 Manfaat Penelitian.....	7
1.5 Hipotesa.....	7
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	9
2.1 Kelapa Sawit.....	9
a. Morfologi.....	9
b. Taksonomi	10
2.2 Minyak Sawit (Minyak Goreng)	10
2.3 Metil Ester	14
2.4 Surfaktan	14
2.5 Klasifikasi Umum Agen Aktif Permukaan	16
2.5.1 Surfaktan Anion.....	16
2.5.2 Surfaktan Kationik.....	16
2.5.3 Surfaktan Amfoterik	17
2.5.4 Surfaktan Nonionik.....	17
2.6 Surfaktan Metil Ester Sulfonat	18

2.6.1	Kegunaan surfaktan.....	21
2.6.2	Prinsip Kerja dan Mekanisme Kerja Surfaktan.....	22
2.7	Proses Pembuatan Surfaktan.....	23
2.7.1	Transesterifikasi	23
2.7.2	Sulfonasi.....	23
2.7.3	Pemurnian MES	26
2.7.4	Penetralan.....	26
2.8	Microwave	26
2.8.1	Mekanisme Pemanasan Microwave.....	29
2.9	Analisa Kualitas Surfaktan	31
2.9.1	Densitas	31
2.9.2	Viskositas	32
2.9.3	pH.....	32
2.9.4	Tegangan Permukaan	32
2.9.5	<i>Hydrophile-Lipophile Balance</i>	33
2.9.6	FTIR.....	34
2.10	Kinetika Reaksi.....	34
2.11	Optimasi dengan Design Expert RSM.....	38
2.12	Penelitian Terdahulu	39
BAB III METODOLOGI PENELITIAN		41
3.1	Rancangan Penelitian.....	41
3.2	Bahan dan Alat.....	42
3.2.1	Bahan	42
3.2.2	Alat yang digunakan adalah:.....	42
3.3	Prosedur Penelitian	44
3.3.1	Proses Transesterifikasi.....	44
3.3.2	Proses Sulfonasi	45
3.3.3	Proses Pemurnian.....	45
3.3.4	Proses penetralan.....	45
3.4	Diagram Alir Penelitian	46
3.4.1	Proses Transesterifikasi.....	46
3.4.2	Proses Sulfonasi	47

3.5	Kondisi Operasi dan Variabel Penelitian	48
3.5.1	Kondisi Operasi	48
3.5.2	Variabel Penelitian	48
3.5.2.1	Variabel Proses Sulfonasi	48
3.5.2.2	Variabel untuk Kinetika.....	48
3.6	Besaran yang diukur dan diamati	49
3.7	Analisa Metil Ester Sulfonat	49
3.7.1	Yield	49
3.7.2	Densitas	49
3.7.3	Viskositas.....	49
3.7.4	pH	50
3.7.5	Tegangan Permukaan	50
3.7.6	Penentuan Harga HLB (Hydrophilic Lipophilic Balance)	50
3.8	Pemodelan Matematika	50
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN		51
4.1	<i>Microwave-Assisted</i>	51
4.2	Karakteristik bahan baku minyak sawit	52
4.3	Hasil Analisa GCMS pada bahan baku minyak sawit.....	52
4.4	Proses Transesterifikasi	53
4.5	Proses Sulfonasi	56
4.6	Optimasi Proses Sulfonasi Metil Ester Sulfonat dengan bantuan <i>Microwave</i> menggunakan <i>Response Surface Methodology (RSM)</i>	96
4.7	Kinetika Reaksi	115
BAB V KESIMPULAN		119
V.1	Kesimpulan.....	119
V.2	Saran	120
DAFTAR PUSTAKA		121
APPENDIX A CONTOH PERHITUNGAN		A-1
APPENDIX B HASIL PERHITUNGAN		B-1
APPENDIX C KINETIKA REAKSI.....		C-1
APPENDIX D HASIL ANALISIS		D-1

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Tanaman kelapa sawit	9
Gambar 2.2 Molekul surfaktan	15
Gambar 2.3 Struktur misel	15
Gambar 2.4 Metil ester sulfonat.....	18
Gambar 2.5 Reaksi Transesterifikasi	23
Gambar 2.6 Reaksi sulfonasi metil ester dengan natrium bisulfit	24
Gambar 2.7 Kemungkinan masuknya gugus sulfonat pada metil ester	25
Gambar 2.8 Reaksi sulfonasi metil ester dengan asam sulfat	26
Gambar 2.9 Spektrum Elektromagnetik.....	27
Gambar 2.10 Mekanisme pemanasan	29
Gambar 2.11 Klasifikasi Surfaktan berdasarkan nilai HLB.....	33
Gambar 2.12 Reaksi Sulfonasi Metil Ester	35
Gambar 3.1 Skema alat dengan metode pemanasan microwave	43
Gambar 4.1 Hasil GCMS Metil Ester Minyak Sawit.....	55
Gambar 4.2 Hubungan antara waktu sulfonasi terhadap yield metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:1 pada berbagai suhu.	57
Gambar 4.3 Hubungan antara waktu sulfonasi terhadap yield metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:2 pada berbagai suhu.	59
Gambar 4.4 Hubungan antara waktu sulfonasi terhadap yield metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:3 pada berbagai suhu.	61
Gambar 4.5 Hubungan antara waktu sulfonasi terhadap viskositas metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:1 pada berbagai suhu.	63
Gambar 4.6 Hubungan antara waktu sulfonasi terhadap viskositas metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:2 pada berbagai suhu.	65

Gambar 4.7 Hubungan antara waktu sulfonasi terhadap viskositas metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:3 pada berbagai suhu.	67
Gambar 4.8 Hubungan antara waktu sulfonasi terhadap densitas metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:1 pada berbagai suhu.	69
Gambar 4.9 Hubungan antara waktu sulfonasi terhadap densitas metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:2 pada berbagai suhu.	71
Gambar 4.10 Hubungan antara waktu sulfonasi terhadap densitas metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:3 pada berbagai suhu.	73
Gambar 4.11 Hubungan antara waktu sulfonasi terhadap pH metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:1 pada berbagai suhu.	75
Gambar 4.12 Hubungan antara waktu sulfonasi terhadap pH metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:2 pada berbagai suhu.	77
Gambar 4.13 Hubungan antara waktu sulfonasi terhadap pH metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:3 pada berbagai suhu.	79
Gambar 4.14 Hubungan antara waktu sulfonasi terhadap tegangan permukaan metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:1 pada berbagai suhu.	81
Gambar 4.15 Hubungan antara waktu sulfonasi terhadap tegangan permukaan metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:2 pada berbagai suhu.	83
Gambar 4.16 Hubungan antara waktu sulfonasi terhadap tegangan permukaan metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:3 pada berbagai suhu.	85
Gambar 4.17 Hubungan antara konsentrasi katalis terhadap tegangan permukaan pada berbagai waktu dan suhu sulfonasi 80°C (a), 90°C (b), 100 °C (c)	88

Gambar 4.18 Hubungan antara suhu sulfonasi terhadap tegangan permukaan pada berbagai suhu dan konsentrasi katalis 1% (a), 1,5% (b), 2% (c)	90
Gambar 4.19 Hubungan antara rasio reaktan terhadap tegangan permukaan pada berbagai suhu dan konsentrasi katalis 1% (a), 1,5% (b), 2% (c)	93
Gambar 4.20 Hasil Analisa FTIR Metil Ester Sulfonat	94
Gambar 4.21 Plot kontur 2D dan 3D yang menunjukkan pengaruh dari waktu reaksi (A), katalis (B), suhu (C), dan rasio mol reaktan (D) terhadap tegangan permukaan pada metil ester sulfonat dari metil ester minyak sawit dengan menggunakan metode <i>microwave-assisted</i>	104
Gambar 4.22 Plot kontur 2D dan 3D yang menunjukkan pengaruh dari waktu reaksi (A), katalis (B), suhu (C), dan rasio mol reaktan (D) terhadap tegangan permukaan pada metil ester sulfonat dari metil ester minyak sawit dengan menggunakan metode <i>microwave-assisted</i>	114
Gambar 4.23 Kinetika sulfonasi metil ester sulfonate dengan menggunakan <i>microwave-assisted extraction</i> (konsentrasi katalis CaO 1,5%, suhu 100°C, dan rasio mol reaktan 1:3): (a) Model orde satu; (c) Perbandingan yield antara model kinetika sulfonasi dengan eksperimen	117

DAFTAR TABEL

Tabel 1.1 Ekspor – Impor surfaktan di Indonesia	1
Tabel 1.2 Produksi kelapa sawit perkebunan Indonesia	2
Tabel 2.1 Komponen penyusun minyak sawit	11
Tabel 2.2 Sifat fisika-kimia minyak sawit	12
Tabel 2.3 Komposisi Asam Lemak dari beberapa minyak nabati	13
Tabel 2.4 Komposisi asam lemak pada minyak sawit	13
Tabel 2.5 Sifat-sifat fisik dan kimia produk metil ester sulfonat	19
Tabel 2.6 Karakteristik Surfaktan Metil Ester Sulfonat	20
Tabel 2.7 Perbandingan Kualitas Bahan Baku Metil Ester untuk Produksi Metil Ester Sulfonat	21
Tabel 2.8 Kegunaan Surfaktan	22
Tabel 2.9 Perbandingan antara tiga tipe metode pemanasan untuk pembentukan biodiesel	28
Tabel 2.10 Penelitian Terdahulu	39
Tabel 4.1 Karakteristik Minyak Sawit	52
Tabel 4.2 Komposisi Asam Lemak Minyak Sawit	53
Tabel 4.3 Karakteristik Metil Ester Minyak Sawit	54
Tabel 4.4 Hasil GCMS Asam lemak Metil Ester Minyak Sawit	55
Tabel 4.5 Faktor pada desain eksperimen pada sulfonasi metil ester sulfonat dari metil ester minyak sawit menggunakan metode <i>microwave-assisted</i> dengan <i>Box-Behnken Design</i> (BBD)	96
Tabel 4.6 Hasil dan desain eksperimen pada metil ester sulfonat menggunakan metode <i>microwave-assisted</i> dengan <i>box-behnken design</i> (BBD)	97
Tabel 4.7 Analisis varian (ANOVA) pada metil ester sulfonat dari metil ester minyak sawit untuk hasil respon dari <i>quadratic</i> model untuk mengidentifikasi faktor-faktor signifikan dengan <i>box-behnken design</i> (BBD)	98
Tabel 4.8 <i>Summary</i> dan <i>fitting statistics</i> dari ANOVA	100

Tabel 4.9 Faktor pada desain eksperimen pada sulfonasi metil ester sulfonat dari metil ester minyak sawit menggunakan metode <i>microwave-assisted</i> dengan <i>Box-Behnken Design</i> (BBD)	106
Tabel 4.10 Hasil dan desain eksperimen pada metil ester sulfonat menggunakan metode <i>microwave-assisted</i> dengan <i>box-behnken design</i> (BBD).....	107
Tabel 4.11 Analisis varian (ANOVA) pada metil ester sulfonat dari metil ester minyak sawit untuk hasil respon dari <i>quadratic</i> model untuk mengidentifikasi faktor-faktor signifikan dengan <i>box-behnken design</i> (BBD)	108
Tabel 4.12 <i>Summary</i> dan <i>fitting statistics</i> dari ANOVA	109
Tabel 4.13 Linierisasi model kinetika orde satu dan dua dari proses sulfonasi metil ester sulfonate dengan menggunakan metode <i>microwave-assisted</i>	118

DAFTAR NOTASI

Notasi	Keterangan	Satuan
ρ	Densitas	gram/ml
m_1	Massa kosong pikometer	gram
m_2	Maasa piknometer + isi	gram
V	Volume	mL
μ	Viskositas	cP
Vk	Viskositas Kinematik	cSt
t	Waktu	detik
T	Suhu	°C
γ	Tegangan Permukaan	dyne/cm
r	Jari-jari dalam pipa kapiler	cm
h	Tinggi kenaikan cairan	cm
g	Gaya gravitasi	cm/s ²
HLB	Keseimbangan hidrofilik lipofilik	
k	Konstanta laju reaksi	L/kg cat.min
C_{Ao}	Konsentrasi awal produk	gr/mol
C_A	Konsentrasi akhir produk	gr/mol
x_a	Yield metil ester sulfonat	%
Ea	Energi Aktivasi	
A	Faktor tumbukan	
R	Konstanta Gas	J/mol.K

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Surfaktan adalah senyawa organik yang memiliki satu gugus hidrofilik (yang suka air) dan satu gugus hidrofobik (yang suka minyak) didalam molekulnya sehingga dapat menyebabkan tegangan permukaan menurun. Dengan berkembangnya industri, kebutuhan akan surfaktan juga semakin meningkat. Pada tahun 2006 kebutuhan surfaktan di Indonesia mencapai 95 ribu ton per tahun, sedangkan kapasitas produksi dalam negeri hanya 55 ribu ton per tahun, sehingga ada kekurangan sebesar 45 ribu ton yang harus di impor (Rahayu, 2006). Berdasarkan data yang diterbitkan oleh BPS, jumlah ekspor-impor surfaktan di Indonesia pada tahun 2017 hingga tahun 2019 dapat dilihat pada Tabel 1.1.

Tabel 1.1 Ekspor – Impor surfaktan di Indonesia

Tahun	Ekspor (Kg)	Impor (Kg)
2017	20.297.884,60	18.795.926
2018	11.005.406,23	23.482.142
2019	14.504.758,31	23.835.041

Sumber: (BPS, diolah)

Surfaktan banyak diperlukan sebagai bahan baku di bidang industri dalam proses produksi, baik industri pangan maupun non pangan. Surfaktan dapat digunakan sebagai detergen, pengemulsi, sabun, shampo, dispersan, cat, tinta, insektisida dan lain-lain. Surfaktan pada umumnya disintesis dari turunan minyak bumi dan gas alam yang merupakan bahan baku yang tidak dapat diperbaharui, sulit diurai dan memiliki tingkat toksit yang tinggi sehingga dapat menyebabkan pencemaran lingkungan dan dapat membahayakan makhluk hidup. Hal ini yang mendasari alternatif pembuatan surfaktan yang lebih ramah lingkungan yaitu dengan menggunakan minyak nabati ataupun hewani sebagai bahan baku yang dapat digunakan dalam pembuatan surfaktan anionik. Selain tidak berbahaya, surfaktan ini juga menggunakan bahan baku yang dapat diperbaharui.

Salah satu bahan yang dapat digunakan dalam pembuatan surfaktan ini adalah minyak sawit (*palm oil*). Minyak sawit dapat dijadikan sebagai bahan baku pembuatan surfaktan mengingat produksi minyak sawit Indonesia mengalami peningkatan, mudah didapat, harganya murah dan juga ramah lingkungan. Pertumbuhan produksi sawit di Indonesia sangat tinggi. Pada tahun 2018 produksi kelapa sawit di Indonesia mencapai 47,4 juta ton, yang mana jumlah ini meningkat sebesar 12% dibandingkan dengan produksi kelapa sawit pada tahun 2017 yang sebesar 38 juta ton. Untuk konsumsi domestik tercatat sebanyak 13,49 juta ton, adapun dalam bentuk pengolahan mencapai 28,1 juta ton (GAPKI, 2018). Data menunjukkan bahwa produksi minyak sawit di Indonesia mengalami peningkatan per tahun. Peningkatan tersebut berkisar antara 1,35 sampai dengan 10,96 persen. Pada tahun 2014, jumlah produksi minyak sawit (CPO) di Indonesia sebesar 29,28 juta ton, meningkat menjadi 34,94 juta ton pada tahun 2017 atau terjadi peningkatan sebesar 19,34 persen. Sementara pada tahun 2018 produksi minyak sawit (CPO) meningkat menjadi 36,59 juta ton atau sebesar 4,74 persen. Produksi kelapa sawit di Indonesia dari tahun 2012 sampai tahun 2018 dapat dilihat pada Tabel 1.2.

Tabel 1.2 Produksi kelapa sawit perkebunan Indonesia

Tahun	Produksi minyak sawit	Produksi Minyak inti sawit
2012	26.015.519	5.203.104
2013	27.782.004	5.556.401
2014	29.278.189	5.855.638
2015	31.070.015	6.214.003
2016	31.487.986	6.297.597
2017	34.940.289	6.988.058
2018	36.594.813	7.318.963

Sumber: (BPS, 2018)

Minyak sawit dapat dimanfaatkan pada sektor industri minyak goreng, sektor industri biodiesel, dan juga pada berbagai jenis industri turunan lainnya seperti lemak khusus (*cocoa butter substitute*), margarin/*shortening*, oleokimia dan sabun mandi. Selain itu minyak sawit juga dapat digunakan sebagai bahan baku pembuat

surfaktan anionik metil ester sulfonat yang memiliki sifat pembersih yang baik, mampu digunakan pada air dengan kesadahan yang tinggi, tidak merusak jaringan kulit serta menghasilkan busa yang sedikit (Cohen et al., 2010).

Pembuatan surfaktan secara umum dapat dilakukan melalui proses sulfonasi dengan mereaksikan metil ester hasil dari proses transesterifikasi minyak dengan menggunakan agen pensulfonasi (gas SO_3 , natrium bisulfit, natrium metabisulfit, asam sulfat dan juga asam klorosulfat). Dimana proses transesterifikasi dilakukan untuk mengubah senyawa trigliserida didalam minyak menjadi metil ester yang kemudian dilanjutkan dengan proses sulfonasi untuk mensubstitusi atom H dengan gugus SO_3 . Penggunaan natrium bisulfit (NaHSO_3) sebagai pensulfonasi memiliki keunggulan yaitu produk yang dihasilkan dapat berwarna lebih cerah dan mudah diaplikasikan pada skala kecil.

Reaksi sulfonasi alkil α -sulfopalmitat dengan menggunakan natrium bisulfit (NaHSO_3) pada suhu antara $60\text{-}100^\circ\text{C}$ dengan waktu reaksi 3 sampai 6 jam menghasilkan nilai tegangan permukaan $40,2\text{ mN/m}$ dan tegangan antarmuka $9,7\text{ mN/m}$ (Pore, 1993). Pembuatan surfaktan metil ester sulfonat dengan menggunakan natrium metabisulfit sebagai pensulfonasi dengan menggunakan bahan baku *palm oil methyl ester* dan katalis CaO yang menghasilkan nilai tegangan permukaan sebesar $33 - 31,8\text{ dyne/cm}$ (mN/m) (Nirwana et al., 2016). Penelitian pembuatan surfaktan metil ester sulfonat yang pernah dilakukan dengan menggunakan asam sulfat sebagai pensulfonasi dan katalis H_2SO_4 menghasilkan nilai tegangan permukaan sebesar $39,30 - 46,85\text{ dyne/cm}$ (Budiono & Panggabean, 2017). Sedangkan pembuatan metil ester sulfonat dengan menggunakan bahan baku CPO dan natrium bisulfit sebagai pensulfonasi serta katalis H_2SO_4 menghasilkan nilai tegangan permukaan sebesar $35,70 - 38,97\text{ dyne/cm}$ (Slamet et al., 2017).

Dari beberapa penelitian yang telah dilakukan mengenai pembuatan surfaktan dari minyak nabati (minyak kelapa, minyak sawit, minyak karet, dan minyak jarak) biasanya menggunakan metode konvensional. Meskipun proses sulfonasi dengan metode konvensional cukup efektif, namun proses pemanasan dengan metode konvensional memerlukan waktu yang lebih lama. Berdasarkan beberapa penelitian yang telah dilakukan, metode pemanasan dengan menggunakan microwave dapat meningkatkan efisiensi dan efektifitas produk. Gelombang mikro yang dihasilkan

oleh *microwave* dapat mengurangi aktivitas yang dapat merusak target sehingga proses pemanasan dengan menggunakan *microwave* dapat memberikan pemanasan yang lebih merata karena bukan mentransfer panas dari luar tetapi membangkitkan panas dari dalam bahan yang dipanaskan.

Proses transesterifikasi dengan menggunakan teknologi *microwave* sebagai sumber panas telah banyak dilakukan, dimana dari penelitian yang telah dilakukan, proses transesterifikasi yang dilakukan dengan bantuan *microwave* memberikan yield yang cukup tinggi dengan waktu yang singkat. Penelitian pembuatan metil ester dengan menggunakan teknologi *microwave* dengan menggunakan bahan baku minyak nyamplung dengan katalis KOH menghasilkan yield metil ester hingga 96% pada daya *microwave* 300 watt dengan lama reaksi 60 menit serta katalis 1%. (Qadariah et al., 2017). Penggunaan minyak kelapa sebagai bahan baku pembuatan metil ester menggunakan katalis KOH sebesar 0,5% pada daya *microwave* 400 watt selama 4 menit memberikan yield metil ester yang mencapai 98% (Rohman et al., 2015). Proses transesterifikasi dengan menggunakan bahan baku *Crude Palm Oil* dengan menggunakan katalis KOH 2% menghasilkan konversi sebesar 95% pada daya *microwave* 300 watt dengan waktu reaksi selama 5 menit ((Motasemi & Ani, 2011) dan dengan konsentrasi katalis KOH 2,5% pada rasio mol 1:8,5 dengan daya *microwave* 78 watt serta waktu reaksi 7 menit menghasilkan yield optimum sebesar 78% (Suppalakpanya et al., 2011).

Penggunaan katalis dalam proses sulfonasi juga diperlukan karena dapat membantu mempercepat reaksi sulfonasi. Katalis yang dapat digunakan dalam proses sulfonasi dapat berupa katalis homogen maupun katalis heterogen seperti H_2SO_4 , CaO, TiO_2 dan Al_2O_3 . Perbandingan penggunaan tiga katalis padat aluminium oksida (Al_2O_3), titanium oksida (TiO_2) serta kalsium oksida (CaO) dalam sintesis metil ester sulfonat telah dilakukan dengan hasil optimum yang didapat dengan menggunakan katalis CaO (Ariani, 2011). Sehingga pada penelitian ini akan digunakan katalis heterogen CaO dikarenakan katalis ini tergolong bahan yang ramah lingkungan dan mudah untuk dipisahkan. Selain itu, katalis CaO juga dapat memberikan konversi yang cukup tinggi.

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengembangkan proses pembuatan surfaktan metil ester sulfonat dari minyak sawit menggunakan natrium

bisulfit sebagai pensulfonasi dan katalis CaO dengan bantuan microwave sebagai sumber panas. Selain itu, penelitian ini juga bertujuan untuk mengetahui kualitas surfaktan yang dihasilkan dan kondisi optimum terbaik dengan memvariasikan waktu sulfonasi, berat katalis, daya microwave, dan juga perbandingan mol antara metil ester dan natrium Bisulfit.

1.2 Rumusan Masalah

Surfaktan umumnya disintesis dari turunan minyak bumi dan gas alam yang merupakan bahan baku yang tidak dapat diperbaharui, sulit diurai dan dapat menyebabkan pencemaran lingkungan. Sehingga dikembangkan proses pembuatan surfaktan yang lebih ramah lingkungan dengan menggunakan bahan baku yang dapat diperbaharui seperti minyak sawit. Minyak sawit dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan surfaktan anionik metil ester sulfonate. Minyak sawit dapat dijadikan sebagai bahan baku pembuatan surfaktan mengingat produksi minyak sawit Indonesia mengalami peningkatan, mudah didapat, harganya murah dan juga bersifat ramah lingkungan.

Dalam penelitian ini lebih difokuskan pada beberapa parameter yang dapat mempengaruhi dalam proses sulfonasi metil ester menjadi metil ester sulfonate. Adapun faktor-faktor yang dapat berpengaruh dalam proses sulfonasi, antara lain: waktu reaksi, konsentrasi katalis CaO, suhu sulfonasi, serta rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit. Berdasarkan fase katalis yang digunakan, dalam penelitian ini menggunakan katalis heterogen CaO. Katalis heterogen ini memiliki beberapa kelebihan antara lain, harganya yang murah, bersifat ramah lingkungan, dan mudah untuk dipisahkan dari produk metil ester sulfonate. selain itu, katalis heterogeny juga stabil pada suhu tinggi, dapat diregenerasi sehingga biaya produksi rendah, dan membutuhkan waktu pemisahan yang lebih cepat. Kemudian pensulfonasi yang digunakan pada penelitian ini adalah natrium bisulfit. Penggunaan natrium bisulfit sebagai pensulfonasi pada proses pembuatan surfaktan metil ester sulfonat menghasilkan surfaktan dengan warna yang lebih cera, sehingga tidak diperlukan proses bleaching (pemucatan), cocok digunakan untuk proses produksi berskala kecil, dan dapat diaplikasikan pada proses batch.

Proses batch pada penelitian ini dengan memanfaatkan radiasi gelombang mikro (microwave) digunakan dalam pembuatan surfaktan metil ester sulfonate,

dikarenakan prosesnya yang mudah, sangat sederhana, tidak membutuhkan peralatan yang kompleks, dan biasanya membutuhkan waktu reaksi relative singkat dengan yield yang tinggi (Asakuma et al., 2011). Dari uraian yang ada, maka dapat dibuat perumusan masalah sebagai berikut:

1. Bagaimana proses pembuatan surfaktan anionik metil ester sulfonat dari minyak sawit dengan pemanasan menggunakan bantuan *microwave* melalui proses transesterifikasi minyak sawit menjadi metil ester dan sulfonasi metil ester menjadi metil ester sulfonat?
2. Bagaimana pengaruh parameter waktu reaksi, konsentrasi katalis CaO, suhu sulfonasi, serta rasio mol antara metil ester dengan NaHSO₃ terhadap metil ester sulfonat yang dihasilkan dengan menggunakan bantuan *microwave* pada proses sulfonasi?
3. Bagaimana karakteristik surfaktan yang dihasilkan dari minyak sawit yang dipengaruhi oleh waktu reaksi, konsentrasi katalis, suhu sulfonasi, serta rasio mol antara metil ester dengan pensulfonat?
4. Bagaimana model kinetika sulfonasi metil ester dengan menggunakan *microwave*?

1.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Mempelajari proses pembuatan surfaktan anionik metil ester sulfonat dari minyak sawit dengan pemanasan menggunakan bantuan *microwave* melalui proses transesterifikasi minyak sawit menjadi metil ester dan sulfonasi metil ester menjadi metil ester sulfonate.
2. Mempelajari pengaruh parameter waktu reaksi, konsentrasi katalis CaO, suhu sulfonasi, serta rasio mol antara metil ester dengan NaHSO₃ terhadap metil ester sulfonate yang dihasilkan dengan menggunakan bantuan *microwave* pada proses sulfonasi.
3. Mempelajari karakteristik surfaktan yang dihasilkan dari metil ester minyak sawit yang dipengaruhi oleh waktu reaksi, berat katalis, suhu sulfonasi, serta perbandingan rasio mol metil ester dengan pensulfonat.

4. Menentukan model kinetika sulfonasi metil ester dengan menggunakan *microwave*.

1.4 Manfaat Penelitian

Berdasarkan tujuan penelitian maka diharapkan manfaat dari penelitian ini sebagai berikut:

1. Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi mengenai alternatif proses dalam pembuatan surfaktan metil ester sulfonat yang mudah, cepat dan ekonomis.
2. Sebagai informasi mengenai pemanfaatan minyak sawit yang dapat memberikan nilai tambah dengan mengubah minyak sawit menjadi surfaktan metil ester sulfonat.
3. Sebagai informasi dan bahan pertimbangan mengenai pemanfaatan bahan nabati sebagai pengganti bahan bakar fosil yang tidak dapat diperbarui dan dapat memberikan dampak buruk lingkungan.
4. Sebagai bahan referensi dan informasi bagi penulis selanjutnya yang tertarik untuk mengkaji dan meneliti lebih lanjut tentang pembuatan surfaktan metil ester sulfonat dengan menggunakan bantuan *microwave*.

1.5 Hipotesa

Penggunaan teknologi pemanasan *Microwave* dan pensulfonasi natrium bisulfit sebagai agen pensulfonasi Metil ester dari minyak sawit diharapkan dapat menghasilkan surfaktan MES dengan spesifikasi yang sesuai standart dan waktu yang lebih singkat.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Kelapa Sawit

Kelapa sawit adalah tanaman yang sangat penting dan dapat ditemukan di berbagai negara di dunia, terutama Indonesia. Indonesia merupakan negara yang terkenal sebagai penghasil minyak sawit terbesar di dunia. Kelapa sawit merupakan tumbuhan dari suku pinang-pinangan (*Palm*) seperti halnya kelapa. Namun skala perkebunan kelapa sawit lebih tinggi dari pada kelapa yang umumnya di tanam oleh petani biasa.



Gambar 2.1 Tanaman kelapa sawit

Sebagai bahan baku industri, kelapa sawit terkenal sebagai sumber minyak nabati yang di kenal dengan sebutan minyak sawit atau palm oil. Selain sebagai minyak makan, minyak sawit juga dapat digunakan sebagai pengganti lemak susu dalam pembuatan susu kental manis dan tepung susu skim. Bahkan produk pembersih seperti sabun mandi merupakan produk turunan dari minyak kelapa sawit.

a. Morfologi

Adapun ciri-ciri dari tumbuhan kelapa sawit yaitu:

Daun : Majemuk, berwarna hijau tua danpelepah sedikit muda, bentuk daun menyirip dan tersusun pada ujung batang. Biasanya memiliki 40 sampai 55 daun.

Pelepah : Meliputi helai daun berukuran 55 cm hingga 65 cm dan menguncup dengan lebar 2,5 cm hingga 4 cm.

Bunga : Terdiri dari bunga jantan dan betina. Bunga jantan berbentuk lancip dan panjang sedangkan bunga betina terlihat besar dan mekar.

Buah : Berwarna hitam, ungu, hingga merah tergantung bibit yang digunakan.

Batang : Berdiameter 46-65 cm, pangkal batang besar dan batang tunggal tidak bercabang.

Akar : Serabut.

b. Taksonomi

Adapun klasifikasi ilmiah dari kelapa sawit adalah:

Kingdom	: Plantae
Subkingdom	: Tracheobionta
Superdivision	: Spermatophyta
Division	: Magnoliophyta
Class	: Liliopsida
Subclass	: Arecidae
Order	: Arecales
Family	: Arecaceae
Genus	: <i>Elaeis</i>
Species	: <i>Elaeis guineensis</i> (sawit bali/sawit afrika)

2.2 Minyak Sawit (Minyak Goreng) sebagai Bahan Baku Surfaktan

Minyak adalah lemak yang berwujud cair pada suhu kamar yaitu 25°C. Minyak merupakan trigliserida (triasilgliserol) dari giserol dan berbagai asam lemak (Winarno, 1997). Minyak dapat diperoleh dari dua sumber, yaitu (1) minyak nabati, contohnya adalah minyak jagung, zaitun, kedelai, kacang tanah, minyak biji wijen, minyak kelapa, dan minyak kelapa sawit, (2) minyak hewani, contohnya adalah mentega, minyak sardine, lemak sapi (Winarno, 1999).

Minyak sawit biasanya digunakan untuk kebutuhan bahan pangan, industri kosmetik, industri kimia, dan industri pakan ternak. Kebutuhan minyak sawit sebesar 90% digunakan untuk bahan pangan seperti minyak goreng, margarin,

shortening, pengganti lemak kakao dan untuk kebutuhan industri roti, cokelat, es krim, biskuit, dan makanan ringan. Kebutuhan 10% dari minyak sawit lainnya digunakan untuk industri oleokimia yang menghasilkan asam lemak, *fatty alcohol*, gliserol, dan metil ester serta surfaktan.

Minyak terdiri dari berbagai macam senyawa trigliserida, dan komponen utama dalam minyak yang menentukan mutu dari minyak adalah asam lemak yang terkandung didalamnya karena asam lemak menentukan sifat dan stabilitas minyak. Kualitas minyak sawit ditentukan oleh komponen-komponen penyusunnya seperti komponen trigliserida dan komponen lainnya yang merupakan komponen minor (D. Gunstone & B. Padley, 1997). Susunan asam lemak yang terkandung didalam minyak mempunyai komposisi yang berbeda-beda yang disebabkan adanya perbedaan sumber, iklim, cara pengolahan, dan keadaan tempat tumbuhnya (Ketaren, 1986). Dari Tabel 2.1 dapat dilihat komponen penyusun minyak sawit dan Tabel 2.2 menunjukkan sifat fisik minyak sawit.

Tabel 2.1 Komponen penyusun minyak sawit

Komponen	Komposisi (%)
Trigliserida	95,62
Asam Lemak Bebas	4
Air	0,20
Phosphatida	0,07
Karoten	0,03
Aldehyd	0,07

Sumber: (D. Gunstone, 2004)

Tabel 2.2 Sifat fisika-kimia minyak sawit

Kriteria Uji	Syarat Mutu	Satuan
Warna	Jingga kemerahan	-
Kadar air	0.5	%
Asam lemak bebas	0.5	%
Bilangan asam	6.9	mg KOH/g minyak
Bilangan penyabunan	224-249	mg KOH/g minyak
Bilangan Iodin	50-55	g I/100 g minyak
Titik leleh	1-24	°C
Densitas	850 – 900	gr/ml

Minyak sawit (minyak goreng) merupakan minyak nabati yang berasal dari kelapa sawit mentah berwarna jingga kemerah-merahan yang diperoleh dari proses pengempaan atau hasil ekstraksi daging buah tanaman kelapa sawit dan belum mengalami proses pemurnian (SNI, 2006). Minyak sawit memiliki kandungan asam lemak jenuh yang tinggi sehingga menyebabkan minyak sawit lebih stabil dan tidak mudah teroksidasi pada suhu tinggi. Komposisi asam lemak dari beberapa minyak nabati ditunjukkan pada Tabel. 2.3.

Minyak sawit terdiri dari gliserida campuran yang merupakan ester dari gliserol dan asam lemak rantai panjang. Dua jenis asam lemak yang paling dominan dalam minyak sawit yaitu asam palmitat, C16:0 (jenuh), dan asam oleat, C18:1 (tidak jenuh). Asam lemak bersama – sama dengan gliserol merupakan penyusun utama minyak nabati dan hewani. Asam lemak yang terkandung di dalam minyak sawit sebagian besar adalah asam lemak jenuh yaitu asam palmitat. Komposisi asam lemak pada minyak sawit dapat dilihat pada Tabel 2.4.

Tabel 2.3 Komposisi Asam Lemak dari beberapa minyak nabati

Komposisi Asam Lemak	Jumlah Atom C	Minyak Kelapa (%)	Minyak Sawit (%)	Minyak Kedelai (%)	Minyak Jagung (%)
Asam lemak jenuh:					
1. Butirat	4	-	-	-	-
2. Kaproat	6	0,0 - 0,8	-	-	-
3. Kaprilat	8	5,5 - 9,5	-	-	-
4. Kaprat	10	4,5 - 9,5	-	-	-
5. Laurat	12	44 - 52	-	0,0 - 0,1	-
6. Miristat	14	13 - 19	1,1 - 2,5	Trace - 0,5	-
7. Palmitat	16	7,5	40 - 46	7 - 10	11,8
8. Stearat	18	1,0 - 3,0	3,6 - 4,7	2 - 5	1,9
9. Arakhidat	20	0,0 - 0,4	-	0,2 - 1	0,1
Asam lemak tidak jenuh:					
1. Palmitoleat	16:1	0,0 - 1,3	0,8 - 1,4	Trace - 1	0,1
2. Oleat	18:1	5,0 - 8,0	39 - 45	11 - 60	24,1
3. Linoleate	18:2	1,5 - 2,5	7 - 11	15 - 64	56,3
4. Linoleat	18:3	-	-	1 - 12	0,9
5. Arakhidonat	20:4	-	-	1,5	-

Sumber: (Ketaren, 1986)

Tabel 2.4 Komposisi asam lemak pada minyak sawit

Asam Lemak	Komposisi (%)
Laurat (C12:0)	<1.2
Miristat (C14:0)	0.5-5.9
Palmitat (C16:0)	32-59
Palmitoleat (C16:1)	<0.6
Stearat (C18:0)	1.5-8
Oleat (C18:1)	27-52
Linoleat (C18:2)	5.0-14
Linolenat (C18:3)	<1.5

Sumber: (Godin & Spensley, 1971)

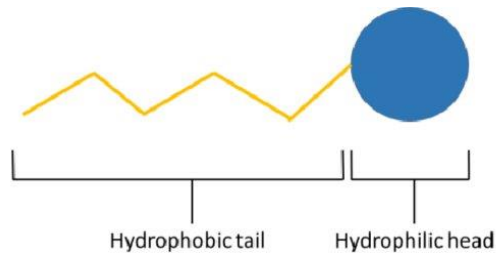
2.3 Metil Ester

Metil ester merupakan monoalkil ester dari asam – asam lemak rantai panjang yang terkandung dalam minyak nabati maupun dalam lemak hewani yang digunakan sebagai alternatif yang tepat untuk bahan bakar mesin diesel. Metil ester merupakan ester asam lemak yang dapat dibuat melalui proses esterifikasi maupun proses transesterifikasi dari asam lemak dengan methanol. Pembuatan metil ester ada 4 macam cara, yaitu pencampuran dan penggunaan langsung, mikroemulsi, pirolisis (thermal cracking), dan transesterifikasi. Namun, yang sering digunakan dalam proses pembuatan metil ester adalah transesterifikasi yang merupakan reaksi antara trigliserida (lemak atau minyak) dengan methanol untuk menghasilkan metil ester dan gliserol.

Metil ester merupakan bahan baku dalam pembuatan biodiesel atau emollen dalam produk kosmetika, sedangkan gliserol dapat digunakan sebagai bahan baku dalam berbagai aplikasi industri seperti kosmetika, sabun, dan farmasi. Gliserol yang diperoleh sebagai hasil samping pengolahan minyak nabati dengan proses transesterifikasi ini bukanlah gliserol murni, melainkan gliserol mentah (*crude glycerol*), yang biasanya memiliki tingkat kemurnian sekitar 95%.

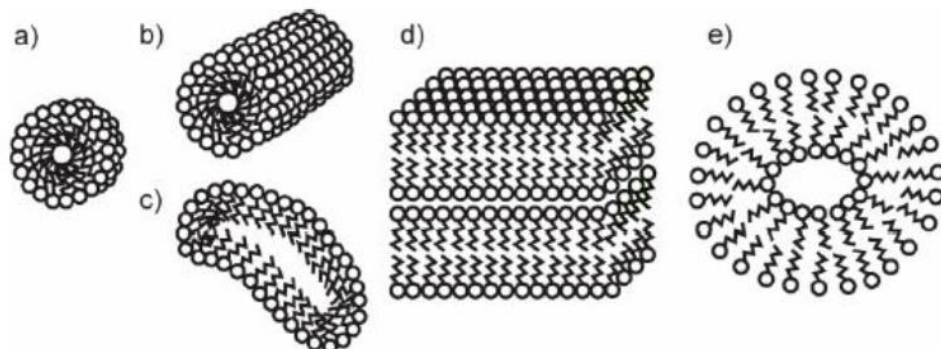
2.4 Surfaktan

Surface Active Agents atau yang lebih sering dikenal dengan nama surfaktan adalah senyawa organik yang memiliki setidaknya satu gugus hidrofilik (yang suka air) dan satu gugus hidrofobik atau lipofilik (yang suka minyak atau lemak) didalam molekulnya. Bagian polar pada molekul surfaktan dapat bermuatan positif, negatif atau netral. Sifat rangkap pada molekul surfaktan ini yang menyebabkan surfaktan dapat diadsorpsi pada antar muka udara-air, minyak-air dan zat padat-air, sehingga dapat membentuk lapisan tunggal dimana gugus hidrofilik berada pada fase air dan rantai hidrokarbon ke udara, dalam kontak dengan zat padat ataupun terendam dalam fase minyak. Umumnya bagian non polar (lipofilik) pada surfaktan merupakan rantai alkil yang panjang, sementara bagian yang polar (hidrofilik) mengandung gugus hidroksil.



Gambar 2.2 Molekul surfaktan (Dantas et al., 2018)

Penambahan surfaktan dalam suatu larutan akan dapat menurunkan nilai tegangan permukaan larutan tersebut. Kenaikan konsentrasi surfaktan menyebabkan gugus hidrofobik (gugus yang suka minyak) akan saling berkumpul membentuk kumpulan yang disebut misel, di mana tiap-tiap misel terdiri dari beberapa monomer. Setelah mencapai konsentrasi tertentu, penurunan tegangan permukaan akan konstan walaupun konsentrasi surfaktan ditingkatkan. Apabila konsentrasi surfaktan ditambahkan melebihi batas konsentrasi ini maka surfaktan mengagregasi membentuk misel. Konsentrasi disaat terbentuknya misel ini disebut dengan istilah “*Critical Micelle Concentration*” atau CMC. Tegangan permukaan akan menurun hingga CMC tercapai. Setelah CMC tercapai, tegangan permukaan akan konstan yang menunjukkan bahwa antar muka menjadi jenuh dan terbentuk misel yang berada dalam keseimbangan dinamis dengan monomernya (Genaro, 1990).



Gambar 2.3 Struktur misel (Bairwa et al., 2018)

Critical Micellar Concentration (CMC) merupakan konsentrasi dimana molekul surfaktan mulai membentuk misel. Konsentrasi atau nilai CMC ini sangat

kecil berkisar antara 10^{-5} sampai 10^{-4} kgmol/m³ sehingga larutan surfaktan akan selalu terdapat dalam bentuk misel. Struktur misel ini tidak tetap dan dapat berubah dalam berbagai bentuk. Bila larutan surfaktan berkontak dengan fasa minyak (oleic phase), surfaktan cenderung akan berakumulasi pada permukaan (antara fasa minyak dan fasa cair). Gugus hidrofobik (yang suka minyak) akan larut dalam fasa berminyak sedangkan gugus hidrofilik (yang suka air) akan larut dalam fasa air. Karena sifat pada gugus surfaktan ini, maka surfaktan akan dapat menyebabkan tegangan permukaan antara dua fasa yang tidak campur tersebut menurun.

2.5 Klasifikasi Umum Agen Aktif Permukaan

Surfaktan pada umumnya dapat dibedakan menjadi beberapa jenis utama berdasarkan pada sifat gugus hidrofilik, yaitu anionik, kationik dan amfoter.

2.5.1 Surfaktan Anion

Surfaktan Anionik adalah surfaktan yang paling banyak digunakan dalam aplikasi industri karena biaya pembuatannya yang relatif murah dan dapat digunakan dalam hampir semua jenis deterjen. Rantai hidrofobik pada surfaktan ini adalah gugus alkil linier dengan panjang rantai di wilayah 12-16 atom karbon. Rantai linear lebih efektif dan lebih mudah terdegradasi daripada rantai bercabang. Gugus hidrofilik yang paling umum digunakan adalah karboksilat, sulfat, sulfonat dan fosfat (Tadros, 2005). Beberapa contoh dari surfaktan anionik antara lain:

Karboksilat: $C_nH_{2n+1}COO-X$

Sulfat: $C_nH_{2n+1}OSO_3-X$

Sulfonat: $C_nH_{2n+1}SO_3-X$

Fosfat: $C_nH_{2n+1}OPO(OH)O-X$

2.5.2 Surfaktan Kationik

Gugus hidrofil dari surfaktan kationik akan membentuk ion positif didalam air. Jika senyawa polar berkutub positif, maka surfaktan sebagai kation. Pada keadaan ini, molekul surfaktan akan mengandung anion senyawa anorganik untuk menetralkan kutub tersebut. Surfaktan kationik yang paling umum adalah campuran senyawa amonium. Surfaktan kationik yang banyak digunakan adalah alkil dimetil benzil amonium klorida. Beberapa contoh dari surfaktan kationik adalah:

- Amina rantai panjang dan garam-garamnya

- Garam *quaternary ammonium*
- *Diamine* dan *polyamines* dan garam-garamnya
- *Polyoxyethlenated amine* rantai panjang
- *Quarternized polyoxyethlenated* rantai panjang
- *Amine oxides*

Surfaktan kationik umumnya larut dalam air ketika hanya ada satu gugus alkil yang panjang. Kationik umumnya stabil terhadap perubahan pH, baik asam maupun basa. Surfaktan kationik ini tidak larut dalam minyak hidrokarbon. Sebaliknya, kationik dengan dua atau lebih rantai alkil panjang larut dalam pelarut hidrokarbon, tetapi hanya dapat terdispersi dalam air. Umum surfaktan ini stabil secara kimia dan dapat mentoleransi elektrolit. Kegunaan utama surfaktan kationik adalah kecenderungannya untuk menyerap permukaan yang bermuatan negatif, misalnya: agen anti korosi pada baja, pengumpul flasi pada bijih mineral, dispersan pada pigmen anorganik, agen antistatik pada plastik, agen antistatik lainnya dan pelembut kain, kondisioner rambut, agen anticaking pada pupuk dan sebagai bakterisida (Tadros, 2005).

2.5.3 Surfaktan Amfoterik

Surfaktan amfoterik adalah surfaktan yang dapat mengandung ion positif dan negative. Karakteristik utama surfaktan ini yaitu ketergantungannya terhadap pH larutan yang dilarutkan. Dalam larutan pH asam, molekul bermuatan positif dan berperilaku seperti surfaktan kationik, sedangkan dalam larutan pH basa molekul bermuatan negatif dan berperilaku seperti surfaktan anionik dan secara kimia stabil baik dalam asam maupun alkali. Surfaktan Zwitterionic memiliki sifat dermatologis yang sangat baik, dan sering digunakan dalam sampo dan produk perawatan pribadi lainnya (kosmetik).

2.5.4 Surfaktan Nonionik

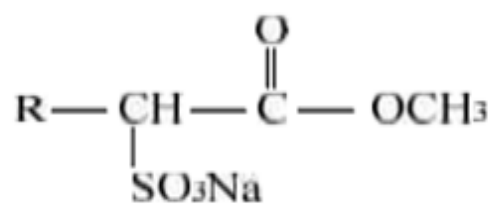
Surfaktan non ionik adalah surfaktan yang tidak terionisasi atau tidak terurai jika dilarutkan dalam air, maka dari itu tidak bermuatan. Surfaktan ini tidak berbentuk ikatan ionik, tetapi ketika terlarut dalam larutan air sifat elektronegatif surfaktan menunjukkan perbedaan antara unsur-unsur utamanya.

Surfaktan ini dapat dibedakan dalam beberapa jenis:

- a. *Alcohol Ethoxylates*
- b. *Alkil Phenol Ethoxylates*
- c. Asam Lemak Etoksilat
- d. Ester Sorbitan dan Derivatnya yang Teretoksilasi (Rentang dan Tweens)
- e. Lemak dan Minyak teretoksilasi
- f. Amina Etoksilat
- g. Alkanolamina kondensat,
- h. Alkanolamida
- i. Ko-polimer Etilena Oksida-Propilena Oksida (EO / PO)
- j. Surfaktan Berasal dari Mono- dan Polisakarida

2.6 Surfaktan Metil Ester Sulfonat

Surfaktan Metil Ester Sulfonat (MES) merupakan salah satu jenis surfaktan anionik dengan struktur umum $RCH(CO_2ME)SO_3Na$ yang dapat berfungsi untuk menurunkan tegangan antarmuka atau interfacial tension (IFT) minyak dan air sehingga dapat bercampur dengan homogen. MES dapat dihasilkan dengan bahan baku yang beraneka ragam baik minyak nabati seperti minyak sawit, minyak kelapa, minyak inti sawit, minyak kedelai, dan maupun minyak hewani seperti lemak sapi. Struktur metil ester sulfonat dapat dilihat pada Gambar 2.4



Gambar 2.4 Metil ester sulfonat (Hovda, K, 1996)

Metil Ester Sulfonat dapat dibuat melalui dua tahap yaitu proses esterifikasi ataupun transesterifikasi bahan baku minyak menghasilkan metil ester yang dilanjutkan dengan proses sulfonasi metil ester untuk menghasilkan Metil ester sulfonat (MES) (Watkins, 2001). Sifat fisik dan kimia metil ester sulfonat ditunjukkan pada Tabel 2.5.

Tabel 2.5 Sifat-sifat fisik dan kimia produk metil ester sulfonat

No.	Parameter	Sifat-sifat	
		Chemiton	Kimia LIPI
1	Rumus Kimia	$C_nH_{2n+1}SO_3NaCOOCH_3$	
2	Fase	Cair - Padat	Cair – Padat
3	Bilangan Iodin	0,1 - 1	6,11
4	Warna (Klett)	≤ 100	135
5	Bahan aktif (%)	85 - 95	32
6	Metanol Sisa (%)	0,4 - 1	Tidak terdeteksi

Sumber: (Mansur & Astrini, 2007)

Menurut (Matheson, 1996) , MES memperlihatkan karakteristik dispersi yang baik, sifat deterjensi yang baik terutama pada air dengan tingkat kesadahan yang tinggi (*hard water*) dan tidak adanya fosfat, ester asam lemak C14, C16 dan C18 memberikan tingkat deterjensi terbaik, serta bersifat mudah didegradasi (*good biodegradability*). Dibandingkan petroleum sulfonat, surfaktan MES menunjukkan beberapa kelebihan di antaranya yaitu pada konsentrasi MES yang lebih rendah daya deterjensinya sama dengan petroleum sulfonat, dapat mempertahankan aktivitas enzim yang lebih baik, toleransi yang lebih baik terhadap keberadaan kalsium, dan kandungan garam (*disalt*) lebih rendah. Tabel 2.6 menunjukkan karakteristik surfaktan metil ester sulfonat.

Beberapa kelebihan surfaktan MES sebagai surfaktan antara lain:

1. Menggunakan bahan baku yang dapat diperbaharui yaitu tumbuhan (kelapa, kelapa sawit, kedelai) maupun lemak hewan.
 2. Ketersediaan bahan bakunya yang cenderung meningkat dari waktu ke waktu
 3. Bersifat lembut dan tidak mengiritasi kulit
 4. Memiliki sifat deterjensi yang baik untuk air sadah sehingga mengurangi agen pelunak air dikarenakan MES tidak sensitif terhadap ion kalsium
- Memiliki sifat yang ramah lingkungan karena mudah terurai (*biodegradable*).

Tabel 2.6 Karakteristik Surfaktan Metil Ester Sulfonat

Wt%	Coconut C12- C14	Palm Kernel C8-C18	Palm C16	Palm Stearin C16-C18	Tallow C16- C18	Soya C18
Sodium methyl ester sulfonats (α -Mes)	71,5	69,4	83,6	83,0	77,5	75,7
Disodium carboxyl sulfonat (di-salt)	2,1	1,8	5,4	3,5	5,2	6,3
Methanol (CH ₃ OH)	0,48	0,60	0,02	0,07	0,00	0,03
Hydrogen Peroxide (H ₂ O ₂)	0,10	0,04	0,10	0,13	0,15	0,05
Water (H ₂ O)	14,0	15,2	1,3	2,3	2,9	1,4
Petroleum ether extractable (PEX)	2,6	2,7	2,1	2,4	4,8	7,2
Sodium Carboxylate (RCOONa)	0,2	0,2	0,28	0,3	0,3	0,5
Sodium Sulfate (Na ₂ SO ₄)	1,2	1,8	1,6	1,5	2,3	2,4
Sodium methyl sulfate (CH ₃ OSO ₃ Na)	8,0	8,4	5,6	7,2	7,7	2,5
10% pH	5,0	5,3	5,3	5,3	5,4	5,8
Klett color, 5% active (α -Mes + di-salt)	30	310	18	45	180	410

Sumber: (Sheats & MacArthur, 2002)

Pengembangan surfaktan anionik metil ester sulfonat semakin meningkat dikarenakan terjadinya peningkatan ketersediaan bahan baku MES berupa metil ester yang dihasilkan dari produksi biodiesel dengan menggunakan bahan nabati ataupun hewani.

Beberapa industri telah mengadopsi MES dengan pertimbangan:

1. Peningkatan jumlah produsen/pabrik biodiesel di Asia Tenggara akan membuat ketersediaan bahan baku produksi MES dengan jumlah besar di masa depan.
2. Peningkatan harga surfaktan berbahan baku minyak bumi menyebabkan penggunaan surfaktan MES semakin menarik secara ekonomi.

3. Perkembangan teknologi yang dicapai pada proses MES telah mendorong peningkatan kualitas MES keamanan proses produksi, dan pengurangan biaya proses produksinya.

Tabel 2.7 Perbandingan Kualitas Bahan Baku Metil Ester untuk Produksi Metil Ester Sulfonat

Bahan Baku Metil Ester	ME C₁₂	ME C₁₆	ME C₁₆₋₁₈	ME C₂₂
Komposisi Asam Lemak (%):				
<C ₁₂	0,85	0,00	0,00	0,11
C ₁₂	72,59	0,28	0,28	0,16
C ₁₃	0,00	0,00	0,00	0,03
C ₁₄	26,90	2,56	1,55	4,15
C ₁₅	0,00	0,43	0,00	0,83
C ₁₆	0,51	48,36	60,18	25,55
C ₁₇	0,00	1,40	1,31	2,70
C ₁₈	0,00	46,24	35,68	64,45
>C ₁₈	0,00	0,74	1,01	1,06
BM	218	281	284	280
Bilangan Iodine (mg I/g ME)	1,0	3,9	1,9	1,3
Asam Karboksilat (%)	0,0074	0,25	1,89	n/a
Bilangan Asam (mg KOH/g ME)	0,15	0,5	3,8	0,4
Bilangan tak Tersabunkan (%)	0,05	0,27	0,06	n/a
Bilangan Penyabunan (mg KOH/ g ME)	252	197	191	n/a
Kadar Air (%)	0,13	0,18	0,19	0,04

Sumber: (Sheats & MacArthur, 2002)

2.6.1 Kegunaan surfaktan

Surfaktan banyak digunakan sebagai pengemulsi, dispersa, stabilisasi, pembusa dalam berbagai bidang industri seperti pada industri makanan, industri farmasi, agrokulture, dan industri lain. Adapun pemanfaatan surfaktan secara umum dapat dilihat pada Tabel 2.8.

Tabel 2.8 Kegunaan Surfaktan

Industri	Aplikasi	Kegunaan
<i>Personal Care and Cosmetic Industry</i>	<i>Beauty Product: Lotions Hand Cream Lipsticks Nail Polish Shampoo</i>	<i>Emulsions</i>
<i>Biomedical</i>	<i>Pharmaceutical</i>	<i>Disperse Stabilizer Emulsifier Suspension</i>
<i>Agrochemicals</i>	<i>Biological Control</i>	<i>Emulsifier Suspension</i>
<i>Food Industry</i>	<i>Mayonnaise Salad creams Desert Beverages</i>	<i>Emulsifier Defoaming Stabilizer</i>
<i>Laundry Industry</i>	<i>Cleaning</i>	<i>Foaming Stabilizer</i>
<i>Metals</i>	<i>Metal Remediation</i>	
<i>Petroleum</i>	<i>Microbial Enhanced Oil Recovery (MEOR)</i>	

Sumber: (Tadros, 2005)

2.6.2 Prinsip Kerja dan Mekanisme Kerja Surfaktan

Surfaktan dapat menurunkan tegangan permukaan dimana bagian hidrofilik surfaktan akan masuk kedalam larutan yang bersifat polar dan bagian yang hidrofobik akan masuk kedalam bagian yang non polar sehingga surfaktan dapat menggabungkan (walaupun sebenarnya tidak bergabung) kedua senyawa tidak dapat bergabung. Akan tetapi, semua bergantung pada komposisi dari surfaktan tersebut. Jika bagian hidrofilik lebih dominan dari hidrofobik maka ia akan melarut kedalam air, sedangkan jika lebih banyak bagian hidrofobiknya maka surfaktan akan larut dalam lemak dan keduanya tidak dapat berfungsi sebagai surfaktan. Bagian liofilik molekul surfaktan adalah bagian nonpolar, yang terdiri dari senyawa hidrokarbon aromatik atau kombinasinya, baik senyawa jenuh maupun tidak jenuh. Bagian hidrofilik merupakan bagian polar dari molekul, seperti gugusan sulfonat, karboksilat, ammonium kuartener, hidroksil, amina bebas, eter, ester, amida.

Biasanya, perbandingan bagian hidrofilik dan liofilik dapat diberi angka yang disebut keseimbangan Hidrofilik dan Lipofilik yang disingkat KHL, dari surfaktan.

2.7 Proses Pembuatan Surfaktan

Secara umum proses pembuatan surfaktan terdiri dari beberapa tahap, yaitu: transesterifikasi, sulfonasi dan pemurnian serta penetralan.

2.7.1 Transesterifikasi

Transesterifikasi merupakan tahap perubahan senyawa trigliserida yang terkandung didalam minyak menjadi senyawa alkil ester, melalui reaksi dengan penambahan alkohol dan menghasilkan produk samping yaitu gliserol. Transesterifikasi berfungsi untuk menggantikan gugus alkohol gliserol dengan alkohol sederhana seperti metanol atau etanol. Transesterifikasi merupakan reaksi kesetimbangan yang mendorong reaksi bergerak ke kanan. Untuk dapat menghasilkan metil ester maka perlu digunakan alkohol dalam jumlah berlebih. Persamaan umum reaksi transesterifikasi ditunjukkan seperti Gambar 2.5.



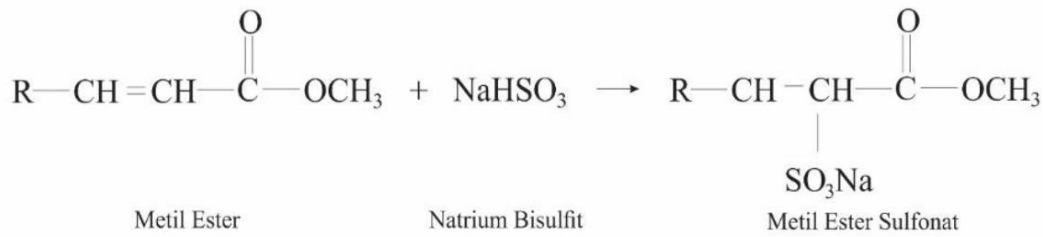
Gambar 2.5 Reaksi Transesterifikasi (Widayat et al., 2013)

Proses transesterifikasi dipengaruhi oleh beberapa faktor antara lain yaitu kandungan asam lemak bebas didalam minyak, kadar air pada minyak, jenis katalis dan konsentrasi katalis yang digunakan, perbandingan molar antara minyak dan alkohol, suhu reaksi, waktu reaksi, serta intensitas pencampuran.

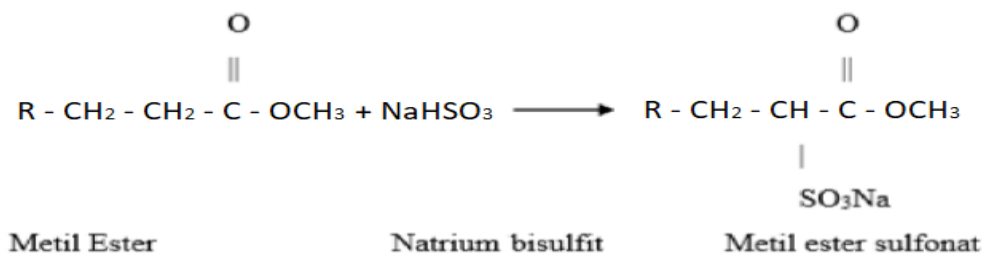
2.7.2 Sulfonasi

Sulfonasi merupakan suatu reaksi substitusi elektrofilik dengan menggunakan agen pensulfonasi yang bertujuan untuk mensubstitusi atom H dengan gugus – SO₃H pada molekul organik melalui ikatan kimia pada atom karbonnya (P. Clayden

et al., 2001). Persamaan umum reaksi sulfonasi metil ester dengan natrium bisulfit ditunjukkan seperti Gambar 2.6.



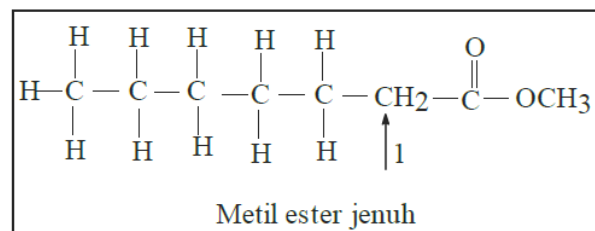
(a) Metil ester tidak jenuh (Wibowo et al., 2018)



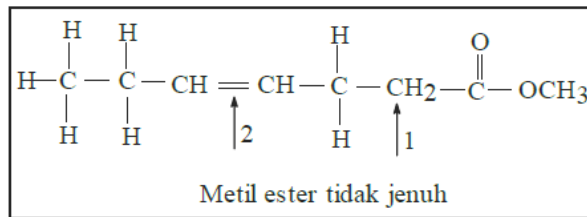
(b) Metil ester jenuh (Hidayati, 2006)

Gambar 2.6 Reaksi sulfonasi metil ester dengan natrium bisulfit

Proses sulfonasi menghasilkan produk turunan yang terbentuk melalui reaksi kelompok sulfat dengan minyak, asam lemak (*fatty acid*), ester, dan alkohol lemak (*fatty alcohol*). Jenis minyak yang biasanya digunakan untuk proses sulfonasi adalah minyak yang mengandung ikatan rangkap ataupun minyak yang mengandung grup hidroksil pada molekulnya. Kemungkinan masuknya gugus sulfonat pada metil ester dapat dilihat pada Gambar 2.7.



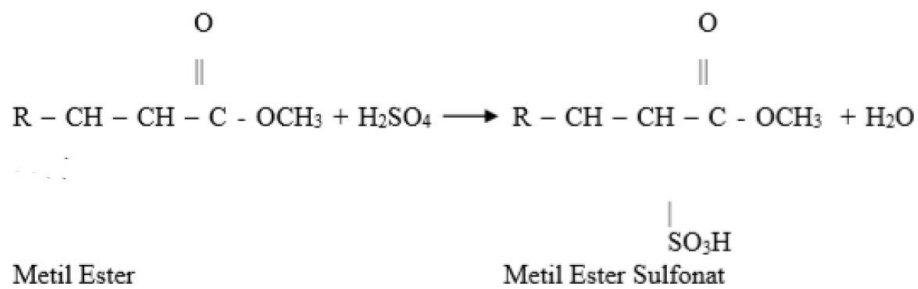
(a) Metil Ester Jenuh



(b) Metil ester tidak jenuh

Gambar 2.7 Kemungkinan masuknya gugus sulfonat pada metil ester
(Supriningsih, 2010)

Pada proses pembuatan surfaktan MES, metil ester direaksikan dengan reaktan atau agen pensulfonasi antara lain asam sulfat (H_2SO_4), oleum (larutan SO_3 didalam H_2SO_4), sulfur trioksida (SO_3), natrium bisulfit (NaHSO_3), dan asam klorosulfat (ClSO_3H) (Benardini, 1983). Penggunaan gas SO_3 pada proses sulfonasi dalam pembuatan mes menghasilkan produk dengan kualitas yang tinggi, namun kelemahannya yaitu proses bersifat kontinyu dan paling sesuai untuk volume produksi yang besar, membutuhkan peralatan yang mahal dengan tingkat ketepatan yang tinggi, dan mensyaratkan personel pengoperasian yang memiliki skill tinggi (highly trained), selain itu gas SO_3 memiliki sifat yang sangat reaktif sehingga diperlukan control yang sangat ketat agar tidak terbentuk produk intermediat dan warna MES yang dihasilkan berwarna hitam sehingga memerlukan proses tambahan yaitu proses pemucatan untuk menjernihkan produk (Hidayati, 2006). Sehingga dicari alternatif untuk mengurangi laju reaksi dari gas SO_3 yang sangat reaktif dan sangat cepat dalam proses sulfonasi metil ester yaitu dengan mendilusikan gas SO_3 atau dapat dengan membentuk komplek molekul SO_3 dengan menggunakan asam klorosulfat, natrium bisulfit, natrium metabisulfite, asam sulfat, serta asam sulfamat. Natrium bisulfit sebagai pensulfonasi memiliki keunggulan dibandingkan pensulfonasi lain yaitu produk yang dihasilkan berwarna lebih cerah, mudah diaplikasikan pada skala produksi yang kecil dan juga dapat digunakan pada proses batch. Metil ester sebagai bahan untuk pembuatan MES terdiri dari dua jenis yaitu metil ester jenuh (metil ester yang tidak mengandung ikatan rangkap) dan metil ester tidak jenuh (metil ester yang mengandung ikatan rangkap).



Gambar 2.8 Reaksi sulfonasi metil ester dengan asam sulfat (Syamsu et al., 2004)

2.7.3 Pemurnian MES

Proses pemurnian dilakukan untuk memisahkan metil ester sulfonat (produk utama) dan senyawa-senyawa lain yang masih terkandung didalam metil ester sulfonat (produk samping) yang dapat mengurangi kinerja MES agar diperoleh produk dengan kemurnian tinggi. Penambahan metanol pada proses pembuatan MES dapat mengurangi pembentukan disalt (garam-garam yang tidak diinginkan), serta dapat mengurangi viskositas produk. Selain itu, penambahan methanol juga dapat mengubah asam karboksilat sulfonat menjadi MES kembali, sebagai produk yang diharapkan. Proses pemurnian biasanya dilakukan dengan menambahkan methanol pada surfaktan metil ester sulfonat hasil dari proses sulfonasi.

2.7.4 Penetralan

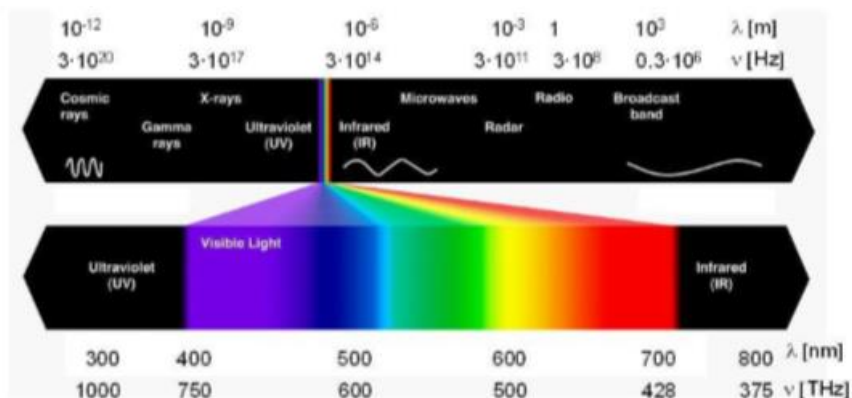
Proses penetralan dilakukan untuk menetralkan surfaktan hasil sulfonasi yang bersifat asam sehingga pH-nya menjadi 6-8 dengan menambahkan larutan NaOH. Proses netralisasi metil ester sulfonat dilakukan agar diperoleh produk yang stabil, dikarenakan metil ester sulfonat dalam suasana asam dapat terhidrolisa menjadi sulfonat asam lemak (fatty acid sulfonat). Sementara itu dalam suasana basa (pH >9), ester dapat terhidrolisa membentuk garam disodium dari sulfonat asam lemak (Aritonang, 2010).

2.8 Microwave

Proses dengan menggunakan teknologi microwave telah berkembang dan teknologi pemanasan ini mendapat banyak ketertarikan sebagai alat bantuan untuk

proses sintesis dan pengembangan proses. Teknologi microwave dapat digunakan untuk membantu meningkatkan hasil reaksi dan selektivitas untuk energi proses terbarukan. Microwave dapat membantu meningkatkan laju reaksi dengan faktor 5 hingga 1000 kali dibandingkan dengan reaksi konvensional (Mirzaei & Neri, 2015). Ada beberapa keuntungan dari proses dengan menggunakan microwave seperti, pemanasan yang cepat, konsumsi energi yang relatif rendah, ramah lingkungan, hasil produksi yang tinggi, proses yang terkontrol, waktu pemrosesan yang singkat, serta peningkatan sifat dan kualitas produk (Ghasali et al., 2017).

Microwave menggunakan gelombang elektromagnetik yang dibentuk oleh sambungan medan listrik dan medan magnet. Gelombang elektromagnetik microwave memiliki rentang frekuensi dari 0,3 hingga 300 GHz, dan panjang gelombang dari 0,01 m hingga 1 m. Gelombang elektromagnetik memiliki frekuensi yang lebih tinggi, energi yang lebih tinggi dan panjang gelombang yang pendek. Gambar spektrum elektromagnetik dapat dilihat pada Gambar 2.9.



Gambar 2.9 Spektrum Elektromagnetik (Abadal et al., 2014)

Pada pemanasan konvensional, panas ditransfer melalui konduksi panas dan konveksi melalui dinding dari target untuk mencapai material didalamnya. Dengan metode ini, bahan yang dipanaskan menghasilkan suhu yang tidak seragam dan gradient panas yang lebih tinggi dikarenakan panas ditransfer melalui media lain sebelum mencapai bahan. Selain itu, sebagian energi dari sumber panas akan hilang ke lingkungan melalui konduksi dan konveksi (Gude et al., 2013). Adapun perbandingan dari tiga tipe metode pemanasan dapat dilihat pada Tabel 2.9.

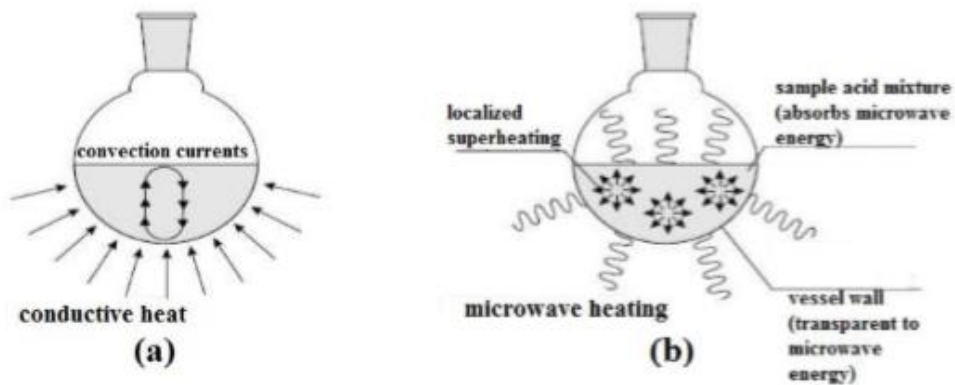
Microwave memanfaatkan kemampuan bahan tertentu (misalnya solid atau liquid) untuk mengubah energi elektromagnetik menjadi energi panas. *Microwave* memasak bahan dengan cepat karena panas langsung ditimbulkan di dalam bahan itu sendiri, berbeda dengan oven konvensional yang memanaskan dinding tempat bahan dan udara di sekitarnya. Adapun mekanisme pemanasan metode konvensional dan microwave dapat dilihat pada Gambar 2.10.

Tabel 2.9 Perbandingan antara tiga tipe metode pemanasan untuk pembentukan biodiesel

Charateristic/Parameter	Conventional Heating	Supercritical Heating	Microwave Heating
Reaction time	1 to 2 h (Long)	Less than 1 h (Short)	0.05 to 1 h (Very short)
Reaction temperature	40 °C to 100 °C	250 °C to 400 °C	40 °C to 100 °C
Reaction pressure	Atmospheric	35 Mpa to 60 Mpa (High)	Atmospheric *
Catalyst required	Yes	No	Yes/No
Heat losses	High	Moderate	Low
Energy form	Electrical energy to thermal energy	Electrical Energy to thermal energy	Electrical energy applied through microwave
Process efficiency	Low	Moderate	High
Catalyst removal	Yes	No	Yes
Soap removal	Yes	No	Yes
Advantages	Simple to operate, uses low energy source	Short reaction time, easy product separation	Short reaction time, cleaners product, energy efficiency
Limitations	High energy requirement, saponified products	High capital cost, pressure vessel safety	May not be efficient with feedstock containing solids

*Reactions at high temperature and pressure with no catalyst are possible

Sumber: (Nomanbhay & Ong, 2017)



Gambar 2.10 Mekanisme pemanasan untuk: a. Konvensional dan b. Microwave (Surati et al., 2012)

Cara kerja *microwave* adalah dengan melewati radiasi gelombang mikro pada molekul air, lemak, maupun gula yang terdapat pada suatu bahan. Proses penyerapan energi ini disebut sebagai pemanasan dielektrik (*dielectric heating*). Molekul- molekul pada suatu bahan bersifat elektrik dipol (*electric dipoles*), artinya molekul tersebut memiliki muatan negatif pada satu sisi dan muatan positif pada sisi yang lain. Akibatnya, dengan kehadiran medan elektrik yang berubah-ubah yang diinduksikan melalui gelombang mikro pada masing-masing sisi akan berputar untuk mensejajarkan satu sama lain. Pergerakan molekul akan menciptakan panas seiring dengan timbulnya gesekan antara molekul yang satu dengan molekul lainnya. Energi panas yang dihasilkan akan berfungsi sebagai agen pemanasan bahan didalam *microwave* (Kingston, 1997).

2.8.1 Mekanisme Pemanasan Microwave

Didalam sebuah *microwave*, gelombang mikro akan masuk melalui pipa bagian atas ruang oven yang dilengkapi dengan kipas pemutar yang berfungsi untuk menyebarkan panas yang dihasilkan ke seluruh bagian oven. Tabung electron khusus yang terdapat dalam microwave merupakan tabung vakum elektronik (magnetron) yang dapat menghasilkan pancaran gelombang radio yang sangat pendek. Tabung electron tersebut dilengkapi dengan pengatur frekuensi (resonator atau osilator). Microwave bekerja dengan cara pelepasan gelombang mikro oleh tabung electron, sehingga molekul polar dalam bahan akan teragitasi yang selanjutnya akan menimbulkan getaran yang menyebabkan panas akhirnya akan

terbentuk. Gelombang tersebut kemudian akan dipancarkan ke sebuah kincir yang terbuat dari logam (stirrer atau pengaduk). Stirrer ini akan berputar selama magnetron memancarkan gelombang radio sehingga gelombang tersebut terpancarkan dan terdistribusi secara merata kedalam ruang utama microwave. Dalam ruang utama microwave tersebut, gelombang mikro yang sudah terdistribusi akan mengubah arah molekul-molekul dari suatu bahan. Perubahan tersebut terjadi dengan sangat cepat sehingga nantinya akan membangkitkan panas yang pada akhirnya akan dapat memanaskan bahan. Kombinasi panas berintegritas tinggi dengan pusingan yang menyebabkan proses pemanasan yang cepat (Choedkiatsakul et al., 2015; El Sherbiny et al., 2010).

Proses pemanasan dengan menggunakan gelombang mikro memiliki karakteristik yang berbeda dengan proses pemanasan konvensional, dikarenakan pada microwave panas dibangkitkan secara internal akibat adanya getaran molekul-molekul bahan yang ingin dipanaskan oleh gelombang mikro. Proses pemanasan dengan microwave melibatkan agitasi molekul polar atau ion yang bergetar dibawah pengaruh medan elektromagnetik yang bergetar. Dalam medan yang bergetar, partikel-partikel akan berusaha untuk mengorientasi diri agar menjadi satu fasa. Gerakan partikel tersebut dibatasi oleh gaya dalam partikel yang menghasilkan gerakan acak sehingga akan menghasilkan panas. Adapun kelebihan proses pemanasan dengan menggunakan microwave yaitu proses pemanasan yang lebih cepat dan merata dikarenakan panas tidak ditransfer dari luar akan tetapi panas dibangkitkan dari dalam bahan. Pemanasan dengan microwave juga dapat bersifat selektif yang artinya proses pemanasannya tergantung dari sifat dielektrik bahan sehingga dapat menghemat energi. Pengaruh radiasi gelombang mikro (*microwave*) dalam sintesis organik merupakan kombinasi dari efek *thermal* (*superheating* atau *hot spot*) dan efek *non thermal* (mobilitas molekuler dan stabilisasi medan) (Gude et al., 2013; Manco et al., 2012; Quitain et al., 2011).

2.8.2 Microwave-Assisted Irradiation

Microwave biasanya memanfaatkan kemampuan bahan tertentu untuk mengubah energi elektromagnetik menjadi energi panas. Biasanya, *oven microwave* rumah tangga memiliki efisiensi <60% dalam mengubah listrik yang masuk menjadi radiasi *microwave*, dimana sisanya hilang sebagai panas yang

berada di magnetron dan perangkat, yang mengubah listrik tegangan tinggi menjadi radiasi *microwave*. Pemanasan yang digunakan dalam oven *microwave* menggunakan pemanasan dielektrik yang memanfaatkan gelombang elektromagnetik yang terjadi melalui salah satu dari dua mekanisme yang ada. Yang pertama yaitu polarisasi dipolar dan yang kedua konduksi ion yang menyebabkan reaksi yang cepat. Pemanasan dari molekul-molekul dari semua campuran reaksi akan digabungkan dengan gelombang mikro yang menghasilkan peningkatan suhu yang cepat. Pemanasan bejana reaksi tidak ikut terlibat dalam proses pemanasan ini. Oleh karena itu, pemanasan dielektrik gelombang mikro tidak dibatasi oleh konduktivitas panas dari bejana, tidak seperti pemanasan konvensional. Namun, semua ini tergantung pada bentuk, sifat dielektrik dan ukuran bahan reaksi, dan jenis *microwave* yang digunakan.

Iradiasi *microwave* juga bersifat selektif yang dapat dikelompokkan dalam kategori pelarut, katalis, dan reagen. Secara umum, semua interaksi antara material dan gelombang mikro dapat dikategorikan menjadi tiga kelompok, yaitu absorpsi, transmitansi, dan refleksi. Dalam campuran reaksi dengan menggunakan gelombang mikro, gelombang mikro akan diserap oleh zat polar yang terdapat dalam bahan dan panas akan dihasilkan dari zat polar tersebut. Pada saat yang sama, zat yang bersifat nonpolar dari campuran reaksi tersebut yang tidak menyerap gelombang mikro, tidak akan dipanaskan (De la Hoz et al., 2007).

2.9 Analisa Kualitas Surfaktan

2.9.1 Densitas

Densitas merupakan perbandingan berat dari suatu volume sampel pada suhu tertentu dengan berat air pada volume dan suhu yang sama. Efek rasio mol dan waktu reaksi pada densitas cairan tidak dapat diabaikan karena cairan akan meregang mengikuti perubahan rasio mol dan waktu reaksi. Densitas umumnya dikaitkan dengan viskositas dimana cairan lebih padat maka viskositasnya lebih tinggi. Hal ini menyatakan bahwa kandungan pada bahan berpengaruh terhadap densitas. Densitas dapat diukur dengan menggunakan persamaan berikut:

$$Densitas = \frac{massa\ pikno\ dan\ sampel - massa\ pikno\ kosong}{volume\ pikno} \dots\dots\dots 2.1$$

2.9.2 Viskositas

Kekentalan suatu cairan atau viskositas merupakan sifat fluida yang dipengaruhi oleh ukuran molekul dan gaya antar molekul. Bertambahnya tingkat kekentalan dapat digunakan sebagai salah satu indikator bahwa selama proses sulfonasi telah terjadi konversi metil ester menjadi metil ester sulfonat.

Viskositas surfatan diukur dengan menggunakan viscometer dimana cairan yang ingin diukur kekentalannya dimasukkan melalui pipa a sampai ruang r penuh terisi kemudian cairan dihisap melalui pipa b sampai naik melewati garis m. Cairan dibiarkan turun sampai garis n dan diukur waktu yang dibutuhkan cairan untuk mengalir dari garis m ke n. Dimana viskositas dapat diperoleh dengan persamaan berikut:

$$\text{Viskositas} = K \times t \quad \dots\dots\dots 2.2$$

Keterangan : K = Faktor pengali dari viscometer yang digunakan

t = waktu yang dibutuhkan sampel dari titik a sampai b (detik)

2.9.3 pH

Pengukuran Nilai pH dari MES yang dihasilkan bertujuan untuk melihat derajat keasaman dari surfaktan yang dihasilkan pada variasi rasio mol dan waktu reaksi. Metode yang digunakan adalah metode perhitungan pH yang dikembangkan oleh Chemiton.

2.9.4 Tegangan Permukaan

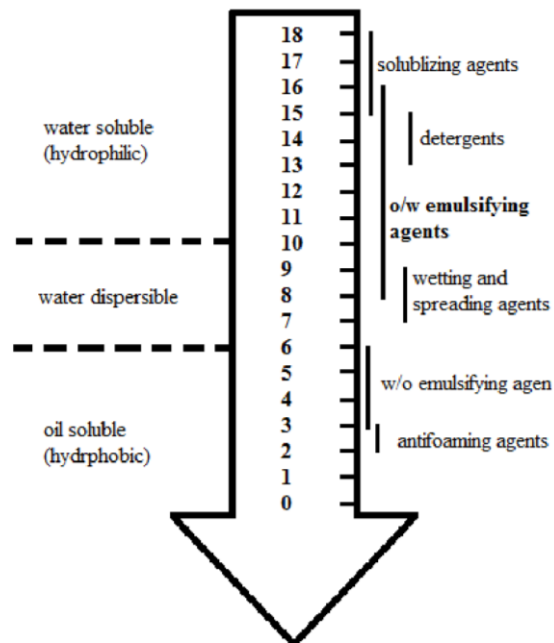
Tegangan permukaan adalah gaya tarikan ke bawah atau gaya yang menimbulkan adanya kontraksi permukaan cairan sehingga terlihat elastis maupun tegang. Tegangan permukaan adalah gaya per satuan panjang yang diberikan sejajar dengan permukaan untuk mengimbangi tarikan ke dalam. Biasanya tegangan permukaan berkaitan dengan fluida (zat cair) yang sifatnya statis atau diam. Tegangan permukaan dapat terjadi karena adanya gaya tarik menarik antara wadah disetiap muka cairan yang tidak seimbang dengan molekul air itu sendiri. Gaya yang diperoleh tersebut berupa tetesan cairan kecil yang lama kelamaan akan naik menjadi cairan biasa pada pipa kapiler. Rumus untuk menghitung tegangan permukaan:

$$\gamma = \frac{1}{2} r h \rho g \quad \dots\dots\dots 2.3$$

Dimana, γ = tegangan permukaan (dyne/cm)
 r = jari-jari dalam pipa kapiler (cm)
 h = tinggi kenaikan cairan pada pipa kapiler dari atas permukaan cairan (cm)
 ρ = densitas cairan (gr/cm³)
 g = gaya gravitasi, 981 cm/sec²

2.9.5 Hydrophile-Lipophile Balance

Hydrophile-Lipophile Balance adalah ukuran empiris untuk mengetahui hubungan antara gugus hidrofilik dan hidrofobik pada suatu surfaktan. Biasanya sistem HLB digunakan untuk mengidentifikasi emulsifikasi minyak dan air oleh surfaktan. Surfaktan dengan nilai HLB rendah larut dalam minyak dan meningkatkan emulsi air dalam minyak. Sebaliknya surfaktan dengan nilai HLB tinggi larut dalam air dan meningkatkan emulsi minyak dalam air.



Gambar 2.11 Klasifikasi Surfaktan berdasarkan nilai HLB (Arushi pant)

Pengukuran HLB dapat dilakukan dengan metode Griffin. Davies telah menghitung nilai Keseimbangan Hidrofilik dan Lipofilik (KHL) untuk zat aktif permukaan dengan memecah berbagai molekul surfaktan ke dalam gugus-gugus penyusunnya, yang masing-masing diberi suatu angka gugus. Penjumlahan dari

angka-angka gugus untuk suatu surfaktan tertentu memungkinkan perhitungan nilai HLB nya menurut persamaan: Secara teoritis didapat harga HLB dengan menggunakan persamaan:

$$HLB = 7 + (\Sigma HLB_{Gugus Hidrofil} - \Sigma HLB_{Gugus lipofil}) \dots\dots\dots 2.4$$

(Martin et al., 1996)

2.9.6 FTIR

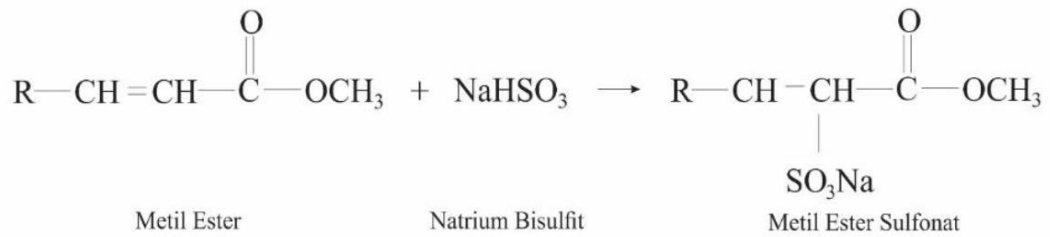
Fourier Transformed Infrared (FTIR) merupakan salah satu alat atau instrument yang dapat digunakan untuk mendeteksi gugus fungsi, mengidentifikasi senyawa dan menganalisis campuran dari sampel yang dianalisis tanpa merusak sampel. Daerah inframerah pada spektrum gelombang elektromagnetik dimulai dari panjang gelombang 14000 cm⁻¹ hingga 10⁻¹.

Prinsip kerja FTIR adalah interaksi antara energi dan materi. *Infrared* yang melewati celah ke sampel, dimana celah tersebut berfungsi mengontrol jumlah energi yang disampaikan kepada sampel. Kemudian beberapa *infrared* diserap oleh sampel dan yang lainnya di transmisikan melalui permukaan sampel sehingga sinar *infrared* lolos ke detektor dan sinyal yang terukur kemudian dikirim ke komputer dan direkam dalam bentuk puncak-puncak.

Metode Spektroskopi inframerah ini dapat digunakan untuk mengidentifikasi suatu senyawa yang belum diketahui, karena spektrum yang dihasilkan spesifik untuk senyawa tersebut. Metode ini banyak digunakan karena cepat dan relatif murah, dapat digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsional dan jenis ikatan yang ada dalam molekul, selain itu inframerah yang dihasilkan oleh suatu senyawa adalah khas karena dapat menyajikan sebuah fingerprint (sidik jari) untuk senyawa tersebut (Silverstein et al., 2005)

2.10 Kinetika Reaksi

Pemodelan kinetika penelitian untuk sulfonasi metil ester dengan menggunakan metode pemanasan *microwave* dilakukan dengan menggunakan model kinetika orde satu dan orde dua. Dimana nantinya dapat diketahui pemodelan kinetika yang sesuai dengan hasil eksperimen untuk proses sulfonasi menggunakan *microwave*. Kinetika reaksi dipelajari pada suhu dengan range waktu 5 sampai 40 menit.



Gambar 2.12 Reaksi Sulfonasi Metil Ester (Wibowo et al., 2018)

Reaksi sulfonasi yang terjadi dapat diindikasikan sebagai reaksi orde dua yang disebabkan karena reaksi antara metil ester dengan natrium bisulfit sebagai bahan penyulfonasi sangat berpengaruh terhadap konversi yang diperoleh. Berdasarkan persamaan laju reaksi orde kedua, maka harga konstanta laju reaksi didapatkan dari hubungan persamaan berikut ini:

$$-r_A' = -\frac{dC_A}{dt} = -\frac{dC_B}{dt} \dots\dots\dots 2.5$$

$$-r_A' = k' C_A C_B \dots\dots\dots 2.6$$

Jika konversi metil ester = x_A , dan konsentrasi awal metil ester C_{A0} serta konsentrasi awal natrium bisulfit C_{B0} , maka:

$$-r_A' = -\frac{dC_A}{dt} = -\frac{dC_B}{dt} = k' C_A C_B \dots\dots\dots 2.7$$

$$C_A = C_{A0}(1 - x_A)$$

$$C_B = C_{B0} - (C_{A0} \cdot X_A)$$

$$-r_A' = -\frac{dC_{A0}(1-x_A)}{dt} = C_{A0} \frac{dx_A}{dt} = k' C_{A0}(1 - x_A)(C_{B0} - C_{A0}x_A) \dots\dots 2.8$$

Jika M adalah C_{B0}/C_{A0} , maka:

$$r_A' = C_{A0} \frac{dx_A}{dt} = k' C_{A0}^2 (1 - x_A)(M - x_A) \dots\dots\dots 2.9$$

Setelah diintegalkan dan diubah kembali dalam bentuk CA dan CB, diperoleh persamaan:

$$\ln \frac{M-x_A}{M(1-x_A)} = \ln \frac{C_B C_{A0}}{C_{B0} C_A} = \ln \frac{C_B}{M C_A} \dots\dots\dots 2.10$$

Substitusi persamaan 5 dan 6 diperoleh:

$$\ln \frac{C_B}{C_A} = (C_{B0} - C_{A0})k't + \ln M \dots\dots\dots 2.11$$

Persamaan kinetika orde dua untuk proses sulfonasi (Ortega et al., 2009) dapat ditulis sebagai berikut:

$$-r_A = kC_{ME}C_{NaHSO_3} \dots\dots\dots 2.12$$

Untuk menggeser kesetimbangan kearah kanan, dalam pelaksanaannya reaksi sulfonasi menggunakan natrium bisulfit yang berlebih, maka perubahan konsentrasi natrium bisulfit setiap saat dianggap konstan. Oleh karena itu, reaksi sulfonasi dapat diasumsikan mengikuti orde satu semu (*first pseudo reaction*). Karena jumlah natrium bisulfit berlebih, maka $C_{NaHSO_3} = \text{konstan}$ dan $k' = k C_{NaHSO_3}$, sehingga persamaan 2.12 menjadi:

$$-r_A = (kC_{NaHSO_3})C_{ME} \dots\dots\dots 2.13$$

$$-r_A = k'C_{ME} \dots\dots\dots 2.14$$

Dimana k' menyatakan konstanta kinetik yang diperoleh dari percobaan.

Dengan: k = Konstanta kecepatan reaksi terhadap metil ester

C_{ME} = Konsentrasi Metil Ester

C_{NaHSO_3} = Konsentrasi Natrium Bisulfit

Berdasarkan persamaan laju reaksi orde pertama untuk reaksi heterogen, maka harga konstanta laju reaksi didapatkan dari hubungan persamaan berikut ini:

$$-r_A' = -\frac{dC_A}{dt} \dots\dots\dots 2.16$$

$$-r_A' = k'C_A \dots\dots\dots 2.17$$

Hasil dari integrasi persamaan diatas yaitu

$$-r_A' = -\frac{dC_A}{dt} = k'C_A \dots\dots\dots 2.18$$

$$-\frac{dC_A}{dt} = k'C_A \dots\dots\dots 2.19$$

$$-\int_{C_{A0}}^{C_A} \frac{dC_A}{C_A} = k' \int_0^t dt \dots\dots\dots 2.20$$

Sehingga persamaan akhirnya diperoleh

$$-\ln \frac{C_A}{C_{A0}} = k't \dots\dots\dots 2.21$$

Atau

$$\ln[C_{A0}] - \ln[C_A] = k'.t \dots\dots\dots 2.22$$

Dari Mass Balance:

$$x_A = 1 - \frac{[C_A]}{[C_{A0}]}$$

$$\frac{[C_A]}{[C_{A0}]} = 1 - x_A$$

$$-\ln \frac{C_A}{C_{A0}} = k't$$

Sehingga,

$$-\ln (1 - x_A) = k't \quad \dots\dots\dots 2.23$$

Dengan X_A = Yield metil ester sulfonat

Maka,

$$[C_A] = C_{A0}(1 - x_A)$$

$$[C_B] \frac{[dx_A]}{[dt]} = k'(1 - x_A)$$

$$[C_C] - \ln(1 - x_A) = k'.t$$

Plot dari $\ln[C_{A0}] - \ln[C_A]$ versus waktu seharusnya menghasilkan garis lurus dan konstanta laju reaksi orde satu semu (k') dapat dihitung dari slope pada plot yang dihasilkan.

Konstanta laju reaksi dapat dihitung dari slope diatas plot. Energi aktivasi (E_a) dapat dihitung berdasarkan persamaan arhenius:

$$k = Ae^{-E_a/RT} \quad \dots\dots\dots 2.24$$

Atau

$$\ln k = \ln A - \frac{E_a}{RT} \quad \dots\dots\dots 2.25$$

Dimana: E_a = Energi Aktivasi

R = Konstanta Gas (J/mol.K)

T = Temperature absolut

A = Faktor Tumbukan

Kemudian dapat dihitung nilai $\ln k$ versus $1/T$ untuk reaksi sulfonasi dari metil ester minyak sawit dengan menggunakan katalis heterogeny CaO untuk dapat mengetahui energi aktivasi (E_a) yang dihasilkan. Secara umum, studi kinetika yang banyak dikembangkan adalah studi kinetika isothermal yaitu suhu yang dapat dikontrol sesuai waktu yang telah ditetapkan.

2.11 Optimasi dengan Design Expert RSM (Response Surface Methodology)

Untuk mengoptimalkan hasil proses pembuatan surfaktan metil ester sulfonat, dapat digunakan Teknik statistik untuk menunjukkan kondisi optimum pada proses sulfonasi metil ester dengan menggunakan microwave, yaitu dengan menggunakan metode permukaan respon. Metode Permukaan Respon (*Response Surface Methodology*) atau yang biasa disebut (RSM) merupakan dasar pengujian linear antara variabel saling bebas dan respon pada pengujian yang pendek. RSM juga merupakan model gabungan dari teknik matematika dan statistika yang digunakan sebagai contoh model dan analisa yang menghasilkan beberapa variabel dan obyektifitas dari optimasi respon dan analisa oleh engineer (Montgomery, 2013). Metode RSM ini digunakan untuk membantu dalam mengembangkan, meningkatkan, dan mengoptimalkan proses. RSM juga mengevaluasi dampak simultan dari beberapa variabel dan memprediksi respon sistem untuk setiap kondisi baru sehingga diperoleh kondisi optimum dari respon yang diharapkan. Selain itu, RSM menyediakan banyak informasi dan lebih ekonomis dalam pendekatan karena dapat mengurangi jumlah percobaan eksperimental yang diperlukan (Montgomery, 2013; Wani et al., 2012)

Metode respon permukaan adalah teknik yang digunakan untuk memodelkan hubungan antara variabel respon dan faktor perlakuan. Variabel faktor dapat disebut juga variabel independen dan dikontrol dalam eksperimen. RSM ini menggunakan data kuantitatif dari eksperimen untuk menentukan model regresi linier dan untuk mengoptimalkan respons yang dipengaruhi oleh beberapa variabel independen (variabel yang dapat dikontrol). Metode permukaan respon bertujuan untuk membantu peneliti dalam melakukan improvisasi untuk mendapatkan hasil optimum secara tepat dan efisiensi. Setelah daerah percobaan ditemukan, model respon dengan tingkat ketepatan lebih tinggi dapat digunakan untuk mendapatkan nilai variabel sebenarnya yang akan menghasilkan respon yang optimum. Dalam metode respon permukaan, solusi optimum dapat dipilih untuk kondisi maksimum, minimum, kondisi hasil yang paling diinginkan dan kondisi sepanjang batas atas dan bawah (R. Myers & Montgomery, 2002). Adapun kelebihan dari metode RSM ini antara lain, memperoleh level-level faktor yang membuat percobaan optimal, namun meminimalkan unit percobaan dengan menggunakan rancangan percobaan

dan optimasi menggunakan pendugaan persamaan respon yang dihasilkan, sehingga dapat menghemat biaya eksperimen (Dean et al., 2017; R. H. Myers et al., 2009).

Analisis regresi dilakukan untuk data eksperimen dan dimasukkan ke *model quadratic (second-order model)*, seperti persamaan berikut (Montgomery, 2013):

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i X_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} X_i^2 + \sum_{i=1}^{k-1} \sum_{j=i+1}^k \beta_{ij} X_i X_j \dots\dots\dots 2.26$$

di mana Y adalah variabel respon/ *dependen*; β_0 , β_i , β_{ii} dan β_{ij} merupakan koefisien regresi untuk *intercept*, linier, kuadrat, dan interaksi; X_i dan X_j adalah variabel *independen*; k adalah jumlah variabel yang digunakan. Kualitas model yang dipakai didukung oleh beberapa nilai respon antara lain *p-value*, R2, koefisien variasi (CV) dan *lack of fit* dinyatakan oleh uji-F.

2.12 Penelitian Terdahulu

Beberapa penelitian terdahulu yang pernah dilakukan dalam proses pembuatan surfaktan metil ester sulfonate dengan menggunakan metode konvensional ditunjukkan oleh Tabel 2.10

Tabel 2.10 Penelitian Terdahulu

Bahan	Pensulfonasi	Nilai Tegangan Permukaan	Referensi
Palm Kernel Oil	NaHSO ₃	32,8 dyne/cm.	(Hidayati et al., 2005)
Waste Cooking Oil	HSO ₃ Cl	32,3 dyne/cm.	(Jin et al., 2016)
Castor Oil	HSO ₃ Cl	27,6 – 38,4 dyne/cm	(Babu et al., 2015)
Castor Oil	NaHSO ₃	36,45 dyne/cm.	(Zhou et al., 2018)
Itaconic Acid	NaHSO ₃	25,02 dyne/cm.	(Xu et al., 2016)
Crude Palm Oil	NaHSO ₃	33,70 dyne/cm	(Slamet et al., 2017)

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Rancangan Penelitian

Penelitian ini termasuk rancangan penelitian eksperimental, dimana peneliti melakukan percobaan di laboratorium melalui proses transesterifikasi dari bahan baku minyak kelapa sawit (merk bimoli) yang direaksikan dengan metanol untuk menghasilkan metil ester yang mana metil ester ini akan dilakukan proses sulfonasi menggunakan natrium bisulfit fengan bantuan gelombang mikro (*microwave*) untuk memproduksi metil ester sulfonat. Metode sulfonasi dengan menggunakan *microwave* secara umum terdiri dari dua bagian utama yaitu *microwave* yang berfungsi sebagai pemanas dan kondensor refluks yang berfungsi sebagai sistem pendingin.

Penelitian ini secara umum bertujuan untuk menghasilkan surfaktan metil ester sulfonat dengan proses sulfonasi metil ester menggunakan bantuan *microwave* pada proses pemanasannya. Penelitian ini menggunakan katalis CaO dan dengan beberapa kondisi penelitian atau variable. Variabel dari penelitian ini antara lain waktu reaksi sulfonasi selama 20, 30, 40, 50, dan 60 menit, berat katalis CaO 1%, 1,5%, dan 2% wt, suhu sulfonasi yang digunakan yaitu 80, 90, dan 100°C, serta rasio mol antara metil ester dengan pensulfonat natrium bisulfit yaitu 1:1, 1:2, 1:3. hingga dihasilkan surfaktan metil ester sulfonate. sedangkan variabel waktu reaksi untuk pemodelan kinetika digunakan waktu selama 5 menit, 10 menit, 15 menit, 20 menit, 25 menit, 30 menit, 35 menit, dan 40 menit.

Adapun dalam proses pembuatan surfaktan metil ester sulfonat dengan metode *microwave* baik pada proses transesterifikasi, sulfonasi serta pemurniannya, material yang telah disiapkan sesuai variabel, dimasukkan dalam labu leher dua kemudian *microwave* dinyalakan sesuai dengan variabel yang telah ditentukan. Uap yang keluar akibat radiasi panas akan dikondensasikan dalam kondensor sehingga kondensat akan jatuh ke dalam labu leher dua. Kemudian dilanjutkan dengan proses penetralan dengan penambahan NaOH hingga didapatkan surfaktan metil ester sulfonat dengan pH 5-7 yang kemudian akan dianalisa komponennya secara kualitatif dan kuantitatif.

3.2 Bahan dan Alat

3.2.1 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

1. Minyak sawit

Minyak sawit digunakan sebagai bahan baku untuk menghasilkan metil ester sulfonat.

2. Metanol

Metanol digunakan sebagai solvent pada proses transesterifikasi minyak dan juga digunakan pada proses pemurnian produk metil ester sulfonat.

3. Katalis KOH

Kalium hidroksida digunakan sebagai katalis dalam proses transesterifikasi.

4. Katalis CaO

Kalsium Oksida (CaO) merupakan katalis yang ditambahkan dalam proses sulfonasi.

5. NaHSO₃

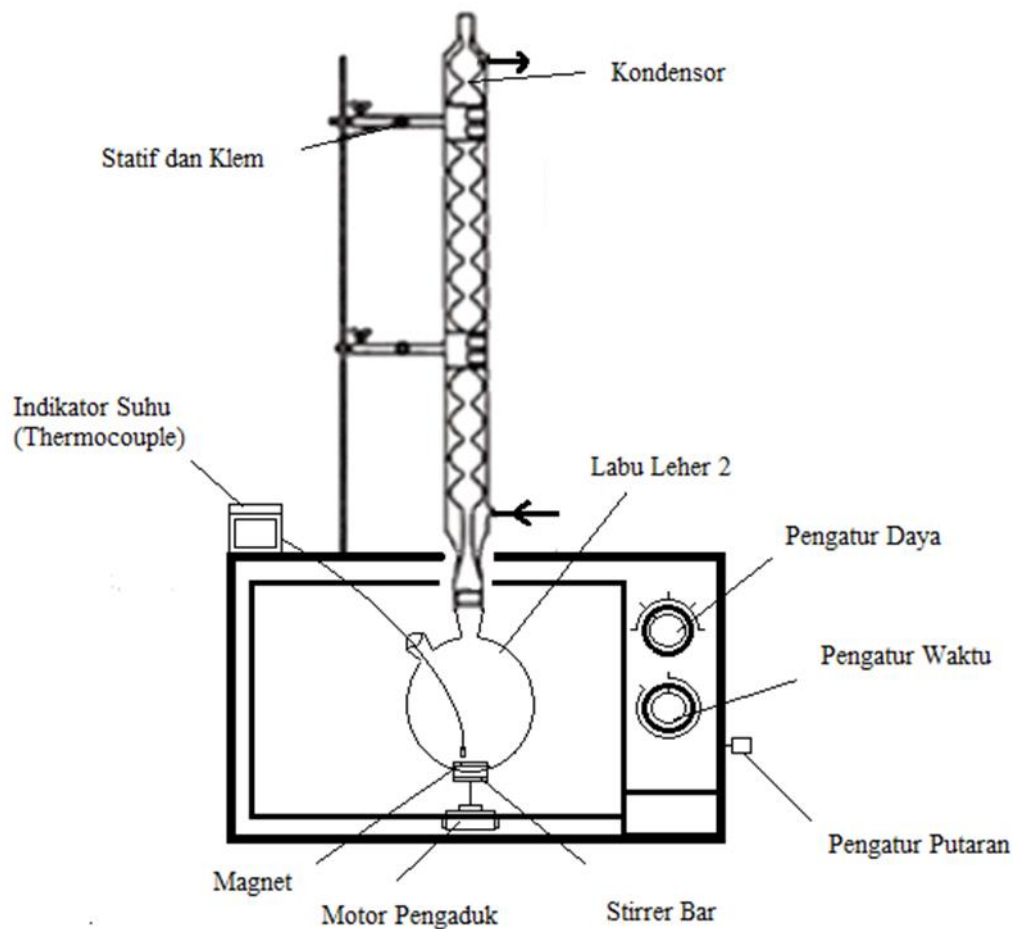
NaHSO₃ digunakan sebagai pemberi gugus sulfonat pada proses sulfonasi.

6. NaOH

Natrium hidroksida digunakan untuk menetralkan pH surfaktan setelah melalui proses pemurnian.

3.2.2 Alat yang digunakan adalah:

Peralatan yang digunakan untuk proses sulfonasi metil ester dengan metode pemanasan *microwave* dapat dilihat pada Gambar 3.1. Peralatan utama terdiri dari *microwave* dengan merk Electrolux model EMM2308X, memiliki frekuensi 2450 MHz (2,45 GHz) dengan daya maksimum 800 watt. *Microwave* memiliki dimensi dengan Panjang 48,5 cm, lebar 37 cm, dan tinggi 29,25 cm. Dalam peralatan utama (*microwave*) dilengkapi dengan reactor batch, yaitu: kaca labu leher dua pyrex dan dilengkapi dengan kondensor refluks, dengan volume reactor sebesar 1000 ml. Dalam reactor batch dilengkapi dengan pengadukan *stirrer* untuk homogenisasi larutan pada saat proses berlangsung



Gambar 3.1 Skema alat untuk sulfonasi metil ester dengan metode pemanasan microwave

Pada penelitian ini digunakan variasi suhu dengan daya microwave yang tetap yaitu sebesar 300 watt. Untuk mempertahankan suhu pada microwave, maka ditambahkan sebuah sensor suhu yaitu *thermocouple* dan pengatur suhu yaitu sebuah *temperature controller*. Termokopel (*Thermocouple*) adalah jenis sensor suhu yang digunakan untuk mendeteksi atau mengukur suhu melalui dua jenis logam konduktor berbeda yang digabung pada ujungnya sehingga menimbulkan efek “*Thermo-electric*”. *Thermocouple* berfungsi sebagai sensor (*detector*) yang merubah suhu yang diterima menjadi nilai tegangan (volt). Sedangkan *temperature controller* berfungsi untuk menerima sinyal yang diberikan oleh *thermocouple* yang berupa tegangan (volt), dimana *temperature controller* ini kemudian akan melakukan perbandingan sesuai dengan pengaturan dan data yang sudah diinput.

Nilai pembacaan atau hasil perhitungan dari *thermocouple* kemudian akan ditampilkan oleh *temperature controller* yang berupa nilai suhu yang diukur.

Thermocouple dan *temperature controller* digunakan untuk mempertahankan suhu pada proses transesterifikasi yaitu pada suhu 60°C dan pada proses sulfonasi yaitu pada suhu 80°C, 90°C, dan 100°C. Pada saat reaksi dijalankan, *thermocouple* akan dimasukkan kedalam labu melalui bagian atas *microwave*, dimana *thermocouple* akan menjadi sensor untuk pembacaan suhu pada bahan kemudian akan ditampilkan pada *temperature controller*. Ketika suhu reaksi didalam labu yang diinginkan sudah tercapai atau sama dengan suhu input, *temperature controller* akan otomatis mematikan *microwave* dan akan kembali menyalakan *microwave* ketika suhu bahan sudah lebih rendah dari suhu yang diinput. *Thermocouple* yang digunakan memiliki rentang suhu $\pm 2^\circ\text{C}$.

3.3 Prosedur Penelitian

3.3.1 Proses Transesterifikasi

1. Menimbang bahan baku sesuai dengan rasio yang telah ditentukan
2. Melakukan instalasi alat
3. Memasukkan bahan baku kedalam labu.
4. Mengalirkan air pada sistem pendingin
5. Menyalakan *microwave* agar labu yang telah terisi bahan baku mendapatkan paparan radiasi *microwave* sesuai kondisi operasi dan variable penelitian sambil diaduk dengan *magnetic stirrer*
6. Menghentikan proses setelah waktu yang telah ditentukan
7. Mencuci produk hasil transesterifikasi dengan aquadest hangat (60°C)
8. Memisahkan lapisan atas yang berupa metil ester dengan lapisan bawah yang berupa air cucian yang mengandung katalis, gliserol, dan sisa methanol.
9. Memanaskan metil ester dalam oven bersuhu 110°C untuk mengurangi kadar air dalam metil ester

3.3.2 Proses Sulfonasi

1. Menimbang bahan baku sesuai dengan rasio yang telah ditentukan
2. Melakukan instalasi alat
3. Memasukkan bahan baku kedalam distiller
4. Mengalirkan air pada system pendingin
5. Menyalakan microwave agar labu yang telah terisi bahan baku mendapatkan paparan radiasi microwave sesuai kondisi operasi dan variable penelitian sambil diaduk dengan magnetic stirrer
6. Menghentikan proses setelah waktu yang telah ditentukan
7. Memisahkan hasil dengan corong pisah
8. Mengambil lapisan atas yang berupa metil ester sulfonat.

3.3.3 Proses Pemurnian

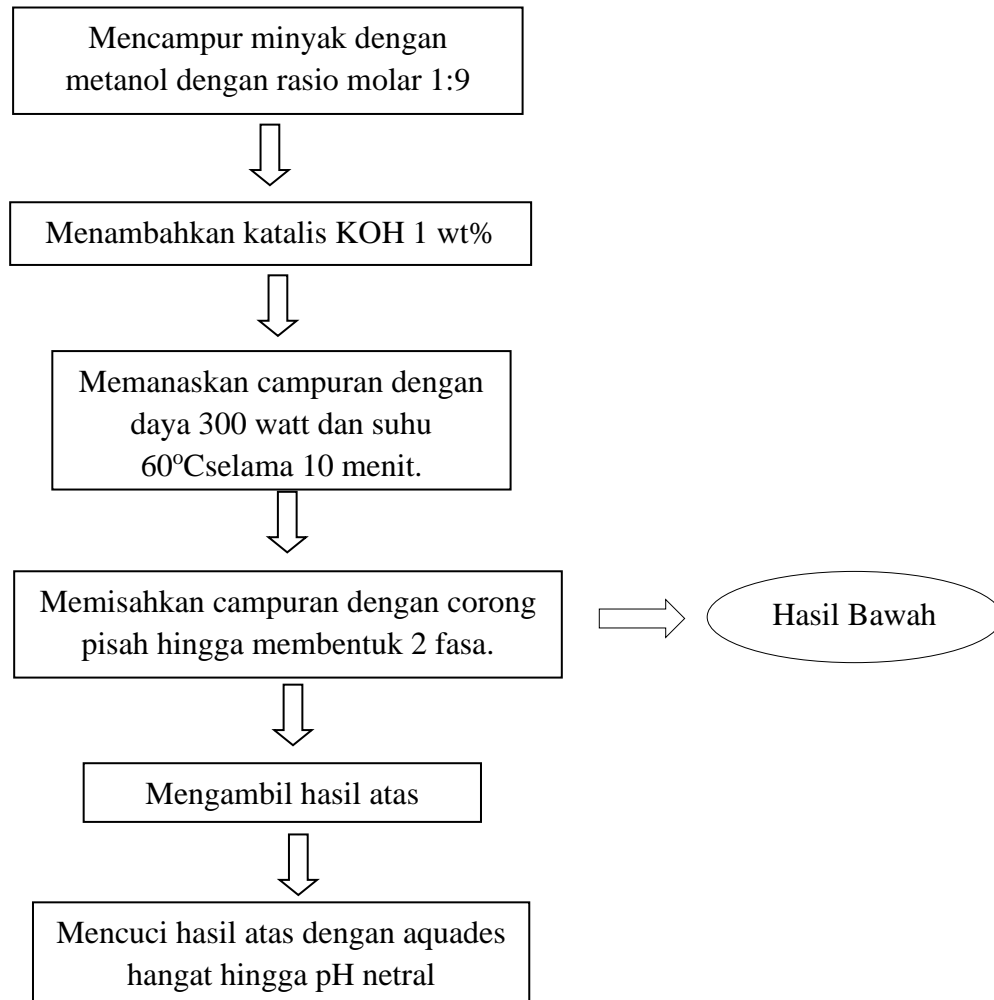
1. Melakukan instalasi alat
2. Memasukkan metil ester sulfonat hasil sulfonasi kedalam distiller
3. Menambahkan methanol sesuai dengan rasio yang telah ditentukan
4. Mengalirkan air pada system pendingin
5. Menyalakan microwave agar distiller yang telah terisi bahan baku mendapatkan paparan radiasi microwave selama 10 menit pada daya 150 watt sambil diaduk dengan magnetic stirrer
6. Menghentikan proses setelah waktu yang telah ditentukan
7. Memisahkan metil ester sulfonat dengan methanol sisa dengan cara penguapan.

3.3.4 Proses penetralan

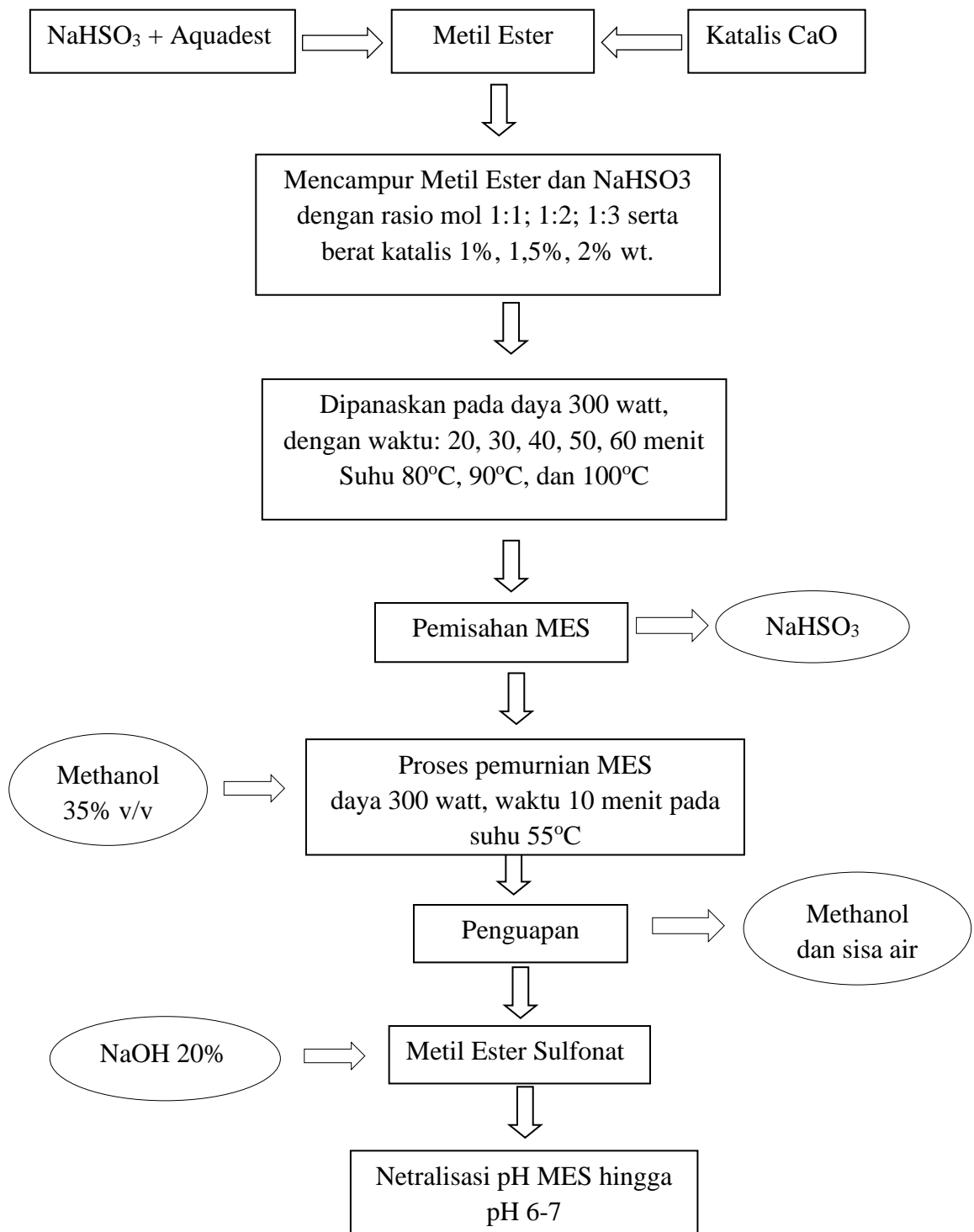
1. Menambahkan NaOH 20% kedalam metil ester sulfonat hasil pemurnian.
2. Menetralkan metil ester sulfonat hingga pH 6-7

3.4 Diagram Alir Penelitian

3.4.1 Proses Transesterifikasi



3.4.2 Proses Sulfonasi



3.5 Kondisi Operasi dan Variabel Penelitian

3.5.1 Kondisi Operasi

Kondisi operasi yang digunakan pada proses transesterifikasi adalah sebagai berikut (Motasemi dan Ani, 2011):

1. Tekanan atmosferik
2. Waktu radiasi selama 10 menit.
3. Konsentrasi katalis KOH 1% wt.
4. Daya sebesar 300 watt.
5. Suhu transesterifikasi sebesar 60°C
6. Ratio mol minyak sawit dan methanol 1:9

Sedangkan kondisi operasi yang digunakan pada proses sulfonasi metil ester minyak sawit dengan bantuan microwave adalah pada tekanan atmosferik dan daya microwave 300 watt. Dan kondisi operasi pada proses pemurnian yaitu pada daya 300 watt, suhu 55°C, dan waktu reaksi 10 menit.

3.5.2 Variabel Penelitian

3.5.2.1 Variabel Proses Sulfonasi

Variabel pada proses sulfonasi pada penelitian ini adalah rasio mol antara metil ester dengan pensulfonat natrium bisulfit, suhu, dan lamanya waktu reaksi, serta jumlah katalis CaO. Berikut merupakan variabel percobaan yang akan dilakukan:

1. Waktu reaksi: 20 menit, 30 menit, 40 menit, 50 menit, 60 menit.
2. Katalis CaO: 1%, 1,5%, 2% wt.
3. Suhu: 80°C, 90 °C, 100 °C
4. Rasio mol antara metil ester dengan natrium bisulfit: 1:1, 1:2, 1:3.

3.5.2.2 Variabel untuk Kinetika

Adapun variabel penelitian yang digunakan untuk membuat model kinetika reaksi sulfonasi metil ester antara lain:

1. Waktu reaksi kinetika: 5 menit, 10 menit, 15 menit, 20 menit, 25 menit, 30 menit, 35 menit, 40 menit.
2. Katalis CaO: 1,5%

3. Suhu: 100°C
4. Rasio mol antara metil ester dengan natrium bisulfit: 1:1, 1:2, 1:3.

3.6 Besaran yang diukur dan diamati

Adapun beberapa besaran yang diukur dan diamati terhadap metil ester sulfonat yang diperoleh antara lain:

3.6.1 Pengukuran yield metil ester sulfonat

$$Yield = \frac{\text{Volume MES yang dihasilkan}}{\text{Volume ME yang digunakan}} \times 100\% \dots\dots\dots 3.1$$

3.6.2 MES yang dihasilkan dianalisa gugus fungsinya dengan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)

3.6.3 Tegangan permukaan diukur dengan menggunakan Tensiometer atau pipa kapiler.

3.6.4 Penetapan sifat fisik

1. Analisa berat jenis dengan menggunakan piknometer
2. Analisa kekentalan dengan menggunakan viscometer
3. Analisa pH dengan pH meter

3.7 Analisa Metil Ester Sulfonat

3.7.1 Yield

Yield surfaktan metil ester sulfonat diukur dengan menggunakan rasio antara volume metil ester dengan volume metil ester sulfonate yang dihasilkan.

3.7.2 Densitas

Densitas surfaktan metil ester sulfonat yang dihasilkan ditimbang beratnya dengan menggunakan piknometer yang sebelumnya sudah diketahui beratnya.

3.7.3 Viskositas

Viskositas surfaktan metil ester sulfonat diukur dengan menggunakan viscometer dengan menghitung waktu yang dibutuhkan cairan untuk mengalir didalam viscometer.

3.7.4 pH

pH surfaktan metil ester sulfonate diukur dengan mengambil beberapa ml sampel dan memasukkan kedalam gelas beker kemudian diukur pH nya dengan menggunakan pH meter.

3.7.5 Tegangan Permukaan

Menentukan tegangan permukaan dengan metode kenaikan pipa kapiler didasarkan atas ketinggian larutan yang berada didalam pipa yang dikurangi ketinggian larutan diluar pipa.

3.7.6 Penentuan Harga HLB (Hidrophilic Lipophilic Balance)

Penentuan harga HLB dilakukan secara teori, dengan rumus:

$$HLB = \Sigma \{ \text{gugus-gugus hidrofilik} \} + \Sigma \{ \text{gugus-gugus lipofilik} \} + 7 \dots\dots\dots 3.3$$

(Adamson, 1990)

3.8 Pemodelan Matematika

Pemodelan matematika untuk proses sulfonasi metil ester minyak sawit dengan menggunakan bantuan *microwave* yaitu:

1. Optimasi untuk menentukan kondisi optimum setiap faktor yang digunakan dengan menggunakan *Response Surface Methodology* (RSM). Software yang digunakan adalah *Design-Expert* (State-Ease Inc., Minneapolis, USA) yang digunakan untuk mendapatkan koefisien dari model polinomial kuadrat. Faktor-faktor yang digunakan untuk optimasi antar alain: waktu sulfonasi, konsentrasi katalis CaO, suhu sulfonasi, serta rasio mol antara metil ester dengan natrium bisulfit.
2. Pemodelan matematika untuk proses sulfonasi metil ester minyak sawit dengan menggunakan bantuan *microwave* yaitu pemodelan kinetika menggunakan orde satu. Pemodelan dilakukan dengan cara fitting nilai k' dan dengan menggunakan solver untuk menyelesaikan persamaan 2.23 sehingga diperoleh nilai konstanta laju reaksi kinetika (k').

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini membahas tentang pembuatan dan karakterisasi surfaktan metil ester sulfonat dari minyak sawit dengan menggunakan bantuan *microwave*. Penelitian ini terdiri dari beberapa tahapan proses yaitu proses Transesterifikasi untuk mengubah minyak sawit menjadi metil ester sulfonat. Proses selanjutnya adalah proses sulfonasi yang dilakukan untuk mengubah metil ester menjadi metil ester sulfonat kemudian dilanjutkan dengan proses pemurnian metil ester sulfonat yang dihasilkan serta proses penetralan metil ester sulfonat. Analisa dan karakterisasi produk metil ester sulfonat yang dihasilkan meliputi Analisa kualitatif dan Analisa kuantitatif yang berupa Analisa yield metil ester sulfonat, densitas metil ester sulfonat, viskositas kinematik metil ester sulfonat, pH metil ester sulfonat, tegangan permukaan metil ester sulfonat, *Fourier Transform Infra Red* (FTIR), nilai *Hidrophilic Lipophilic Balance* (HLB), serta dilakukan pemodelan matematika dari proses sulfonasi metil ester sulfonat.

4.1 *Microwave-Assisted*

Microwaved-assisted sulfonation merupakan proses sulfonasi atau perubahan senyawa metil ester menjadi metil ester sulfonat dengan bantuan radiasi dari *microwave*. Proses produksi surfaktan metil ester sulfonat dengan menggunakan proses transesterifikasi-sulfonasi berbantuan *microwave* dilakukan dengan penambahan katalis kalsium oksida (CaO) dan pensulfonasi natrium bisulfit (NaHSO₃) yang digunakan untuk memberikan gugus sulfonat pada metil ester.

Selama proses pemanasan yang terjadi, efisiensi bahan yang ditargetkan dalam menyerap radiasi *microwave* sangat tergantung pada senyawa polar atau dalam kasus ini kadar air pada pelarut natrium bisulfit serta pelarut metanol. Jika kadar air terlalu sedikit, maka pemanasan yang terjadi akan terjadi sedikit ataupun tidak ada. Sedangkan jika kandungan senyawa polar terlalu berlebih, maka dibutuhkan energi dan waktu yang berlebihan untuk memanaskan bahan dan pelarut (Yang et al., 2019).

4.2 Karakteristik bahan baku minyak sawit

Minyak sawit yang akan digunakan sebagai bahan baku terlebih dahulu dilakukan analisis sifat fisik yang meliputi Analisa densitas, viskositas, dan Analisa kadar FFA (*Free Fatty Acid*) serta warna untuk mengetahui karakteristik dari minyak sawit yang akan digunakan. Hasil Analisa dari minyak sawit dapat dilihat pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Karakteristik Minyak Sawit

Parameter	Hasil
Densitas pada suhu 40°C (gr/ml)	0,8959
Viskositas Kinematik pada suhu 40°C (cSt)	34,3176
Warna	Jingga Kemerahan
% FFA	0,062%

Dari Tabel 4.1 diatas terlihat bahwa minyak sawit yang akan digunakan sebagai bahan baku memiliki kadar %FFA < 2% sehingga minyak sawit ini dapat langsung digunakan untuk proses transesterifikasi dengan menggunakan katalis basa kalium hidroksida tanpa dikhawatirkan akan terjadi reaksi saponifikasi dan juga minyak sawit ini tidak memerlukan adanya proses pre-treatment atau proses esterifikasi sebelumnya.

4.3 Hasil Analisa GCMS pada bahan baku minyak sawit

Analisa GCMS (*Gas Chromatography Mass Spectrometry*) pada minyak sawit dilakukan untuk mengetahui komponen-komponen asam lemak yang terkandung didalam minyak sawit sehingga berat molekul dari minyak sawit dapat diketahui. Hasil Analisa GCMS minyak sawit ditunjukkan pada Tabel 4.2

Dari hasil Analisa GCMS pada Tabel 4.2 dapat diketahui bahwa komponen yang paling dominan pada minyak sawit adalah asam oleat dengan komposisi sebesar 45,962% dan juga asam palmitat dengan komposisi 38,201%. Hasil Analisa yang diperoleh ini telah sesuai dengan literatur-literatur yang ada yang menyebutkan bahwa kandungan dan komposisi asam lemak yang paling dominan

pada minyak sawit adalah asam palmita dengan komposisi 40-46 % dan juga asam oleat dengan komposisi 39-45% (Ketaren, 1986).

Tabel 4.2 Komposisi Asam Lemak Minyak Sawit

RT	Area	Fatty Acid	Name of Fatty Acid	
0.000	0.00000	0.000	C8	<i>Caprylic</i>
0.000	0.00000	0.000	C10	<i>Capric</i>
2.666	25.08736	0.262	C12	<i>Lauric</i>
3.484	96.83257	1.012	C14	<i>Myristic</i>
5.000	3655.41284	38.201	C16	<i>Palmitic</i>
7.612	348.03732	3.637	C18	<i>Stearic</i>
8.182	4398.03271	45.962	C18:1	<i>Oleic</i>
9.066	1045.53381	10.926	C18:2	<i>Linoleic</i>
Total:			100%	

Dari hasil Analisa tersebut juga diketahui kandungan asam lemak lainnya yang terdapat pada minyak sawit, sehingga berat molekul minyak sawit yang akan digunakan sebagai bahan baku dapat dihitung. Berat molekul minyak sawit hasil perhitungan yang dilakukan diperoleh sebesar 850,6811 g/mol. Berat molekul minyak sawit yang diperoleh ini hampir mendekati dengan berat molekul minyak sawit yang didapatkan dari literatur-literatur yang ada, yaitu sebesar 854,3 g/mol (Derawi et al., 2014) dan 847,3 g/mol (Baroutian et al., 2009).

4.4 Proses Transesterifikasi

Proses Transesterifikasi merupakan tahapan awal dalam pembuatan surfaktan metil ester sulfonat. Hasil dari proses transesterifikasi ini menghasilkan metil ester dengan yield yang cukup besar yaitu 98%. Hasil Analisa fisik metil ester minyak sawit dari proses transesterifikasi dapat dilihat pada Tabel 4.3.

Hasil analisa sifat fisik metil ester yang dihasilkan ini dapat diketahui bahwa metil ester yang dihasilkan telah sesuai dengan standart SNI 7182:2015 dengan nilai viskositas kinematic sebesar 2,3 – 6 cSt dan densitas sebesar 0,85 – 0,89 gr/ml.

Tabel 4.3 Karakteristik Metil Ester Minyak Sawit

Parameter	Hasil	SNI
Densitas pada suhu 40°C (gr/ml)	0,8546	0,850 – 0,890
Viskositas Kinematik pada suhu 40°C (cSt)	3,1869	2,3 - 6
Warna	Jingga Kemerahan	Jingga kemerahan

Dari Tabel diatas terlihat bahwa densitas dan viskositas metil ester lebih rendah dibandingkan bahan bakunya, hal ini dikarenakan terjadinya pemutusan rantai gliserol yang terdapat dalam minyak (Aziz, 2008) dan pengaruh oleh gaya antar molekul yang terdapat dalam minyak (Santoso et al., 2019). Nilai densitas dan viskositas metil ester ini berbeda dari nilai densitas dan viskositas bahan bakunya yaitu minyak sawit yang menandakan bahwa proses transesterifikasi telah menghasilkan senyawa baru dalam bentuk metil ester.

Secara teori, semakin besar kadar metanol maka semakin sedikit gliserol yang dihasilkan sementara asam-asam lemak didalam minyak sawit lebih banyak yang terkonversi menjadi metil ester sehingga densitasnya lebih rendah. Namun sebenarnya jika terlalu banyak metanol pada suatu reaksi maka proses reaksi akan berjalan lebih lama dengan hasil yang kurang efisien.

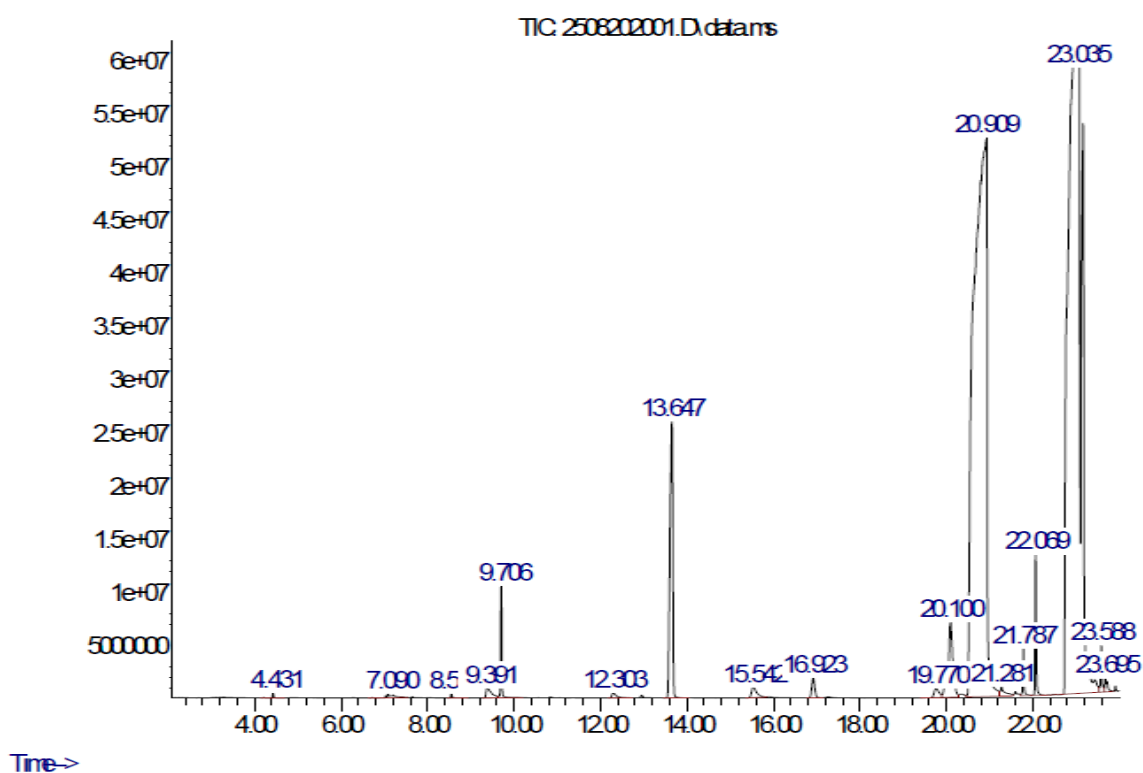
Adapun berat molekul dari metil ester ini dapat ditentukan dengan melakukan Analisa GC-MS untuk mengetahui komponen-komponen metil ester minyak sawit. Dengan mengetahui komponen-komponen metil ester relative terhadap total komponen metil ester maka didapat komposisi komponen-komponen yang ada didalam metil ester minyak sawit. Hasil GCMS metil ester dapat dilihat pada Gambar 4.1 dan Tabel 4.4.

Dari hasil Analisa GCMS, senyawa metil ester yang dihasilkan dari transesterifikasi minyak sawit sebesar 99,07 %. Hasil Analisa GC-MS metil ester diatas terlihat bahwa substansi atau kandungan metil ester telah terbentuk seperti *methyl tetradecanoate* dengan komposisi sebanyak 4,41%, *11-Hecadecenoic Acid methyl ester* dengan komposisi sebanyak 1,87%, *Pentadecanoic acid methyl ester (Methyl 9-methyltetradecanoate)* dengan komposisi 0,33%, dan lain sebagainya. Dari hasil Analisa GCMS tersebut juga dapat diketahui bahwa komponen yang

paling dominan pada metil ester minyak sawit ini adalah metil ester asam oleat (9-Octadecenoic acid) dengan komposisi sebesar 50.2865% dan juga metil ester asam palmitat (Hexadecanoic Acid) 41.9157%.

Tabel 4.4 Hasil GCMS Asam lemak Metil Ester Minyak Sawit

RT	% Area	Methyl Ester
4.431	0.0409	C9 <i>Methyl caprylate</i>
7.090	0.1433	C11 <i>Methyl caprate</i>
9.706	0.7982	C13 <i>Methyl laurate</i>
13.647	4.5129	C15 <i>Methyl Myristate</i>
20.100	1.9136	C17 <i>Methyl Palmitoleate</i>
20.909	41.9157	C17 <i>Methyl Palmitate</i>
22.069	0	C19 <i>Methyl Stearate</i>
23.035	50.2865	C19 <i>Methyl Oleate</i>
23.695	0.3889	C19 <i>Methyl Linoleate</i>



Gambar 4.1 Hasil GCMS Metil Ester Minyak Sawit

Hasil Analisa yang diperoleh ini telah sesuai dengan bahan baku minyak sawit yang digunakan dengan kandungan dan komposisi asam lemak yang paling

dominan pada minyak sawit yaitu asam palmitat dengan komposisi 38.201% dan juga asam oleat dengan komposisi 45.962%. Melalui perhitungan dari komposisi metil ester yang telah diketahui maka didapat berat molekul dari metil ester minyak sawit ini. Dimana berat molekul metil ester yang diperoleh sebesar 280.4935 gr/mol. Berat molekul metil ester minyak sawit yang diperoleh ini hampir mendekati dengan berat molekul metil ester minyak sawit yang didapatkan dari literatur-literatur yang ada, yaitu sebesar 284.054 g/mol (El-araby et al., 2017). Dengan diketahuinya berat molekul metil ester maka proses sulfonasi dapat dilakukan.

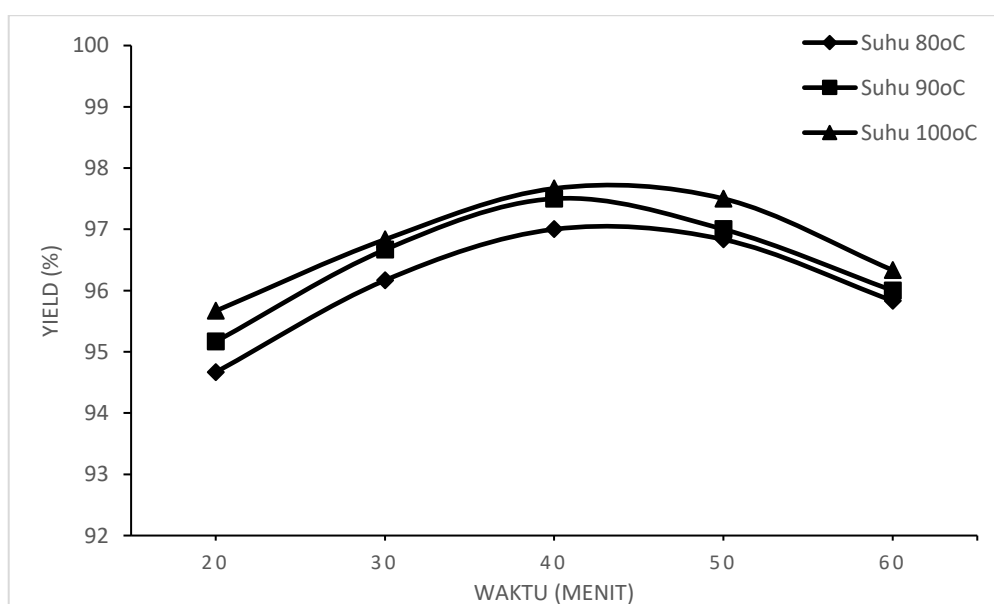
4.5 Proses Sulfonasi

Sulfonasi merupakan proses utama dalam pembuatan surfaktan metil ester sulfonat. Adapun hasil dari proses sulfonasi metil ester sulfonate dengan menggunakan *microwave* dilakukan Analisa yield, viskositas, densitas, pH, dan tegangan permukaan. Selain itu dilakukan pemodelan matematika yaitu optimasi dengan menggunakan RSM serta kinetika reaksi. Sebelum melakukan proses sulfonasi dan analisa nilai yield, terlebih dahulu perlu untuk mengetahui konversi kesetimbangan pada reaksi sulfonasi pembentukan metil ester sulfonat dari metil ester minyak sawit sesuai dengan reaksi pada Gambar 2.6. Nilai konversi kesetimbangan perlu diketahui agar dapat mengetahui nilai konversi maksimum yang mampu dicapai oleh sebuah reaksi kimia pada kondisi tertentu. Konversi kesetimbangan dapat diperoleh melalui perhitungan kesetimbangan reaksi dengan menggunakan data entalpi dan energi bebas gibbs dari reaktan yaitu metil ester dan natrium bisulfit serta produk yang berupa metil ester sulfonat. Akan tetapi, dikarenakan keterbatasan dan ketiadaan data energi bebas gibbs untuk produk metil ester sulfonat, maka perhitungan konversi kesetimbangan tidak dapat dilakukan pada proses sulfonasi ini sehingga produk metil ester sulfonat yang dihasilkan langsung dilakukan analisa nilai yieldnya.

4.5.1 Pengaruh Waktu Sulfonasi terhadap Yield

Yield merupakan perbandingan antara massa produk MES dengan massa bahan baku metil ester minyak sawit. Massa metil ester sulfonat yang didapat dari percobaan bukan merupakan produk yang murni dikarenakan masih adanya

kandungan di-salt serta metil ester yang masih belum terkonversi pada proses sulfonasi yang terikut pada produk. Waktu reaksi merupakan salah satu variabel yang berperan penting pada proses sulfonasi dalam konversi metil ester minyak sawit menjadi produk surfaktan metil ester sulfonat. Waktu reaksi juga sangat penting untuk diketahui dikarenakan waktu reaksi berhubungan dengan efektivitas suatu proses serta untuk mencari kondisi yang terbaik dari suatu reaksi untuk mendapatkan produk yang optimum. Untuk mempelajari dan mengetahui pengaruh waktu sulfonasi terhadap yield metil ester sulfonat maka variabel yang digunakan yaitu konsentrasi katalis sebesar 1,5% dengan rasio antara metil ester terhadap natrium bisulfit 1:1; 1:2; dan 1:3 dengan suhu sulfonasi 80°C, 90°C, 100°C untuk waktu sulfonasi selama 20, 30, 40, 50, dan 60 menit. Gambar hubungan antara waktu sulfonasi terhadap yield metil ester sulfonat pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:1 pada berbagai suhu serta katalis ditunjukkan pada Gambar 4.2, Gambar 4.3, dan Gambar 4.4 dibawah ini.



Gambar 4.2 Hubungan antara waktu sulfonasi terhadap yield metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:1 pada berbagai suhu.

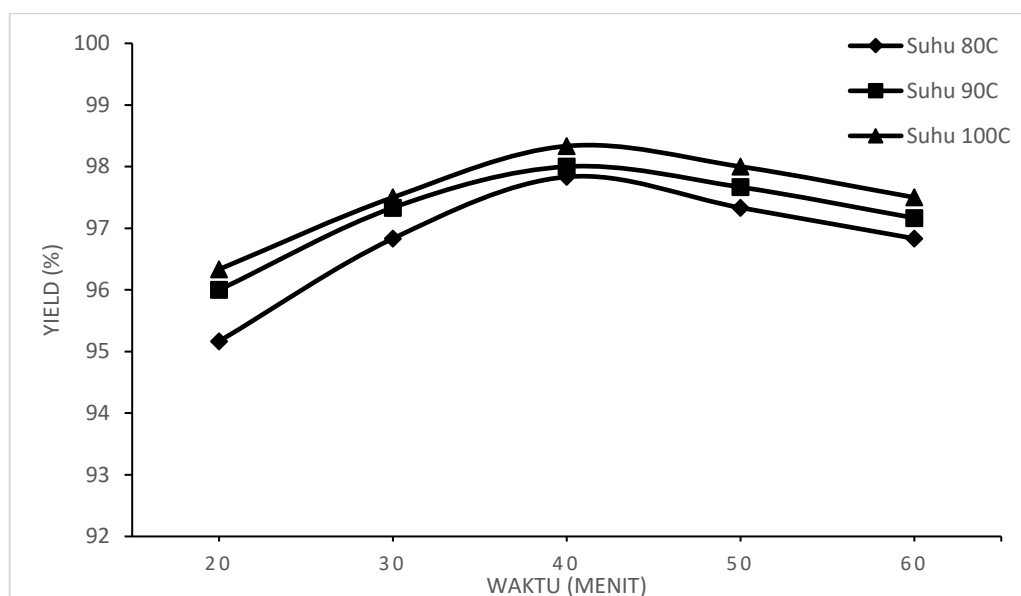
Gambar 4.2 menunjukkan Hubungan antara waktu sulfonasi terhadap yield metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil

ester dan natrium bisulfit 1:1 pada berbagai suhu. Dari Gambar ini dapat dilihat bahwa yield metil ester sulfonat meningkat dari waktu 20 menit sampai dengan waktu 40 menit dan mengalami penurunan pada waktu reaksi 40 menit ke waktu reaksi 60 menit. Penggunaan suhu yang semakin tinggi juga meningkatkan nilai yield dari metil ester sulfonat. Yield metil ester sulfonat yang terbesar diperoleh pada waktu reaksi 40 menit dengan suhu sulfonasi 100°C yakni sebesar 97.67%. Semakin lama waktu reaksi yang digunakan dalam suatu proses maka yield yang diperoleh akan semakin besar. Hal ini disebabkan karena semakin lama waktu reaksi maka kontak antara zat yang bereaksi akan semakin besar sehingga kemungkinan akan semakin banyak gugus sulfonat yang dapat berikatan atau berinteraksi dengan metil ester. Dengan semakin banyak gugus sulfonat yang terikat pada metil ester akan dapat menyebabkan konversi metil ester menjadi metil ester sulfonat akan semakin besar sehingga yield produk metil ester sulfonat yang didapat juga akan semakin besar.

Akan tetapi waktu reaksi yang terlalu lama dapat menurunkan nilai yield dari produk hal ini dapat disebabkan karena semakin lama waktu reaksi yang digunakan tidak hanya dapat meningkatkan pembentukan komponen metil ester sulfonat saja tetapi juga garam di-salt yang semakin meningkat yang dapat menurunkan hasil dan kinerja surfaktan metil ester sulfonat terutama dalam menurunkan tegangan permukaan (Hidayati, 2006). Selain itu, pemanasan yang lama akan berpengaruh terhadap gaya kohesi (tarik menarik) antar molekul pada cairan. Pemanasan secara terus menerus akan mengurangi gaya kohesi dan akan meningkatkan perubahan molekul didalamnya termasuk melemahnya ikatan C-S, sehingga dapat menyebabkan terlepasnya gugus SO_3 pada molekul metil ester sehingga dapat menyebabkan berkurangnya jumlah metil ester yang terkonversi menjadi metil ester sulfonat sehingga menurunkan nilai yield yang dihasilkan (Hidayat, 2011).

Waktu reaksi yang menyebabkan nilai yield menurun ini juga dimungkinkan karena penggunaan microwave sebagai sumber energi yang mana penggunaan microwave ini yang memberikan efek termal langsung pada bahan yang dipanaskan sehingga dengan waktu yang cepat dapat meningkatkan yield dari produk dan pada waktu tertentu dapat menurunkan yield dari produk itu sendiri.

Penurunan nilai yield ini juga dapat disebabkan karena energi yang dibutuhkan oleh pelarut sangat besar dan dapat memungkinkan rusaknya molekul organik yang terkandung didalam metil ester yang menyebabkan interaksi antar molekul didalam bahan menjadi tidak beraturan (Patil et al., 2011). Hasil penelitian ini didukung dengan penelitian sebelumnya yang menggunakan metode konvensional yang menyatakan bahwa waktu reaksi pada proses sulfonasi berpengaruh terhadap yield metil ester sulfonat (Xu et al., 2016). Adapun hubungan antara waktu sulfonasi terhadap yield metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:2 pada berbagai suhu dapat dilihat pada Gambar 4.3.



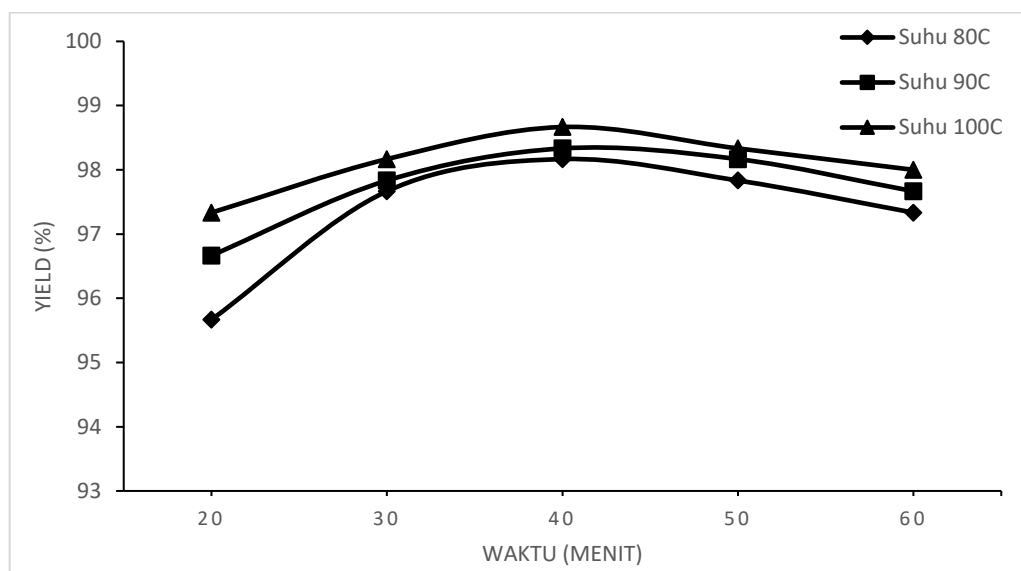
Gambar 4.3 Hubungan antara waktu sulfonasi terhadap yield metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:2 pada berbagai suhu.

Dari Gambar 4.3 dapat dilihat bahwa yield metil ester sulfonat meningkat dari waktu 20 menit sampai dengan waktu 40 menit dan mengalami penurunan pada waktu reaksi 40 menit ke waktu reaksi 60 menit. Penggunaan suhu yang semakin tinggi juga meningkatkan nilai yield dari metil ester sulfonat. Yield metil ester sulfonat yang terbesar diperoleh pada waktu reaksi 40 menit dengan suhu sulfonasi 100°C yakni sebesar 98.33% dan yield metil ester sulfonat yang terendah diperoleh

pada waktu reaksi 20 menit pada suhu 80°C yaitu sebesar 95.17%. Semakin lama waktu reaksi yang digunakan dalam suatu proses maka yield yang diperoleh akan semakin besar. Hal ini disebabkan karena semakin lama waktu reaksi maka kontak antara zat yang bereaksi akan semakin besar sehingga semakin banyak pula metil ester yang terkonversi membentuk metil ester sulfonat sehingga yield produk metil ester sulfonat yang didapat juga akan semakin besar. Akan tetapi waktu reaksi yang terlalu lama dapat menurunkan nilai yield dari produk hal ini dapat disebabkan karena semakin lama waktu reaksi yang digunakan tidak hanya meningkatkan pembentukan komponen metil ester sulfonat saja tetapi juga garam di-salt yang semakin meningkat yang dapat menurunkan hasil dan kinerja surfaktan metil ester sulfonat terutama dalam menurunkan tegangan permukaan (Hidayati, 2006). Waktu reaksi yang menyebabkan nilai yield menurun ini juga dimungkinkan karena penggunaan microwave sebagai sumber energi yang mana penggunaan microwave ini yang memberikan efek termal langsung pada bahan yang dipanaskan sehingga dengan waktu yang cepat dapat meningkatkan yield dari produk dan pada waktu tertentu dapat menurunkan yield dari produk itu sendiri. Penurunan nilai yield ini juga dapat disebabkan karena energi yang dibutuhkan oleh pelarut sangat besar dan dapat memungkinkan rusaknya molekul organik yang terkandung didalam metil ester yang menyebabkan interaksi antar molekul didalam bahan menjadi tidak beraturan (Patil et al., 2011). Hasil penelitian ini didukung dengan penelitian sebelumnya yang menggunakan metode konvensional yang menyatakan bahwa waktu reaksi pada proses sulfonasi berpengaruh terhadap yield metil ester sulfonat (Xu et al., 2016). Adapun hubungan antara waktu sulfonasi terhadap yield metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:2 pada berbagai suhu dapat dilihat pada Gambar 4.4.

Gambar 4.4 memperlihatkan Hubungan antara waktu sulfonasi terhadap yield metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:3. Dari Gambar ini dapat dilihat bahwa yield metil ester sulfonat meningkat dari waktu 20 menit sampai dengan waktu 40 menit dan mengalami penurunan pada waktu reaksi 40 menit ke waktu reaksi 60 menit. Penggunaan suhu yang semakin tinggi juga meningkatkan nilai yield dari metil ester sulfonat. Yield metil ester sulfonat yang terbesar diperoleh pada waktu reaksi

40 menit dengan suhu sulfonasi 100°C yakni sebesar 98.67% dan yield metil ester sulfonat yang terendah diperoleh pada waktu reaksi 20 menit pada suhu 80°C yaitu sebesar 95.67%.



Gambar 4.4 Hubungan antara waktu sulfonasi terhadap yield metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:3 pada berbagai suhu.

Semakin lama waktu reaksi yang digunakan dalam suatu proses maka yield yang diperoleh akan semakin besar. Hal ini disebabkan karena semakin lama waktu reaksi maka kontak antara zat yang bereaksi akan semakin besar sehingga semakin banyak pula metil ester yang terkonversi membentuk metil ester sulfonat sehingga yield produk metil ester sulfonat yang didapat juga akan semakin besar. Akan tetapi waktu reaksi yang terlalu lama dapat menurunkan nilai yield dari produk hal ini dapat disebabkan karena semakin lama waktu reaksi yang digunakan tidak hanya meningkatkan pembentukan komponen metil ester sulfonat saja yang tetapi juga garam di-salt yang semakin meningkat yang dapat menurunkan hasil dan kinerja surfaktan metil ester sulfonat terutama dalam menurunkan tegangan permukaan (Hidayati, 2006). Waktu reaksi yang menyebabkan nilai yield menurun ini juga dimungkinkan karena penggunaan microwave sebagai sumber energi yang mana penggunaan microwave ini yang memberikan efek termal langsung pada bahan

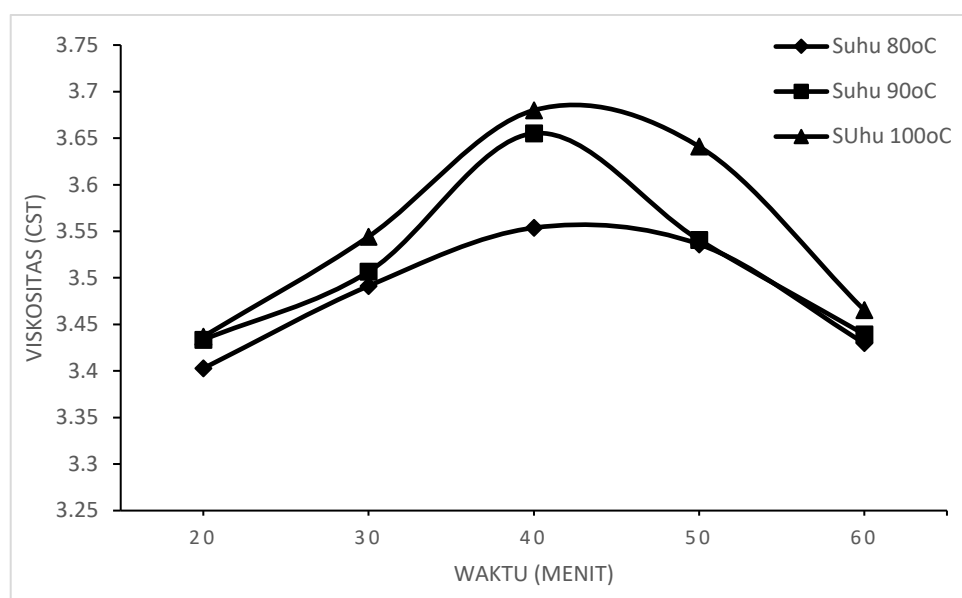
yang dipanaskan sehingga dengan waktu yang cepat dapat meningkatkan yield dari produk dan pada waktu tertentu dapat menurunkan yield dari produk itu sendiri. Penurunan nilai yield ini juga dapat disebabkan karena energi yang dibutuhkan oleh pelarut sangat besar dan dapat memungkinkan rusaknya molekul organik yang terkandung didalam metil ester yang menyebabkan interaksi antar molekul didalam bahan menjadi tidak beraturan (Patil et al., 2011). Hasil penelitian ini didukung dengan penelitian sebelumnya yang menggunakan metode konvensional yang menyatakan bahwa waktu reaksi pada proses berpengaruh terhadap yield metil ester sulfonat (Xu et al., 2016).

Dari hasil diatas, dapat disimpulkan bahwa semakin lama waktu reaksi yang digunakan dalam proses sulfonasi maka akan semakin besar atau semakin banyak reaktan yang terkonversi menjadi produk. Namun apabila reaksi telah mencapai suatu kesetimbangan reaksi, maka penambahan waktu pemanasan tidak akan meningkatkan nilai *yield* melainkan dapat menurunkan nilai *yield*.

4.5.2 Pengaruh waktu sulfonasi terhadap Viskositas

Viskositas merupakan sifat intrinsik fluida yang menunjukkan ketahanan fluida untuk mengalir. Pengukuran viskositas bertujuan untuk melihat kekentalan dari surfaktan metil ester sulfonat yang dihasilkan. Pengukuran viskositas mes ini dilakukan dengan menggunakan *Viscometer Ostwald*. Proses sulfonasi metil ester minyak sawit menghasilkan produk berupa metil ester sulfonat berwarna jingga kemerahan serta kuning keruh dengan kekentalan yang lebih tinggi dibandingkan dengan nilai kekentalan dari metil ester minyak sawit yang digunakan sebagai bahan bakunya. Bertambahnya nilai kekentalan dapat digunakan sebagai salah satu indikator bahwa selama proses sulfonasi telah terjadi konversi metil ester menjadi metil ester sulfonat. Nilai viskositas atau kekentalan suatu cairan merupakan sifat fluida yang dipengaruhi oleh ukuran molekul dan gaya antarmolekul. Dimana dengan terikatnya gugus sulfonat pada metil ester menjadikan metil ester sulfonat cenderung memiliki ukuran molekul yang lebih besar sehingga memiliki viskositas yang lebih tinggi dibandingkan bahan bakunya (ME). Analisa nilai viskositas metil ester sulfonat yang didapat menunjukkan variasi nilai viskositas yang berkisar antara 3.32 – 3.75 cSt dimana nilai viskositas tersebut lebih besar dibandingkan bahan baku metil ester minyak sawit yang memiliki nilai viskositas sebesar 2.736

cSt. Gambar hubungan antara waktu reaksi sulfonasi terhadap viskositas metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada berbagai suhu dengan rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:1; 1:2; dan 1:3 dapat dilihat pada Gambar 4.5, Gambar 4.6, dan Gambar 4.7.



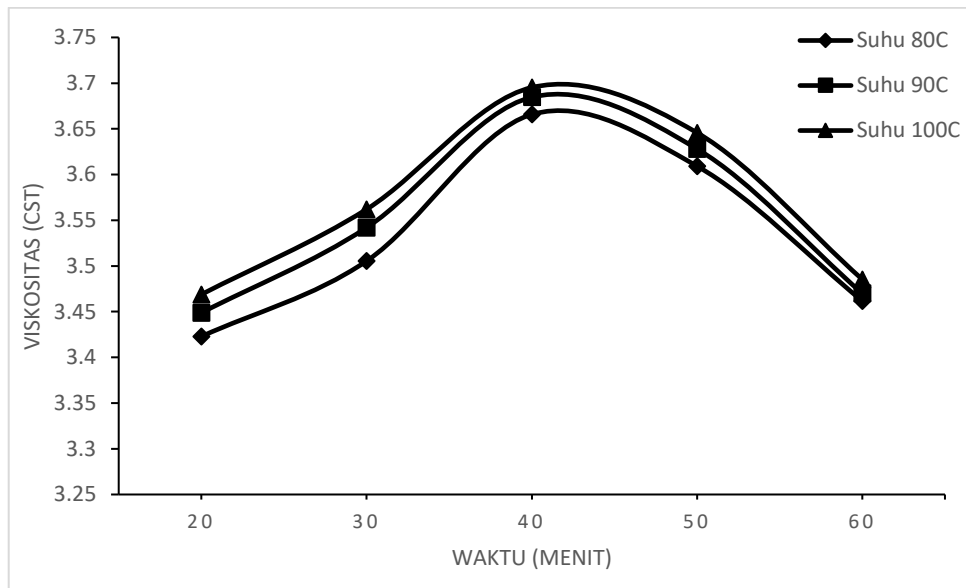
Gambar 4.5 Hubungan antara waktu sulfonasi terhadap viskositas metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:1 pada berbagai suhu.

Gambar 4.5 menunjukkan Hubungan antara waktu sulfonasi terhadap viskositas metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:1 pada berbagai suhu. Dari Gambar ini dapat dilihat bahwa nilai viskositas metil ester sulfonat meningkat dari waktu 20 menit sampai dengan waktu 40 menit dan mengalami penurunan pada waktu reaksi 40 menit ke waktu reaksi 60 menit. Peningkatan suhu reaksi juga mempengaruhi nilai viskositas, dimana semakin tinggi suhu sulfonasi yang digunakan menyebabkan nilai viskositas metil ester sulfonat cenderung menurun.

Viskositas metil ester sulfonat yang terbesar diperoleh pada waktu reaksi 40 menit dengan suhu sulfonasi 100°C yakni sebesar 3.68 cSt dan nilai viskositas terendah diperoleh pada waktu sulfonasi 20 menit dengan suhu sulfonasi 80°C yaitu sebesar 3,40 cSt. Semakin lama waktu reaksi yang digunakan dalam suatu proses

menyebabkan nilai viskositas yang diperoleh akan semakin meningkat. Hal ini disebabkan karena semakin lama waktu reaksi maka kemungkinan kontak antara zat yang bereaksi akan semakin besar dan penggunaan suhu yang lebih tinggi juga dapat menyebabkan kontak antara metil ester dengan natrium bisulfit semakin optimal, sehingga semakin banyak pula metil ester yang akan terkonversi membentuk metil ester sulfonat sehingga viskositas produk metil ester sulfonat yang didapat juga akan semakin besar. Kecenderungan nilai viskositas yang meningkat ini disebabkan karena terikatnya gugus sulfonat SO_3 pada metil ester yang menjadikan metil ester sulfonat cenderung memiliki ukuran molekul yang lebih besar dibandingkan dengan bahan baku yang digunakan yaitu metil ester sehingga menyebabkan nilai viskositas menjadi lebih tinggi. Akan tetapi penggunaan waktu reaksi pada proses sulfonasi yang terlalu lama serta suhu sulfonasi yang lebih tinggi cenderung menyebabkan menurunnya nilai viskositas produk. Dimana lama waktu pemanasan bahan akan berpengaruh terhadap gaya kohesi (Tarik menarik) antar molekul pada cairan. Pemanasan yang lama atau pemanasan secara terus menerus akan mengurangi gaya kohesi dan akan meningkatkan perubahan molekul didalamnya termasuk melemahnya ikatan C-S, sehingga menyebabkan gugus SO_3 terlepas yang akan menyebabkan berat molekulnya menurun, dan mengakibatkan nilai viskositasnya berkurang (Hidayat, 2011).

Kenaikan suhu reaksi yang terlalu tinggi pada proses sulfonasi juga akan dapat melemahkan ikatan antar molekul atau bahkan degradasi yang menyebabkan pemutusan ikatan antar molekul pada suatu jenis cairan atau dapat menyebabkan gugus SO_3 terlepas. Hal ini dapat menyebabkan kerapatan molekul berkurang. Selain itu, penggunaan suhu yang tinggi memungkinkan terjadinya penyusunan ulang pada *sulfonat compound anhydride* yang menyebabkan terjadinya pelepasan gugus SO_3 pada molekul karboksi sehingga menyebabkan berat molekul metil ester sulfonat berkurang dikarenakan terbentuknya *methyl ester sulfonic acid* (Kapur et al., 1978). Berkurangnya berat molekul pada produk mengakibatkan nilai viskositas juga berkurang. Adapun hubungan antara waktu sulfonasi terhadap viskositas metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:2 pada berbagai suhu dapat dilihat pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Hubungan antara waktu sulfonasi terhadap viskositas metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:2 pada berbagai suhu.

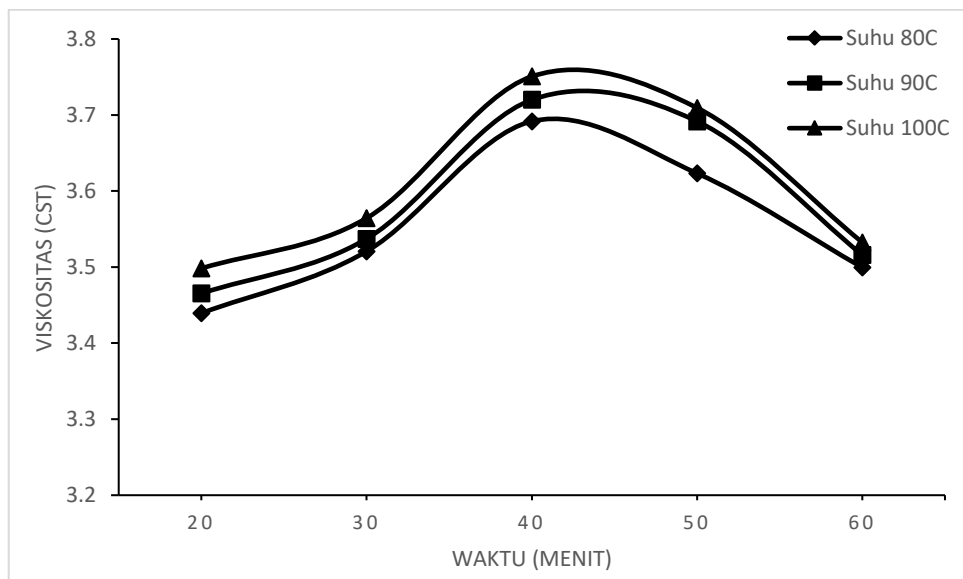
Dari Gambar 4.6 dapat dilihat bahwa nilai viskositas metil ester sulfonat meningkat dari waktu 20 menit sampai dengan waktu 40 menit dan mengalami penurunan pada waktu reaksi 40 menit ke waktu reaksi 60 menit. Peningkatan suhu reaksi juga mempengaruhi nilai viskositas, dimana semakin tinggi suhu sulfonasi yang digunakan menyebabkan nilai viskositas metil ester sulfonat cenderung menurun. Viskositas metil ester sulfonat yang terbesar diperoleh pada waktu reaksi 40 menit dengan suhu sulfonasi 100°C yakni sebesar 3.69 cSt dan nilai viskositas terendah diperoleh pada waktu sulfonasi 20 menit dengan suhu sulfonasi 80°C yaitu sebesar 3.42 cSt.

Semakin lama waktu reaksi yang digunakan dalam suatu proses menyebabkan nilai viskositas yang diperoleh akan semakin meningkat. Hal ini disebabkan karena semakin lama waktu reaksi maka kemungkinan kontak antara zat yang bereaksi akan semakin besar dan penggunaan suhu yang lebih tinggi juga dapat menyebabkan kontak antara metil ester dengan natrium bisulfit semakin optimal, sehingga semakin banyak pula metil ester yang akan terkonversi membentuk metil ester sulfonat sehingga viskositas produk metil ester sulfonat yang didapat juga akan semakin besar. Kecenderungan nilai viskositas yang

meningkat ini disebabkan karena terikatnya gugus sulfonat SO_3 pada metil ester yang menjadikan metil ester sulfonat cenderung memiliki ukuran molekul yang lebih besar dibandingkan dengan bahan baku yang digunakan yaitu metil ester sehingga menyebabkan nilai viskositas menjadi lebih tinggi. Akan tetapi penggunaan waktu reaksi pada proses sulfonasi yang terlalu lama serta suhu sulfonasi yang lebih tinggi cenderung menyebabkan menurunnya nilai viskositas produk. Dimana lama waktu pemanasan bahan akan berpengaruh terhadap gaya kohesi (Tarik menarik) antar molekul pada cairan. Pemanasan yang lama atau pemanasan secara terus menerus akan mengurangi gaya kohesi dan akan meningkatkan perubahan molekul didalamnya termasuk melemahnya ikatan C-S, sehingga menyebabkan berat molekulnya menurun, dan mengakibatkan nilai viskositasnya berkurang (Hidayat, 2011).

Kenaikan suhu reaksi yang terlalu tinggi pada proses sulfonasi juga akan dapat melemahkan ikatan antar molekul atau bahkan degradasi yang menyebabkan pemutusan ikatan antar molekul pada suatu jenis cairan atau dapat menyebabkan gugus SO_3 terlepas. Hal ini dapat menyebabkan kerapatan molekul berkurang. Selain itu, penggunaan suhu yang tinggi memungkinkan terjadinya penyusunan ulang pada *sulfonat compound anhydride* yang menyebabkan terjadinya pelepasan gugus SO_3 pada molekul karboksi sehingga menyebabkan berat molekul metil ester sulfonat berkurang dikarenakan terbentuknya *methyl ester sulfonic acid* (Kapur et al., 1978). Berkurangnya berat molekul pada produk mengakibatkan nilai viskositas juga berkurang. Adapun hubungan antara waktu sulfonasi terhadap viskositas metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:3 pada berbagai suhu dapat dilihat pada Gambar 4.7.

Gambar 4.7 memperlihatkan Hubungan antara waktu sulfonasi terhadap viskositas metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:3 pada berbagai suhu. Dari Gambar ini dapat dilihat bahwa nilai viskositas metil ester sulfonat meningkat dari waktu 20 menit sampai dengan waktu 40 menit dan mengalami penurunan pada waktu reaksi 40 menit ke waktu reaksi 60 menit. Peningkatan suhu reaksi juga mempengaruhi nilai viskositas, dimana semakin tinggi suhu sulfonasi yang digunakan menyebabkan nilai viskositas metil ester sulfonat cenderung menurun.



Gambar 4.7 Hubungan antara waktu sulfonasi terhadap viskositas metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:3 pada berbagai suhu.

Viskositas metil ester sulfonat yang terbesar diperoleh pada waktu reaksi 40 menit dengan suhu sulfonasi 100°C yakni sebesar 3.75 cSt dan nilai viskositas terendah diperoleh pada waktu sulfonasi 20 menit dengan suhu sulfonasi 80°C yaitu sebesar 3,44 cSt. Semakin lama waktu reaksi yang digunakan dalam suatu proses menyebabkan nilai viskositas yang diperoleh akan semakin meningkat. Hal ini disebabkan karena semakin lama waktu reaksi maka kemungkinan kontak antara zat yang bereaksi akan semakin besar dan penggunaan suhu yang lebih tinggi juga dapat menyebabkan kontak antara metil ester dengan natrium bisulfit semakin optimal, sehingga semakin banyak pula metil ester yang akan terkonversi membentuk metil ester sulfonat sehingga viskositas produk metil ester sulfonat yang didapat juga akan semakin besar.

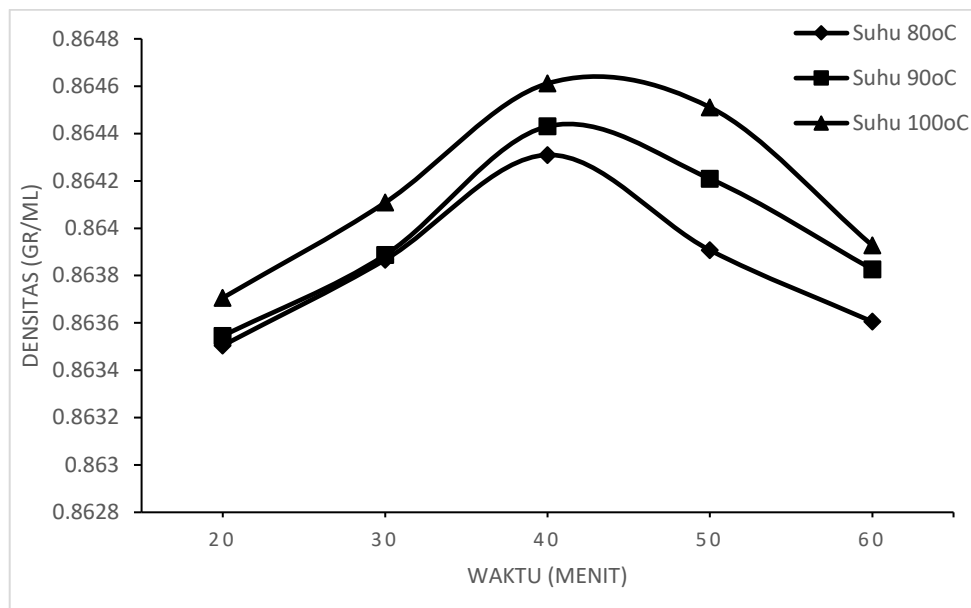
Kecenderungan nilai viskositas yang meningkat ini disebabkan karena terikatnya gugus sulfonat SO_3 pada metil ester yang menjadikan metil ester sulfonat cenderung memiliki ukuran molekul yang lebih besar dibandingkan dengan bahan baku yang digunakan yaitu metil ester sehingga menyebabkan nilai viskositas menjadi lebih tinggi. Akan tetapi penggunaan waktu reaksi pada proses sulfonasi yang terlalu lama serta suhu sulfonasi yang lebih tinggi cenderung menyebabkan

menurunnya nilai viskositas produk. Dimana lama waktu pemanasan bahan akan berpengaruh terhadap gaya kohesi (Tarik menarik) antar molekul pada cairan. Proses pemanasan yang lama atau pemanasan secara terus menerus akan mengurangi gaya kohesi dan akan meningkatkan perubahan molekul didalamnya termasuk melemahnya ikatan C-S, sehingga menyebabkan berat molekulnya menurun, dan mengakibatkan nilai viskositasnya berkurang (Hidayat, 2011).

Kenaikan suhu reaksi yang terlalu tinggi pada proses sulfonasi juga akan dapat melemahkan ikatan antar molekul atau bahkan degradasi yang menyebabkan pemutusan ikatan antar molekul pada suatu jenis cairan atau dapat menyebabkan gugus SO_3 terlepas. Hal ini dapat menyebabkan kerapatan molekul berkurang. Selain itu, penggunaan suhu yang tinggi memungkinkan terjadinya penyusunan ulang pada *sulfonat compound anhydride* yang menyebabkan terjadinya pelepasan gugus SO_3 pada molekul karboksi sehingga menyebabkan berat molekul metil ester sulfonat berkurang dikarenakan terbentuknya *methyl ester sulfonic acid* (Kapur et al., 1978). Berkurangnya berat molekul pada produk mengakibatkan nilai viskositas juga berkurang.

4.5.3 Pengaruh waktu sulfonasi terhadap Densitas

Densitas merupakan salah satu sifat dasar fluida yang didefinisikan sebagai massa per satuan volume. Nilai densitas mes yang diperoleh pada penelitian ini mengalami peningkatan dibandingkan dengan nilai densitas bahan baku metil ester minyak sawit, yaitu 0,85462 menjadi berkisar 0,8624 gr/ml – 0,8657 gr/ml. Meningkatnya nilai densitas dan viskositas dipengaruhi oleh ukuran molekul dan juga gaya antarmolekul (Ketaren, 2005). Terikatnya gugus sulfonat SO_3 pada molekul metil ester menyebabkan metil ester sulfonat cenderung memiliki ukuran molekul yang lebih besar sehingga memiliki densitas dan viskositas yang lebih tinggi dibandingkan bahan bakunya (Yuliatmi et al., 2019). Densitas umumnya berkaitan dengan viskositas dimana cairan yang lebih rapat memiliki viskositas lebih tinggi. Hal ini tentunya berkorelasi dengan kandungan total padatan pada bahan. Gambar hubungan antara waktu reaksi sulfonasi terhadap densitas metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada berbagai suhu dengan rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfat 1:1; 1:2; dan 1:3 dapat dilihat pada Gambar 4.8, Gambar 4.9, dan Gambar 4.10.

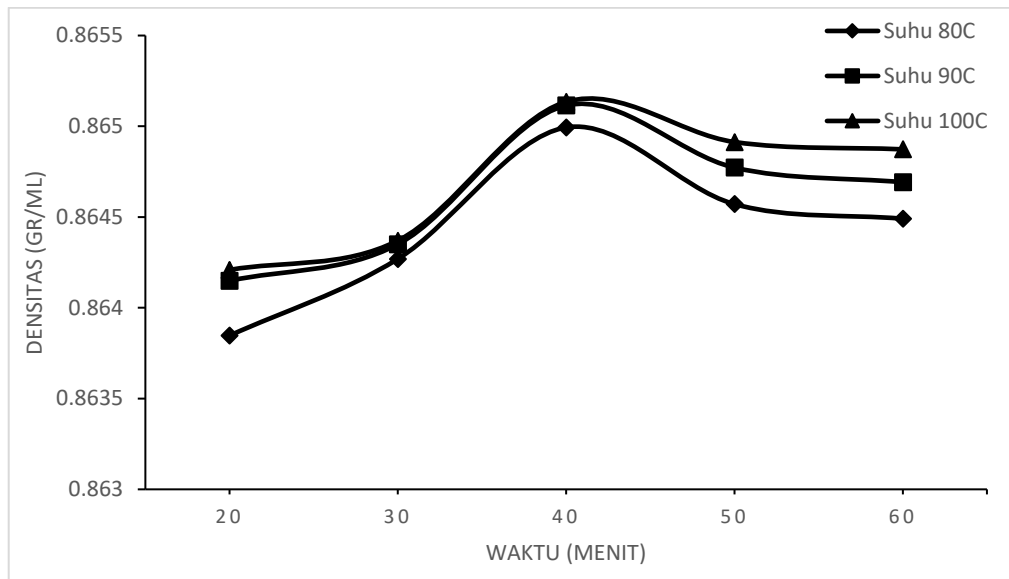


Gambar 4.8 Hubungan antara waktu sulfonasi terhadap densitas metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:1 pada berbagai suhu.

Gambar 4.8 memperlihatkan Hubungan antara waktu sulfonasi terhadap densitas metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:1 pada berbagai suhu. Dari Gambar ini dapat dilihat bahwa nilai densitas metil ester sulfonat meningkat dari waktu 20 menit sampai dengan waktu 40 menit dan mengalami penurunan pada waktu reaksi 40 menit ke waktu reaksi 60 menit. Penggunaan suhu yang semakin tinggi juga meningkatkan nilai densitas metil ester sulfonat. Densitas metil ester sulfonat yang terbesar diperoleh pada waktu reaksi 40 menit dengan suhu sulfonasi 100°C yakni sebesar 0.8646 gr/ml dan densitas terendah diperoleh pada waktu reaksi 20 menit dengan suhu sulfonasi 80°C yaitu 0.8635 gr/ml.

Semakin lama waktu reaksi yang digunakan dalam proses sulfonasi menyebabkan nilai densitas yang diperoleh akan semakin besar. Hal ini disebabkan karena semakin lama waktu reaksi maka kontak antara metil ester dengan natrium bisulfit yang bereaksi akan semakin besar sehingga semakin banyak pula metil ester yang terkonversi membentuk metil ester sulfonat dan semakin banyak pula gugus SO_3 yang berasal dari natrium bisulfit yang terikat pada molekul atau struktur metil ester sehingga bobot molekul atau densitas produk metil ester sulfonat yang didapat

juga akan semakin meningkat. Nilai densitas metil ester sulfonat ini mengalami peningkatan dibandingkan dengan nilai densitas metil ester, hal ini menandakan bahwa telah terjadi reaksi pembentukan metil ester sulfonat dimana dengan terikatnya gugus sulfonat SO_3 pada molekul ME menjadikan MES cenderung memiliki ukuran molekul yang lebih besar sehingga menyebabkan nilai densitas metil ester sulfonat akan meningkat. Menurut MacArthur et al. (2008), mekanisme reaksi bertahap pada proses pembentukan metil ester sulfonat pada reaktor sulfonasi akan mempengaruhi penambahan gugus SO_3H yang terbentuk, sehingga akan menambah berat molekul senyawa dan meningkatkan densitas produk. Akan tetapi waktu reaksi yang terlalu lama dapat menurunkan nilai densitas dari produk, hal ini dapat disebabkan karena lama waktu reaksi pada proses sulfonasi berpengaruh terhadap gaya kohesi atau gaya tarik menarik antar molekul pada cairan dimana dengan meningkatnya waktu reaksi pada proses sulfonasi akan mengurangi gaya kohesi dan meningkatkan perubahan molekul di dalamnya termasuk melemahnya ikatan C-S sehingga menyebabkan ikatan gugus SO_3 terlepas dari molekul metil ester sulfonat yang mengakibatkan massa persatuan volume metil ester sulfonat berkurang sehingga menyebabkan nilai densitas menurun (Rahmi, 2011). Sifat densitas memiliki hubungan yang sangat erat kaitannya dengan viskositas suatu cairan yaitu tahanan aliran fluida yang merupakan gesekan antara molekul-molekul cairan satu dengan yang lainnya. Nilai densitas metil ester sulfonat berkorelasi positif dengan nilai viskositas metil ester sulfonat. Metil ester sulfonat dengan densitas tinggi akan memiliki viskositas yang tinggi. Sebaliknya, metil ester sulfonat yang mempunyai densitas rendah akan mempunyai viskositas yang encer. Hasil penelitian ini didukung dengan penelitian sebelumnya yang menggunakan metode konvensional yang menyatakan bahwa waktu reaksi pada proses sulfonasi berpengaruh terhadap densitas metil ester sulfonat (Hariani et al., 2016). Adapun hubungan antara waktu sulfonasi terhadap densitas metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:2 pada berbagai suhu dapat dilihat pada Gambar 4.9.

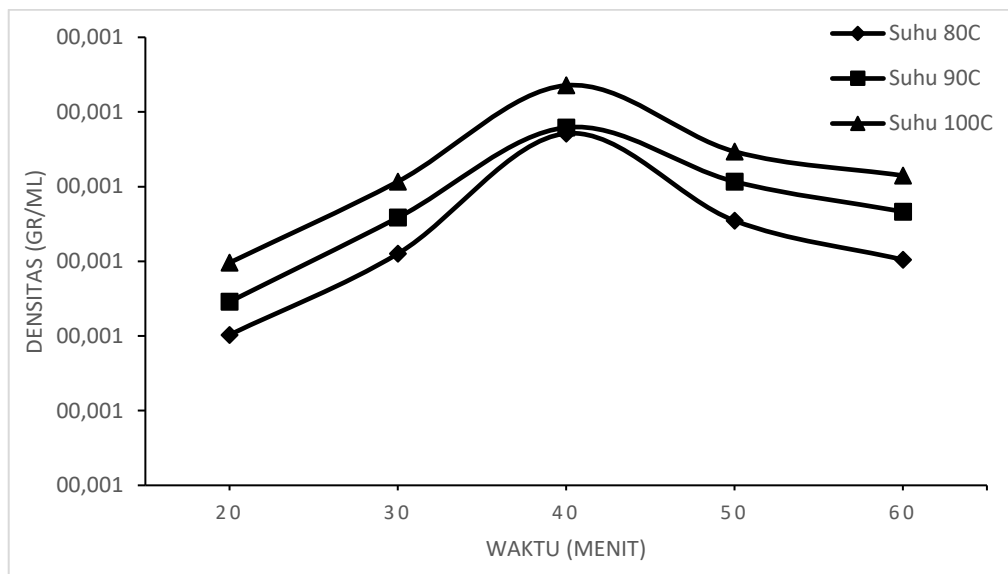


Gambar 4.9 Hubungan antara waktu sulfonasi terhadap densitas metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:2 pada berbagai suhu.

Gambar 4.9 menunjukkan Hubungan antara waktu sulfonasi terhadap densitas metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:2 pada berbagai suhu. Dari Gambar ini dapat dilihat bahwa nilai densitas metil ester sulfonat meningkat dari waktu 20 menit sampai dengan waktu 40 menit dan mengalami penurunan pada waktu reaksi 40 menit ke waktu reaksi 60 menit. Penggunaan suhu yang semakin tinggi juga meningkatkan nilai densitas metil ester sulfonat. Densitas metil ester sulfonat yang terbesar diperoleh pada waktu reaksi 40 menit dengan suhu sulfonasi 100°C yakni sebesar 0.8651 gr/ml dan densitas terendah diperoleh pada waktu reaksi 20 menit dengan suhu sulfonasi 80°C yaitu 0.8638 gr/ml.

Semakin lama waktu reaksi yang digunakan dalam proses sulfonasi menyebabkan nilai densitas yang diperoleh akan semakin besar. Hal ini disebabkan karena semakin lama waktu reaksi maka kontak antara metil ester dengan natrium bisulfit yang bereaksi akan semakin besar sehingga semakin banyak pula metil ester yang terkonversi membentuk metil ester sulfonat dan semakin banyak pula gugus SO_3 yang berasal dari natrium bisulfit yang terikat pada molekul atau struktur metil ester sehingga bobot molekul atau densitas produk metil ester sulfonat yang didapat

juga akan semakin meningkat. Nilai densitas metil ester sulfonat ini mengalami peningkatan dibandingkan dengan nilai densitas metil ester, hal ini menandakan bahwa telah terjadi reaksi pembentukan metil ester sulfonat dimana dengan terikatnya gugus sulfonat SO_3 pada molekul ME menjadikan MES cenderung memiliki ukuran molekul yang lebih besar sehingga menyebabkan nilai densitas metil ester sulfonat akan meningkat. Menurut MacArthur *et al.* (2008), mekanisme reaksi bertahap pada proses pembentukan metil ester sulfonat pada reaktor sulfonasi akan mempengaruhi penambahan gugus SO_3H yang terbentuk, sehingga akan menambah berat molekul senyawa dan meningkatkan densitas produk. Akan tetapi waktu reaksi yang terlalu lama dapat menurunkan nilai densitas dari produk, hal ini dapat disebabkan karena lama waktu reaksi pada proses sulfonasi berpengaruh terhadap gaya kohesi atau gaya tarik menarik antar molekul pada cairan dimana dengan meningkatnya waktu reaksi pada proses sulfonasi akan mengurangi gaya kohesi dan meningkatkan perubahan molekul di dalamnya termasuk melemahnya ikatan C-S sehingga menyebabkan ikatan gugus SO_3 terlepas dari molekul metil ester sulfonat yang mengakibatkan massa persatuan volume metil ester sulfonat berkurang sehingga menyebabkan nilai densitas menurun (Rahmi, 2011). Sifat densitas memiliki hubungan yang sangat erat kaitannya dengan viskositas suatu cairan yaitu tahanan aliran fluida yang merupakan gesekan antara molekul-molekul cairan satu dengan yang lainnya. Nilai densitas metil ester sulfonat berkorelasi positif dengan nilai viskositas metil ester sulfonat. Metil ester sulfonat dengan densitas tinggi akan memiliki viskositas yang tinggi. Sebaliknya, metil ester sulfonat yang mempunyai densitas rendah akan mempunyai viskositas yang encer. Hasil penelitian ini didukung dengan penelitian sebelumnya yang menggunakan metode konvensional yang menyatakan bahwa waktu reaksi pada proses sulfonasi berpengaruh terhadap densitas metil ester sulfonat (Hariani *et al.*, 2016). Hubungan antara waktu sulfonasi terhadap densitas metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:3 pada berbagai suhu dapat dilihat pada Gambar 4.10.



Gambar 4.10 Hubungan antara waktu sulfonasi terhadap densitas metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:3 pada berbagai suhu.

Berdasarkan Gambar 4.10 terlihat bahwa nilai densitas metil ester sulfonat meningkat dari waktu 20 menit sampai dengan waktu 40 menit dan mengalami penurunan pada waktu reaksi 40 menit ke waktu reaksi 60 menit. Penggunaan suhu yang semakin tinggi juga meningkatkan nilai densitas metil ester sulfonat. Densitas metil ester sulfonat yang terbesar diperoleh pada waktu reaksi 40 menit dengan suhu sulfonasi 100°C yakni sebesar 0.8657 gr/ml dan densitas terendah diperoleh pada waktu reaksi 20 menit dengan suhu sulfonasi 80°C yaitu 0.8640 gr/ml.

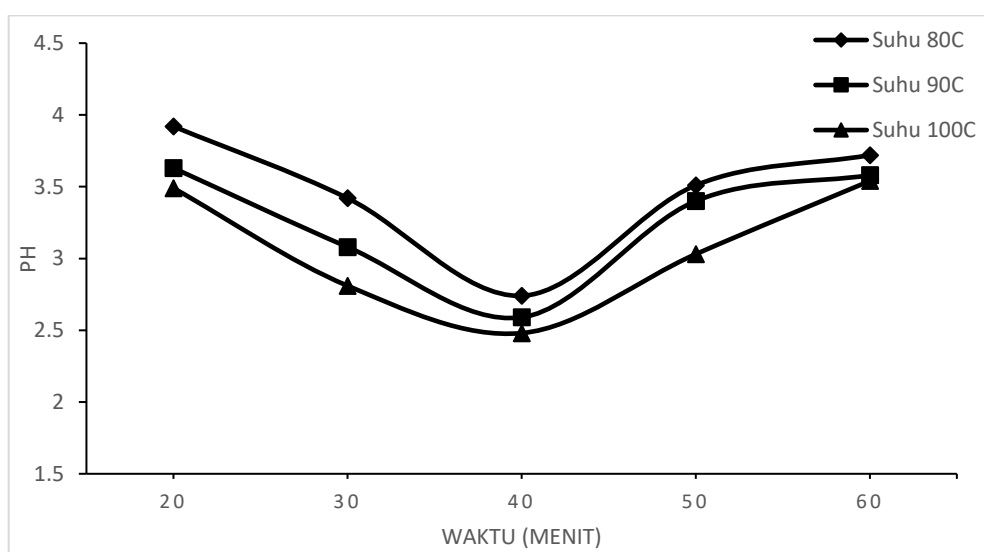
Semakin lama waktu reaksi yang digunakan dalam proses sulfonasi menyebabkan nilai densitas yang diperoleh akan semakin besar. Hal ini disebabkan karena semakin lama waktu reaksi maka kontak antara metil ester dengan natrium bisulfit yang bereaksi akan semakin besar sehingga semakin banyak pula metil ester yang terkonversi membentuk metil ester sulfonat dan semakin banyak pula gugus SO_3 yang berasal dari natrium bisulfit yang terikat pada molekul atau struktur metil ester sehingga bobot molekul atau densitas produk metil ester sulfonat yang didapat juga akan semakin meningkat. Nilai densitas metil ester sulfonat ini mengalami peningkatan dibandingkan dengan nilai densitas metil ester, hal ini menandakan bahwa telah terjadi reaksi pembentukan metil ester sulfonat dimana dengan

terikatnya gugus sulfonat SO_3 pada molekul ME menjadikan MES cenderung memiliki ukuran molekul yang lebih besar sehingga menyebabkan nilai densitas metil ester sulfonat akan meningkat. Menurut MacArthur et al. (2008), mekanisme reaksi bertahap pada proses pembentukan metil ester sulfonat pada reaktor sulfonasi akan mempengaruhi penambahan gugus SO_3H yang terbentuk, sehingga akan menambah berat molekul senyawa dan meningkatkan densitas produk. Akan tetapi waktu reaksi yang terlalu lama dapat menurunkan nilai densitas dari produk, hal ini dapat disebabkan karena lama waktu reaksi pada proses sulfonasi berpengaruh terhadap gaya kohesi atau gaya tarik menarik antar molekul pada cairan dimana dengan meningkatnya waktu reaksi pada proses sulfonasi akan mengurangi gaya kohesi dan meningkatkan perubahan molekul di dalamnya termasuk melemahnya ikatan C-S sehingga menyebabkan ikatan gugus SO_3 terlepas dari molekul metil ester sulfonat yang mengakibatkan massa persatuan volume metil ester sulfonat berkurang sehingga menyebabkan nilai densitas menurun (Rahmi, 2011). Sifat densitas memiliki hubungan yang sangat erat kaitannya dengan viskositas suatu cairan yaitu tahanan aliran fluida yang merupakan gesekan antara molekul-molekul cairan satu dengan yang lainnya. Nilai densitas metil ester sulfonat berkorelasi positif dengan nilai viskositas metil ester sulfonat. Metil ester sulfonat dengan densitas tinggi akan memiliki viskositas yang tinggi. Sebaliknya, metil ester sulfonat yang mempunyai densitas rendah akan mempunyai viskositas yang encer. Hasil penelitian ini didukung dengan penelitian sebelumnya yang menggunakan metode konvensional yang menyatakan bahwa waktu reaksi pada proses sulfonasi berpengaruh terhadap densitas metil ester sulfonat (Hariani et al., 2016; Putra et al., 2017).

4.5.4 Pengaruh waktu sulfonasi terhadap pH

Analisa pH dilakukan untuk mengetahui derajat keasaman atau tingkat keasaman dari produk surfaktan metil ester sulfonat yang dihasilkan pada proses sulfonasi. Pada surfaktan metil ester sulfonat ini dilakukan pengujian pH untuk menggambarkan keberadaan terikatnya gugus sulfonat pada struktur metil ester yang bersifat asam kuat selama proses sulfonasi. Nilai pH yang didapat bervariasi dengan nilai pH yaitu berkisar antara 3.97 sampai dengan 2.12. Nilai pH yang rendah menandakan bahwa telah terjadi reaksi sulfonasi dimana dengan terikatnya

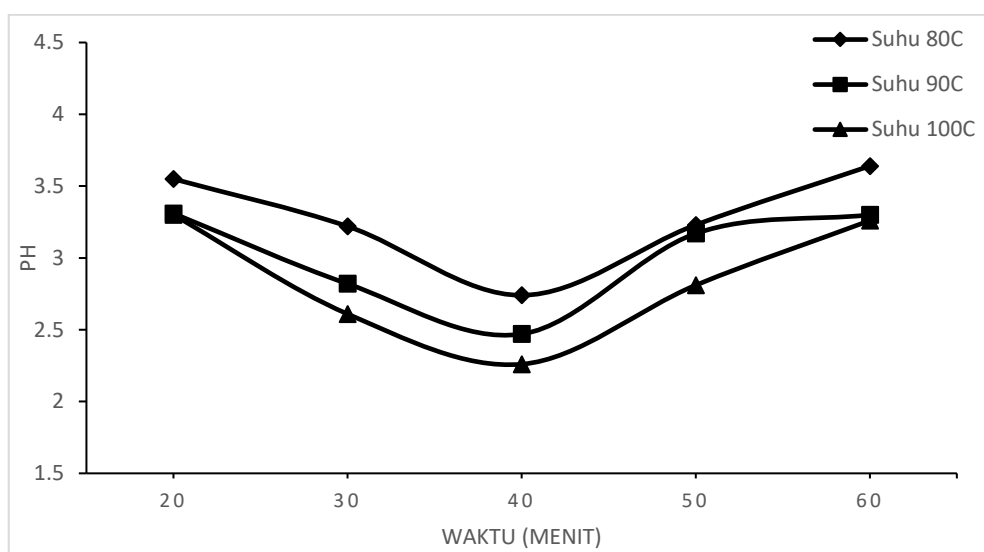
gugus sulfonat pada metil ester maka akan semakin banyak gugus sulfonat yang terkonversi menjadi surfaktan metil ester sulfonat sehingga menyebabkan nilai pH surfaktan metil ester sulfonat menurun. Pengaruh waktu reaksi terhadap pH dengan konsentrasi katalis 1,5% pada berbagai suhu dan rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:1; 1:2; dan 1:3 dapat dilihat pada Gambar 4.11, Gambar 4.12, dan Gambar 4.13.



Gambar 4.11 Hubungan antara waktu sulfonasi terhadap pH metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:1 pada berbagai suhu.

Gambar 4.11 menunjukkan Hubungan antara waktu reaksi sulfonasi terhadap pH metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:1. Dari Gambar ini dapat dilihat bahwa nilai pH metil ester sulfonat mengalami penurunan dari waktu reaksi 20 menit sampai dengan waktu reaksi 40 menit dan mengalami kenaikan pada waktu reaksi 40 menit ke waktu reaksi 60 menit. Penggunaan suhu yang semakin tinggi juga menyebabkan nilai pH dari metil ester sulfonat semakin menurun. pH metil ester sulfonat yang terbesar diperoleh pada waktu reaksi 20 menit dengan suhu sulfonasi 80°C yakni sebesar 3.92 dan pH metil ester sulfonat yang terendah diperoleh pada waktu reaksi 40 menit pada suhu 100°C yaitu sebesar 2.48.

Semakin lama waktu reaksi yang digunakan dalam suatu proses maka nilai pH metil ester sulfonat yang diperoleh akan semakin rendah. Hal ini sesuai dengan penelitian Nirwana et al. (2016), bahwa produk surfaktan metil ester sulfonat memiliki pH yang bersifat asam. Sifat asam ini disebabkan oleh ion H^+ yang terdapat pada gugus SO_3H . Nilai pH cenderung mengalami penurunan seiring dengan semakin besarnya perbandingan rasio mol antara metil ester: $NaHSO_3$ yang digunakan serta lamanya waktu sulfonasi. Penurunan Nilai pH disebabkan karena semakin lama waktu reaksi maka kontak antara metil ester dengan natrium bisulfid yang bersifat asam yang bereaksi akan semakin besar sehingga semakin banyak pula metil ester yang terkonversi membentuk metil ester sulfonat serta semakin banyaknya natrium bisulfid yang terikat pada struktur metil ester sehingga pH produk metil ester sulfonat yang didapat juga akan semakin rendah. Akan tetapi waktu reaksi yang terlalu lama dapat meningkatkan nilai pH dari metil ester sulfonat ini. Hal ini diduga karena waktu reaksi sulfonasi yang lama serta adanya pengadukan memungkinkan terjadinya proses penyusunan ulang (*rearrangement*) dan pelepasan molekul SO_3 dari produk yang tersulfonasi. Selain itu, semakin lama waktu reaksi yang digunakan tidak hanya komponen metil ester sulfonat saja yang terbentuk tetapi juga garam di-salt yang semakin meningkat yang dapat menurunkan hasil dan kinerja surfaktan metil ester sulfonat terutama dalam menurunkan tegangan permukaan (Hidayati, 2006). Kapur et al. (1978) menyatakan bahwa senyawa intermediet hasil sulfonasi akan melakukan proses penyusunan ulang (*rearrangement*) sehingga SO_3 dilepaskan dari gugus karboksil dimana dengan terlepasnya SO_3 mengakibatkan berkurangnya keasaman produk sulfonasi sehingga pH terukur meningkat. MES yang bersifat asam berkaitan dengan struktur molekul di dalamnya yang mengandung gugus (SO_3H), dimana gugus SO_3H di dalam air akan terdisosiasi menjadi SO_3^- dan H^+ . Dengan terjadinya pelepasan molekul SO_3H yang intensif pada proses sulfonasi suhu tinggi dan waktu tinggal yang lama, maka konsentrasi SO_3^- semakin berkurang sehingga konsentrasi ion H^+ menurun dan nilai pH larutan menjadi naik (Rahmi, 2011). Adapun hubungan antara waktu sulfonasi terhadap pH metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfid 1:2 pada berbagai suhu dapat dilihat pada Gambar 4.12.



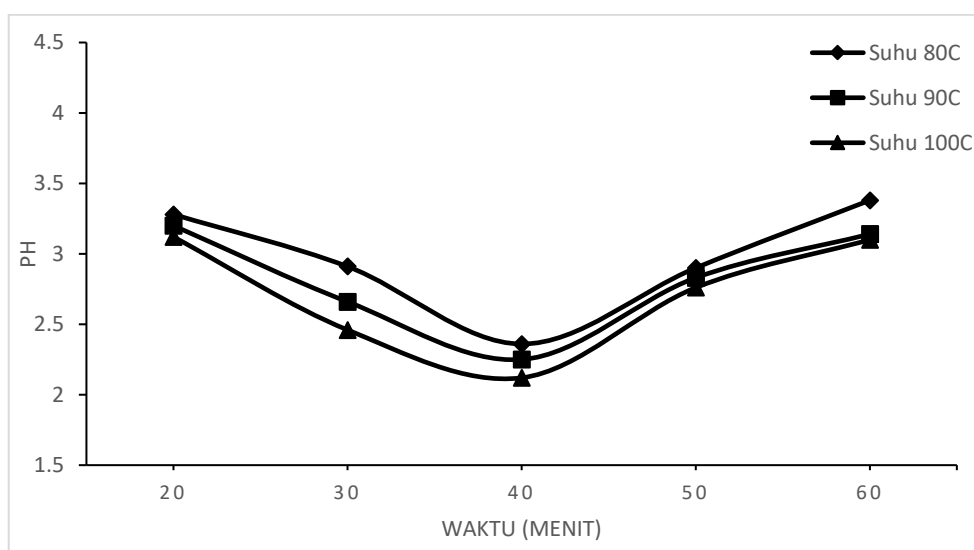
Gambar 4.12 Hubungan antara waktu sulfonasi terhadap pH metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:2 pada berbagai suhu.

Dari Gambar 4.12 dapat dilihat bahwa nilai pH metil ester sulfonat mengalami penurunan dari waktu reaksi 20 menit sampai dengan waktu reaksi 40 menit dan mengalami kenaikan pada waktu reaksi 40 menit ke waktu reaksi 60 menit. Penggunaan suhu yang semakin tinggi juga menyebabkan nilai pH dari metil ester sulfonat semakin menurun. pH metil ester sulfonat yang terbesar diperoleh pada waktu reaksi 20 menit dengan suhu sulfonasi 80°C yakni sebesar 3.55 dan pH metil ester sulfonat yang terendah diperoleh pada waktu reaksi 40 menit pada suhu 100°C yaitu sebesar 2.26.

Semakin lama waktu reaksi yang digunakan dalam suatu proses maka nilai pH metil ester sulfonat yang diperoleh akan semakin rendah. Hal ini sesuai dengan penelitian (Nirwana et al., 2016), bahwa produk surfaktan metil ester sulfonat memiliki pH yang bersifat asam. Menurut Iman et al. (2016) kondisi pH setelah proses sulfonasi sebelum dilakukan penetralan dengan NaOH cenderung bersifat asam yaitu sekitar pH 4. Sifat asam ini disebabkan oleh ion H^+ yang terdapat pada gugus SO_3H . Nilai pH cenderung mengalami penurunan seiring dengan semakin besarnya perbandingan rasio mol antara metil ester:NaHSO₃ yang digunakan serta lamanya waktu sulfonasi. Penurunan Nilai pH disebabkan karena semakin lama waktu reaksi maka kontak antara metil ester dengan natrium bisulfit yang bersifat

asam yang bereaksi akan semakin besar sehingga semakin banyak pula metil ester yang terkonversi membentuk metil ester sulfonat serta semakin banyak pula natrium bisulfit yang terikat pada struktur metil ester sehingga pH produk metil ester sulfonat yang didapat juga akan semakin rendah. Akan tetapi waktu reaksi yang terlalu lama dapat meningkatkan nilai pH dari metil ester sulfonat ini. Hal ini diduga karena waktu reaksi sulfonasi yang lama serta adanya pengadukan memungkinkan terjadinya proses penyusunan ulang (*rearrangement*) dan pelepasan molekul SO_3 dari produk yang tersulfonasi. Selain itu, semakin lama waktu reaksi yang digunakan tidak hanya komponen metil ester sulfonat saja yang terbentuk tetapi juga garam di-salt yang semakin meningkat yang dapat menurunkan hasil dan kinerja surfaktan metil ester sulfonat terutama dalam menurunkan tegangan permukaan (Hidayati, 2006). Kapur et al. (1978) menyatakan bahwa senyawa intermediat hasil sulfonasi akan melakukan proses penyusunan ulang (*rearrangement*) sehingga SO_3 dilepaskan dari gugus karboksil dimana dengan terlepasnya SO_3 mengakibatkan berkurangnya keasaman produk sulfonasi sehingga pH terukur meningkat. MES yang bersifat asam berkaitan dengan struktur molekul di dalamnya yang mengandung gugus (SO_3H), dimana gugus SO_3H di dalam air akan terdisosiasi menjadi SO_3^- dan H^+ . Dengan terjadinya pelepasan molekul SO_3H yang intensif pada proses sulfonasi suhu tinggi dan waktu tinggal yang lama, maka konsentrasi SO_3^- semakin berkurang sehingga konsentrasi ion H^+ menurun dan nilai pH larutan menjadi naik (Rahmi, 2011). Hubungan antara waktu sulfonasi terhadap pH metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:3 pada berbagai suhu dapat dilihat pada Gambar 4.13.

Berdasarkan Gambar 4.13 terlihat bahwa nilai pH metil ester sulfonat mengalami penurunan dari waktu reaksi 20 menit sampai dengan waktu reaksi 40 menit dan mengalami kenaikan pada waktu reaksi 40 menit ke waktu reaksi 60 menit. Penggunaan suhu yang semakin tinggi juga menyebabkan nilai pH dari metil ester sulfonat semakin menurun. pH metil ester sulfonat yang terbesar diperoleh pada waktu reaksi 20 menit dengan suhu sulfonasi 80°C yakni sebesar 3.28 dan pH metil ester sulfonat yang terendah diperoleh pada waktu reaksi 40 menit pada suhu 100°C yaitu sebesar 2.12.



Gambar 4.13 Hubungan antara waktu sulfonasi terhadap pH metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:3 pada berbagai suhu.

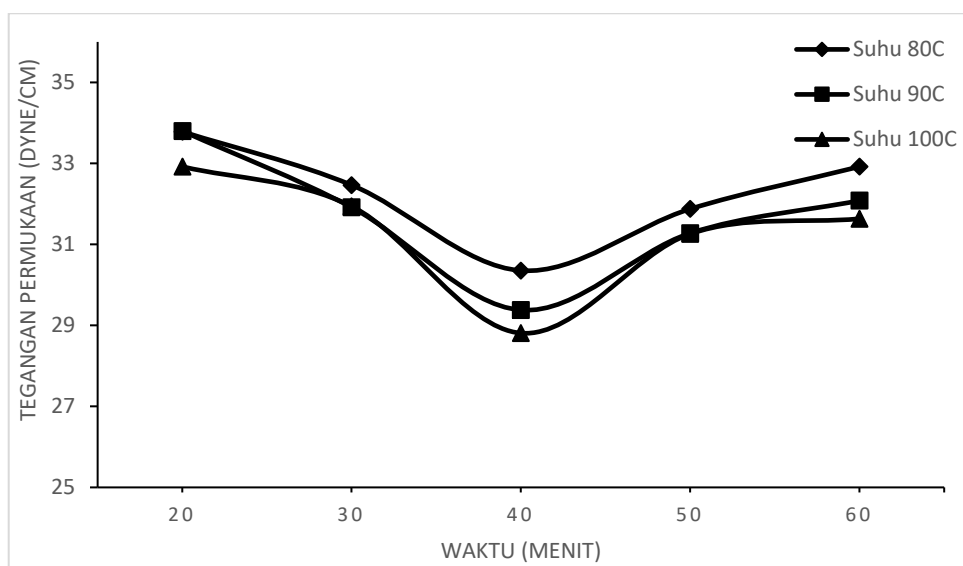
Semakin lama waktu reaksi yang digunakan dalam suatu proses maka nilai pH metil ester sulfonat yang diperoleh akan semakin rendah. Hal ini sesuai dengan penelitian (Nirwana et al., 2016), bahwa produk surfaktan metil ester sulfonat memiliki pH yang bersifat asam. Menurut Iman et al. (2016) kondisi pH setelah proses sulfonasi sebelum dilakukan penetralan dengan NaOH cenderung bersifat asam yaitu sekitar pH 4. Sifat asam ini disebabkan oleh ion H^+ yang terdapat pada gugus SO_3H . Nilai pH cenderung mengalami penurunan seiring dengan semakin besarnya perbandingan rasio mol antara metil ester:NaHSO₃ yang digunakan serta lamanya waktu sulfonasi. Penurunan Nilai pH disebabkan karena semakin lama waktu reaksi maka kontak antara metil ester dengan natrium bisulfit yang bersifat asam yang bereaksi akan semakin besar sehingga semakin banyak pula metil ester yang terkonversi membentuk metil ester sulfonat serta semakin banyaknya natrium bisulfit yang terikat pada struktur metil ester sehingga pH produk metil ester sulfonat yang didapat juga akan semakin rendah. Akan tetapi waktu reaksi yang terlalu lama dapat meningkatkan nilai pH dari metil ester sulfonat ini. Hal ini diduga karena waktu reaksi sulfonasi yang lama serta adanya pengadukan memungkinkan terjadinya proses penyusunan ulang (*rearrangement*) dan pelepasan molekul SO_3

dari produk yang tersulfonasi. Selain itu, semakin lama waktu reaksi yang digunakan tidak hanya komponen metil ester sulfonat saja yang terbentuk tetapi juga garam di-salt yang semakin meningkat yang dapat menurunkan hasil dan kinerja dari surfaktan metil ester sulfonat terutama dalam menurunkan tegangan permukaan (Hidayati, 2006). Kapur et al. (1978) menyatakan bahwa senyawa intermediet hasil sulfonasi akan melakukan proses penyusunan ulang (*rearrangement*) sehingga SO_3 dilepaskan dari gugus karboksil dimana dengan terlepasnya SO_3 mengakibatkan berkurangnya keasaman produk sulfonasi sehingga pH terukur meningkat. MES yang bersifat asam berkaitan dengan struktur molekul di dalamnya yang mengandung gugus (SO_3H), dimana gugus SO_3H di dalam air akan terdisosiasi menjadi SO_3^- dan H^+ . Dengan terjadinya pelepasan molekul SO_3H yang intensif pada proses sulfonasi suhu tinggi dan waktu tinggal yang lama, maka konsentrasi SO_3^- semakin berkurang sehingga konsentrasi ion H^+ menurun dan nilai pH larutan menjadi naik (Rahmi, 2011).

4.5.5 Pengaruh waktu sulfonasi terhadap Tegangan Permukaan

Tegangan permukaan adalah gaya tarikan ke bawah atau gaya yang menimbulkan adanya kontraksi permukaan cairan sehingga terlihat elastis maupun tegang. Tegangan permukaan adalah gaya per satuan panjang yang diberikan sejajar dengan permukaan untuk mengimbangi tarikan ke dalam. Biasanya tegangan permukaan berkaitan dengan fluida (zat cair) yang sifatnya statis atau diam. Tegangan permukaan merupakan suatu fenomena yang dapat terjadi karena adanya gaya tarik menarik antara molekul-molekul yang berada dipermukaan antara molekul-molekul pada suatu cairan dengan udara dimana gaya tarik menarik yang terjadi antara molekul-molekul pada suatu cairan lebih besar dibandingkan pada gas. Satu molekul dibagian dalam suatu cairan mengalami gaya tarik menarik dari semua molekul yang mengelilinginya sehingga resultan gaya yang terjadi pada molekul-molekul dipermukaan cenderung menggerakkan molekul-molekul tersebut menuju bagian pusat cairan sehingga menyebabkan cairan berperilaku membentuk suatu lapisan tipis yang menyelimuti seperti kulit dimana gaya tersebut dikenal sebagai tegangan permukaan (Durrant, 1953; Rosen, 2004). Tegangan permukaan diukur dengan menggunakan pipa kapiler dengan mengukur kenaikan cairan didalam tabung pipa kapiler.

Nilai tegangan permukaan yang didapat bervariasi dengan yaitu berkisar antara 33.78 dyne/cm sampai dengan 27.38 dyne/cm. Nilai tegangan permukaan yang rendah menandakan bahwa telah terjadi reaksi sulfonasi dimana dengan terikatnya gugus sulfonat pada metil ester maka akan semakin banyak gugus sulfonat yang terkonversi menjadi surfaktan metil ester sulfonat sehingga menyebabkan semakin banyaknya molekul metil ester sulfonat yang terbentuk sehingga akan semakin meningkatkan penurunan tegangan permukaan. Pengaruh waktu reaksi terhadap tegangan permukaan dengan konsentrasi katalis 1,5% pada berbagai suhu dan rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:1; 1:2; dan 1:3 dapat dilihat pada Gambar 4.14, Gambar 4.15, dan Gambar 4.16.



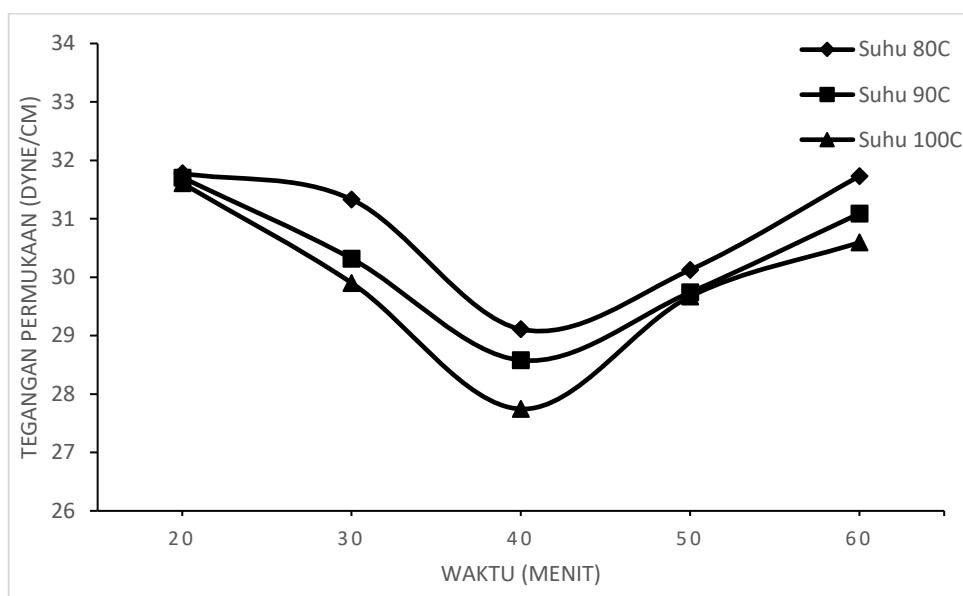
Gambar 4.14 Hubungan antara waktu sulfonasi terhadap tegangan permukaan metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:1 pada berbagai suhu.

Gambar 4.14 menunjukkan Hubungan antara waktu reaksi sulfonasi terhadap tegangan permukaan metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:1. Dari Gambar ini dapat dilihat bahwa nilai tegangan permukaan metil ester sulfonat mengalami penurunan dari waktu reaksi 20 menit sampai dengan waktu reaksi 40 menit dan mengalami kenaikan pada waktu reaksi 40 menit ke waktu reaksi 60 menit. Penggunaan suhu

yang semakin tinggi juga menyebabkan nilai tegangan permukaan metil ester sulfonat semakin menurun.

Tegangan permukaan metil ester sulfonat yang terbesar diperoleh pada waktu reaksi 20 menit dengan suhu sulfonasi 80°C yakni sebesar 33.78 dyne/cm dan nilai tegangan permukaan metil ester sulfonat yang terendah diperoleh pada waktu reaksi 40 menit pada suhu 100°C yaitu sebesar 28.81 dyne/cm. Semakin lama waktu reaksi yang digunakan dalam suatu proses menyebabkan nilai tegangan permukaan metil ester sulfonat yang diperoleh akan semakin rendah. Hal ini disebabkan karena semakin lama waktu reaksi maka kontak antara metil ester dengan natrium bisulfit yang bereaksi akan semakin besar sehingga semakin banyak pula metil ester yang terkonversi membentuk metil ester sulfonat. Semakin banyak molekul surfaktan yang terbentuk dapat membuat nilai tegangan permukaan semakin menurun dikarenakan semakin banyaknya molekul surfaktan, maka gaya kohesi air akan menurun. Molekul-molekul surfaktan mempunyai kecenderungan untuk berada pada permukaan sebuah cairan. Akibat dari adanya surfaktan adalah secara signifikan menurunkan jumlah total kerja untuk memperluas permukaan karena molekulnya mengikat fasa polar, yaitu air, dan non-polar, yaitu udara (Farn, 2006). Gugus hidrofilik pada surfaktan metil ester sulfonat adalah gugus sulfonat, dimana gugus ini merupakan gugus anionic yang berikatan dengan metil ester yang dapat menurunkan tegangan permukaan (D. Myers, 2006). Semakin banyak gugus sulfonat yang bereaksi dengan metil ester, maka semakin banyak pula molekul metil ester sulfonat yang terbentuk dan menyebabkan semakin tinggi kemampuannya untuk menurunkan nilai tegangan permukaan. Akan tetapi waktu reaksi yang terlalu lama dapat meningkatkan nilai tegangan permukaan metil ester sulfonat ini. Hal ini diduga karena semakin lama waktu reaksi yang digunakan tidak hanya komponen metil ester sulfonat saja yang semakin meningkat akan tetapi juga dapat meningkatkan pembentukan garam di-salt dan asam sulfat karena proses hidrolisis dimana keberadaan disalt ini akan menurunkan kelarutan metil ester sulfonat didalam air dingin, bersifat lebih sensitive terhadap air sadah, memiliki deterjensi 50% lebih rendah dan memiliki daya simpan produk yang rendah sehingga dapat menurunkan kinerja metil ester sulfonat terutama dalam kemampuan menurunkan tegangan permukaan (Hidayati, 2006; Hovda, K, 1996;

Sheats & MacArthur, 2002). Hasil penelitian ini didukung dengan penelitian sebelumnya yang menggunakan metode konvensional yang menyatakan bahwa waktu reaksi pada proses sulfonasi berpengaruh terhadap tegangan permukaan metil ester sulfonat (Hariani et al., 2016). Kemudian, hubungan antara waktu sulfonasi terhadap tegangan permukaan metil ester sulfonate dengan konsentrasi katalis 1,5% pada rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:2 pada berbagai suhu dapat dilihat pada Gambar 4.15.

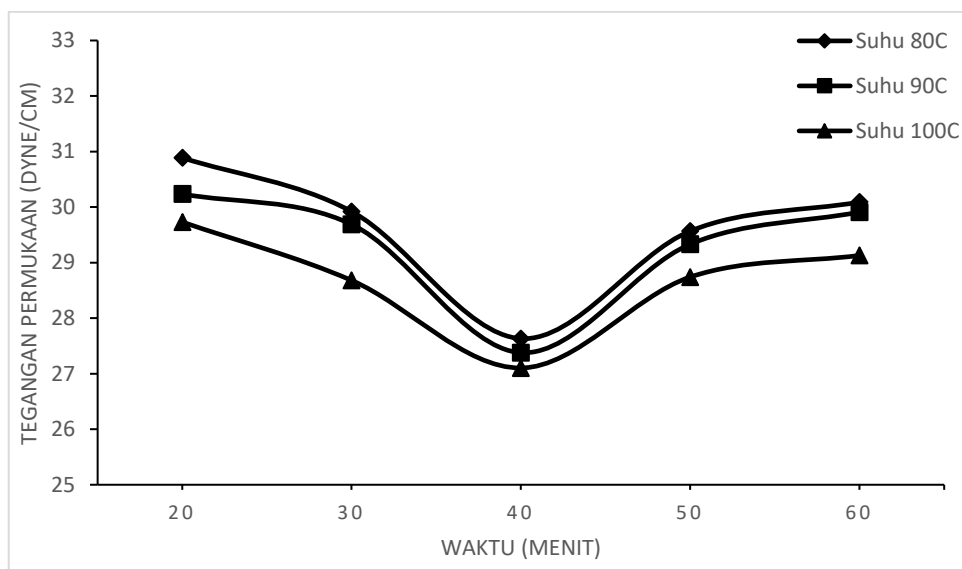


Gambar 4.15 Hubungan antara waktu sulfonasi terhadap tegangan permukaan metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:2 pada berbagai suhu.

Berdasarkan Gambar 4.15 dapat terlihat bahwa nilai tegangan permukaan metil ester sulfonat mengalami penurunan dari waktu reaksi 20 menit sampai dengan waktu reaksi 40 menit dan mengalami kenaikan pada waktu reaksi 40 menit ke waktu reaksi 60 menit. Penggunaan suhu yang semakin tinggi juga menyebabkan nilai tegangan permukaan metil ester sulfonat semakin menurun. Tegangan permukaan metil ester sulfonat yang terbesar diperoleh pada waktu reaksi 20 menit dengan suhu sulfonasi 80°C yakni sebesar 31.78 dyne/cm dan nilai tegangan permukaan metil ester sulfonat yang terendah diperoleh pada waktu reaksi 40 menit pada suhu 100°C yaitu sebesar 27.74 dyne/cm.

Semakin lama waktu reaksi yang digunakan dalam suatu proses menyebabkan nilai tegangan permukaan metil ester sulfonat yang diperoleh akan semakin rendah. Hal ini disebabkan karena semakin lama waktu reaksi maka kontak antara metil ester dengan natrium bisulfit yang bereaksi akan semakin besar sehingga semakin banyak pula metil ester yang terkonversi membentuk metil ester sulfonat. Semakin banyak molekul surfaktan yang terbentuk dapat membuat nilai tegangan permukaan semakin menurun dikarenakan semakin banyaknya molekul surfaktan, maka gaya kohesi air akan menurun.

Molekul-molekul surfaktan mempunyai kecenderungan untuk berada pada permukaan sebuah cairan. Akibat dari adanya surfaktan adalah secara signifikan menurunkan jumlah total kerja untuk memperluas permukaan karena molekulnya mengikat fasa polar, yaitu air, dan non-polar, yaitu udara (Farn, 2006). Gugus hidrofilik pada surfaktan metil ester sulfonat adalah gugus sulfonat, dimana gugus ini merupakan gugus anionic yang berikatan dengan metil ester yang dapat menurunkan tegangan permukaan (D. Myers, 2006). Semakin banyak gugus sulfonat yang bereaksi dengan metil ester, maka semakin banyak pula molekul metil ester sulfonat yang terbentuk dan menyebabkan semakin tinggi kemampuannya untuk menurunkan nilai tegangan permukaan. Akan tetapi waktu reaksi yang terlalu lama dapat meningkatkan nilai tegangan permukaan metil ester sulfonat ini. Hal ini diduga karena semakin lama waktu reaksi yang digunakan akan menyebabkan terjadinya pelepasan gugus SO_3 lebih intensif terjadi sehingga mempengaruhi keberadaan gugus hidrofobik (SO_3H) dan gugus hidrofobik (gugus alkil) pada surfaktan. Adanya pelepasan gugus SO_3 yang lebih tinggi yang menyebabkan pemutusan ikatan molekul berimplikasi pada berkurangnya kemampuan untuk menurunkan tegangan permukaan (Rahmi, 2011). Hasil penelitian ini didukung dengan penelitian sebelumnya yang menggunakan metode konvensional yang menyatakan bahwa waktu reaksi pada proses sulfonasi berpengaruh terhadap tegangan permukaan metil ester sulfonat (Hariyani et al., 2016). Selanjutnya, hubungan antara waktu sulfonasi terhadap tegangan permukaan metil ester sulfonate dengan konsentrasi katalis 1,5% pada rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:3 pada berbagai suhu dapat dilihat pada Gambar 4.16.



Gambar 4.16 Hubungan antara waktu sulfonasi terhadap tegangan permukaan metil ester sulfonat dengan konsentrasi katalis 1,5% pada Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit 1:3 pada berbagai suhu.

Dari Gambar 4.16 dapat dilihat bahwa nilai tegangan permukaan metil ester sulfonat mengalami penurunan dari waktu reaksi 20 menit sampai dengan waktu reaksi 40 menit dan mengalami kenaikan pada waktu reaksi 40 menit ke waktu reaksi 60 menit. Penggunaan suhu yang semakin tinggi juga menyebabkan nilai tegangan permukaan metil ester sulfonat semakin menurun. Tegangan permukaan metil ester sulfonat yang terbesar diperoleh pada waktu reaksi 20 menit dengan suhu sulfonasi 80°C yakni sebesar 30.89 dyne/cm dan nilai tegangan permukaan metil ester sulfonat yang terendah diperoleh pada waktu reaksi 40 menit pada suhu 100°C yaitu sebesar 27.103 dyne/cm. Semakin lama waktu reaksi yang digunakan dalam suatu proses menyebabkan nilai tegangan permukaan metil ester sulfonat yang diperoleh akan semakin rendah. Hal ini disebabkan karena semakin lama waktu reaksi maka kontak antara metil ester dengan natrium bisulfit yang bereaksi akan semakin besar sehingga semakin banyak pula metil ester yang terkonversi membentuk metil ester sulfonat. Semakin banyak molekul surfaktan yang terbentuk dapat membuat nilai tegangan permukaan semakin menurun dikarenakan semakin banyaknya molekul surfaktan, maka gaya kohesi air akan menurun.

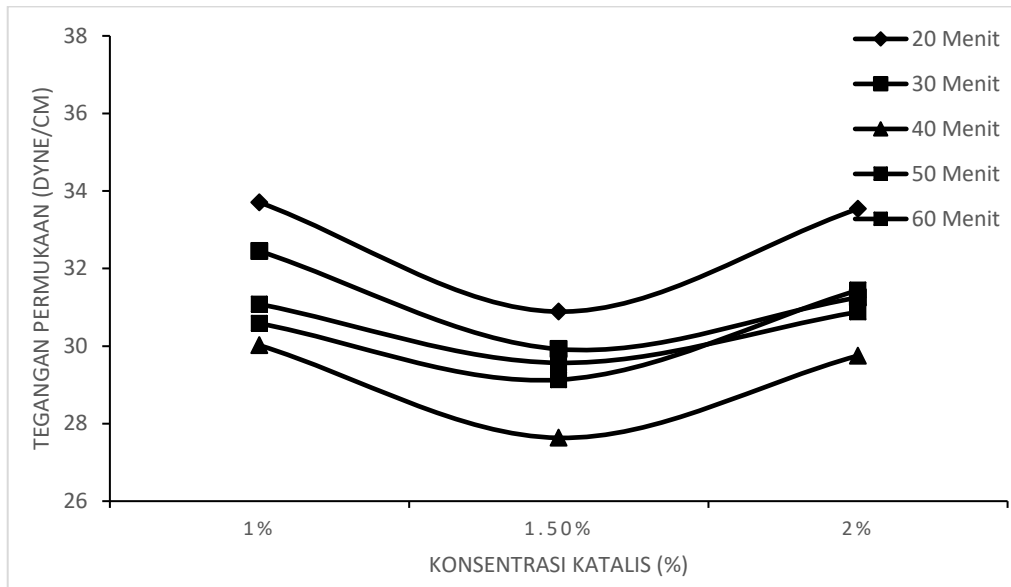
Molekul-molekul surfaktan mempunyai kecenderungan untuk berada pada permukaan sebuah cairan. Akibat dari adanya surfaktan adalah secara signifikan menurunkan jumlah total kerja untuk memperluas permukaan karena molekulnya mengikat fasa polar, yaitu air, dan non-polar, yaitu udara (Farn, 2006). Gugus hidrofilik pada surfaktan metil ester sulfonat adalah gugus sulfonat, dimana gugus ini merupakan gugus anionic yang berikatan dengan metil ester yang dapat menurunkan tegangan permukaan (D. Myers, 2006). Semakin banyak gugus sulfonat yang bereaksi dengan metil ester, maka semakin banyak pula molekul metil ester sulfonat yang terbentuk dan menyebabkan semakin tinggi kemampuannya untuk menurunkan nilai tegangan permukaan. Akan tetapi waktu reaksi yang terlalu lama dapat meningkatkan nilai tegangan permukaan metil ester sulfonat ini. Peningkatan nilai tegangan permukaan ini dikarenakan adanya reaksi samping yang berupa garam disodium karboksi sulfonat (di-salt), olefin dan juga asam metil sulfat yang bukan merupakan senyawa aktif penurun tegangan permukaan (Hidayati, 2006; Sheats & MacArthur, 2002). Hasil penelitian ini didukung dengan penelitian sebelumnya yang menggunakan metode konvensional yang menyatakan bahwa waktu reaksi pada proses sulfonasi berpengaruh terhadap tegangan permukaan metil ester sulfonat (Hariani et al., 2016).

4.5.6 Pengaruh Konsentrasi Katalis terhadap Tegangan Permukaan

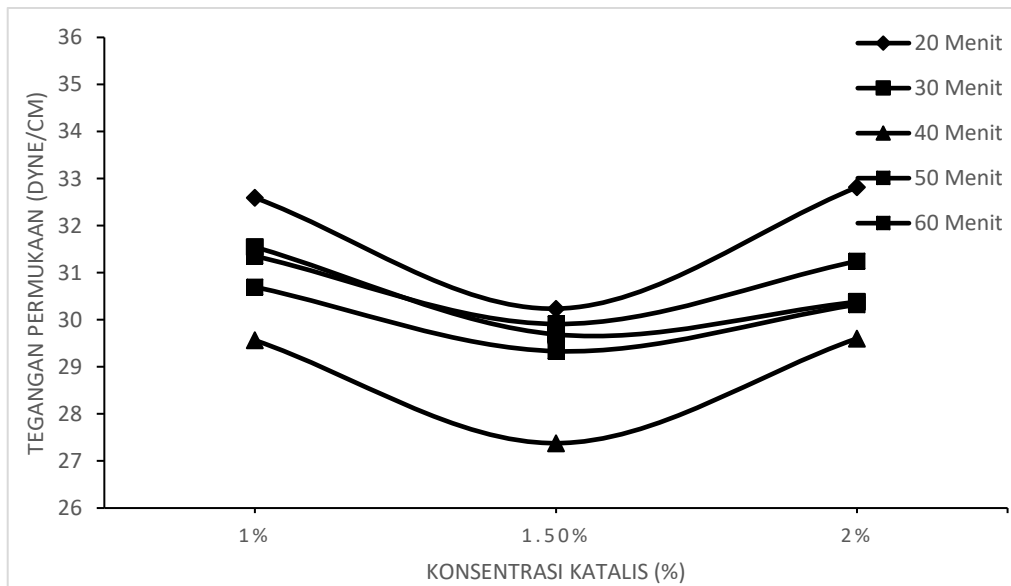
Selain waktu reaksi, suhu sulfonasi, serta rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfat, proses pembuatan metil ester sulfonat juga dipengaruhi oleh konsentrasi katalis yang digunakan. Konsentrasi katalis yang digunakan dapat mempengaruhi metil ester sulfonat yang dihasilkan. Fungsi penambahan katalis dalam proses sulfonasi ditujukan untuk mempercepat reaksi dalam proses pembentukan metil ester sulfonat karena katalis berfungsi untuk menurunkan energi aktivasi. Pengaruh banyaknya penggunaan konsentrasi katalis dalam proses sulfonasi terhadap yield metil ester sulfonat yang dihasilkan sangat penting diketahui karena juga berhubungan dengan nilai ekonomis suatu proses.

Untuk mempelajari pengaruh dari konsentrasi katalis terhadap tegangan permukaan yang dihasilkan pada proses sulfonasi dalam pembuatan surfaktan metil ester sulfonat dilakukan dengan menggunakan konsentrasi katalis sebesar 1%, 1,5%, dan 2%wt. Hubungan antara konsentrasi katalis dan tegangan permukaan

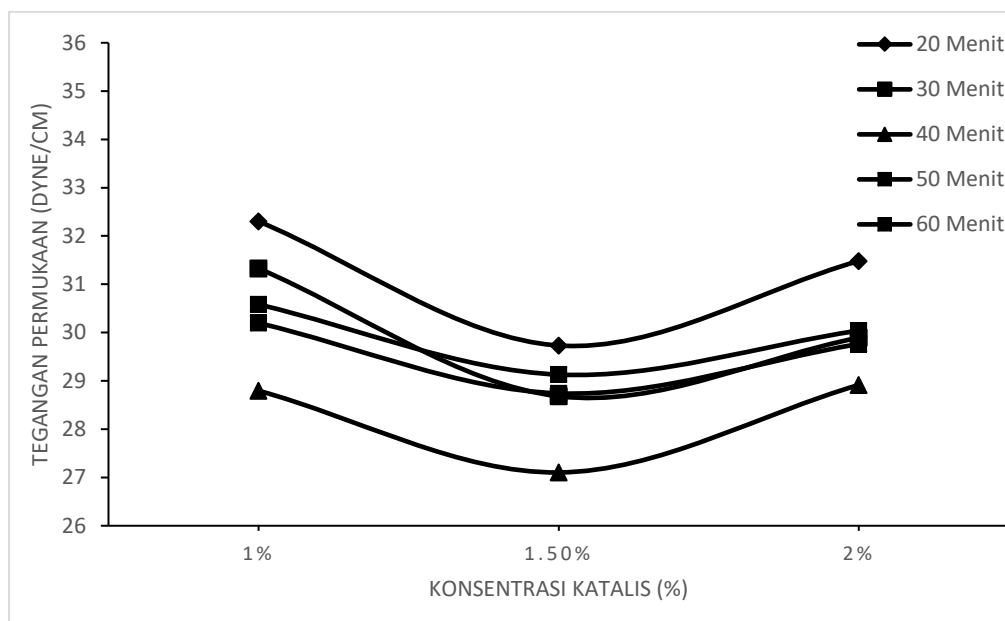
metil ester sulfonat pada waktu 40 menit pada rasio 1:3 dan dengan berbagai suhu ditunjukkan pada Gambar 4.17.



(a) Suhu 80°C



(b) Suhu 90°C



(c) Suhu 100°C

Gambar 4.17 Hubungan antara konsentrasi katalis terhadap tegangan permukaan pada berbagai waktu dan suhu sulfonasi 80°C(a), 90°C (b), 100 °C (c)

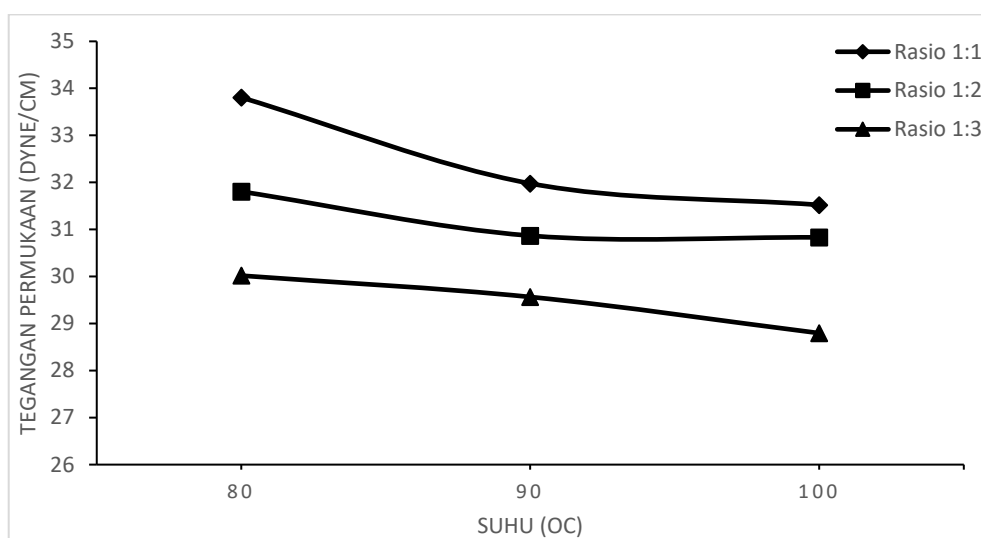
Dari Gambar 4.17 terlihat bahwa nilai tegangan permukaan metil ester sulfonat menurun seiring dengan meningkatnya konsentrasi katalis dari konsentrasi 1% ke konsentrasi 1,5% dan mengalami kenaikan dari konsentrasi 1,5% ke konsentrasi katalis 2%. Hal ini dapat disebabkan karena semakin tinggi konsentrasi katalis yang digunakan, maka akan menyebabkan katalis berperan sebagai penghalang transfer massa sehingga dapat menurunkan kecepatan reaksi dan akhirnya menurunkan konversi reaksi dalam suatu proses (El-gendy et al., 2015).

Penggunaan katalis yang terlalu sedikit juga akan menyebabkan konversi reaktan menjadi produk yang tidak sempurna sehingga semakin sedikit metil ester yang terkonversi menjadi metil ester sulfonat yang menyebabkan nilai tegangan permukaan menjadi lebih besar dikarenakan jumlah surfaktan atau senyawa penurun tegangan permukaan yang terkandung didalam metil ester sulfonat yang tidak banyak. Nilai tegangan permukaan yang terkecil diperoleh pada konsentrasi katalis 1,5% dengan suhu 100°C pada waktu reaksi 20 menit yang menghasilkan nilai tegangan permukaan sebesar 27.38 dyne/cm sedangkan nilai tegangan

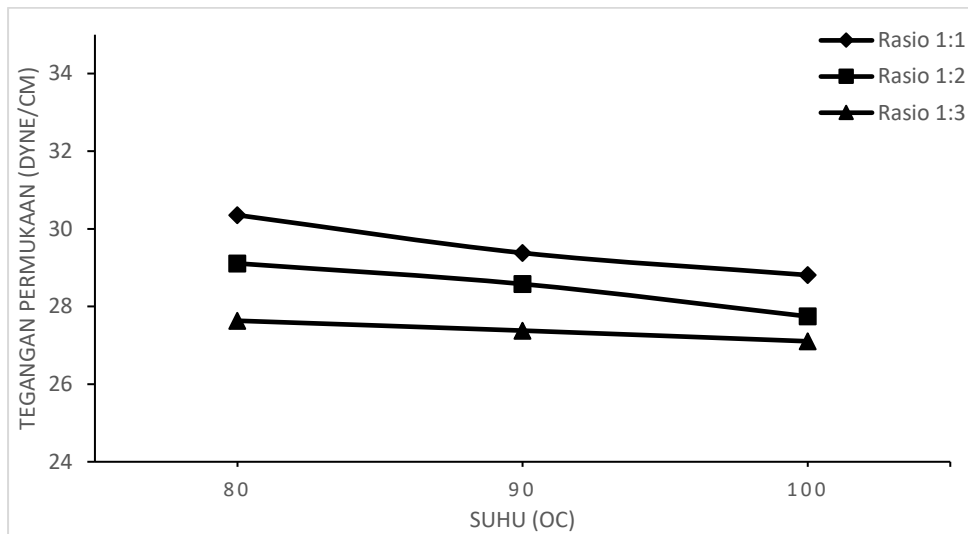
permukaan yang terbesar yaitu 33.70 dyne/cm yang diperoleh pada konsentrasi katalis 1% pada waktu reaksi 20 menit dengan suhu sulfonasi sebesar 80°C.

4.5.7 Pengaruh suhu sulfonasi terhadap Tegangan Permukaan

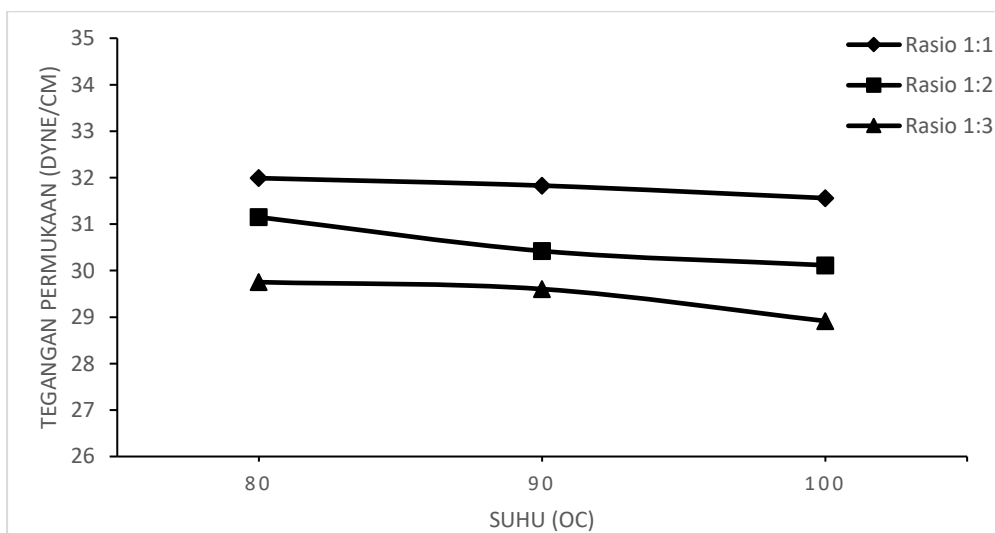
Selain waktu reaksi, metil ester sulfonat dipengaruhi oleh suhu dan juga rasio reaktan yang digunakan. Suhu yang optimal dalam suatu reaksi sangat diperlukan karena suatu reaksi mempunyai suhu reaksi tertentu. Dimana suhu yang terlalu rendah dapat menyebabkan reaksi itu tidak terjadi, sedangkan apabila suhu terlalu tinggi akan menyebabkan yang dapat meningkatkan hasil produk samping yang tidak diinginkan sehingga dapat mengurangi hasil produk utama dalam suatu proses. Proses sulfonasi dalam pembuatan surfaktan metil ester sulfonat dilakukan dengan menggunakan suhu sebesar 80, 90, dan 100°C. Hubungan antara suhu dan tegangan permukaan metil ester sulfonat pada waktu 40 menit pada berbagai rasio reaktan dan konsentrasi katalis ditunjukkan pada Gambar 4.18.



(a) Katalis 1%



(b) Katalis 1,5%



(c) Katalis 2%

Gambar 4.18 Hubungan antara suhu sulfonasi terhadap tegangan permukaan pada berbagai suhu dan konsentrasi katalis 1% (a), 1,5% (b), 2% (c)

Dari Gambar 4.18 terlihat bahwa nilai tegangan permukaan metil ester sulfonat menurun seiring dengan meningkatnya suhu reaksi yang digunakan. Dengan meningkatnya suhu reaksi dapat meningkatkan kemungkinan bereaksinya metil ester dengan Natrium Bisulfit (NaHSO_3) yang semakin optimal karena suhu dapat menambah luas permukaan bidang sentuh antar pereaksi yang berbeda fase sehingga reaksi akan berlangsung lebih cepat (Hapsari, 2003) dan akan

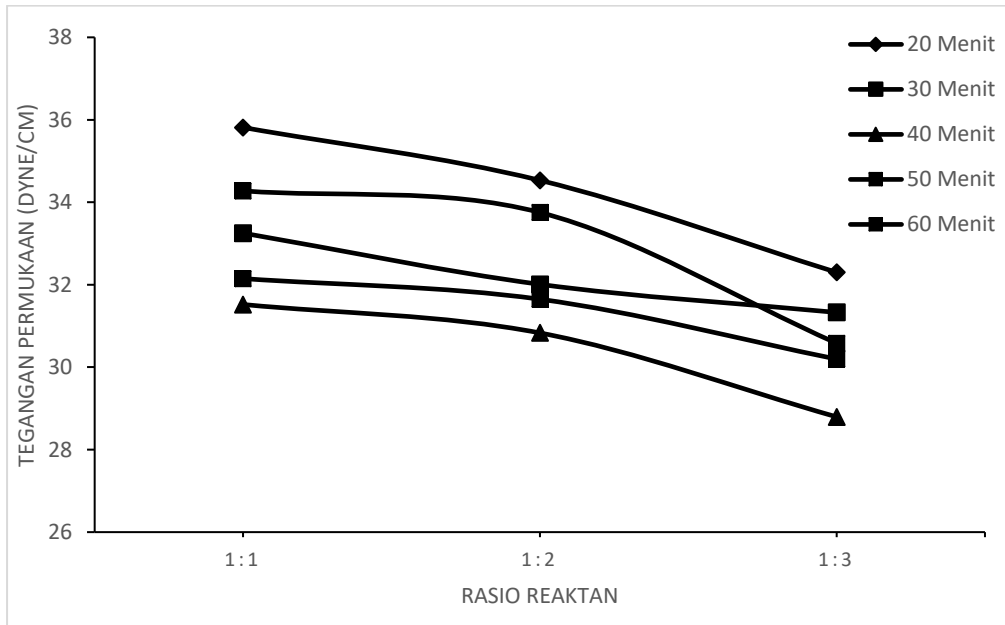
meningkatkan pembentukan metil ester sulfonat. Dimana dengan semakin banyak SO_3 yang terikat pada metil ester sulfonat yang dihasilkan, maka akan menyebabkan kemampuan metil ester sulfonate dalam menurunkan tegangan permukaan semakin besar. Selain itu, terlihat bahwa semakin besar penggunaan rasio mol reaktan menyebabkan nilai tegangan permukaan metil ester sulfonat juga mengalami penurunan. Tegangan permukaan terendah didapat pada suhu reaksi 100°C dengan rasio mol 1:3 pada konsentrasi katalis 1,5% yaitu sebesar 27.38 dyne/cm. Dan nilai tegangan permukaan terbesar diperoleh pada suhu 80°C dengan rasio mol reaktan 1:1 pada konsentrasi katalis 1% yaitu sebesar 33,80 dyne/cm.

4.5.8 Pengaruh Rasio Mol terhadap Tegangan Permukaan

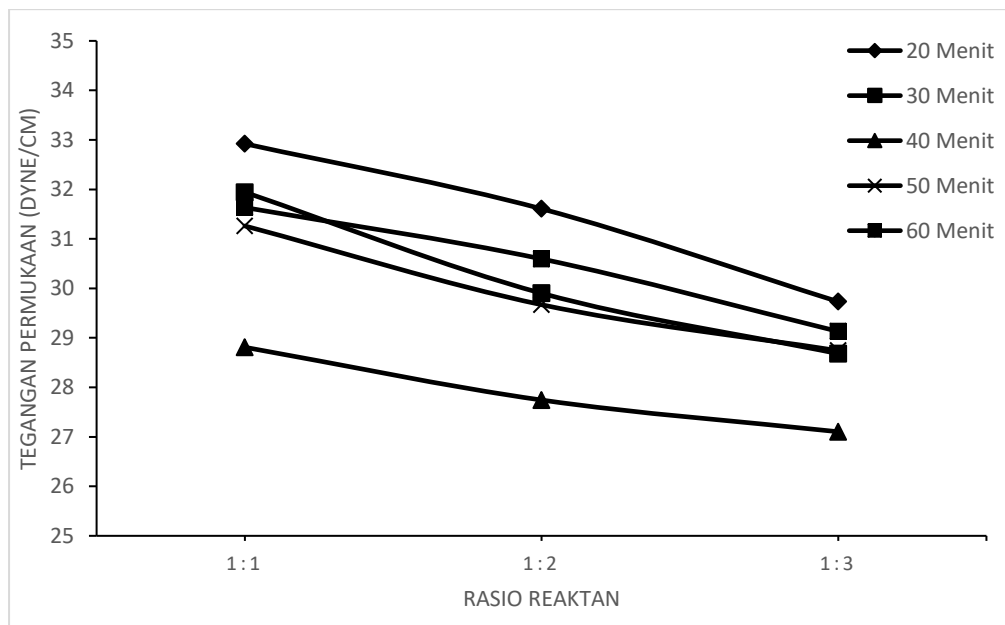
Rasio mol reaktan yang digunakan dalam proses sulfonasi metil ester sulfonat juga mempengaruhi metil ester sulfonat yang dihasilkan. Selain suhu, rasio mol reaktan yang optimal dalam suatu reaksi juga sangat diperlukan karena pada suatu reaksi akan mempunyai perbandingan mol tertentu sehingga didapatkan hasil yang optimal. Dimana penggunaan rasio mol reaktan yang terlalu rendah dapat menyebabkan reaksi tidak terkonversi dengan sempurna dikarenakan kemungkinan kontak antara reaktan akan semakin kecil sehingga dapat mengurangi produk yang dihasilkan, sedangkan apabila rasio terlalu tinggi dan berlebih pada proses sulfonasi akan mengakibatkan reaksi oksidasi yang meningkatkan produk samping berupa olefin, asam sulfat dan hidrolisis ester yang menghasilkan disalt. Rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit yang digunakan pada proses sulfonasi dalam pembuatan surfaktan metil ester sulfonat yaitu dengan menggunakan rasio mol sebesar 1:1; 1:2; dan 1:3. Hubungan antara rasio mol dan tegangan permukaan metil ester sulfonat dengan suhu 100°C pada berbagai waktu dan konsentrasi katalis ditunjukkan pada Gambar 4.19.

Berdasarkan Gambar 4.19 diatas, dapat terlihat bahwa dengan meningkatnya rasio reaktan yang digunakan antara metil ester dengan natrium bisulfit akan semakin menurunkan nilai tegangan permukaan. Hal ini disebabkan karena semakin besar rasio mol reaktan yang digunakan maka kemungkinan kontak antara metil ester dan natrium bisulfit akan semakin besar sehingga akan semakin banyak pula kemungkinan terbentuknya gugus sulfonat pada metil ester dan semakin banyak metil ester yang terkonversi menjadi surfaktan metil ester sulfonat.

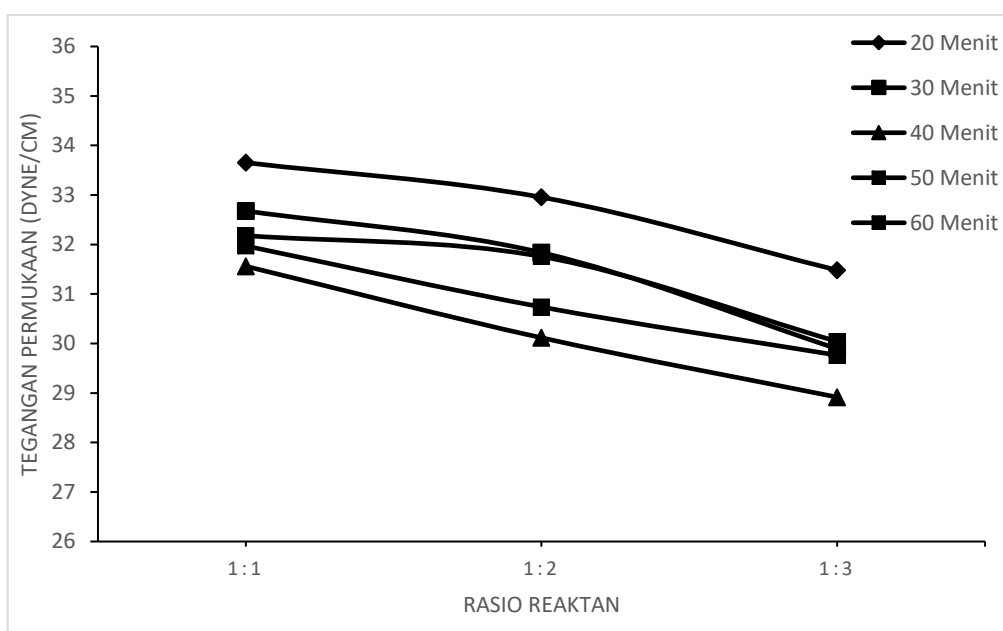
Semakin banyak molekul surfaktan yang terbentuk dapat membuat nilai tegangan permukaan semakin menurun dikarenakan semakin banyaknya molekul surfaktan, maka gaya kohesi air akan menurun.



(a) Katalis 1%



(b) Katalis 1,5%



(c) Katalis 2%

Gambar 4.19 Hubungan antara rasio reaktan terhadap tegangan permukaan pada berbagai suhu dan konsentrasi katalis 1% (a), 1,5% (b), 2% (c)

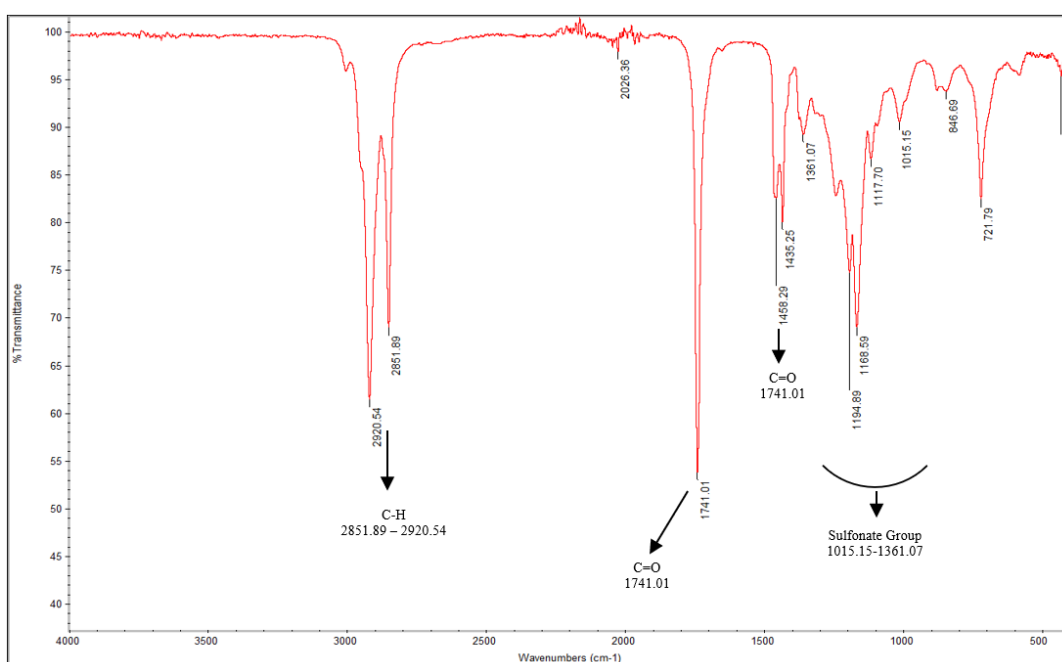
Akan tetapi penggunaan waktu reaksi yang terlalu lama dapat meningkatkan nilai tegangan permukaan metil ester sulfonat ini. Peningkatan nilai tegangan permukaan ini dikarenakan adanya reaksi samping yang berupa garam disodium karboksi sulfonat (di-salt), olefin dan juga asam metil sulfat yang bukan merupakan senyawa aktif penurun tegangan permukaan (Hidayati, 2006; Sheats & MacArthur, 2002). Tegangan permukaan yang terendah diperoleh pada rasio mol reaktan 1:3 dengan lamanya waktu sulfonasi 40 menit dengan konsentrasi katalis sebesar 1,5% yang menghasilkan nilai tegangan permukaan sebesar 27.38 dyne/cm. Dan nilai tegangan permukaan terbesar diperoleh pada rasio mol reaktan 1:1 dengan lamanya waktu sulfonasi 20 menit dengan konsentrasi katalis 1% yang menghasilkan nilai tegangan permukaan sebesar 35.81 dyne/cm.

4.5.9 FTIR

Fourier Transformed Infrared (FTIR) merupakan salah satu alat atau instrument yang dapat digunakan untuk mendeteksi gugus fungsi, mengidentifikasi senyawa dan menganalisis campuran dari sampel yang dianalisis tanpa merusak sampel. Daerah inframerah pada spektrum gelombang elektromagnetik dimulai dari

panjang gelombang 14000 cm⁻¹ hingga 10⁻¹. Metode Spektroskopi inframerah ini dapat digunakan untuk mengidentifikasi suatu senyawa yang belum diketahui dan juga dapat digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsional dan jenis ikatan yang ada dalam molekul,

Analisa FTIR dilakukan untuk mengidentifikasi struktur dari metil ester sulfonat yang terbentuk dan untuk mengetahui reaksi yang dijalankan telah sesuai dengan yang diharapkan. Hasil Analisa FTIR metil ester sulfonat dari proses sulfonasi ditunjukkan pada Gambar 4.20.



Gambar 4.20 Hasil Analisa FTIR Metil Ester Sulfonat

Spektrum FT-IR pada Gambar 4.20 menunjukkan puncak serapan pada daerah bilangan gelombang 2851,89 cm⁻¹ dan 2920,54 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya vibrasi *stretching* dari gugus C-H sp³ yang didukung vibrasi *bending* C-H sp³ dari -CH₂ pada bilangan gelombang lebih kurang 1435,25 cm⁻¹ dan dari -CH₃ pada bilangan gelombang 1361,07 cm⁻¹ (Silverstein et al., 2005; Smith, 1998). Puncak serapan gugus sulfonat (-SO₃H) pada daerah bilangan gelombang 1168.59 hingga 1194,89 cm⁻¹, dan untuk gugus S=O pada bilangan gelombang 1117,70 cm⁻¹. Pita kuat pada daerah bilangan gelombang 1741.01 cm⁻¹ merupakan serapan khas dari gugus karbonil C=O dari ester dan didukung dengan puncak serapan C-O-C pada daerah bilangan gelombang 1117,70 cm⁻¹ sehingga

dapat disimpulkan bahwa hasil FTIR metil ester sulfonat menunjukkan adanya gugus ester. Pita serapan pada bilangan gelombang 721.79-846.69 cm^{-1} adalah tipikal untuk kelompok S-O. Getaran luas pada bilangan gelombang 721,79 cm^{-1} ditetapkan untuk gugus alkena ($-\text{CH}=\text{CH}-$) dari rantai asam lemak tak jenuh. Puncak pada 2920.54 cm^{-1} dan 2851.89 cm^{-1} merupakan absorpsi untuk gugus asam lemak C-H rantai asam lemak.

Reaksi sulfonasi dapat terjadi baik pada ikatan rangkap maupun ikatan tidak rangkap yang membentuk hasil berupa senyawa sulfonat. Pada spektrum hasil analisa FTIR diatas tidak menunjukkan adanya vibrasi yang lebar (*broad spectrum*) pada daerah bilangan gelombang 3600-3200 cm^{-1} yang menunjukkan adanya gugus $-\text{OH}$ (hidroksil) golongan alkohol, dimana gugus tersebut diduga berasal dari molekul air yang tidak terpisah secara sempurna pada proses pengeringan. Sehingga diketahui bahwa metil ester sulfonat yang dihasilkan ini telah mengalami proses pengeringan yang sempurna sehingga tidak ada molekul air yang masih tersisa didalam produk metil ester sulfonat.

4.5.10 Penentuan Nilai Hydrophilic Lipophilic Balance (HLB)

Surfaktan metil ester sulfonat memiliki beberapa gugus didalam strukturnya antara lain gugus hidroksi, gugus karboksilat, gugus hidrokarbon dan juga gugus sulfonat. Gugus hidroksil, gugus karboksilat dan gugus sulfonat yang terdapat dalam metil ester sulfonat merupakan gugus hidrofilik sedangkan gugus hidrokarbon pada metil ester sulfonat merupakan gugus lipofilik (Martin, 1993). Dari perhitungan nilai HLB (*Hydrophilic Lipophilic Balance*) atau keseimbangan hidrofilik lipofilik diperoleh nilai HLB sebesar 12.2508. Nilai HLB yang diperoleh ini sudah hamper sama dengan nilai HLB metil ester sulfonat yang diperoleh dari penelitian penelitian sebelumnya yaitu sebesar 12,33 (Jin et al., 2016; Permadani & Slamet, 2019), 13,11 (Asselah & Tazerouti, 2014). Besar kecilnya nilai hidrofilik dan lipofilik pada metil ester sulfonat menentukan kecenderungan atau potensi surfaktan yang mana semakin tinggi nilai HLB dari suatu zat, maka akan semakin bersifat hidrofilik zat tersebut begitu juga sebaliknya. Berdasarkan dari skala ukuran nilai HLB, maka untuk metil ester sulfonat dengan nilai HLB 12.2508 dapat digunakan sebagai bahan penglarut (*solubilizer*) dan dapat digunakan sebagai detergen serta bahan pengemulsi (Adamson, 1990; Martin, dkk. 1993).

4.6 Optimasi Proses Sulfonasi Metil Ester Sulfonat dengan bantuan *Microwave* menggunakan *Response Surface Methodology* (RSM)

4.6.1. Optimasi Yield Metil Ester sulfonat dari Metil Ester Minyak Sawit dengan *Response Surface Methodology* (RSM)

Pada optimasi untuk proses pembuatan metil ester sulfonat dari metil ester minyak sawit menggunakan metode *microwave-assisted* dengan *Response Surface Methodology* digunakan empat faktor yaitu waktu reaksi (menit), konsentrasi katalis CaO (%), suhu sulfonasi (°C), serta rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit, yang dapat dilihat pada Tabel 4.5. Dimana nilai suhu sulfonasi yang digunakan berkisar antara 80-100 °C, rasio mol reaktan berkisar antara 1:1 - 1:3, waktu sulfonasi berkisar antara 20-60 menit, dan konsentrasi katalis berkisar antara 1-2 %.

Tabel 4.5 Faktor pada desain eksperimen pada sulfonasi metil ester sulfonat dari metil ester minyak sawit menggunakan metode *microwave-assisted* dengan *Box-Behnken Design* (BBD)

Faktor	Satuan	Level	
		Low	High
<i>Waktu reaksi</i>	Minutes	20	60
<i>Konsentrasi Katalis</i>	%	1	2
<i>Suhu</i>	°C	80	100
<i>Rasio mol</i>		1	3

Setelah memasukkan masing-masing nilai faktor pada aplikasi *Design-Expert version 11.0.4* (State-Ease Inc., Minneapolis, MN, USA) dengan memilih *Box-Behnken Design* (BBD) diperoleh desain eksperimen sebanyak 29 percobaan untuk mendapatkan *yield* metil ester sulfonat yang optimum dari metil ester minyak sawit dengan metode *microwave-assisted* yang dapat dilihat pada Tabel 4.6. Selain itu pada Tabel 4.6 juga dapat dilihat *yield predicted* dan *actual* dari metil ester sulfonat yang diperoleh dari proses sulfonasi yang diperoleh dengan metode *microwave-assisted*.

Tabel 4.6 Hasil dan desain eksperimen pada metil ester sulfonat menggunakan metode *microwave-assisted* dengan *box-behnken design* (BBD)

Waktu (Menit)	Katalis (%)	Suhu	Rasio	Yield (%)		
				<i>Actual</i>	<i>Predicted</i>	<i>Residual</i>
40	1	80	2	96.33	96.47063	-0.14063
60	1	90	2	95.67	95.74428	-0.07428
60	1.5	80	2	96.83	96.67095	0.159055
20	1.5	100	2	96.33	96.36615	-0.03615
40	2	90	3	97.83	97.75771	0.07229
60	1.5	100	2	97.5	97.23095	0.269055
20	1.5	80	2	95.17	95.31615	-0.14615
40	1.5	90	2	98	97.2658	0.734205
60	1.5	90	3	97.67	97.5872	0.082805
40	2	100	2	97.83	97.52396	0.30604
40	1.5	90	2	97	97.2658	-0.26579
60	2	90	2	95.67	95.99261	-0.32261
40	1.5	80	3	98.17	98.35605	-0.18604
40	2	90	1	96.33	96.36771	-0.03771
40	1	100	2	97.33	97.36063	-0.03063
20	1.5	90	3	96.67	96.3924	0.277605
40	1	90	3	97.67	97.50938	0.16062
40	1.5	90	2	97.33	97.2658	0.064205
60	1.5	90	1	96	96.1122	-0.1122
20	1.5	90	1	95.17	95.0874	0.082605
20	2	90	2	94.67	94.88281	-0.21281
40	2	80	2	97	96.80396	0.19604
40	1	90	1	96.17	96.11938	0.05062
40	1.5	100	3	98.67	99.07605	-0.40604
40	1.5	90	2	97.67	97.2658	0.404205
40	1.5	100	1	97.67	97.77105	-0.10104
40	1.5	90	2	96.33	97.2658	-0.93579
40	1.5	80	1	97	96.88105	0.118955
20	1	90	2	94.67	94.63448	0.03552

Pada proses sulfonasi metil ester sulfonat dari metil ester minyak sawit menggunakan metode *microwave-assisted* dilakukan analisis ANOVA untuk mengidentifikasi faktor-faktor dan interaksi penting yang mempengaruhi *yield* metil ester sulfonat yang diperoleh dari metil ester minyak sawit menggunakan metode *microwave-assisted*. Hasil analisis ANOVA dapat dilihat pada Tabel 4.7.

Faktor penting yang mempengaruhi *yield* metil ester sulfonat yang diperoleh dari metil ester minyak sawit menggunakan metode *microwave-assisted* ditunjukkan oleh *p-value* kurang dari 0,05. Tabel 4.7 menunjukkan bahwa parameter linier atau parameter independen yaitu berupa waktu reaksi (A), suhu sulfonasi (C), dan rasio mol (D), dan parameter kuadratik yaitu berupa waktu reaksi (A²), konsentrasi katalis (B²), suhu sulfonasi (C²), serta rasio mol (D²) memberikan efek signifikan terhadap *yield* metil ester sulfonat yang diperoleh dari metil ester minyak sawit menggunakan metode *microwave-assisted* (*P-value* < 0,05).

Tabel 4.7 Analisis varian (ANOVA) pada metil ester sulfonat dari metil ester minyak sawit untuk hasil respon dari *quadratic* model untuk mengidentifikasi faktor-faktor signifikan dengan *box-behnken design* (BBD)

<i>Source</i>	<i>Sum of Squares</i>	<i>df</i>	<i>Mean Square</i>	<i>F Value</i>	<i>p-value Prob > F</i>	
Model	29,55	14	2,11	12,09	< 0.0001	<i>significant</i>
A-Waktu Reaksi	3,70	1	3,70	21,17	0,0004	
B-Katalis	0,19	1	0,19	1,06	0,3208	
C-Suhu	1,94	1	1,94	11,13	0,0049	
D-Rasio Mol	5,80	1	5,80	33,20	< 0.0001	
AB	0,000	1	0,000	0,000	1.0000	
AC	0,060	1	0,060	0,34	0,5670	
AD	7,225E-003	1	7,225E-003	0,041	0,8417	
BC	7,225E-003	1	7,225E-003	0,041	0,8417	
BD	0,000	1	0,000	0,000	1.0000	
CD	7,225E-003	1	7,225E-003	0,041	0,8417	
A ²	10,93	1	10,93	62,59	< 0.0001	
B ²	2,78	1	2,78	15,90	0,0013	
C ²	1,19	1	1,19	6,81	0,0206	
D ²	0,69	1	0,69	3,97	0,0661	
Residual	2,44	14	0,17			
<i>Lack of Fit</i>	0,79	10	0,079	0,19	0,9844	<i>not significant</i>
<i>Pure Error</i>	1,65	4	0,41			
Cor Total	31,99	28				

Berdasarkan hasil ANOVA pada Tabel 4.7 menggunakan *quadratic* model umumnya signifikan. Hal ini ditunjukkan pada analisis varian dalam ANOVA (Tabel 4.7) untuk *quadratic* model secara umum memberikan hasil $p < 0,05$ yang signifikan. Dalam kasus ini, parameter independen yaitu berupa waktu reaksi (A), suhu sulfonasi (C), dan rasio mol (D), dan parameter kuadratik yaitu berupa waktu reaksi (A^2), konsentrasi katalis (B^2), suhu sulfonasi (C^2), serta rasio mol (D^2) memberikan efek yang signifikan terhadap *yield* metil ester sulfonat. Jika nilai parameter-parameter ini lebih besar dari 0,1 bentuk model ini akan tidak signifikan. Model nilai-F adalah 12,09 menyatakan model ini signifikan. Hal ini menunjukkan bahwa hanya ada 0,01% kemungkinan bahwa nilai-F sebesar ini dapat terjadi karena noise. Faktor-faktor tersebut adalah waktu reaksi (menit), konsentrasi katalis (%), suhu sulfonasi ($^{\circ}\text{C}$), serta rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfid, menunjukkan nilai penting untuk semua faktor dengan hasil respon. Selain itu, *quadratic* model dapat mengevaluasi dan menganalisis interaksi masing-masing factor, antara lain interaksi antara waktu reaksi dan konsentrasi katalis (AB), waktu reaksi dan suhu sulfonasi (AC), waktu reaksi dan rasio mol (AD), konsentrasi katalis dan suhu sulfonasi (BC), konsentrasi katalis dan rasio mol (BD), dan suhu sulfonasi dan rasio mol (CD) yaitu tidak signifikan ($p > 0,05$) yang berarti bahwa faktor-faktor kurang dipengaruhi untuk proses sulfonasi metil ester sulfonat dari metil ester minyak sawit. Namun, waktu reaksi (A), suhu sulfonasi (C), dan rasio mol (D), dan parameter kuadratik yaitu berupa waktu reaksi (A^2), konsentrasi katalis (B^2), suhu sulfonasi (C^2), serta rasio mol (D^2) yang hanya menunjukkan hasil yang signifikan ($p < 0,05$). Hal ini menunjukkan bahwa A, C, D, A^2 , B^2 , C^2 , D^2 merupakan faktor utama pada proses sulfonasi yang mempengaruhi *yield* metil ester dengan menggunakan *microwave-assisted*.

Sehingga pada metode *microwave-assisted*, jika dilakukan optimasi maka akan menghasilkan waktu reaksi, suhu sulfonasi, dan rasio mol yang paling berpengaruh. Adapun ringkasan dari fitting statistics ANOVA ditampilkan pada Tabel 4.8.

Tabel 4.8 Summary dan fitting statistics dari ANOVA

<i>Fit Statistics</i>	Hasil
<i>Standar Deviasi</i>	0,42
<i>Mean</i>	96,77
<i>Coefficient of Variance (CV) %</i>	0,43
<i>R-Squared</i>	0,9236
<i>Adjusted R-Squared</i>	0,8472
<i>Predicted R-Squared</i>	0,7768
<i>Adeq Precision</i>	14,780

Parameter yang digunakan menunjukkan bahwa data aktual dapat dievaluasi atau tidak dengan hasil model statistik pada Tabel 4.8. Koefisien model diwakili oleh konstanta, koefisien linear untuk variabel independen, koefisien suku interaktif, koefisien suku kuadrat. Kemudian, koefisien determinasi (R^2), koefisien determinasi yang disesuaikan ($Adj-R^2$) dan presisi dan memadai yang dapat digunakan untuk mengevaluasi kecocokan model. Biasanya memaksimalkan R^2 yang disesuaikan ($adjusted R^2$) dan R^2 yang diprediksi ($predicted R^2$); model ini dapat dikatakan memadai ketika nilainya $p < 0,05$; lack of fit ($p > 0,05$); dan $R^2 > 0,9$ (Aydar and Köseoğlu 2017).

Model yang diperoleh memiliki nilai R^2 0.9236, hal ini menunjukkan bahwa model yang diusulkan menjelaskan 92.36% dari variabilitas dalam respons (nilai-nilai eksperimental). Nilai R^2 yang tinggi menunjukkan korelasi yang sangat baik antara nilai respon eksperimental dan prediksi sehingga keandalan model tinggi dalam memprediksi yield metil ester sulfonate. *Predicted R²* yaitu 0,7768 menunjukkan bahwa secara umum ketetapan model yang digunakan baik, tetapi dalam beberapa kasus model orde lebih tinggi memprediksi lebih baik dengan *adjusted R²* yang disesuaikan dengan 0,8472. Nilai *predicted R²* tidak memiliki perbedaan lebih dari 0,2 jika dibandingkan dengan nilai *adjusted R²* yang berarti model sesuai. Standar deviasi model adalah 0,42. Nilai yang kecil dari standar deviasi menunjukkan korelasi yang baik yang memiliki nilai dekat antara data eksperimen dan model prediksi (Behera et al., 2018). Selain itu, nilai *Adeq precision* > 4 tepatnya (14,780) yang menunjukkan sinyal dan model yang memadai dan dapat digunakan untuk menavigasi desain selanjutnya, yang berarti model dapat

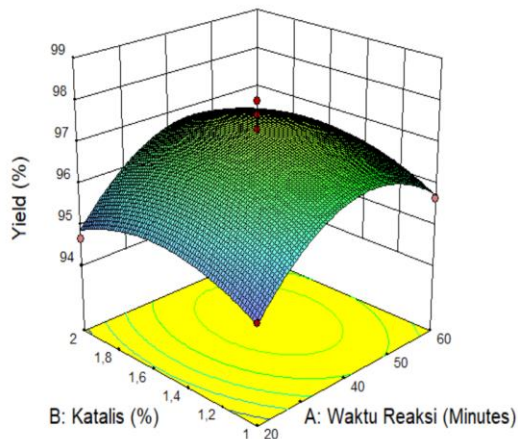
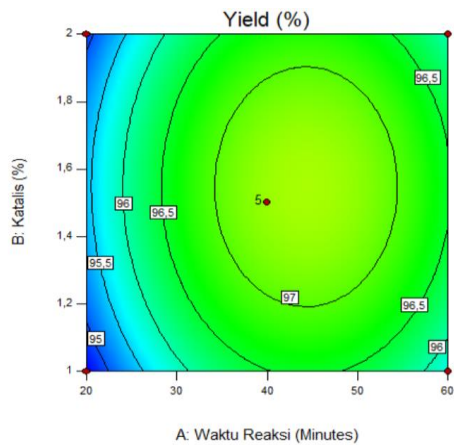
digunakan untuk optimisasi (Wanasundara & Shahidi, 1996). Hal ini membuktikan bahwa model yang sangat baik dan dapat meningkatkan hubungan antara variabel proses pada respon sehingga optimisasi dapat diterapkan.

Selain itu, pada optimisasi dari metil ester sulfonat dari metil ester minyak sawit dengan menggunakan metode *microwave-assisted* dengan *box-behnken design* (BBD) juga dapat diperoleh persamaan yang dapat digunakan untuk memprediksi *yield* metil ester sulfonat yang diperoleh. Berdasarkan desain eksperimen yang telah dilakukan, *yield* metil ester sulfonat dari metil ester minyak sawit dengan menggunakan metode *microwave-assisted* dapat dilihat pada persamaan model *quadratic* sebagai berikut:

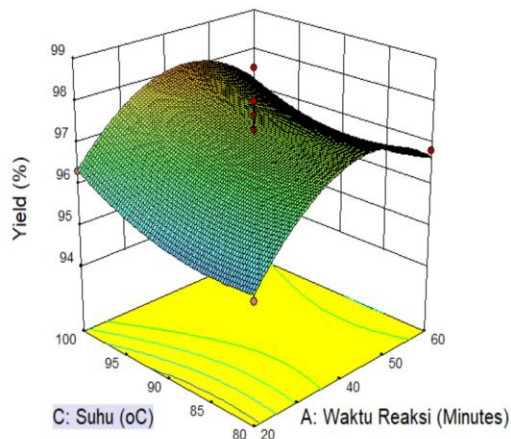
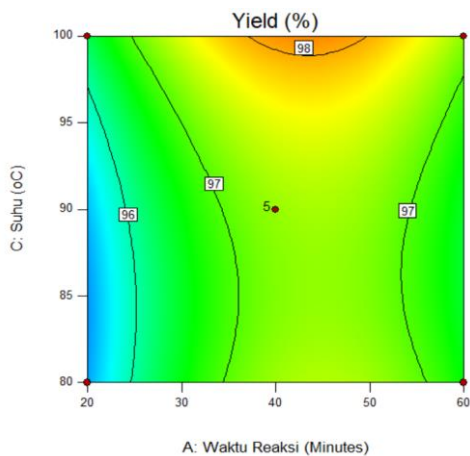
$$\begin{aligned}
 \text{Yield} = & \\
 & +111,73950 \\
 & +0,33822 * \text{Waktu Reaksi} \\
 & +8,86433 * \text{Katalis} \\
 & -0,68485 * \text{Suhu} \\
 & -0,31550 * \text{Rasio Mol} \\
 & +1,56547\text{E-}017 * \text{Waktu Reaksi} * \text{Katalis} \\
 & -6,12500\text{E-}004 * \text{Waktu Reaksi} * \text{Suhu} \\
 & +2,12500\text{E-}003 * \text{Waktu Reaksi} * \text{Rasio Mol} \\
 & -8,50000\text{E-}003 * \text{Katalis} * \text{Suhu} \\
 & -4,52944\text{E-}016 * \text{Katalis} * \text{Rasio Mol} \\
 & -4,25000\text{E-}003 * \text{Suhu} * \text{Rasio Mol} \\
 & -3,24500\text{E-}003 * \text{Waktu Reaksi}^2 \\
 & \quad -2,61700 * \text{Katalis}^2 \\
 & +4,28250\text{E-}003 * \text{Suhu}^2 \\
 & +0,32700 * \text{Rasio Mol}^2 \dots\dots\dots(4.1)
 \end{aligned}$$

Dari hasil persamaan dalam hal faktor aktual dapat digunakan untuk membuat prediksi tentang respon untuk variabel yang diberikan masing-masing. Di sini, level harus ditentukan untuk setiap faktor. Dari persamaan (4.1) diketahui beberapa parameter indepen yang berpengaruh adalah waktu reaksi, suhu sulfonasi, dan rasio mol yang memberi efek signifikan.

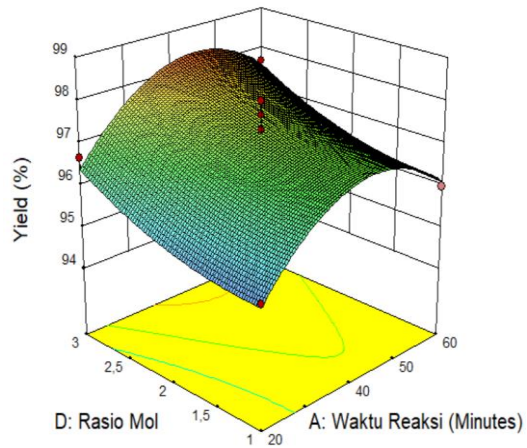
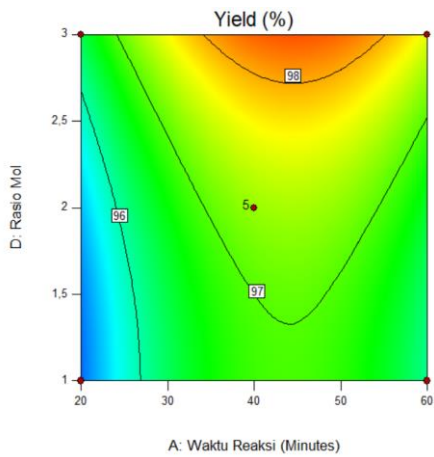
Dalam penelitian ini, untuk menguji pengaruh dari beberapa faktor terhadap respon berupa *yield* metil ester sulfonat dari metil ester minyak sawit dengan menggunakan metode *microwave-assisted*, maka dapat dilihat dari representasi grafik yang dikenal sebagai plot kontur. Dimana plot kontur ini diperoleh dari model regresi pada *quadratic* model pada Gambar 4.21 dibawah ini.



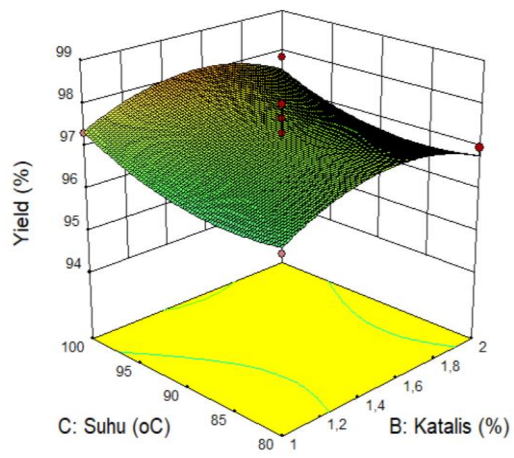
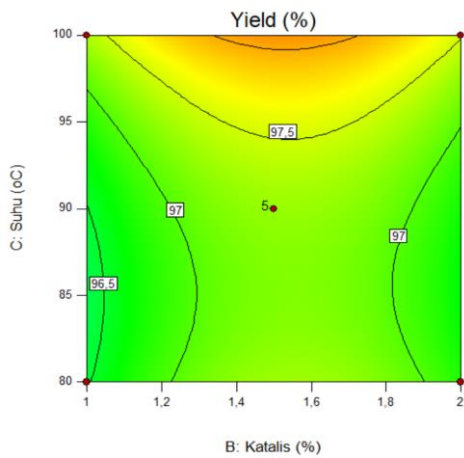
(a) Waktu reaksi dan konsentrasi katalis CaO pada suhu 90°C dan rasio mol reaktan 1:2



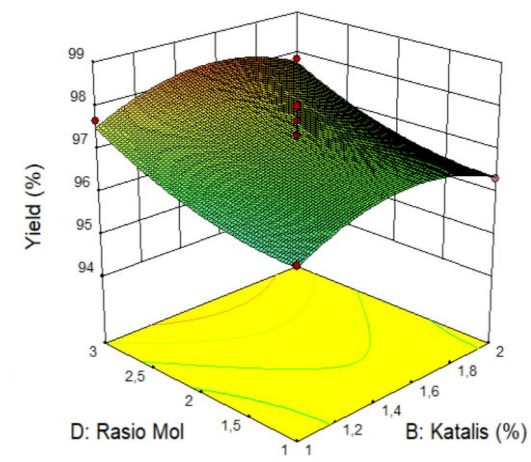
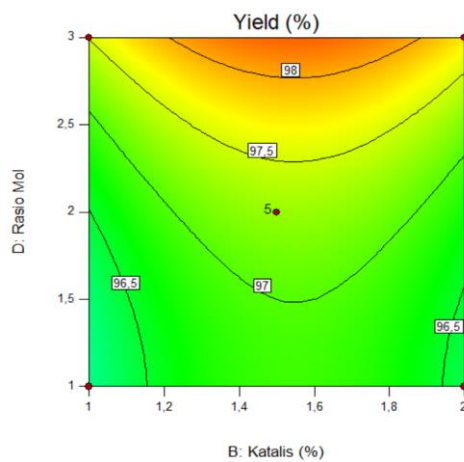
(b) Waktu reaksi dan suhu pada konsentrasi katalis CaO 1,5% dan rasio mol reaktan 1:2



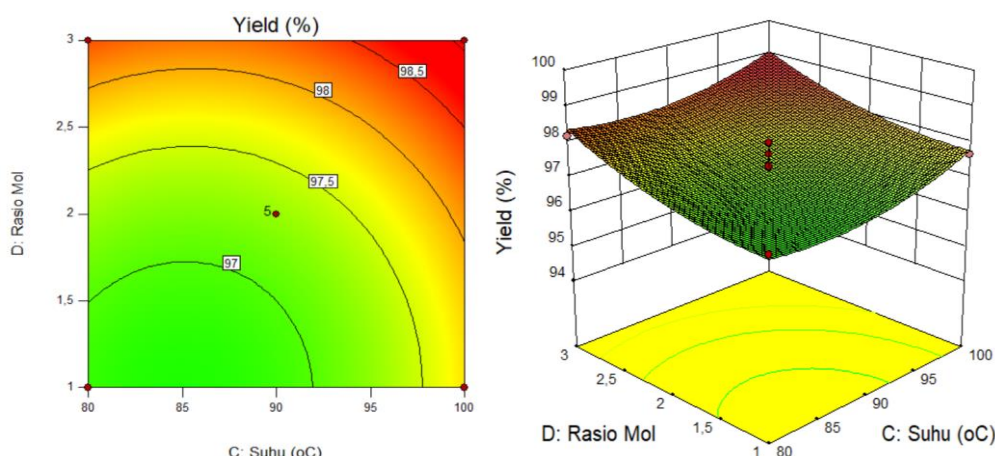
(c) Waktu reaksi dan rasio mol reaktan pada konsentrasi katalis CaO 1,5% dan suhu 90°C



(d) Katalis dan suhu pada waktu sulfonasi 40 menit dan rasio mol reaktan 1:2



(e) Katalis dan rasio mol reaktan pada waktu sulfonasi 40 menit dan suhu 90°C



(f) Suhu dan rasio mol reaktan pada waktu sulfonasi 40 menit dan konsentrasi katalis CaO 1,5%

Gambar 4.21 Plot kontur 2D dan 3D yang menunjukkan pengaruh dari waktu reaksi (A), katalis (B), suhu (C), dan rasio mol reaktan (D) terhadap tegangan permukaan pada metil ester sulfonat dari metil ester minyak sawit dengan menggunakan metode *microwave-assisted*.

Plot kontur 2D dan 3D yang terdapat pada Gambar 4.21a, menunjukkan efek waktu reaksi dan konsentrasi katalis CaO pada suhu 90°C dan rasio mol reaktan 1:2, dimana dari hasil plot kontur tersebut dapat terlihat bahwa dengan adanya peningkatan waktu reaksi dan konsentrasi katalis maka yield yang dihasilkan akan meningkat, akan tetapi apabila konsentrasi katalis dan waktu reaksi melebihi kondisi optimum maka akan menyebabkan yield metil ester sulfonate mengalami penurunan. Sedangkan pada Gambar 4.21b menunjukkan hubungan antara waktu reaksi dan suhu, dimana peningkatan suhu tidak memberikan efek yang signifikan terhadap yield yang dihasilkan dibandingkan dengan kenaikan waktu. Pada Gambar 4.21c menunjukkan bahwa dengan meningkatnya rasio mol reaktan yang digunakan, maka yield metil ester sulfonate akan semakin meningkat sedangkan untuk waktu reaksi, yield mengalami penurunan pada waktu lebih dari 40 menit. Sedangkan pada Gambar 4.21d, terlihat bahwa peningkatan konsentrasi katalis dan suhu sulfonasi tidak terlalu memberikan kenaikan yield yang besar dimana pada katalis lebih dari 1,5% yield metil ester sulfonate mengalami penurunan. Pada Gambar 4.21e terlihat bahwa rasio mol lebih berpengaruh dibandingkan dengan

konsentrasi katalis. Dan pada Gambar 4.21f, dengan meningkatnya suhu dan rasio reaktan akan membuat lebih banyak metil ester sulfonate yang dihasilkan pada proses sulfonasi, dimana dari Gambar ini terlihat bahwa rasio mol lebih berpengaruh dibandingkan dengan suhu reaksi pada proses sulfonasi metil ester sulfonate dengan menggunakan *microwave-assisted*.

Response surface memberikan kondisi optimum untuk mendapatkan *yield* yang maksimum. Kondisi optimum pada metil ester sulfonat dari metil ester minyak sawit dengan menggunakan metode *microwave-assisted* dengan *box-behnken design* (BBD) adalah dengan lama waktu sulfonasi 36.4017 menit, konsentrasi katalis 1.59772%, kondisi suhu reaksi sebesar 99.9805°C, dan rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit sebesar 1:2.9982. Dimana pada kondisi optimum tersebut, diprediksi *yield* maksimum yang diperoleh pada metil ester sulfonat dari metil ester minyak sawit dengan menggunakan metode *microwave-assisted* adalah sebesar 98.935%. Sedangkan pada data eksperimen *yield* tertinggi adalah pada waktu reaksi selama 40 menit, katalis 1,5%, suhu 100°C, dan rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit sebesar 1:3 menghasilkan *yield* sebesar 98.67%. Sehingga diketahui tingkat kesalahan antara model eksperimen dan prediksi yang kurang dari 5%. Oleh karena itu, dapat dikatakan bahwa model yang diperoleh dapat digunakan untuk merepresentasikan hasil eksperimen atau menentukan *yield* pada metil ester sulfonat dari metil ester minyak sawit dengan menggunakan metode *microwave-assisted*.

4.6.2 Optimasi Tegangan Permukaan Metil Ester sulfonat dari Metil Ester Minyak Sawit dengan Response Surface Methodology (RSM)

Pada optimasi untuk metil ester sulfonat dari metil ester minyak sawit menggunakan metode *microwave-assisted* dengan Response Surface Methodology digunakan empat factor yaitu waktu reaksi (menit), konsentrasi katalis (%), suhu sulfonasi (°C), serta rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit, yang dapat dilihat pada Tabel 4.9. Dimana nilai suhu sulfonasi yang digunakan berkisar antara 80-100 °C, rasio mol berkisar antara 1:1 – 1:3, waktu sulfonasi berkisar antara 20-60 menit, dan konsentrasi katalis berkisar antara 1-2 %.

Tabel 4.9 Faktor pada desain eksperimen pada sulfonasi metil ester sulfonat dari metil ester minyak sawit menggunakan metode *microwave-assisted* dengan *Box-Behnken Design* (BBD)

Faktor	Satuan	Level	
		Low	High
Waktu reaksi	Minutes	20	60
Konsentrasi Katalis	%	1	2
Suhu	°C	80	100
Rasio mol		1	3

Setelah memasukkan masing-masing nilai faktor pada aplikasi *Design-Expert version 11.0.4* (State-Ease Inc., Minneapolis, MN, USA) dengan memilih *Box-Behnken Design* (BBD) diperoleh desain eksperimen sebanyak 29 percobaan untuk mendapatkan tegangan permukaan metil ester sulfonat yang optimum dari metil ester minyak sawit dengan metode *microwave-assisted* yang dapat dilihat pada Tabel 4.10 . Selain itu pada Tabel 4.10 juga dapat dilihat tegangan permukaan *predicted* dan *actual* dari metil ester sulfonat yang diperoleh dari proses sulfonasi yang diperoleh dengan metode *microwave-assisted*.

Pada sulfonasi metil ester sulfonat dari metil ester minyak sawit menggunakan metode *microwave-assisted* dilakukan analisis ANOVA untuk mengidentifikasi faktor-faktor dan interaksi penting yang mempengaruhi tegangan permukaan metil ester sulfonat yang diperoleh dari metil ester minyak sawit menggunakan metode *microwave-assisted*. Hasil analisis ANOVA dapat dilihat pada Tabel 4.10. Faktor penting yang mempengaruhi tegangan permukaan metil ester sulfonat yang diperoleh dari metil ester minyak sawit menggunakan metode *microwave-assisted* ditunjukkan oleh *p-value* kurang dari 0,05. Tabel 4.10 menunjukkan bahwa parameter linier atau parameter independen yaitu berupa rasio mol (D), dan parameter kuadratik yaitu berupa waktu reaksi (A^2), konsentrasi katalis (B^2), suhu sulfonasi (C^2), serta rasio mol (D^2) memberikan efek signifikan terhadap tegangan permukaan metil ester sulfonat yang diperoleh dari metil ester minyak sawit menggunakan metode *microwave-assisted* ($P\text{-value} < 0,05$).

Tabel 4.10 Hasil dan desain eksperimen pada metil ester sulfonat menggunakan metode *microwave-assisted* dengan *box-behnken design* (BBD)

Waktu (Menit)	Katalis (%)	Suhu	Rasio	Tegangan Permukaan (Dyne/cm)		
				<i>Actual</i>	<i>Predicted</i>	<i>Residual</i>
40	1	80	2	31.8	31.71463	0.085368
60	1	90	2	33.9	33.73392	0.166078
60	1.5	80	2	31.73	31.64139	0.088613
20	1.5	100	2	31.61	31.8546	-0.244603
40	2	90	3	29.6	29.24633	0.353668
60	1.5	100	2	30.59	30.30479	0.285213
20	1.5	80	2	31.78	32.2212	-0.441203
40	1.5	90	2	28.58	30.2255	-1.645497
60	1.5	90	3	29.91	30.03476	-0.124757
40	2	100	2	30.11	30.04136	0.068638
40	1.5	90	2	31.438	30.2255	1.212503
60	2	90	2	32.03	32.76725	-0.737252
40	1.5	80	3	27.63	27.43547	0.194533
40	2	90	1	31.83	31.57299	0.257008
40	1	100	2	30.83	30.89803	-0.068032
20	1.5	90	3	30.24	30.40457	-0.164573
40	1	90	3	29.56	29.973	-0.413002
40	1.5	90	2	30.27	30.2255	0.044503
60	1.5	90	1	32.08	31.76142	0.318583
20	1.5	90	1	33.8	33.52123	0.278767
20	2	90	2	33.81	33.97707	-0.167068
40	2	80	2	31.15	30.92796	0.222038
40	1	90	1	31.98	32.48966	-0.509662
40	1.5	100	3	27.38	27.22887	0.151133
40	1.5	90	2	28.98	30.2255	-1.245497
40	1.5	100	1	28.81	29.00553	-0.195527
40	1.5	90	2	31.85	30.2255	1.624503
40	1.5	80	1	30.35	30.50213	-0.152127
20	1	90	2	35.39	34.65374	0.736262

Tabel 4.11 Analisis varian (ANOVA) pada metil ester sulfonat dari metil ester minyak sawit untuk hasil respon dari *quadratic* model untuk mengidentifikasi faktor-faktor signifikan dengan *box-behnken design* (BBD)

<i>Source</i>	<i>Sum of Squares</i>	<i>df</i>	<i>Mean Square</i>	<i>F Value</i>	<i>p-value Prob > F</i>	
Model	86,43	14	6,17	7,95	0,0002	<i>significant</i>
A-Waktu Reaksi	3,40	1	3,40	4,38	0,0550	
B-Katalis	2,03	1	2,03	2,61	0,1286	
C-Suhu	2,18	1	2,18	2,80	0,1163	
D-Rasio Mol	17,59	1	17,59	22,66	0,0003	
AB	0,021	1	0,021	0,027	0,8716	
AC	0,24	1	0,24	0,30	0,5907	
AD	0,48	1	0,48	0,62	0,4434	
BC	1,225E-003	1	1,225E-003	1,578E-003	0,9689	
BD	9,025E-003	1	9,025E-003	0,012	0,9157	
CD	0,42	1	0,42	0,54	0,4762	
A ²	28,16	1	28,16	36,28	< 0,0001	
B ²	14,09	1	14,09	18,15	0,0008	
C ²	4,19	1	4,19	5,40	0,0357	
D ²	5,01	1	5,01	6,45	0,0236	
Residual	10,87	14	0,78			
<i>Lack of Fit</i>	2,52	10	0,25	0,12	0,9968	<i>not significant</i>
<i>Pure Error</i>	8,35	4	2,09			
Cor Total	112,90	28				

Berdasarkan hasil ANOVA pada Tabel 4.11 menggunakan *quadratic* model umumnya signifikan. Hal ini ditunjukkan pada analisis varian dalam ANOVA (Tabel) untuk *quadratic* model secara umum memberikan hasil $p < 0,05$ yang signifikan. Dalam kasus ini, parameter independen yaitu berupa rasio mol (D), dan parameter kuadratik yaitu berupa waktu reaksi (A²), konsentrasi katalis (B²), suhu sulfonasi (C²), serta rasio mol (D²) memberikan efek yang signifikan terhadap tegangan permukaan metil ester sulfonat. Jika nilai parameter-parameter ini lebih besar dari 0,1 bentuk model ini akan tidak signifikan. Model nilai-F adalah 7,95

yang menyatakan model ini signifikan. Hal ini menunjukkan bahwa hanya ada 0,01% kemungkinan bahwa nilai-F sebesar ini dapat terjadi karena noise. Faktor-faktor tersebut adalah waktu reaksi (menit), konsentrasi katalis (%), suhu sulfonasi ($^{\circ}\text{C}$), serta rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfit, menunjukkan nilai penting untuk semua faktor dengan hasil respon. Selain itu, quadratic model dapat mengevaluasi dan menganalisis interaksi masing-masing factor, antara lain interaksi antara waktu reaksi dan konsentrasi katalis (AB), waktu reaksi dan suhu sulfonasi (AC), waktu reaksi dan rasio mol (AD), konsentrasi katalis dan suhu sulfonasi (BC), konsentrasi katalis dan rasio mol (BD), dan suhu sulfonasi dan rasio mol (CD) yaitu tidak signifikan ($p > 0,05$) yang berarti bahwa faktor-faktor kurang dipengaruhi untuk proses sulfonasi metil ester sulfonat dari metil ester minyak sawit. Namun rasio mol (D), dan parameter kuadratik yaitu berupa waktu reaksi (A^2), konsentrasi katalis (B^2), suhu sulfonasi (C^2), serta rasio mol (D^2) yang hanya menunjukkan hasil yang signifikan ($p < 0,05$). Sehingga pada metode *microwave-assisted*, jika dilakukan optimasi maka akan menghasilkan waktu reaksi, konsentrasi katalis, suhu sulfonasi, dan rasio mol yang paling berpengaruh. Hal ini menunjukkan bahwa D, A^2 , B^2 , C^2 , dan D^2 merupakan faktor utama pada proses sulfonasi yang mempengaruhi yield metil ester dengan menggunakan *microwave-assisted*. Sehingga pada metode *microwave-assisted*, jika dilakukan optimasi maka akan menghasilkan waktu reaksi, suhu sulfonasi, dan rasio mol yang paling berpengaruh.

Tabel 4.12 Summary dan fitting statistics dari ANOVA

<i>Fit Statistics</i>	Hasil
<i>Standar Deviasi</i>	0,88
<i>Mean</i>	31,00
<i>Coefficient of Variance (CV) %</i>	2,84
<i>R-Squared</i>	0,8883
<i>Adjusted R-Squared</i>	0,7766
<i>Predicted R-Squared</i>	0,7169
<i>Adeq Precision</i>	11,717

Parameter yang digunakan menunjukkan bahwa data aktual dapat dievaluasi atau tidak dengan hasil model statistik pada Tabel 4.12. Koefisien model diwakili oleh konstanta, koefisien linear untuk variabel independen, koefisien suku

interaktif, koefisien suku kuadrat. Kemudian, koefisien determinasi (R^2), koefisien determinasi yang disesuaikan (Adj- R^2) dan presisi dan memadai yang dapat digunakan untuk mengevaluasi kecocokan model. Biasanya memaksimalkan R^2 yang disesuaikan (adjusted R^2) dan R^2 yang diprediksi (predicted R^2); model ini dapat dikatakan memadai ketika nilainya $p < 0,05$; lack of fit ($p > 0,05$); dan $R^2 > 0,9$ (Aydar and Köseoğlu 2017).

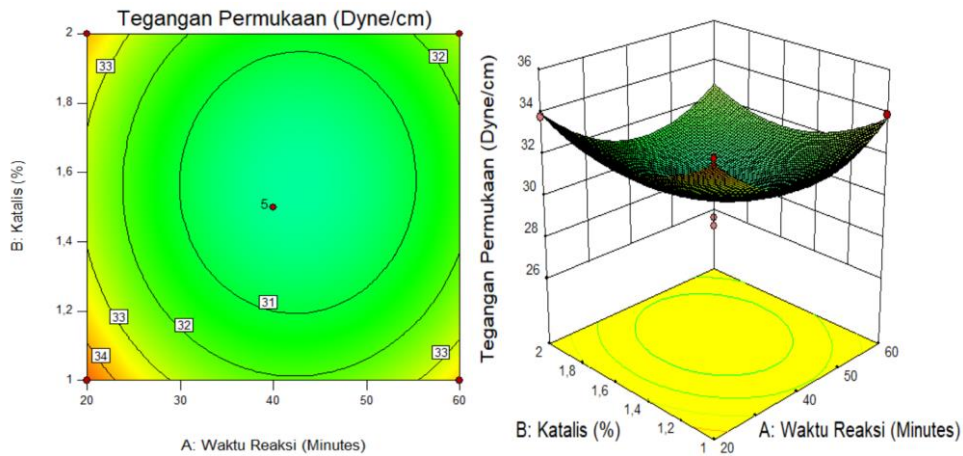
Model yang diperoleh memiliki nilai R^2 0.8883, hal ini menunjukkan bahwa model yang diusulkan menjelaskan 88.83% dari variabilitas dalam respons (nilai-nilai eksperimental). Nilai R^2 yang tinggi menunjukkan korelasi yang sangat baik antara nilai respon eksperimental dan prediksi sehingga keandalan model tinggi dalam memprediksi yield metil ester sulfonat. *Predicted R^2* yaitu 0,7169 menunjukkan bahwa secara umum ketetapan model yang digunakan baik, tetapi dalam beberapa kasus model orde lebih tinggi memprediksi lebih baik dengan *adjusted R^2* yang disesuaikan dengan 0,7766. Nilai *predicted R^2* tidak memiliki perbedaan lebih dari 0,2 jika dibandingkan dengan nilai *adjusted R^2* yang berarti model sesuai. Standar deviasi model adalah 0,88. Nilai yang kecil dari standar deviasi menunjukkan korelasi yang baik yang memiliki nilai dekat antara data eksperimen dan model prediksi (Behera et al., 2018). Selain itu, nilai *Adeq precision* > 4 tepatnya (11,717) yang menunjukkan sinyal dan model yang memadai dan dapat digunakan untuk menavigasi desain selanjutnya, yang berarti model dapat digunakan untuk optimisasi (Wanasundara & Shahidi, 1996). Hal ini membuktikan bahwa model yang sangat baik dan dapat meningkatkan hubungan antara variabel proses pada respon sehingga optimisasi dapat diterapkan.

Selain itu, pada optimisasi dari metil ester sulfonat dari metil ester minyak sawit dengan menggunakan metode *microwave-assisted* dengan *box-behnken design* (BBD) juga dapat diperoleh persamaan yang dapat digunakan untuk memprediksi tegangan permukaan metil ester sulfonat yang diperoleh. Berdasarkan desain eksperimen yang telah dilakukan, tegangan permukaan metil ester sulfonat dari metil ester minyak sawit dengan menggunakan metode *microwave-assisted* dapat dilihat pada persamaan model *quadratic* sebagai berikut:

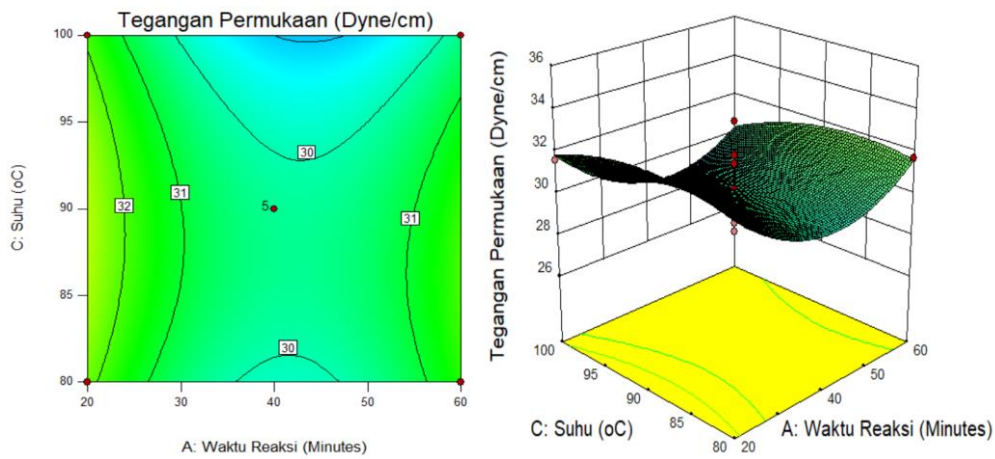
$$\begin{aligned}
\text{Tegangan Permukaan} = & \\
& -6,03583 \\
& -0,35812 * \text{Waktu Reaksi} \\
& -18,09167 * \text{Katalis} \\
& +1,39342 * \text{Suhu} \\
& -1,43583 * \text{Rasio Mol} \\
& -7,25000\text{E-}003 * \text{Waktu Reaksi} * \text{Katalis} \\
& -1,21250\text{E-}003 * \text{Waktu Reaksi} * \text{Suhu} \\
& +0,017375 * \text{Waktu Reaksi} * \text{Rasio Mol} \\
& -3,50000\text{E-}003 * \text{Katalis} * \text{Suhu} \\
& +0,095000 * \text{Katalis} * \text{Rasio Mol} \\
& +0,032250 * \text{Suhu} * \text{Rasio Mol} \\
& +5,20937\text{E-}003 * \text{Waktu Reaksi}^2 \\
& +5,89500 * \text{Katalis}^2 \\
& -8,03750\text{E-}003 * \text{Suhu}^2 \\
& -0,87875 * \text{Rasio Mol}^2 \dots\dots\dots(4.2)
\end{aligned}$$

Dari hasil persamaan dalam hal faktor aktual dapat digunakan untuk membuat prediksi tentang respon untuk variabel yang diberikan masing-masing. Di sini, level harus ditentukan untuk setiap faktor. Dari persamaan (4.2) diketahui beberapa parameter indepen yang berpengaruh adalah waktu reaksi, konsentrasi katalis, suhu sulfonasi, dan rasio mol yang memberikan efek signifikan.

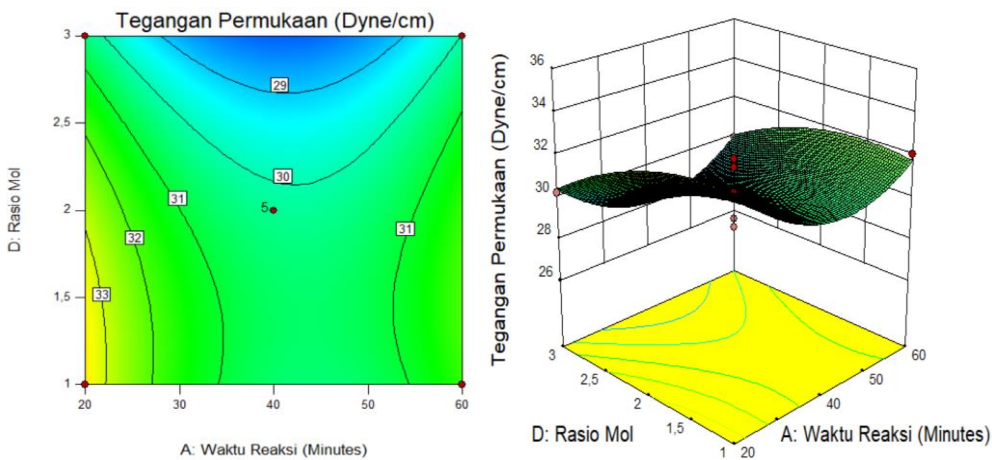
Dalam penelitian ini, untuk menguji pengaruh dari beberapa faktor terhadap respon berupa tegangan permukaan pada metil ester sulfonat dari metil ester minyak sawit dengan menggunakan metode *microwave-assisted*, maka dapat dilihat dari representasi grafik yang dikenal sebagai plot kontur. Dimana plot kontur ini diperoleh dari model regresi pada *quadratic* model pada Gambar 4.22.



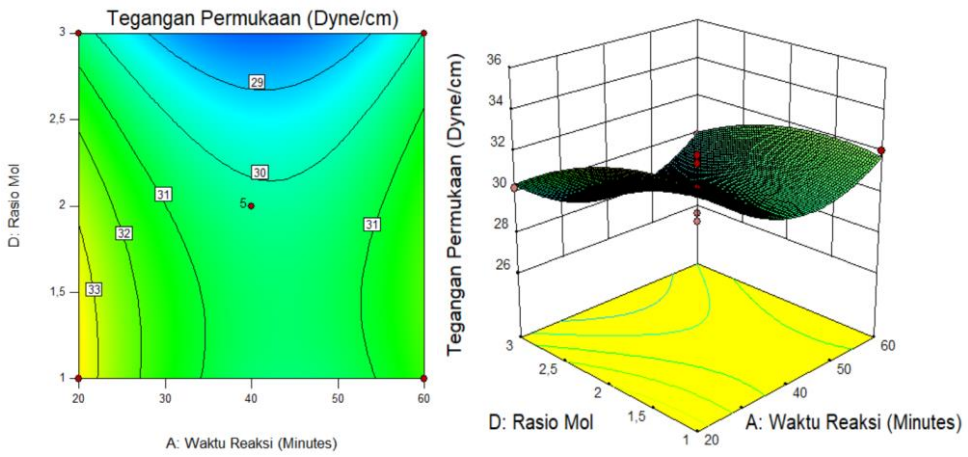
(a) waktu reaksi dan konsentrasi katalis CaO pada suhu 90°C dan rasio mol reaktan 1:2



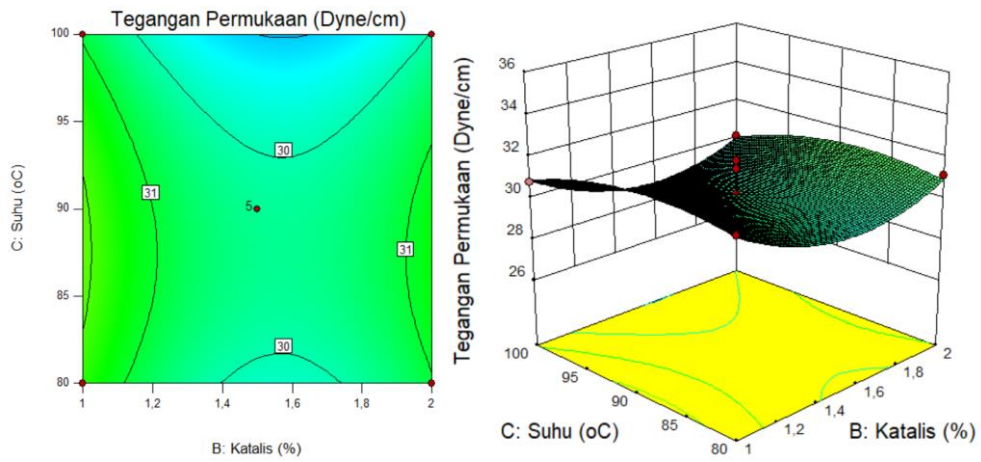
(b) Waktu reaksi dan suhu pada konsentrasi katalis CaO 1,5% dan rasio mol reaktan 1:2



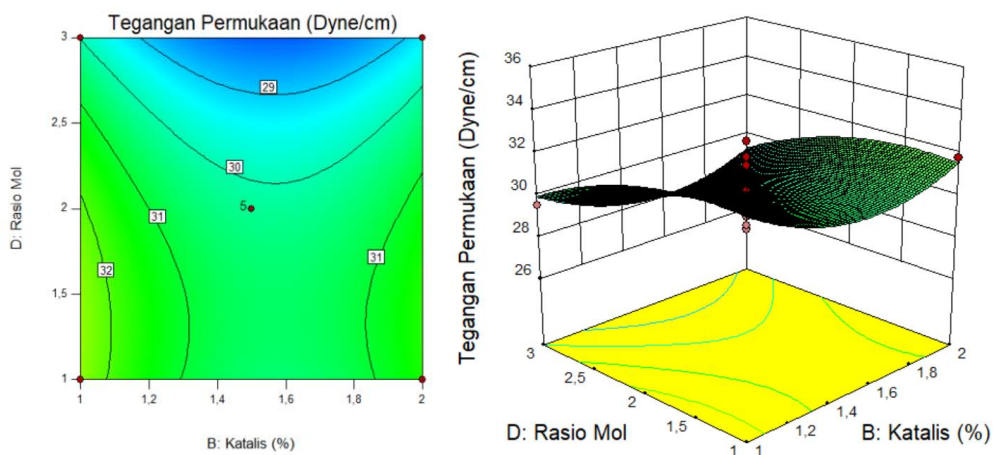
(c) Waktu reaksi dan rasio mol reaktan pada konsentrasi katalis CaO 1,5% dan suhu 90°C



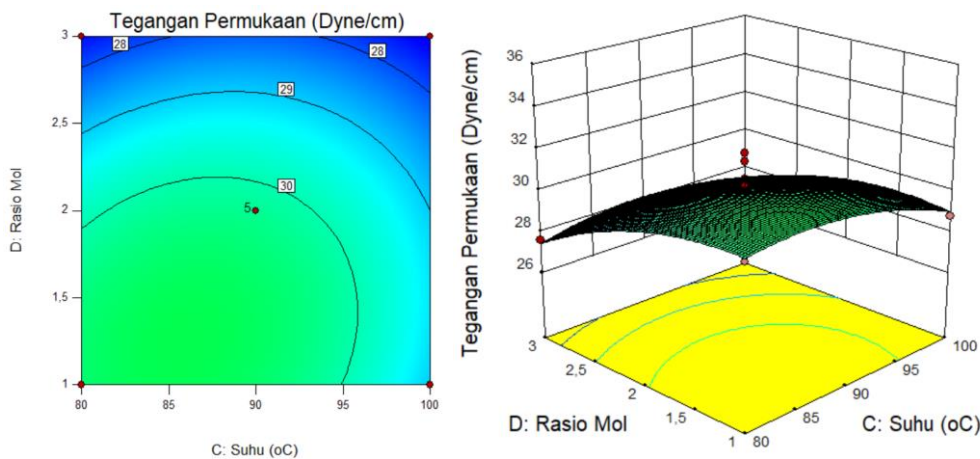
(d) Waktu reaksi dan rasio mol pada konsentrasi katalis CaO 1,5% dan suhu 90°C



(d) Katalis dan suhu pada waktu sulfonasi 40 menit dan rasio mol reaktan 1:2



(e) katalis dan rasio mol reaktan pada waktu sulfonasi 40 menit dan suhu 90°C



(f) suhu dan rasio mol reaktan pada waktu sulfonasi 40 menit dan konsentrasi katalis CaO 1,5%

Gambar 4.22 Plot kontur 2D dan 3D yang menunjukkan pengaruh dari waktu reaksi (A), katalis (B), suhu (C), dan rasio mol reaktan (D) terhadap tegangan permukaan pada metil ester sulfonat dari metil ester minyak sawit dengan menggunakan metode *microwave-assisted*

Plot kontur 2D dan 3D yang terdapat pada Gambar 4.22a, menunjukkan efek waktu reaksi dan konsentrasi katalis CaO pada suhu 90°C dan rasio mol reaktan 1:2, dimana dari hasil plot kontur tersebut dapat terlihat bahwa dengan adanya peningkatan waktu reaksi dan konsentrasi katalis CaO yang digunakan maka tegangan permukaan yang dihasilkan akan menurun dan akan kembali naik pada waktu lebih dari 40 menit dan katalis lebih dari 1,5%. Sedangkan pada Gambar 4.22b menunjukkan hubungan antara waktu reaksi dan suhu, dimana peningkatan suhu tidak memberikan efek yang signifikan terhadap penurunan tegangan permukaan metil ester sulfonat yang dihasilkan dibandingkan dengan kenaikan waktu. Pada Gambar 4.22c menunjukkan bahwa dengan meningkatnya rasio mol reaktan yang digunakan, maka tegangan permukaan metil ester sulfonate akan semakin menurun sedangkan untuk waktu reaksi, tegangan permukaan mengalami kenaikan pada waktu lebih dari 40 menit. Sedangkan pada Gambar 4.22d, terlihat bahwa peningkatan konsentrasi katalis lebih berpengaruh dalam menurunkan nilai tegangan permukaan metil ester sulfonate yang dihasilkan dibandingkan dengan suhu sulfonasi yang tidak terlalu memberikan penurunan terhadap tegangan

permukaan metil ester sulfonate yang signifikan. Akan tetapi, pada katalis lebih dari 1,5% yield metil ester sulfonate mengalami penurunan. Pada Gambar 4.22e terlihat bahwa rasio mol lebih berpengaruh dibandingkan dengan konsentrasi katalis dalam menghasilkan metil ester sulfonat dengan nilai tegangan permukaan yang rendah dimana dengan meningkatnya rasio reaktan, maka metil ester sulfonate yang dihasilkan memiliki tegangan permukaan yang semakin rendah. Dan pada Gambar 4.22f, dengan meningkatnya suhu dan rasio reaktan akan menghasilkan metil ester sulfonate yang memiliki nilai tegangan permukaan yang rendah, dimana dari Gambar ini terlihat bahwa rasio mol lebih berpengaruh dibandingkan dengan suhu reaksi pada proses sulfonasi metil ester sulfonate dengan menggunakan *microwave-assisted*.

Response surface memberikan kondisi optimum untuk mendapatkan tegangan permukaan yang terendah. Kondisi optimum pada metil ester sulfonat dari metil ester minyak sawit dengan menggunakan metode *microwave-assisted* dengan *box-behnken design* (BBD) adalah dengan lama waktu sulfonasi 36.4017 menit, konsentrasi katalis 1.59772%, kondisi suhu reaksi sebesar 99.9805°C, dan rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfite sebesar 1:2.9982. Dimana pada kondisi optimum tersebut, diprediksi tegangan permukaan minimum yang diperoleh pada metil ester sulfonat dari metil ester minyak sawit dengan menggunakan metode *microwave-assisted* adalah sebesar 27.4652 dyne/cm. Sedangkan pada data eksperimen tegangan permukaan terendah adalah pada waktu reaksi selama 40 menit, katalis 1,5%, suhu 100°C, dan rasio mol antara metil ester dan natrium bisulfite sebesar 1:3 menghasilkan tegangan permukaan sebesar 27.103 dyne/cm. Sehingga diketahui tingkat kesalahan antara model eksperimen dan prediksi yang kurang dari 5%. Oleh karena itu, dapat dikatakan bahwa model yang diperoleh dapat digunakan untuk merepresentasikan hasil eksperimen atau menentukan tegangan permukaan pada metil ester sulfonat dari metil ester minyak sawit dengan menggunakan metode *microwave-assisted*.

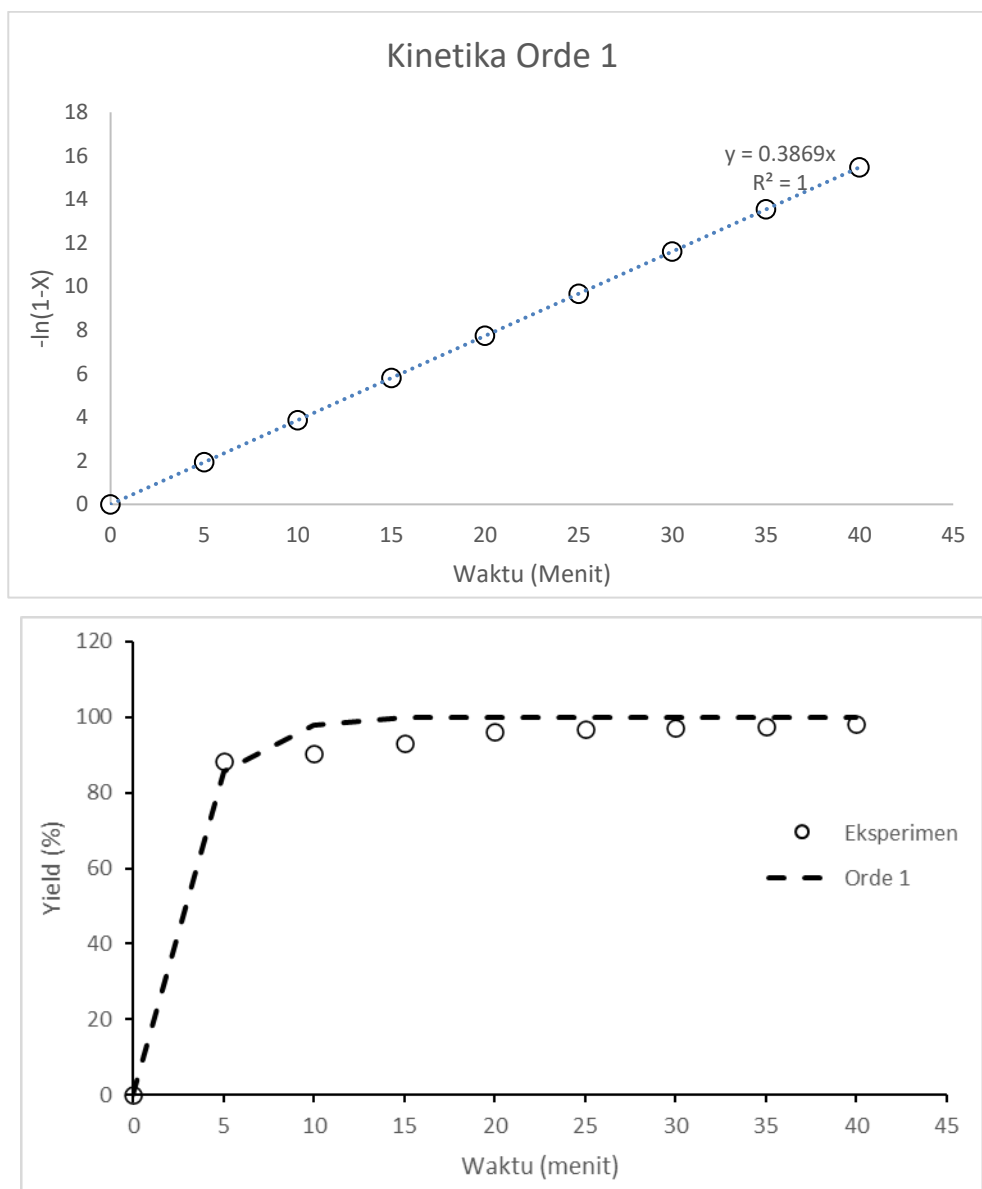
4.7 Kinetika Reaksi

Pada proses sulfonasi metil ester sulfonate dari metil ester minyak sawit menggunakan metode *microwave-assisted*, dapat dilihat bahwa *yield* metil ester

sulfonat yang diperoleh akan meningkat secara cepat di awal dan kemudian akan semakin menurun hasil *yield* seiring dengan semakin lamanya waktu reaksi. Perubahan *yield* metil ester sulfonat yang diperoleh dapat ditunjukkan dengan cara membuat *plot* antara *yield* dengan waktu sulfonasi. Hal ini selanjutnya dapat digunakan untuk mengetahui serta mempelajari model kinetika pada sulfonasi metil ester sulfonate dari metil ester minyak sawit dengan menggunakan metode *microwave-assisted* yang pada penelitian ini akan dipelajari model kinetika orde satu.

Model kinetika sulfonasi dengan menggunakan metode *microwave assisted* ini digunakan untuk menganalisis hasil terbaik dari penelitian yang telah dilakukan yaitu pada rasio molar natrium bisulfit terhadap minyak sebesar 3:1 selama 40 menit dengan penggunaan konsentrasi katalis CaO terhadap metil ester sebesar 1,5%(w/w), pada suhu sulfonasi sebesar 100°C. Perlu diketahui, analisis ini dilakukan dengan menambahkan termokopel ke dalam labu alas bulat leher tiga untuk menjaga suhu tetap konstan. Kinetika reaksi dianalisis menggunakan data konversi atau *yield* vs waktu yang disesuaikan dalam menentukan konstanta laju reaksi.

Untuk mempelajari model kinetika orde satu pada reaksi sulfonasi metil ester menjadi metil ester sulfonat dengan menggunakan metode *microwave* dapat dilakukan dengan dua cara, yang pertama dengan cara membuat *plot* antara $-\ln(1-X)$ versus t sehingga didapatkan nilai *slope* dan *intercept* yang nantinya dapat digunakan untuk menentukan nilai konstanta laju reaksi. Dan cara yang kedua adalah dengan cara fitting nilai k' dan dengan menggunakan solver untuk menyelesaikan persamaan 2.23 sehingga diperoleh nilai *yield* dengan nilai k' dan juga didapat nilai koefisien determinasi maksimum dengan nilai error minimum yang ditunjukkan pada Gambar 4.23.



Gambar 4.23 Kinetika sulfonasi metil ester sulfonate dengan menggunakan *microwave-assisted extraction* (konsentrasi katalis CaO 1,5%, suhu 100°C, dan rasio mol reaktan 1:3): (a) Model orde satu; (c) Perbandingan yield antara model kinetika sulfonasi dengan eksperimen

Berdasarkan Gambar 4.23, nilai kemiringan (*slope*) setiap garis yang dihasilkan dapat mewakili konstanta laju reaksi pada setiap suhu. Untuk menghitung nilai konstanta laju reaksi pada model kinetika reaksi orde satu (k') didapat dengan menggunakan solver yang kemudian dibuat kedalam plot yang ada di Gambar 2.23a dimana nilai *slope* yang dihasilkan oleh persamaan regresi pada

Gambar 4.23a dan dengan menggunakan persamaan 2.23. Untuk menentukan model yang dapat merepresentasikan hasil eksperimen dari proses sulfonasi pada proses pembuatan surfaktan metil ester sulfonate dengan menggunakan metode *microwave assisted* pada katalis CaO 1,5%, suhu 100°C, serta rasio reaktan 1:3, maka pada penelitian ini dapat dilihat dari nilai R^2 dan *Root Mean Square Error* (RMSE) dari model kinetika yang digunakan. Suatu model kinetika dikatakan dapat merepresentasikan hasil eksperimen dengan baik apabila memiliki nilai R^2 yang mendekati 1 (satu) dan nilai RMSE yang kecil. Konstanta laju reaksi (k'), nilai *slope*, *intercept*, nilai RMSE, dan koefisien korelasi (R^2) yang diperoleh dari penentuan kinetika orde 1 dengan cara fitting ini ditunjukkan pada Tabel 4.13.

Tabel 4.13 Linierisasi model kinetika orde satu dan dua dari proses sulfonasi metil ester sulfonate dengan menggunakan metode *microwave-assisted*

Model Kinetika	
Orde 1	
Slope	0.3869
k_1' (L/kg cat.min)	0.3869
Intercept	0
R^2	1
RMSE	0.0411

Berdasarkan Tabel 4.13 dapat dilihat bahwa pada model kinetika orde satu dengan cara fitting ini memiliki nilai koefisien determinasi ($R^2 = 1$). Sehingga dapat dikatakan bahwa untuk reaksi sulfonasi metil ester sulfonate dengan menggunakan metode *microwave assisted* dapat mengikuti model kinetika orde satu dengan baik.

Persamaan garis lurus yang diperoleh dari Gambar 4.23a adalah $y = 0.3869x$ dengan nilai faktor korelasi (R^2) sebesar 1. Dimana konstanta laju reaksi (k') yang diperoleh dari solver sebesar 0.3869 L/kg cat.min. Dikarenakan pada penentuan model kinetika reaksi sulfonasi ini hanya menggunakan satu suhu, sehingga untuk energi aktivasi tidak dapat dihitung.

BAB V

KESIMPULAN

V.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan yang telah dilakukan, maka didapat kesimpulan pada penelitian ini antara lain:

1. Minyak sawit dapat dibuat menjadi metil ester melalui proses transesterifikasi dengan menggunakan microwave pada daya 300 watt 10 menit dengan katalis KOH sebanyak 1% yang menghasilkan yield sebesar 98%, nilai densitas sebesar 0,8546 gr/ml dan viskositas sebesar 3,1869 cSt.
2. Proses sulfonasi metil ester menjadi metil ester sulfonate dengan menggunakan teknologi microwave dapat memberikan yield yang lebih tinggi dengan waktu reaksi yang lebih cepat.
3. Waktu reaksi, katalis, suhu, dan rasio mol reaktan sangat berpengaruh terhadap surfaktan metil ester sulfonat yang dihasilkan dengan menggunakan *microwave*.
 - a. Semakin lama waktu reaksi, maka yield yang diperoleh semakin meningkat. Yield metil ester meningkat dari waktu 20 menit hingga 40 menit, dan menurun dari waktu 40 menit ke waktu 60 menit. Yield optimal yang diperoleh yaitu pada waktu sulfonasi selama 40 menit.
 - b. Peningkatan konsentrasi katalis dari konsentrasi katalis CaO 1% ke konsentrasi katalis CaO 1,5% meningkatkan yield metil ester sulfonate dan semakin menurunkan nilai tegangan permukaan. Namun, pada konsentrasi katalis CaO 2% yield metil ester sulfonate mengalami penurunan dan meningkatkan nilai tegangan permukaan.
 - c. Suhu optimal pada proses transesterifikasi yaitu pada suhu 100°C. Semakin tinggi suhu yang digunakan, maka yield metil ester yang diperoleh juga akan semakin meningkat dan akan semakin menurunkan nilai tegangan permukaan.
 - d. Penggunaan rasio reaktan yang semakin besar juga dapat meningkatkan yield metil ester sulfonate dan menurunkan nilai tegangan permukaan.

Rasio reaktan optimal pada proses sulfonasi dengan menggunakan microwave yaitu pada rasio 1:3.

4. Yield yang diperoleh pada kondisi optimal dengan waktu sulfonasi 40 menit, konsentrasi katalis CaO 1,5%, suhu sulfonasi 100°C, dan rasio reaktan 1:3 yaitu sebesar 98,667%.
5. Pada kondisi optimum juga diperoleh densitas sebesar 0.8657 gr/ml, viskositas kinematik sebesar 3.7507 cSt, pH sebesar 2.12, dan tegangan permukaan sebesar 27.1033 dyne/cm.
6. Pemodelan kinetika sulfonasi metil ester sulfonate dengan menggunakan metode *microwave* dengan menggunakan kinetika orde satu dengan nilai k sebesar 0.3869 L/kg cat.min.

V.2 Saran

1. Dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai proses sulfonasi metil ester sulfonate dari minyak sawit dengan menggunakan teknologi *microwave* terutama pada suhu sulfonasi.
2. Proses sulfonasi metil ester sulfonat dengan menggunakan teknologi *microwave* tergolong penelitian baru, sehingga perlu dilakukan penelitian lanjutan terkait parameter-parameter lainnya yang dapat mempengaruhi proses sulfonasi baik dengan menggunakan bahan nabati lainnya.

DAFTAR PUSTAKA

- Abadal, G., Alda, J., & Agust, J. (2014). Electromagnetic Radiation Energy Harvesting – The Rectenna Based Approach. *ICT - Energy - Concepts Towards Zero - Power Information and Communication Technology*, 79–106. <https://doi.org/10.5772/57118>
- Adamson, A. W. (1990). *Physical Chemistry of Surfaces* (5th ed.). John Wiley & Sons, Inc.
- Ariani. (2011). *Studi Penggunaan Katalis Padat pada Pembuatan Metil Ester Sulfonat (MES) dari Metil Ester Berbasis Minyak Sawit*. Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Aritonang, R. E. (2010). *Sintesis Surfaktan Metil Ester Sulfonat dari Sulfonasi Metil Ester Asam Lemak Minyak Kastor (Ricinus communis L.)*. Universitas Sumatera Utara.
- Asakuma, Y., Ogawa, Y., Maeda, K., Fukui, K., & Kuramochi, H. (2011). Effects of Microwave Irradiation on Triglyceride Transesterification: Experimental and Theoretical Studies. *Biochemical Engineering Journal*, 58–59(1), 20–24. <https://doi.org/10.1016/j.bej.2011.08.003>
- Asselah, A., & Tazerouti, A. (2014). Photosulfochlorination Synthesis and Physicochemical Properties of Methyl Ester Sulfonates Derived from Lauric and Myristic Acids. *Journal of Surfactants and Detergents*, 17(6), 1151–1160. <https://doi.org/10.1007/s11743-014-1635-9>
- Aziz, I. (2008). Kinetika Reaksi Transesterifikasi Minyak Goreng Bekas. *Jurnal Kimia Valensi*, 1(1), 19–23.
- Babu, K., Maurya, N. K., Mandal, A., & Saxena, V. K. (2015). Synthesis and Characterization of Sodium Methyl Ester Sulfonate for Chemically-Enhanced Oil Recovery. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, 32(3), 795–803. <https://doi.org/10.1590/0104-6632.20150323s00003642>
- Bairwa, R., Mamta, Mandal, N., Kumar, R., & Chattopadhyaya, N. (2018). Removal of Residue of Herbicides through Different Types of Modified Clay : A Review. *Int. J. Pure App. Biosci. SPI*, 6(3), 475–499.

- <https://www.researchgate.net/publication/329799563>
- Baroutian, S., Aroua, M. K., Raman, A. A., & Sulaiman, N. M. (2009). RBD Palm Olein-Based Methyl/Ethyl Esters. *Journal of Palm Research*, 21(December), 659–666.
- Behera, S. K., Meena, H., Chakraborty, S., & Meikap, B. C. (2018). Application of Response Surface Methodology (RSM) for Optimization of Leaching Parameters for Ash Reduction from Low-Grade Coal. *International Journal of Mining Science and Technology*, 28(4), 621–629. <https://doi.org/10.1016/j.ijmst.2018.04.014>
- Benardini, E. (1983). *Vegetable Oils and Fats Processing* (Volume II). Interstampa.
- BPS. (n.d.). *Perkembangan Ekspor Impor Surfaktan Anionik Indonesia*. <http://www.bps.go.id/>
- BPS. (2018). Indonesian Oil Palm Statistics 2018. In *BPS-Statistics Indonesia*. BPS-Statistics Indonesia. <https://ejournal.poltektegal.ac.id/index.php/siklus/article/view/298%0Ahttp://repositorio.unan.edu.ni/2986/1/5624.pdf%0Ahttp://dx.doi.org/10.1016/j.jana.2015.10.005%0Ahttp://www.biomedcentral.com/1471-2458/12/58%0Ahttp://ovidsp.ovid.com/ovidweb.cgi?T=JS&P>
- Budiono, M., & Panggabean, A. S. (2017). Sintesis Surfaktan Metil Ester Sulfonat dari Metil Ester Minyak Biji Karet (*Havea brasiliensis*) melalui Reaksi Sulfonasi dengan Pengaruh Variasi Katalis. *Prosiding Seminar Nasional Kimia 2017*, 199–204.
- Choedkiatsakul, I., Ngaosuwan, K., Assabumrungrat, S., Tabasso, S., & Cravotto, G. (2015). Integrated Flow Reactor that Combines High-Shear Mixing and Microwave Irradiation for Biodiesel Production. *Biomass and Bioenergy*, 77, 186–191. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2015.03.013>
- Cohen, L., Roberts, D. W., & Pratesi, C. (2010). Φ -sulfo fatty methyl ester sulfonates (Φ -MES): A novel anionic surfactant. *Chemical Engineering Transactions*, 21(May 2014), 1033–1038. <https://doi.org/10.3303/CET1021173>
- D. Gunstone, F. (2004). The Chemistry of Oil and Fats: Sources , Composition , Properties and Uses. In *Blackwell Publishing Ltd*. Blackwell Publishing Ltd.

- D. Gunstone, F., & B. Padley, F. (1997). *Lipid Technologies and Applications* (F. D. Gunstone & F. B. Padley (eds.)). Marcel Dekker, INC. <http://library1.nida.ac.th/termpaper6/sd/2554/19755.pdf>
- Dantas, T. N. C., Santanna, V. C., Souza, T. T. C., Lucas, C. R. S., Dantas Neto, A. A., & Aum, P. T. P. (2018). Microemulsions and Nanoemulsions Applied To Well Stimulation and Enhanced Oil Recovery (Eor). *Brazilian Journal of Petroleum and Gas*, 12(4), 251–265. <https://doi.org/10.5419/bjpg2018-0023>
- De la Hoz, A., Díaz-Ortiz, A., & Moreno, A. (2007). Review on non-thermal effects of microwave irradiation in organic synthesis. *Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy*, 41(1), 44–64. <https://doi.org/10.1080/08327823.2006.11688549>
- Dean, A., Voss, D., & Draguljić, D. (2017). *Design and Analysis of Experiments* (2nd ed.). Springer International Publishing AG.
- Derawi, D., Abdullah, B. M., Zaman Huri, H., Yusop, R. M., Salimon, J., Hairunisa, N., & Salih, N. (2014). Palm Olein as Renewable Raw Materials for Industrial and Pharmaceutical Products Applications: Chemical Characterization and Physicochemical Properties Studies. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2014, 1–5. <https://doi.org/10.1155/2014/134063>
- Durrant, P. J. (1953). *General and Inorganic Chemistry*. London Longsman & Co.
- El-araby, R., Amin, A., Morsi, A. K. El, El-ibiari, N. N., & El-diواني, G. I. (2017). Study on the Characteristics of Palm Oil–Biodiesel–Diesel Fuel Blend. *Egyptian Journal of Petroleum*, 1–8. <https://doi.org/10.1016/j.ejpe.2017.03.002>
- El-gendy, N. S., Deriase, S. F., Hamdy, A., & Abdallah, R. I. (2015). Statistical Optimization of Biodiesel Production from Sunflower Waste Cooking Oil using basic Heterogeneous Biocatalyst Prepared from Eggshells. *Egyptian Journal of Petroleum*, 1–12. <https://doi.org/10.1016/j.ejpe.2015.02.004>
- El Sherbiny, S. A., Refaat, A. A., & El Sheltawy, S. T. (2010). Production of Biodiesel using the Microwave Technique. *Journal of Advanced Research*, 1(4), 309–314. <https://doi.org/10.1016/j.jare.2010.07.003>
- Farn, R. J. (2006). Surfactant Manufacturers. In *Chemistry and Technology of Surfactants* (pp. 300–309). Blackwell Publishing Ltd.

<https://doi.org/10.1002/9780470988596.ch9>

- GAPKI. (2018). *Cek Data : Produksi Kelapa Sawit 46 Juta Ton*.
- Genaro, A. R. (1990). *Remington's Pharmaceutical Science* (18th ed.). Macle Printing Company.
- Ghasali, E., Yazdani-rad, R., Asadian, K., & Ebadzadeh, T. (2017). Production of Al-SiC-TiC Hybrid Composites using Pure and 1056 Aluminum Powders Prepared through Microwave and Conventional Heating Methods. *Journal of Alloys and Compounds*, 16. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.08.145>
- Godin, V. J., & Spensley, P. C. (1971). *TPI Crop and Product Digest*. Tropical Products Institute, Foreign and Commonwealth Office.
- Gude, V. G., Patil, P., & Deng, S. (2013). Microwave Energy Potential for Large Scale Biodiesel Production. *World Renewable Energy Forum, WREF 2012, Including World Renewable Energy Congress XII and Colorado Renewable Energy Society (CRES) Annual Conferen*, 1(5), 1–31.
- Hapsari, M. (2003). *Kajian Pengaruh Suhu dan Kecepatan Pengadukan pada Proses Produksi Surfaktan dari Metil Ester Minyak Inti Sawit dengan Metode Sulfonasi*. Institut Pertanian Bogor.
- Hariani, P. L., Riyanti, F., & Fadilah, A. (2016). The Influence of Reaction Time to the Characteristic of Methyl Ester Sulfonate from Ketapang Seed Oil. *Indonesia Journal of Fundamental and Applied Chemistry*, 14–18.
- Hidayat, E. (2011). *Pengaruh Suhu Input dan Lama Sulfonasi pada Proses Pembuatan Surfaktan Methyl Ester Sulfonic Acid (MESA) dari Metil Ester Jarak Pagar menggunakan Reaktor Single Tube Falling Film (STFR)*. Insitut Pertanian Bogor.
- Hidayati, S. (2006). *Perancangan Proses Produksi Metil Ester Sulfonat dari Minyak Kelapa Sawit dan Uji Efektivitasnya pada Pendesakan Minyak Bumi*. Institut Pertanian Bogor.
- Hidayati, S., Suryani, A., Permadi, P., Hambali, E., Syamsu, K., & Sukardi. (2005). Optimasi Proses Pembuatan Metil Ester Sulfonat dari Minyak Inti Sawit. *Teknologi Industri Pertanian*, 15(3), 96–100.
- Hovda, K. D. (1996). *Sulfonation of fatty acid esters* (Patent No. 5,587,500). <https://patentimages.storage.googleapis.com/89/99/7a/fd3fcdc832c93c/US55>

87500.pdf

- Iman, N., Rahman, A., & Nurhaeni, R. (2016). Sintesis Surfaktan Metil Ester Sulfonat (MES) dari Metil Laurat. *KOVALEN Jurnal Riset Kimia*, 2(2), 54–66.
- Jin, Y., Tian, S., Guo, J., Ren, X., Li, X., & Gao, S. (2016). Synthesis, Characterization and Exploratory Application of Anionic Surfactant Fatty Acid Methyl Ester Sulfonate from Waste Cooking Oil. *Journal of Surfactants and Detergents*, 19(3), 467–475. <https://doi.org/10.1007/s11743-016-1813-z>
- Kapur, B. L., Solomon, J. M., & Bluestein, B. R. (1978). Summary of The Technology for The Macnufature of Higher Alpha-Sulfo Fatty Acid Ester. *Journal of The American Oil Chemystry Society*, 55, 549–557.
- Ketaren, S. (1986). *Pengantar Teknologi Minyak dan Lemak Pangan* (2005th ed.). Universitas Indonesia Press.
- Ketaren, S. (2005). *Pengantar Teknologi Minyak dan Lemak Pangan* (2005th ed.). Universitas Indonesia Press.
- Kingston, R. S. (1997). Solvent-Free Acccelerated Organic Synthesis using Microwaves. *Journal of Pure Applied Chemical*, 73, 193–198.
- MacArthur, B. W., Brooks, B., Sheat, W. B., & Foster, N. C. (2008). *Meeting the Challenge of Methyl Ester Sulphonate*.
- Manco, I., Giordani, L., Vaccari, V., & Oddone, M. (2012). Microwave Technology for the Biodiesel Production: Analytical Assessments. *Fuel*, 95, 108–112. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2011.09.047>
- Mansur, D., & Astrini, N. (2007). Sodium Bisulfite as SO₃ Source for Synthesis of Methyl Ester Sulfonate. *The Journal Fo Technology and Science*, 18(4), 116–122.
- Martin, A., James, S., & Arthur, C. (1996). *Farmasi Fisik: Dasar-Dasar Kimia Fisik dalam Ilmu Farmasetik* (3th ed.). Universitas Indonesia Press.
- Matheson, K. L. (1996). *Surfactant Raw Materials: Classification, Synthesis and Uses* (Spitz, L.). AOCS Press.
- Mirzaei, A., & Neri, G. (2015). Microwave-assisted synthesis of metal oxide nanostructures for gas sensing application: A review. *Sensors and Actuators, B: Chemical*, 237, 749–775. <https://doi.org/10.1016/j.snb.2016.06.114>

- Montgomery, D. C. (2013). *Statistical Quality Control* (7th ed.). John Wiley & Sons, Inc.
- Motasemi, F., & Ani, F. N. (2011). The Production of Biodiesel from Waste Cooking Oil using Microwave Irradiation. *Jurnal Mekanikal*, 32(2011), 61–72. <https://doi.org/10.1063/1.4704295>
- Myers, D. (2006). *Surfactant Science and Technology*. John Wiley & Sons, Inc.
- Myers, R. H., Montgomery, D. C., & Anderson-Cook, C. M. (2009). *Response Surface Methodology* (3rd ed.). John Wiley & Sons, Inc. <http://publications.lib.chalmers.se/records/fulltext/245180/245180.pdf%0Ahttps://hdl.handle.net/20.500.12380/245180%0Ahttp://dx.doi.org/10.1016/j.jsames.2011.03.003%0Ahttps://doi.org/10.1016/j.gr.2017.08.001%0Ahttp://dx.doi.org/10.1016/j.precamres.2014.12>
- Myers, R., & Montgomery, D. C. (2002). *Response surface methodology: process and product optimization using designed experiments* (2nd ed.). John Wiley & Sons, Inc.
- Nirwana, Irdoni, & Yuniharti, J. (2016). Sintesis Surfaktan Metil Ester Sulfonat Dari Palm Oil Methyl Ester Dan Natrium Metabisulfid Dengan Penambahan Katalis Kalsium Oksida. *Jurnal Riset Kimia*, 8(2), 125. <https://doi.org/10.25077/jrk.v8i2.229>
- Nomanbhay, S., & Ong, M. Y. (2017). A Review of Microwave-Assisted Reactions for Biodiesel Production. *Bioengineering*, 4(57), 1–21. <https://doi.org/10.3390/bioengineering4020057>
- Ortega, J. A. T., Medina, G. M., & Castellano, F. J. S. (2009). Analysis of Methyl Ester Sulfonation Using Density Functional Theory At B3 Lyp / 6-31G (D) Level Análisis De Sulfonacion Del Ester Metilico Usando La Teoría Funcional De La Densidad. *Revista Especializada En Ingenieria De Procesos En Alimentos Y Biomateriales Unad*, 3(1), 29–35.
- P. Clayden, J., Greeves, N., Warren, S., & Wothers, P. (2001). Media Reviews. *Chem. Educator*, 6(6), 396–398. https://doi.org/10.1300/j059v12n01_09
- Patil, P. D., Gude, V. G., Mannarswamy, A., Cooke, P., Munson-McGee, S., Nirmalakhandan, N., Lammers, P., & Deng, S. (2011). Optimization of Microwave-Assisted Transesterification of Dry Algal Biomass using

- Response Surface Methodology. *Bioresource Technology*, 102(2), 1399–1405. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2010.09.046>
- Permadani, R. L., & Slamet. (2019). Development of Nanofluid Detergent Based on Methyl Ester Sulfonates Surfactant from Waste Cooking Oil and Titanium Dioxide Nanoparticles. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 509(1), 1–9. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/509/1/012120>
- Pore, J. (1993). *Oil and Fat Manual*. Intercept Ltd.
- Putra, R. A., Ismayanti, R., & Kalista, A. D. (2017). Sintesis Metil Ester Sulfonat melalui Sulfonasi Metil Ester Minyak Kedelai untuk Aplikasi Chemical Flooding. *Jurnal Sains Materi Indonesia*, 19(2), 77–82.
- Qadariyah, L., Mujaddid, F., Raka, S., Dhonny, B., & Mahfud, M. (2017). The Effect of Microwave Power on the Production of Biodiesel from Nyamplung. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 101(1), 1–7. <https://doi.org/10.1088/1755-1315/101/1/012016>
- Quitain, A. T., Katoh, S., & Goto, M. (2011). Microwave-Assisted Synthesis of Biofuels. *Biofuel Production-Recent Developments and Prospects*, 1999, 415–436. <https://doi.org/10.5772/18435>
- Rahayu, W. S. (2006). *LIPi Manfaatkan Kelapa Sawit sebagai Pengganti Petrokimia*. <http://lipi.go.id/berita/teknologi-proses-:-lipi-manfaatkan-sawit-sebagai-pengganti-petrokimia/1075>
- Rahmi, I. D. (2011). *Proses Aging Pasca Sulfonasi Metil Ester Stearin Sawit dan Pengaruhnya terhadap Sifat Fisikokimia Surfaktan yang Dihasilkan*. Institut Pertanian Bogor.
- Rohman, G. A. N., Fatmawati, F., & Mahfud, M. (2015). Pembuatan Biodiesel dari Minyak Kelapa Menggunakan Microwave: Penggunaan Katalis KOH dengan Konsentrasi Rendah. *Jurnal Teknik ITS*, 5(2), 225–227.
- Rosen, M. J. (2004). Surfactants and Interfacial Phenomena. In *Journal of AOAC INTERNATIONAL* (third edit, Vol. 62, Issue 3). John Wiley & Sons, Inc. <https://doi.org/10.1093/jaoac/62.3.700>
- Santoso, A., F, A. H. C., & Rachman, I. B. (2019). Synthesis of Biodiesel from Low-Quality Crude Palm Oil with Heterogeneous Catalyst Cao-ZnO
Synthesis of Biodiesel from Low-Quality Crude Palm Oil with Heterogeneous

- Catalyst Cao-ZnO. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 1–11. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/515/1/012082>
- Sheats, W. B., & MacArthur, B. W. (2002). *Methyl Ester Sulfonate Products*.
- Silverstein, R. M., Webster, F. X., & Kiemle, D. J. (2005). Spectrometric Identification of Organic Compounds. In *Analytical Chemistry* (7th ed.). John Wiley & Sons, Inc. <https://doi.org/10.1021/ac60028a006>
- Slamet, Ibadurrohman, M., & Wulandari, P. P. (2017). Synthesis of methyl ester sulfonate surfactant from crude palm oil as an active substance of laundry liquid detergent. *AIP Conference Proceedings*, 1904, 0200581–0200587. <https://doi.org/10.1063/1.5011915>
- Smith, B. (1998). INFRARED SPECTRAL INTERPRETATION: A Systematic Approach. In *Journal of Chemical Information and Modeling* (Issue 9). CRC P.
- SNI. (2006). *Minyak Kelapa Sawit SNI 01-2901-2006*. <http://sispk.bsn.go.id/SNI/DetailSNI/7123>
- Suppalakpanya, K., Ratanawilai, S., Nikhom, R., & Tongurai, C. (2011). Production of Ethyl Ester from Crude Palm Oil by Two-Step Reaction using Continuous Microwave System. *Songklanakarin Journal of Science and Technology*, 33(1), 79–86.
- Supriningsih, D. (2010). *Pembuatan Metil Ester Sulfonat (MES) sebagai Surfaktan untuk Enhanced Oil Recovery (EOR)*. Universitas Indonesia.
- Surati, M. A., Jauhari, S., & Desai, K. R. (2012). A Brief Review : Microwave Assisted Organic Reaction. *Scholars Research Library: Archives of Applied Science Research*, 4(1), 645–661.
- Syamsu, K., Suryani, A., & Putra, N. D. (2004). *Kajian Pengaruh Konsentrasi H₂SO₄ dan Suhu Reaksi pada Proses Produksi Surfaktan Metil Ester Sulfonat (MES) dengan Metode Sulfonasi*. 14(2), 67–73.
- Tadros, T. F. (2005). *Applied Surfactants: Principles and Applications*. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- Wanasundara, P. K. J. P. D., & Shahidi, F. (1996). Optimization of Hexametaphosphate-Assisted Extraction of Flaxseed Proteins using Response Surface Methodology. *Journal of Food Science*, 61(3), 604–607.

<https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1996.tb13168.x>

- Wani, T. A., Ahmad, A., Zargar, S., Khalil, N. Y., & Darwish, I. A. (2012). Use of Response Surface Methodology for Development of New Microwell-Based Spectrophotometric Method for Determination of Atrovastatin Calcium in Tablets. *Chemistry Central Journal*, 6(134), 1–9.
- Watkins, C. (2001). Surfactant and Detergent: All Eyes are On Texas. *Journal of Information Science*, 12, 1152–1159.
- Wibowo, A. D. K., Augiselvia, N., Yusuf, R. M., & Sunandar, K. J. (2018). Kajian Pengaruh Konsentrasi Katalis Dan Konsentrasi Metanol Pada Sintesis Metil Ester Sulfonat. *Proceeding TECHNOPEX-2018 Institut Teknologi Indonesia, NaHSO 3*, 370–377.
- Widayat, Wibowo, A. D. K., & Hadiyanto. (2013). Study on Production process of Biodiesel from Rubber Seed (hevea brasiliensis) by in situ (Trans)Esterification Method with Acid Catalyst. *Energy Procedia*, 32, 64–73. <https://doi.org/10.1016/j.egypro.2013.05.009>
- Winarno, F. G. (1997). *Kimia Pangan dan Gizi*. Gramedia Pustaka Utama.
- Winarno, F. G. (1999). *Kimia Pangan dan Gizi*. Gramedia Pustaka Utama.
- Xu, J., Cao, F., Li, T., Zhang, S., Gao, C., & Wu, Y. (2016). Itaconic Acid Based Surfactants: I. Synthesis and Characterization of Sodium n-Octyl Sulfoitaconate Diester Anionic Surfactant. *Journal of Surfactants and Detergents*, 19(2), 373–379. <https://doi.org/10.1007/s11743-015-1769-4>
- Yang, C., Li, R., Zhang, B., Qiu, Q., Wang, B., Yang, H., Ding, Y., & Wang, C. (2019). Pyrolysis of Microalgae: A Critical Review. *Fuel Processing Technology*, 186(September 2018), 53–72. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2018.12.012>
- Yuliatmi, Bahri, S., & Yelmida. (2019). Sintesis Surfaktan Metil Ester Sulfonat (MES) dari Palm Oil Metyhl Eter (POME) dan Natrium Bisulfit (NaHSO₃) dengan Variasi Suhu Sulfonasi dan Rasio Mol POME : NaHSO₃. *Jom FTEKNIK*, 6(1), 1–7.
- Zhou, J., Sun, Y., Zhu, K., Serio, M. Di, Zhang, Y., Sun, J., Huaping, W., Ding, L., & Liang, H. (2018). Influence of Sulfonic Acid Group on the Performance of Castor Oil Acid Based Methyl Ester Ethoxylate Sulfonate. *Journal of*

Dispersion Science and Technology, 0(0), 1–6.
<https://doi.org/10.1080/01932691.2018.1461641>

APPENDIX A
CONTOH PERHITUNGAN

A.1 Perhitungan Berat Molekul (BM) Minyak Sawit

Bahan VCO yang digunakan mengandung:

Tabel A.1.1 Kandungan Asam Lemak dalam Minyak Sawit

Asam Lemak	Rumus Kimia	Jumlah (%)
Asam Kaprilat	$C_8H_{16}O_2$	0
Asam Kaprat	$C_{10}H_{20}O_2$	0
Asam Laurat	$C_{12}H_{24}O_2$	0,262
Asam Miristat	$C_{14}H_{28}O_2$	1,012
Asam Palmitat	$C_{16}H_{32}O_2$	38,201
Asam Stearat	$C_{18}H_{36}O_2$	3,637
Asam Oleat	$C_{18}H_{34}O_2$	45,962
Asam Linoleat	$C_{18}H_{32}O_2$	10,926

Tabel A.1.2 Perhitungan Berat Molekul Minyak Sawit

Asam Lemak	Jumlah (%)	Berat (gr)	Berat molekul (gr/mol)	Mol
Asam Kaprilat	0%	0	278	0
Asam Kaprat	0%	0	304	0
Asam Laurat	0,262%	0,262	200	0,0013
Asam Miristat	1,012%	1,012	228	0,0044
Asam Palmitat	38,201%	38,201	256	0,1490
Asam Stearat	3,637%	3,637	284	0,0128
Asam Oleat	45,962%	45,962	282	0,1627
Asam Linoleat	10,926%	10,926	280	0,0389

Total Mol = 0,3692 mol

Berat Molekul Asam Lemak Minyak Sawit

$$= 100 \text{ gr} / 0,3692 \text{ mol} = 270,8777 \text{ gr/mol}$$

Berat Trigliserida rata-rata

$$= \text{BM gliserol} + (3 \times \text{BM asam lemak Minyak Sawit}) - (3 \times \text{air})$$

BM Gliserol = 92 gr/mol

BM Trigliserida rata-rata

$$= 92 \text{ gr/mol} + (3 \times 270,8777 \text{ gr/mol}) - (3 \times 18 \text{ gr/mol})$$

$$\text{BM Trigliserida rata-rata} = 850,6811 \text{ gr/mol}$$

A.2 Perhitungan Kebutuhan Katalis

Contoh perhitungan kebutuhan katalis KOH 1% (w/w) dengan variabel tetap yaitu daya 300 watt dan waktu pemanasan selama 10 menit pada suhu 60°C.

Massa jenis Minyak Sawit

$$\text{Pikno kosong} = 12,2555 \text{ gr}$$

$$\text{Pikno isi} = 17,0382 \text{ gr}$$

$$\rho \text{ Minyak Sawit} = \frac{(17,0382 \text{ gr} - 12,2555 \text{ gr})}{5,3386 \text{ ml}}$$

$$= 0,89587 \text{ gr/ml}$$

$$V \text{ Minyak Sawit} = 400 \text{ ml}$$

$$\text{BM trigliserida Minyak Sawit} = 850,6811 \text{ gr/mol}$$

$$\text{Massa Minyak Sawit} = 358,3486 \text{ gr}$$

Massa Katalis KOH

$$= \frac{1}{100} \times \text{massa VCO}$$

$$= \frac{1}{100} \times 358,3486 \text{ gr} = 3,5835 \text{ gr}$$

A.3 Perhitungan Kebutuhan Metanol

Contoh perhitungan kebutuhan metanol dengan rasio mol 1:9 untuk pengenceran katalis KOH menggunakan variabel tetap yaitu daya 300 watt dan waktu pemanasan selama 10 menit.

$$\text{BM metanol} = 32,04 \text{ gr/mol}$$

$$\rho \text{ metanol} = 0,792 \text{ gr/ml}$$

$$\begin{aligned} \text{mol trigliserida VCO} &= \frac{\text{massa VCO}}{\text{BM VCO}} \\ &= \frac{358,3486 \text{ gr}}{850,6811} = 0,4212 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\text{Rasio molar 1:9} = 9 \times 0,4212 \text{ mol} = 3,7912 \text{ mol}$$

$$\text{Kadar kemurnian (\%)} \text{ metanol} = 98\%$$

$$\begin{aligned} \text{Massa metanol} &= \frac{(\text{BM metanol} \times \text{mol metanol})}{\% \text{kadar metanol}} \\ &= \frac{(32,04 \times 3,7912 \text{ mol})}{98\%} = 123,9490 \text{ gr} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Volume metanol} &= \frac{\text{massa metanol}}{\rho \text{ methanol}} \\ &= 123,9490 \text{ gr} / 0,792 \text{ gr/ml} = 156,5030 \text{ ml} \end{aligned}$$

A.4 Gas Chromatography-Mass Spectrometry

Tabel A.4.1 Hasil GC-MS dan Perhitungan Komposisi Relatif Metil Ester

No	Asam Lemak	%Area	Berat Molekul	Komposisi relatif
1	Metil Laurat	0,78	214,34	0,7982
2	Metil Mirisat	4,41	242,4	4,5129
3	Metil Oleat	49,14	296,5	50,2865
4	Metil Linoleat	0,38	294,5	0,3889
5	Metil Kaprilat	0,04	158,24	0,0409
6	Metil Kaprat	0,14	186,29	0,1433
7	Metil Stearat	0	198,5	0
8	Metil Palmitat	40,96	270,5	41,9157
9	Metil Palmitoleat	1,87	268,4	1,9163
Total				100%

Contoh perhitungan persentase komposisi relatif metil ester terhadap total Metil Ester pada produk dengan variabel daya 300 watt, konsentrasi katalis KOH 1% (w/w), dan waktu pemanasan 10 menit, diperoleh:

$$\begin{aligned} \% \text{ komposisi relatif Metil Palmitat} &= \frac{\% \text{Area (A)}}{\text{Total \%Area FAME}} \times 100\% \\ &= \frac{40,96}{97,92} \times 100\% \end{aligned}$$

$$= 41,9157\%$$

$$\begin{aligned} \text{Persen komposisi relatif Metil Oleat} &= \frac{49,14}{97,92} \times 100\% \\ &= 50,2865\% \end{aligned}$$

Hasil perhitungan untuk variabel lain dikerjakan dengan cara yang sama dalam Appendix B pada Tabel B.2.2

A.5 Perhitungan Berat Molekul (BM) metil ester

Pada perhitungan berat molekul Metil Ester menggunakan basis 100 gr Metil Ester

Tabel A.5.1 Perhitungan Berat Molekul Metil Ester

No	Asam Lemak	Komposisi Relatif	BM	Massa (gram)	Mol
1	Metil Kaprilat	0,0409%	158	0,0409	0,000257
2	Metil Kaprat	0,1432%	186	0,1432	0,000769
3	Metil Laurat	0,7982%	214	0,7982	0,00372
4	Metil Miristat	4,5129%	242	4,5129	0,01862
5	Metil Palmitoleat	1,9136%	268	1,9136	0,00713
6	Metil Palmitat	41,9157%	270	41,9157	0,15495
7	Metil Stearat	0%	298	0	0
8	Metil Oleat	50,2865%	296	50,2865	0,16960
9	Metil Linoleat	0,3889%	294	0,3889	0,001320
Total				100	0,35638

$$\text{Total Mol} = 0,35638 \text{ mol}$$

$$\text{Berat Molekul Metil Ester} = 100 \text{ gr} / 0,35638 \text{ mol} = 280,6023 \text{ gr/mol}$$

A.6 Perhitungan Persentase Yield Metil Ester

$$\text{Perhitungan \% yield: } \frac{\text{Produk Surfaktan Metil Ester}}{VCO} \times 100 \%$$

Perhitungan % yield metil ester pada daya 300 watt, konsentrasi katalis 1% (w/w), suhu 60°C dan waktu pemanasan selama 10 menit, diperoleh:

$$\text{Volume metil ester} = 392 \text{ ml}$$

$$\text{Volume Minyak Sawit} = 400 \text{ ml}$$

$$\% \text{ yield} = \frac{392 \text{ ml}}{400 \text{ ml}} \times 100 \% = 98\%$$

A.7 Perhitungan Konversi Proses Transesterifikasi

Reaktan :

Trigliserida:

$$\text{Volume Minyak Sawit} = 400 \text{ ml}$$

$$\text{BM Trigliserida Minyak Sawit} = 850,6811 \text{ gr/mol}$$

$$\rho \text{ Minyak Sawit} = 0,8959 \text{ gr/ml}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa Minyak Sawit} &= \rho \text{ Minyak Sawit} \times \text{Vol Minyak Sawit} \\ &= 0,8959 \text{ gr/ml} \times 400 \text{ ml} = 358,3486 \text{ gr} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol Trigliserida} &= \text{Massa Minyak Sawit} / \text{BM Trigliserida Minyak Sawit} \\ &= 358,3486 \text{ gr} / 850,6811 \text{ gr/mol} \\ &= 0,4212 \text{ mol} \end{aligned}$$

Metanol :

$$\text{Mol Metanol} = 9 \times 0,4212 \text{ mol} = 3,7912 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa Metanol} &= \text{Mol Metanol} \times \text{BM Metanol} \\ &= 3,7912 \text{ mol} \times 32,04 \text{ gr/mol} \\ &= 123,9504 \text{ gr} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Volume Metanol} &= \text{Massa Metanol} / \rho \text{ Metanol} \\ &= 123,9504 \text{ gr} / 0,792 \text{ gr/ml} \\ &= 156,5030 \text{ ml} \end{aligned}$$

Produk:

Metil Ester:

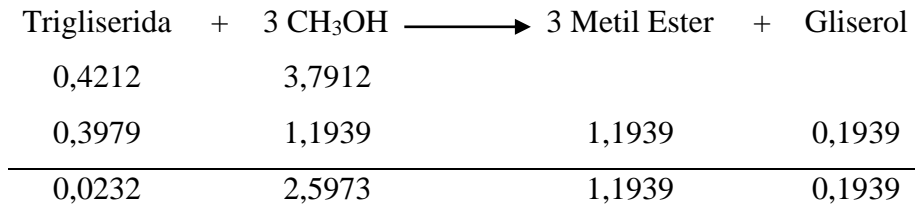
$$\text{Volume Metil Ester didapat} = 392 \text{ ml}$$

$$\rho \text{ Metil Ester} = 0,8546 \text{ gr/ml}$$

$$\text{BM Metil Ester} = 280,4925 \text{ gr/mol}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa Metil ester} &= \rho \text{ metil ester} \times \text{Volume metil ester} \\ &= 0,8546 \text{ gr/ml} \times 392 \text{ ml} = 335,0139 \text{ gr} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol Metil Ester} &= \text{Massa metil ester} / \text{BM metil ester} \\ &= 335,0139 \text{ gr} / 277,9242 \\ &= 1,2054 \text{ mol} \end{aligned}$$



Perhitungan Konversi Transesterifikasi :

$$\begin{aligned} \% \text{ Konversi Transesterifikasi} &= \frac{\text{Trigliserida yang bereaksi}}{\text{Trigliserida mula-mula}} \times 100\% \\ &= \frac{0,3979}{0,4212} \times 100\% = 94,4735\% \end{aligned}$$

A.8 Perhitungan Viskositas Produk Metil Ester

Perhitungan viskositas :

$$\eta_{\text{sampel}} = \frac{t_{\text{sampel}} \times \rho_{\text{sampel}}}{t_{\text{air}} \times \rho_{\text{air}}} \times \eta_{\text{air}}$$

$$\text{Viskositas kinematik (Vk)} = \frac{\eta_{\text{sampel}}}{\rho_{\text{sampel}}}$$

Dimana:

η = viskositas dinamik (g/cm.s) atau (cP)

Vk = viskositas kinematik (m²/s) atau (cSt)

ρ = massa jenis (g/mL).

t = waktu yang dibutuhkan sample dari titik a sampai b (detik)

Perhitungan viskositas metil ester dengan daya 300 watt, suhu 60°C, konsentrasi katalis KOH 1% (w/w) dan waktu pemanasan selama 10 menit, diperoleh:

$$\text{waktu metil ester (t sampel)} = 13,51 \text{ s}$$

$$\rho_{\text{metil ester}} = 0,8546 \text{ gr/ml}$$

$$t_{\text{air}} = 3,8 \text{ s}$$

$$\rho_{\text{air}} = 0,997 \text{ gr/ml}$$

$$\eta_{\text{air}} = 0,8937 \text{ cp}$$

$$\eta_{\text{ME}} = \frac{13,51 \text{ s} \times 0,8456 \text{ gr/ml}}{3,8 \text{ s} \times 0,997 \text{ gr/ml}} \times 0,8937 \text{ cp} = 2,7236 \text{ cp}$$

$$\text{Viskositas ME} = \frac{2,7236 \text{ cp}}{0,8546 \text{ gr/ml}} = 3,1869 \text{ cSt}$$

A.9 Proses Sulfonasi

Perhitungan kebutuhan NaHSO₃ pada variabel rasio reaktan 1:1 dengan konsentrasi katalis CaO 1% (w/w)

$$\text{Volume ME} = 60 \text{ ml}$$

$$\text{Massa ME} = 51,2775 \text{ gr}$$

$$\text{BM ME} = 280,6023 \text{ gr/mol}$$

$$\text{Mol ME} = \frac{\text{massa ME}}{\text{BM ME}} = \frac{51,2775 \text{ gr}}{280,6023} = 0,1827 \text{ mol}$$

$$\text{BM NaHSO}_3 = 104 \text{ gr/mol}$$

Pada variabel rasio reaktan 1:1

$$\text{Mol NaHSO}_3 = 1 \times 0,1827 \text{ mol} = 0,1827 \text{ mol}$$

$$\text{Massa NaHSO}_3 = 0,1827 \text{ mol} \times 104 \text{ gr/mol} = 19,005 \text{ gr}$$

Hasil perhitungan untuk variabel lain dikerjakan dengan cara yang sama dalam Appendix B pada Tabel B.3.1

A.10 Perhitungan Densitas Produk Metil Ester Sulfonat

PT. Wilmar

Perhitungan densitas :

$$\text{Densitas } (\rho) = \frac{(m_2 - m_1)}{V}$$

Dimana:

$$m_1 = \text{massa kosong pikno (gram)}$$

$$m_2 = \text{massa pikno + sampel (gram)}$$

$$V \text{ larutan sampel} = 5 \text{ mL}$$

$$\text{Massa piknometer kosong} = 9,41 \text{ gram}$$

$$\text{Massa piknometer + metil ester sulfonat} = 14,39 \text{ gram}$$

$$\rho = \frac{m}{V} = \frac{(14,39 \text{ gr} - 9,41 \text{ gr})}{5 \text{ ml}} = 0,996 \text{ gr/ml}$$

A.11 Perhitungan Viskositas Produk Metil Ester Sulfonat

PT. Wilmar

Perhitungan viskositas:

$$\text{Viskositas Kinematik (V}_k) = \frac{\eta \text{ sampel}}{\rho \text{ sampel}}$$

$$\eta \text{ sampel} = \frac{t \text{ sampel} \times \rho \text{ sampel}}{t \text{ air} \times \rho \text{ air}} \times \eta \text{ air}$$

Dimana:

η = viskositas dinamik (g/cm.s) atau (cP);

V_k = viskositas kinematik (m²/s) atau (cSt);

ρ = massa jenis (g/mL).

t = waktu yang dibutuhkan sampel dari titik a sampai b (detik)

Waktu metil ester sulfonat (t sampel) = 14,58 s

ρ metil ester sulfonat = 0,996 gr/ml

t air = 3,8 s

ρ air = 0,997 gr/ml

η air = 0,8937 cp

$$\eta \text{ MES} = \frac{14,58 \text{ s} \times 0,996 \text{ gr/ml}}{3,8 \text{ s} \times 0,997 \text{ gr/ml}} \times 0,8937 \text{ cp} = 3,425 \text{ cp}$$

$$\text{Viskositas MES PT. Wilmar} = \frac{3,425 \text{ cp}}{0,996 \text{ gr/ml}} = 3,439 \text{ cSt}$$

A.12 Perhitungan Densitas Produk Metil Ester Sulfonat

Perhitungan densitas :

$$\text{Densitas } (\rho) = \frac{(m_2 - m_1)}{v}$$

Dimana:

m_1 = massa kosong pikno (gram)

m_2 = massa pikno + sampel (gram)

V larutan sampel = 4,9694 mL

Perhitungan densitas pada variabel 1:1 dengan daya 300 watt, suhu 80°C, konsentrasi katalis CaO 1% dan waktu pemanasan selama 40 menit pada metil ester sulfonat, diperoleh:

Massa piknometer kosong = 12,6899 gram

Massa piknometer + metil ester sulfonat = 16,9819 gram

$$\rho = \frac{m}{v} = \frac{(16,9819 \text{ gr} - 12,6899 \text{ gr})}{4,9694 \text{ ml}} = 0,8637 \text{ gr/ml}$$

Hasil perhitungan untuk variabel lain dikerjakan dengan cara yang sama dalam Appendix B pada Tabel B.3.3

A.13 Perhitungan Viskositas Produk Metil Ester Sulfonat

Perhitungan viskositas:

$$\text{Viskositas kinematik (Vk)} = \frac{\eta_{\text{sampel}}}{\rho_{\text{sampel}}}$$

$$\eta_{\text{sampel}} = \frac{t_{\text{sampel}} \times \rho_{\text{sampel}}}{t_{\text{air}} \times \rho_{\text{air}}} \times \eta_{\text{air}}$$

Dimana:

η = viskositas dinamik (g/cm.s) atau (cP);

Vk = viskositas kinematik (m²/s) atau (cSt);

P = massa jenis (g/mL).

t = waktu yang dibutuhkan sample dari titik a sampai b (detik)

Perhitungan viskositas pada variabel 1:1 dengan daya 300 watt, suhu 80°C, konsentrasi katalis CaO 1% (w/w) dan waktu pemanasan selama 40 menit pada metil ester sulfonat, diperoleh:

Waktu Metil ester sulfonat (t sampel) = 15,04 s

ρ metil ester sulfonat = 0,8637 gr/ml

t air = 3,8 s

ρ air = 0,997 gr/ml

η air = 0,8937 cp

$$\eta_{\text{MES}} = \frac{15,04 \text{ s} \times 0,8637 \text{ gr/ml}}{3,8 \text{ s} \times 0,997 \text{ gr/ml}} \times 0,8937 \text{ cp} = 3,0642 \text{ cp}$$

$$\text{Viskositas MES} = \frac{3,0642 \text{ cp}}{0,8637 \text{ gr/ml}} = 3,5478 \text{ cSt}$$

Hasil perhitungan untuk variabel lain dikerjakan dengan cara yang sama dalam Appendix B pada Tabel B.3.4

A.14 Gas Chromatography-Mass Spectrometry

Tabel A.15.1 Hasil GC-MS dan Perhitungan Komposisi Relatif Metil Ester Sulfonat

No	Asam Lemak	%Area	Berat Molekul	Komposisi relatif
1	Metil Kaprilat Sulfonat	0	259	0
2	Metil Kaprat Sulfonat	0	287	0
3	Metil Laurat Sulfonat	0,19	315	0,20074
4	Metil Mirisat Sulfonat	1,4	343	1,47913
5	Metil Palmitoleat Sulfonat	0,48	369	0,50713
6	Metil Palmitat Sulfonat	36,08	371	38,11939
7	Metil Stearat Sulfonat	6,88	399	7,26889
8	Metil Oleat Sulfonat	49,62	397	52,42472
9	Metil Linoleat Sulfonat	0	395	0
Total				100%

Contoh perhitungan persentase komposisi relatif metil ester sulfonat terhadap total Metil Ester pada produk dengan variabel daya 300 watt, konsentrasi katalis CaO 1% (w/w), dan waktu pemanasan 1 jam, diperoleh:

$$\begin{aligned} \text{\% komposisi relatif Metil Palmitat} &= \frac{\text{\%Area (A)}}{\text{Total \%Area FAME}} \times 100\% \\ &= \frac{36,08}{94,65} \times 100\% \\ &= 38,11939\% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{\% komposisi relatif Metil Oleat} &= \frac{49,62}{94,65} \times 100\% \\ &= 52,42472\% \end{aligned}$$

Hasil perhitungan untuk variabel lain dikerjakan dengan cara yang sama dalam Appendix B pada Tabel B.2.2

A.15 Perhitungan Berat Molekul (BM) metil ester

Pada perhitungan berat molekul Metil Ester menggunakan basis 100 gr Metil Ester.

Tabel A.16.1 Perhitungan Berat Molekul Metil Ester

No	Asam Lemak	Komposisi Relatif	BM	Massa (gram)	Mol
1	Metil Kaprilat Sulfonat	0	259	0	0
2	Metil Kaprat Sulfonat	0	287	0	0
3	Metil Laurat Sulfonat	0,20074	315	0,20074	0,00064
4	Metil Miristat Sulfonat	1,47913	343	1,47913	0,00431
5	Metil Palmitoleat Sulfonat	0,50713	369	0,50713	0,00137
6	Metil Palmitat Sulfonat	38,11939	371	38,11939	0,10275
7	Metil Stearat Sulfonat	7,26889	399	7,26889	0,01822
8	Metil Oleat Sulfonat	52,42472	397	52,42472	0,13205
9	Metil Linoleat Sulfonat	0	395	0	0
Total				100	0,25934

Total Mol = 0,25934 mol

Berat Molekul Metil Ester = 100 gr / 0,25934 mol = 385,5918 gr/mol

A.16 Perhitungan Persentase Yield Metil Ester Sulfonat

Perhitungan % yield: $\frac{\text{Produk Surfaktan MES}}{\text{Metil Ester}} \times 100 \%$

Perhitungan % yield pada variabel rasio reaktan 1:1 dengan daya 300 watt, suhu 80°C, konsentrasi katalis CaO 1% (w/w) dan waktu pemanasan selama 40 menit pada metil ester sulfonate, diperoleh

Volume surfaktan MES = 59,2 ml

Volume metil ester = 60 ml

$$\% \text{ yield} = \frac{57,2 \text{ ml}}{60 \text{ ml}} \times 100 \% = 95,3333\%$$

A.17 Perhitungan Konversi Proses Sulfonasi

Reaktan:

Metil Ester:

Volume metil ester = 60 ml

ρ metil ester = 0,8546 gr/ml

Massa metil ester = ρ metil ester x Volume metil ester
= 0,8546 gr/ml x 60 ml
= 51,2775 gr

BM metil ester = 280,6023 gr/mol

Mol metil ester = Massa Metil Ester / BM Metil Ester
= 51,2775 gr / 280,6023 gr/mol
= 0,1827 mol

Natrium Bisulfit dengan rasio 1:1:

Mol NaHSO₃ = 1 x 0,1827 mol = 0,1827 mol

BM NaHSO₃ = 104 gr/mol

Massa NaHSO₃ = 19,0050 gr

Produk:

Metil Ester Sulfonat (MES) (Rasio Reaktan 1:1, Daya 300 watt, suhu 80°C, Katalis CaO 1% wt, dan Waktu sulfonasi 40 menit):

Volume MES = 57,2 ml

ρ MES = 0,8637 gr/ml

Massa MES = Volume MES x ρ MES
= 57,2 ml x 0,8637 gr/ml
= 49,4028 gr

Mol MES = Massa MES / BM MES
= 49,4028 / 385,5918 gr/mol

$$= 0,1281 \text{ mol}$$

	Metil Ester	+	NaHSO ₃	→	MES	+	<i>Di-salt</i>
M	0,1827		0,1827				
R	0,1281		0,1281		0,1281		0,1281
S	0,0546		0,0546		0,1281		0,1281

Perhitungan Konversi Sulfonasi:

$$\begin{aligned} \% \text{ Konversi Sulfonasi} &= \frac{\text{Mol Metil Ester yang bereaksi}}{\text{Mol Metil Ester mula-mula}} \times 100\% \\ &= \frac{0,1281}{0,1827} \times 100\% \\ &= 70,1114\% \end{aligned}$$

A.18 Perhitungan HLB

HLB dapat dihitung dengan menggunakan rumus:

$$\text{Nilai HLB} = \sum (\text{gugus - gugus hidrofilik}) + \sum (\text{gugus - gugus lipofilik}) + 7$$

Nilai HLB untuk gugus hidrofilik dan gugus lipofilik dapat dilihat pada tabel A.18.1

Tabel A.18.1 Nilai HLB

Hydrophilic Groups	HLB	Lipophilic Groups	HLB
-SO ₄ Na	38.7	-CH-	-0.475
-COOK	21.1	-CH ₂ -	-0.475
-COONa	19.1	-CH ₃ -	-0.475
Sulfonate (SO ₃ H)	11	-CH=	-0.475
-N (Tertiary amine)	9.4	-(CH ₂ -CH ₂ -C ₂ -O-)	-0.15
Ester (Sorbitol Ring)	6.8		
Ester (Free)	2.4		
-COOH	2.1		
-OH (Free)	1.9		
-O-	1.3		
-OH (Sorbitol Ring)	0.5		

Tabel A.18.2 Nilai HLB Komponen Metil Ester Sulfonat

Hydrophilic Groups	HLB	Methyl Laurat	Methyl miristate	Methyl Palmitoleate	Methyl Palmitate	Methyl Stearate	Methyl Oleate	Methyl Linoleate
-SO ₄ Na	38.7							
-COOK	21.1							
-COONa	19.1							
Sulfonate (SO ₃ H)	11	1	1	1	1	1	1	1
-N (Tertiary amine)	9.4							
Ester (Sorbitol Ring)	6.8							
Ester (Free) (-COOC)	2.4	1	1	1	1	1	1	1
-COOH	2.1							
-OH (Free)	1.9							
-O-	1.3							
-OH (Sorbitol Ring)	0.5							
Total		13.4	13.4	13.4	13.4	13.4	13.4	13.4

Lipophilic Groups	HLB	Metil Laurat	Metil miristat	Metil Palmitoleat	Metil Palmitat	Metil Stearat	Metil Oleat	Metil Linoleat
-CH-	-0.475	1	1	1	1	1	1	1
-CH ₂ -	-0.475	9	11	11	13	15	13	11
-CH ₃ -	-0.475	2	2	2	2	2	2	2
-CH=	-0.475	0	0	2	0	0	2	4
-(CH ₂ -CH ₂ -C ₂ -O-)	-0.15							
Total		-5.7	-6.65	-7.6	-7.6	-8.55	-8.55	-8.55
HLB Komponen		14.7	13.75	12.8	12.8	11.85	11.85	11.85

HLB Campuran = (14,7 x 0,20%) + (13,75 x 1,48%) + (12,8 x 0,51%) + (11,85 x 38,12%) + (11,85 x 7,27%) + (11,85 x 52,42) + (11,85 x 0%)

HLB = 12,2507

APPENDIX B
HASIL PERHITUNGAN

B Hasil Perhitungan Tahap Pembuatan Metil Ester

B.1 Karakteristik Minyak Sawit

Tabel B.1.1 Hasil Perhitungan Densitas, Viskositas, dan Kadar FFA Minyak Sawit

Massa minyak 400 ml (gram)	Densitas (g/ml)	T (detik)	Viskositas (cSt)	FFA (%)
358,3486 gr	0,8959	145,48	34,3176	0,062%

B.2 Transesterifikasi

Tabel B.2.1 Hasil Perhitungan Bahan Untuk Transesterifikasi

Minyak Sawit (ml)	Katalis KOH (gr)	Metanol (ml)	Daya (watt)	Waktu (menit)	Suhu (°C)
400 ml	3,5835 gr	156,5030	300	10	60

Tabel B.2.2 Hasil Densitas dan Viskositas Metil Ester

Metil ester	Densitas (g/ml)	t (detik)	Viskositas (cSt)
392 ml	0,8546	13,51	3,1869

Tabel B.2.2 Hasil analisa GC-MS metil ester

No	Asam Lemak	Komposisi Relatif
1	Metil Kaprilat	0,0409%
2	Metil Kaprat	0,1433%
3	Metil Laurat	0,7981%
4	Metil Miristat	4,5129%
5	Metil Palmitoleat	1,9136%
6	Metil Palmitat	41,9157%
7	Metil Stearat	0
8	Metil Oleat	50,2865
90	Metil Linoleat	0,3889

B.3 Proses Sulfonasi

Dalam Pembuatan metil ester sulfonat (MES) digunakan variabel rasio NaHSO₃ Sebagai berikut :

Tabel B.3.1 Hasil perhitungan kebutuhan Natrium Bisulfit (NaHSO₃)

Rasio NaHSO ₃	Kebutuhan NaHSO ₃
1	19,0050
2	38,0101
3	57,50151

Dari hasil proses sulfonasi yang telah dilakukan pada penelitian ini, diperoleh hasil sebagai berikut:

Tabel B.3.2 Nilai yield produk metil ester sulfonate dengan variasi konsentrasi katalis CaO pada variasi suhu dan waktu serta yang sudah ditetapkan pada daya 300 watt

Katalis	Suhu	Waktu	Yield (%)		
			CaO 1%	CaO 1.5%	CaO 2%
1:1	80	20	89.8333	94.6667	92.1667
		30	93.8333	96.1667	94.6667
		40	95.3333	97.0000	96.1667
		50	95.0000	96.8333	96.0000
		60	93.3333	95.8333	94.0000
		20	91.0000	95.1667	93.8333
	90	30	94.5000	96.6667	94.8333
		40	96.1667	97.5000	96.3333
		50	95.6667	97.0000	96.1667
		60	94.0000	96.0000	94.3333
		20	93.0000	95.6667	94.6667
		30	94.8333	96.8333	95.3333
1:2	100	40	96.3333	97.6667	97.3333
		50	96.1667	97.5000	96.3333
		60	94.3333	96.3333	95.5000
		20	94.3333	95.1667	94.1667
		30	95.0000	96.8333	95.6667
		40	96.3333	97.8333	97.0000
	80	50	95.5000	97.3333	96.6667
		60	95.0000	96.8333	95.5000
		20	94.6667	96.0000	94.6667
		30	95.3333	97.3333	95.8333
		40	97.0000	98.0000	97.3333
		50	96.3333	97.6667	97.1667
90	60	95.6667	97.1667	95.6667	
	20	95.6667	96.3333	95.6667	
	30	96.6667	97.5000	96.6667	

Katalis	Suhu	Waktu	Yield (%)		
			CaO 1%	CaO 1.5%	CaO 2%
1:3	80	40	97.3333	98.3333	97.8333
		50	97.0000	98.0000	97.3333
		60	96.5000	97.5000	96.0000
		20	95.3333	95.6667	94.8333
		30	96.1667	97.6667	96.3333
		40	97.5000	98.1667	97.6667
	90	50	97.0000	97.8333	97.1667
		60	96.3333	97.3333	96.1667
		20	96.0000	96.6667	95.5000
		30	96.6667	97.8333	96.6667
		40	97.6667	98.3333	97.8333
		50	97.3333	98.1667	97.5000
	100	60	96.8333	97.6667	96.5000
		20	96.3333	97.3333	96.0000
		30	97.1667	98.1667	97.0000
		40	98.3333	98.6667	98.1667
		50	97.8333	98.3333	97.8333
		60	97.1667	98.0000	96.8333

Tabel B.3.3 Nilai densitas produk metil ester sulfonate dengan variasi konsentrasi katalis CaO pada variasi suhu dan waktu serta yang sudah ditetapkan pada daya 300 watt

Katalis	Suhu	Waktu	Densitas (gr/ml)				
			CaO 1%	CaO 1.5%	CaO 2%		
1:1	80	20	0.8624	0.8635	0.8628		
		30	0.8632	0.8639	0.8633		
		40	0.8637	0.8643	0.8638		
		50	0.8635	0.8639	0.8635		
		60	0.8633	0.8636	0.8633		
		20	0.8629	0.8635	0.8631		
	90	30	0.8633	0.8639	0.8634		
		40	0.8638	0.8644	0.8639		
		50	0.8636	0.8642	0.8638		
		60	0.8634	0.8638	0.8635		
		20	0.8631	0.8637	0.8633		
		30	0.8635	0.8641	0.8635		
	100	40	0.8639	0.8646	0.8644		
		50	0.8637	0.8645	0.8639		
		60	0.8636	0.8639	0.8635		
		20	0.8625	0.8638	0.8635		
		1:2	80	30	0.8636	0.8643	0.8637
				40	0.8642	0.8650	0.8643

Katalis	Suhu	Waktu	Densitas (gr/ml)				
			CaO 1%	CaO 1.5%	CaO 2%		
1:3	90	50	0.8639	0.8646	0.8640		
		60	0.8636	0.8645	0.8637		
		20	0.8631	0.8641	0.8636		
			30	0.8638	0.8643	0.8639	
			40	0.8642	0.8651	0.8645	
			50	0.8640	0.8648	0.8642	
			60	0.8638	0.8647	0.8639	
			20	0.8635	0.8642	0.8637	
		100	30	0.8639	0.8644	0.8640	
			40	0.8642	0.8651	0.8647	
			50	0.8640	0.8649	0.8645	
			60	0.8639	0.8649	0.8640	
	80		20	0.8632	0.8640	0.8637	
			30	0.8640	0.8646	0.8642	
		40	0.8646	0.8654	0.8649		
	90	80	50	0.8643	0.8648	0.8643	
			60	0.8639	0.8645	0.8638	
			20	0.8634	0.8642	0.8638	
				30	0.8641	0.8648	0.8643
				40	0.8646	0.8654	0.8647
				50	0.8643	0.8650	0.8644
		60		0.8641	0.8648	0.8642	
		20		0.8638	0.8645	0.8641	
		100	30	0.8642	0.8650	0.8644	
40			0.8647	0.8657	0.8652		
50			0.8645	0.8652	0.8647		
60			0.8641	0.8651	0.8644		

Tabel B.3.4 Nilai viskositas produk metil ester sulfonate dengan variasi konsentrasi katalis CaO pada variasi suhu dan waktu serta yang sudah ditetapkan pada daya 300 watt

Rasio	Suhu	Waktu	Viskositas Kinematik (cSt)		
			CaO 1%	CaO 1.5%	CaO 2%
1:1	80	20	3.3249	3.4027	3.2966
		30	3.4700	3.4912	3.4735
		40	3.5478	3.5537	3.5514
		50	3.5101	3.5360	3.5289
		60	3.3532	3.4299	3.4110
		20	3.3674	3.4334	3.3921
	90	30	3.4865	3.5065	3.4853
		40	3.5608	3.6551	3.6091
		50	3.5266	3.5407	3.5372

Rasio	Suhu	Waktu	Viskositas Kinematik (cSt)		
			CaO 1%	CaO 1.5%	CaO 2%
1:2	100	60	3.4122	3.4393	3.4664
		20	3.4039	3.4369	3.4334
		30	3.5230	3.5443	3.5207
		40	3.5655	3.6799	3.6540
		50	3.5596	3.6410	3.5820
		60	3.4723	3.4653	3.5042
	80	20	3.3768	3.4228	3.3756
		30	3.4900	3.5054	3.5113
		40	3.6292	3.6658	3.6139
		50	3.5195	3.6091	3.5289
		60	3.4287	3.4617	3.4523
		20	3.4228	3.4487	3.4228
	90	30	3.5113	3.5419	3.5136
		40	3.6516	3.6846	3.6705
		50	3.5962	3.6280	3.5832
		60	3.4511	3.4700	3.4877
		20	3.4487	3.4688	3.4653
		30	3.5313	3.5620	3.5514
	100	40	3.7094	3.6952	3.6941
		50	3.6280	3.6457	3.5915
		60	3.4806	3.4853	3.5101
		20	3.4004	3.4393	3.4122
		30	3.5065	3.5207	3.5160
		40	3.6327	3.6917	3.6386
80	50	3.5714	3.6233	3.5702	
	60	3.4770	3.4995	3.4617	
	20	3.4594	3.4653	3.4428	
	30	3.5266	3.5372	3.5171	
	40	3.7059	3.7200	3.6917	
	50	3.6245	3.6917	3.6492	
90	60	3.4806	3.5160	3.5089	
	20	3.4641	3.4983	3.4841	
	30	3.5584	3.5643	3.5631	
	40	3.7389	3.7507	3.7306	
	50	3.6410	3.7094	3.7023	
	60	3.4983	3.5325	3.5124	

Tabel B.3.5 Nilai pH produk metil ester sulfonate dengan variasi konsentrasi katalis CaO pada variasi suhu dan waktu serta yang sudah ditetapkan pada daya 300 watt

Rasio	Suhu	Waktu	pH		
			CaO 1%	CaO 1.5%	CaO 2%
1:1	80	20	3.97	3.92	3.97
		30	3.8	3.42	3.53
		40	2.97	2.74	3.04
		50	3.78	3.51	3.67
		60	3.97	3.72	3.87
		20	3.85	3.63	3.96
	90	30	3.63	3.08	3.46
		40	2.71	2.59	2.75
		50	3.66	3.4	3.53
		60	3.93	3.58	3.78
		20	3.71	3.49	3.78
		30	3.21	2.81	3.45
	100	40	2.58	2.48	2.66
		50	3.63	3.03	3.3
		60	3.9	3.54	3.65
		20	3.62	3.55	3.73
		30	3.38	3.22	3.3
		40	2.93	2.74	2.81
1:2	80	50	3.68	3.23	3.45
		60	3.88	3.64	3.79
		20	3.49	3.31	3.71
		30	3.3	2.82	3.27
		40	2.62	2.47	2.62
		50	3.3	3.17	3.33
	90	60	3.85	3.3	3.66
		20	3.41	3.3	3.58
		30	3.12	2.61	3.07
		40	2.29	2.26	2.58
		50	3.18	2.81	3.14
		60	3.7	3.26	3.54
	100	20	3.45	3.28	3.53
		30	3.06	2.91	3.5
		40	2.88	2.36	2.48
		50	3.36	2.9	3.42
		60	3.64	3.38	3.64
		20	3.34	3.2	3.52
1:3	90	30	3.04	2.66	3.16
		40	2.56	2.25	2.45
		50	3.1	2.83	3.25
	80	60	3.53	3.14	3.47

Rasio	Suhu	Waktu	pH		
			CaO 1%	CaO 1.5%	CaO 2%
		20	3.1	3.12	3.49
		30	2.94	2.46	3.05
	100	40	2.21	2.12	2.17
		50	3.08	2.76	2.93
		60	3.46	3.1	3.4

Tabel B.3.6 Nilai tegangan permukaan produk metil ester sulfonate dengan variasi konsentrasi katalis CaO pada variasi suhu dan waktu serta yang sudah ditetapkan pada daya 300 watt

Rasio	Suhu	Waktu	Tegangan Permukaan (dyne/cm)		
			CaO 1%	CaO 1.5%	CaO 2%
		20	39.9866	33.7845	34.8251
		30	34.4576	32.4660	34.3910
	80	40	33.8064	30.3541	31.9899
		50	34.0842	31.8756	34.0531
		60	34.5038	32.9198	34.5775
		20	37.1140	33.8003	34.4800
		30	34.4117	31.9162	33.1432
1:1	90	40	31.9776	29.3796	31.8291
		50	32.3032	31.2769	32.0538
		60	34.3642	32.0818	32.6135
		20	35.8149	32.9211	33.6534
		30	33.2524	31.9421	32.6781
	100	40	31.5213	28.8093	31.5598
		50	32.1491	31.2610	31.9707
		60	34.2762	31.6329	32.1791
		20	36.3729	31.7780	34.3450
		30	34.2288	31.3310	33.0097
	80	40	31.8051	29.1091	31.1500
		50	33.7186	30.1264	31.6304
		60	33.9709	31.7321	33.7053
		20	35.3952	31.7050	33.8126
		30	33.3914	30.3176	32.1876
1:2	90	40	30.8673	28.5781	30.4212
		50	32.1575	29.7414	31.4774
		60	33.8984	31.0900	32.0329
		20	34.5326	31.6073	32.9539
		30	32.0101	29.9017	31.8355
	100	40	30.8315	27.7438	30.1154
		50	31.6490	29.6700	30.7376
		60	33.7536	30.5949	31.7565
1:3	80	20	33.7049	30.8879	33.5387

Rasio	Suhu	Waktu	Tegangan Permukaan (dyne/cm)		
			CaO 1%	CaO 1.5%	CaO 2%
		30	32.4490	29.9211	31.2527
		40	30.0184	27.6327	29.7517
		50	31.0812	29.5683	30.8804
		60	31.8816	30.0909	31.4390
		20	32.5937	30.2362	32.8163
		30	31.5463	29.6893	30.3805
	90	40	29.5647	27.3784	29.6032
		50	30.6976	29.3326	30.3237
		60	31.3533	29.9108	31.2461
		20	32.3012	29.7318	31.4819
		30	31.3278	28.6804	29.8938
	100	40	28.7954	27.1033	28.9158
		50	30.1969	28.7411	29.7632
		60	30.5819	29.1297	30.0409

APPENDIX C

KINETIKA REAKSI

Dalam melakukan evaluasi kinetika orde 1 untuk reaksi heterogen, digunakan persamaan berikut ini:

$$-\ln(1-X)=k'.t+ C$$

Dimana X adalah konversi trigliserida (*yield* dengan kemurnian) terhadap waktu t. Konstanta laju (k') akan menjadi nilai kemiringan (*slope*).

Dengan menebak nilai k' , maka nilai X dari orde 1 dapat diketahui sehingga persamaan diatas menjadi:

$$\ln(1 - X) = -k'.t$$

$$(1 - X) = \exp(-k'.t)$$

$$X = 1 - \exp(-k'.t)$$

Adapun langkah-langkah proses penentuan nilai k' dari kinetika orde 1 dengan menggunakan cara fitting adalah sebagai berikut:

1. Menentukan k' sembarang
2. Mencari nilai $\ln(1-X)$ dengan memasukkan nilai k' awal dengan menggunakan rumus $\ln(1 - X) = -k'.t$
3. Mencari nilai $(1-X)$ dengan menggunakan rumus $(1 - X) = \exp(-k'.t)$
4. Mencari nilai X dengan menggunakan rumus $X = 1 - \exp(-k'.t)$
5. Menghitung nilai error^2 dari yield yang diperoleh dengan eksperimen dan yield yang diperoleh dengan kinetika
6. Menjumlahkan nilai error^2
7. Melakukan optimasi nilai k' dengan menggunakan solver dengan mengatur *set cell = sum error², to value = min, by changing cell = k'*.

Dengan menggunakan solver untuk mendapatkan nilai RSME atau error terkecil dengan merubah nilai k' , maka diperoleh nilai konstanta laju reaksi sebesar 0.3869 L/kg Cat.min.

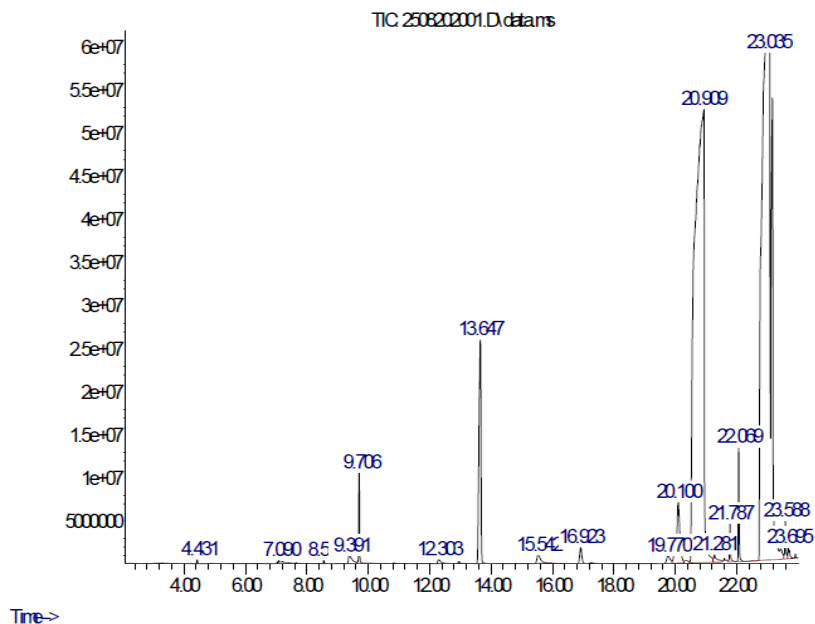
Tabel C.1 Data kinetika reaksi orde satu pada sulfonasi metil ester sulfonat dengan metode microwave dengan cara fitting

Rasio mol reaktan	Konsentrasi Katalis CaO (%)	Suhu (°C)	Waktu (Menit)	Yield (%)	X	Orde 1		Yield (%)	Error
						k (mol.kg/min)	$X = 1 - \exp(-k.t)$		
1:3	1,5	100	5	88.1667	0.8817		0.0000	0.0000	0.0000
1:3	1,5	100	10	90.5000	0.9050		0.8555	85.5485	0.0007
1:3	1,5	100	15	93.0000	0.9300		0.9791	97.9115	0.0055
1:3	1,5	100	20	96.0000	0.9600	0.3869	0.9970	99.6982	0.0045
1:3	1,5	100	25	96.6667	0.9667		0.9996	99.9564	0.0016
1:3	1,5	100	30	97.0000	0.9700		0.9999	99.9937	0.0011
1:3	1,5	100	35	97.5000	0.9750		1.0000	99.9991	0.0009
1:3	1,5	100	40	98.1667	0.9817		1.0000	99.9999	0.0006
									0.0152

APPENDIX D

HASIL ANALISIS

D.1 Hasil Analisis GC-MS Metil Ester



Gambar D.1.1 Hasil GC-MS Metil Ester

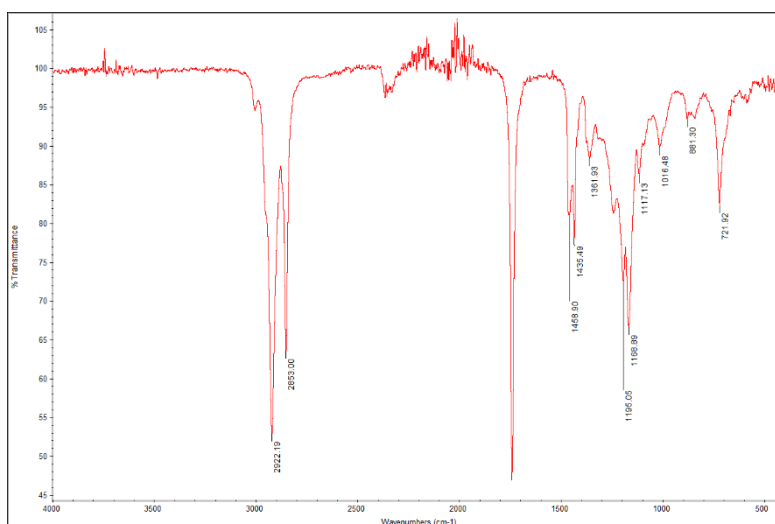
Tabel D.1.1 Hasil Analisis GC-MS Metil ester

No	Ret Time	Nama senyawa	%Area
1	4,431	Octanoic acid, methyl ester	0,04
2	7,090	Decanoic acid, methyl ester	0,14
3	8,552	Nonanoic acid, methyl ester	0,04
4	9,391	Cycloheptasiloxane, tetradecamethyl	0,30
5	9,706	Dodecanoic acid, methyl ester	0,78
6	12,303	Benzeneacetic acid, alpha.,3,4-tris[(trimethylsilyl)oxy]-, trimethylsilyl ester	0,13
7	13,647	Methyl tetradecanoate	4,41
8	15,542	1,3-Diphenyl-1,3,5,5-Tetramethyl-Cyclotrisiloxane	0,30
9	16,923	Pentadecanoic acid, methyl ester	0,33
10	19,770	2-methoxy-3,8-dioxocephalotax-1-ene	0,24
11	20,100	9-Hexadecenoic acid, methyl ester	1,87
12	20,909	Hexadecanoic acid, methyl ester	40,71
13	21,281	Pentadecanoic acid, methyl ester	0,25
14	21,787	9-Octadecenoic acid (Z)-, methyl ester	0,35
15	22,069	Heptadecanoic acid, methyl ester	0,95

No	Ret Time	Nama senyawa	%Area
16	23,035	9-Octadecenoic acid, methyl ester, €-	48,60
17	23,588	Linoleic acid, methyl ester	0,38
18	23,695	9-Octadecenoic acid (Z)-, methyl ester	0,19

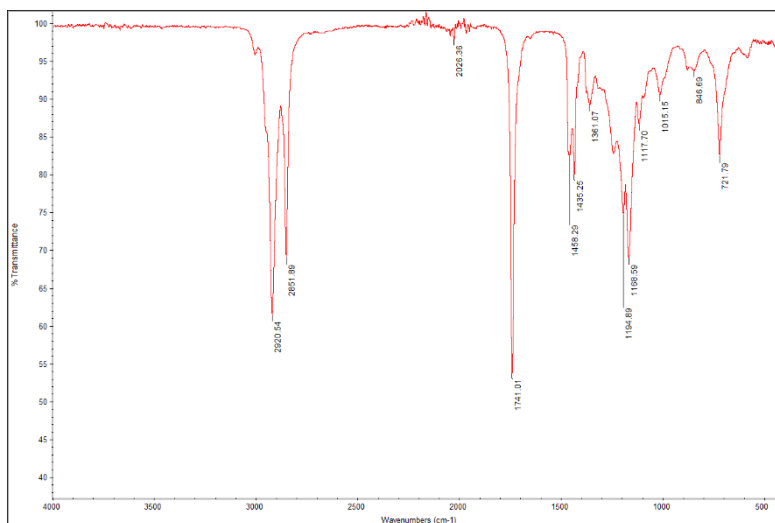
D.2 Analisa FTIR

D.2.1 Hasil Analisis FT-IR Metil Ester



Gambar D.2.1 Hasil FTIR Metil Ester

D.2.2 Hasil Analisis FTIR Metil Ester Sulfonat pada 40 menit



Gambar D.2.2 Hasil FTIR Metil Ester Sulfonat

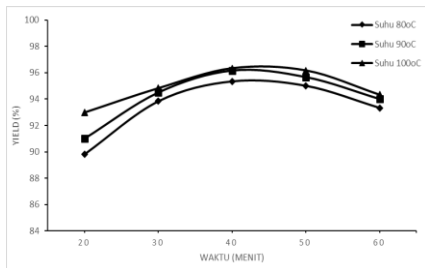
Tabel D. 2.2 Hasil Analisis Panjang Gelombang FT-IR

Pita serapan gugus fungsi	Panjang Gelombang (60 menit)	Panjang Gelombang (90 menit)
Tekuk C-H	1435,23-1458,92	1435,38-1459,15
Ulur C-H	2852,06-2920,06	2852,84-2922,10
Ulur C-O	1167,00-1195,17	1167,63-1195,17
Ulur C=O	1739,85	1740,84
Gugus Sulfonat	1014,49-1360,91	1015,04-1361,38

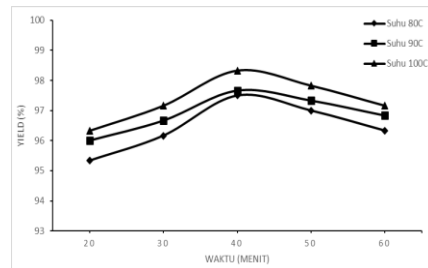
D.3 Grafik Hasil Analisa Metil Ester

Sulfonat

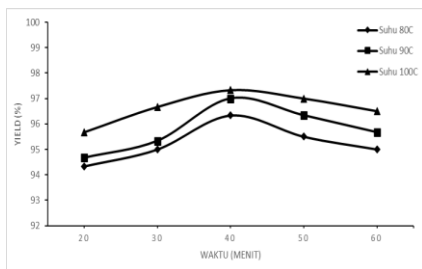
D.3.1.1 Yield



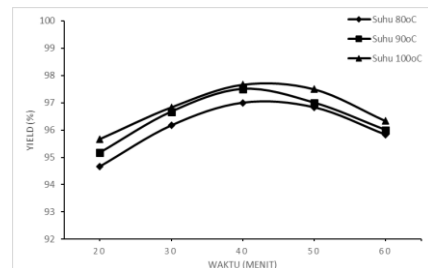
Gambar D.3.1.1.1 Hubungan antara waktu reaksi dan yield metil ester sulfonate pada rasio mol 1:1 dan katalis 1%



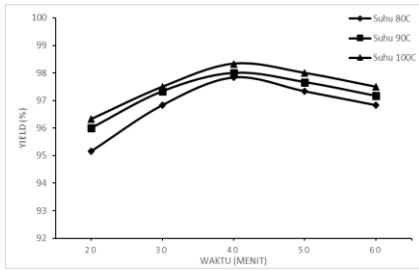
Gambar D.3.1.1.3 Hubungan antara waktu reaksi dan yield metil ester sulfonate pada rasio mol 1:3 dan katalis 1%



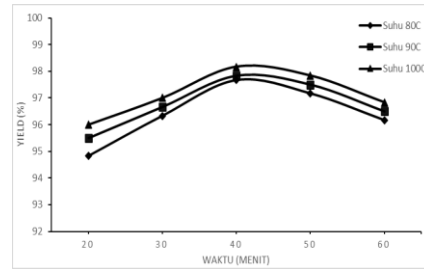
Gambar D.3.1.1.2 Hubungan antara waktu reaksi dan yield metil ester sulfonate pada rasio mol 1:2 dan katalis 1%



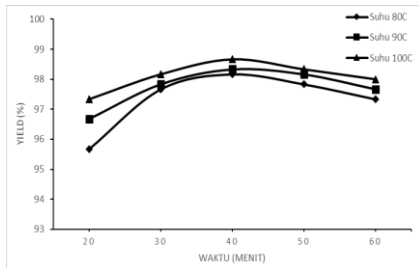
Gambar D.3.1.1.4 Hubungan antara waktu reaksi dan yield metil ester sulfonate pada rasio mol 1:1 dan katalis 1,5%



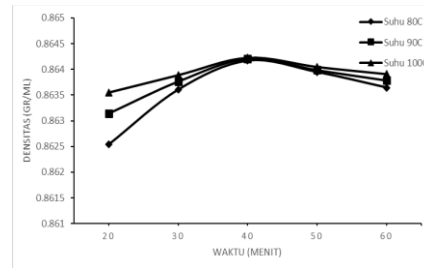
Gambar D.3.1.1.5 Hubungan antara waktu reaksi dan yield metil ester sulfonate pada rasio mol 1:2 dan katalis 1,5%



Gambar D.3.1.1.9 Hubungan antara waktu reaksi dan yield metil ester sulfonate pada rasio mol 1:3 dan katalis 2%

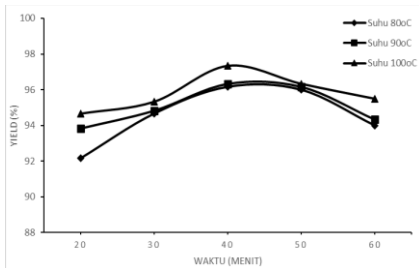


Gambar D.3.1.1.6 Hubungan antara waktu reaksi dan yield metil ester sulfonate pada rasio mol 1:3 dan katalis 1,5%

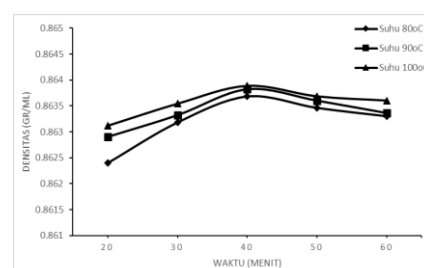


Gambar D.3.1.2.1 Hubungan antara waktu reaksi dan densitas metil ester sulfonate pada rasio mol 1:2 dan katalis 1%

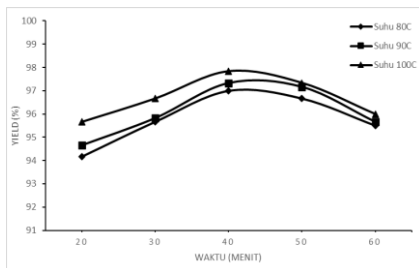
D.3.1.2 Densitas



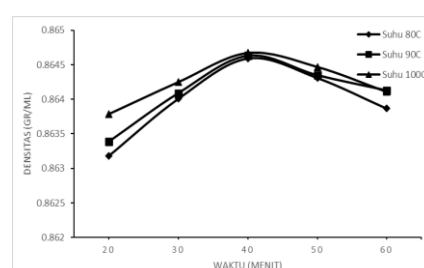
Gambar D.3.1.1.7 Hubungan antara waktu reaksi dan yield metil ester sulfonate pada rasio mol 1:1 dan katalis 2%



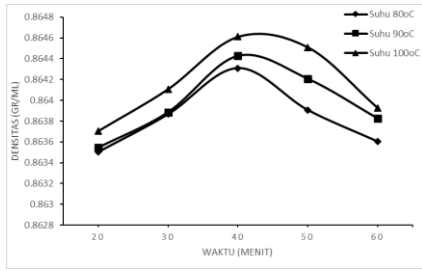
Gambar D.3.1.2.2 Hubungan antara waktu reaksi dan densitas metil ester sulfonate pada rasio mol 1:1 dan katalis 1%



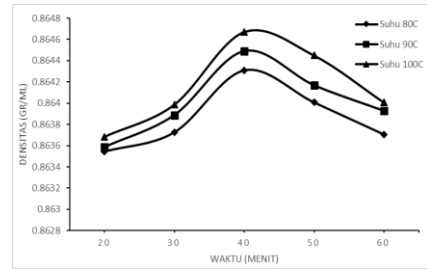
Gambar D.3.1.1.8 Hubungan antara waktu reaksi dan yield metil ester sulfonate pada rasio mol 1:2 dan katalis 2%



Gambar D.3.1.2.3 Hubungan antara waktu reaksi dan densitas metil ester sulfonate pada rasio mol 1:3 dan katalis 1%

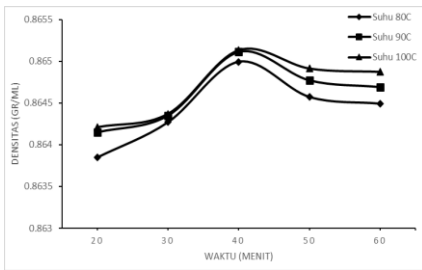


Gambar D.3.1.2.4 Hubungan antara waktu reaksi dan densitas metil ester sulfonate pada rasio mol 1:1 dan katalis 1,5%

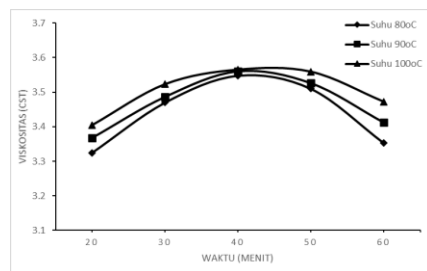


Gambar D.3.1.2.8 Hubungan antara waktu reaksi dan densitas metil ester sulfonate pada rasio mol 1:2 dan katalis 2%

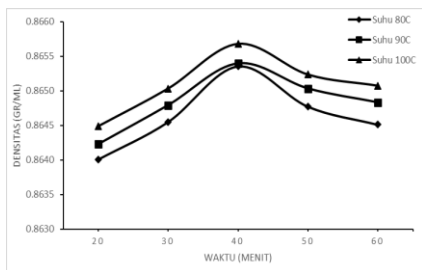
D.3.1.3 Viskositas



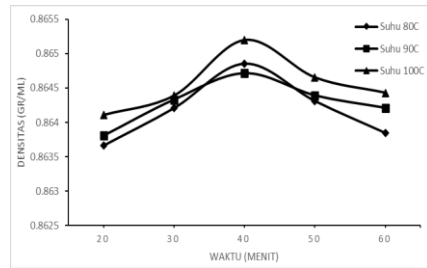
Gambar D.3.1.2.5 Hubungan antara waktu reaksi dan densitas metil ester sulfonate pada rasio mol 1:2 dan katalis 1,5%



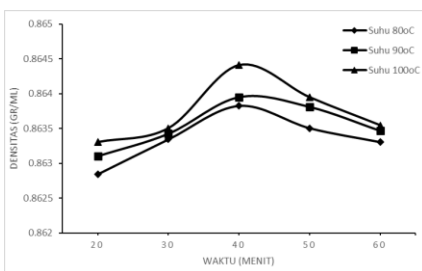
Gambar D.3.1.3.1 Hubungan antara waktu reaksi dan Viskositas metil ester sulfonate pada rasio mol 1:1 dan katalis 1%



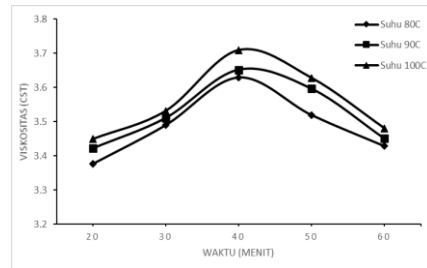
Gambar D.3.1.2.6 Hubungan antara waktu reaksi dan densitas metil ester sulfonate pada rasio mol 1:3 dan katalis 1,5%



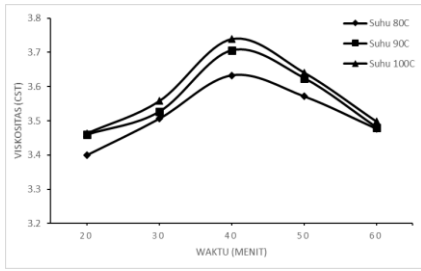
Gambar D.3.1.2.9 Hubungan antara waktu reaksi dan densitas metil ester sulfonate pada rasio mol 1:3 dan katalis 2%



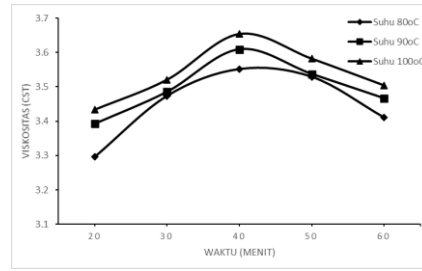
Gambar D.3.1.2.7 Hubungan antara waktu reaksi dan densitas metil ester sulfonate pada rasio mol 1:1 dan katalis 2%



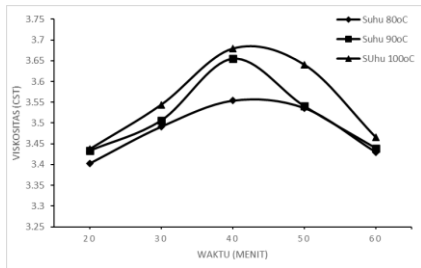
Gambar D.3.1.3.2 Hubungan antara waktu reaksi dan Viskositas metil ester sulfonate pada rasio mol 1:2 dan katalis 1%



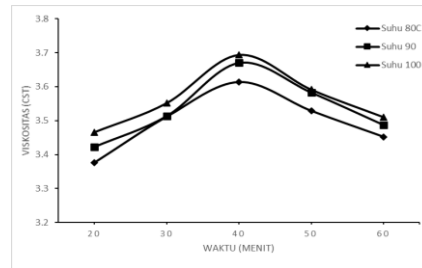
Gambar D.3.1.3.3 Hubungan antara waktu reaksi dan Viskositas metil ester sulfonate pada rasio mol 1:3 dan katalis 1%



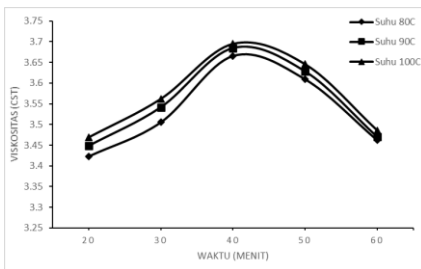
Gambar D.3.1.3.7 Hubungan antara waktu reaksi dan Viskositas metil ester sulfonate pada rasio mol 1:1 dan katalis 2%



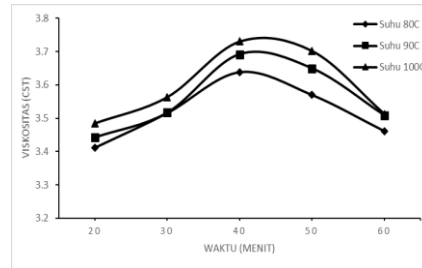
Gambar D.3.1.3.4 Hubungan antara waktu reaksi dan Viskositas metil ester sulfonate pada rasio mol 1:1 dan katalis 1,5%



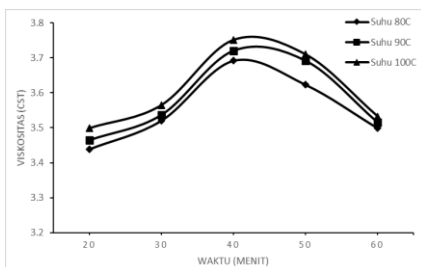
Gambar D.3.1.3.8 Hubungan antara waktu reaksi dan Viskositas metil ester sulfonate pada rasio mol 1:2 dan katalis 2%



Gambar D.3.1.3.5 Hubungan antara waktu reaksi dan Viskositas metil ester sulfonate pada rasio mol 1:2 dan katalis 1,5%

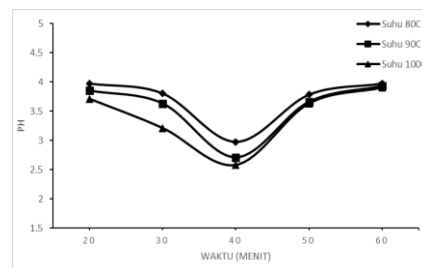


Gambar D.3.1.3.9 Hubungan antara waktu reaksi dan Viskositas metil ester sulfonate pada rasio mol 1:3 dan katalis 2%

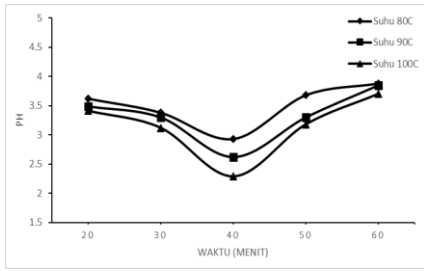


Gambar D.3.1.3.6 Hubungan antara waktu reaksi dan Viskositas metil ester sulfonate pada rasio mol 1:1 dan katalis 1,5%

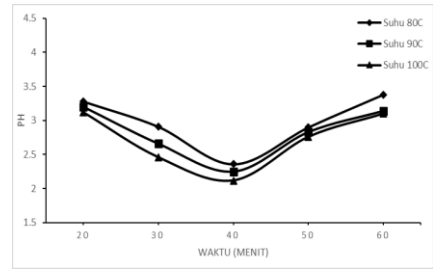
D.3.1.4 pH



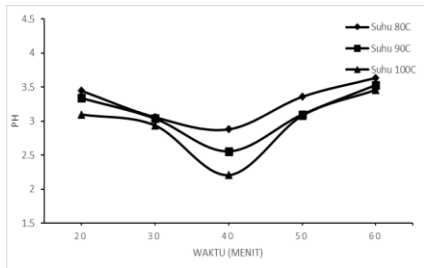
Gambar D.3.1.4.1 Hubungan antara waktu reaksi dan pH metil ester sulfonate pada rasio mol 1:1 dan katalis 1%



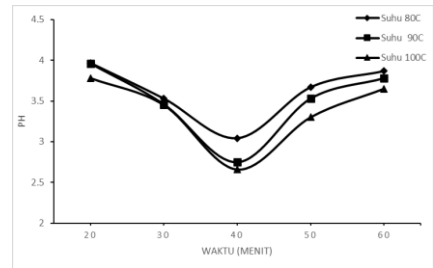
Gambar D.3.1.4.2 Hubungan antara waktu reaksi dan pH metil ester sulfonate pada rasio mol 1:2 dan katalis 1%



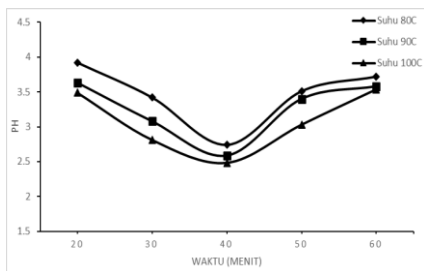
Gambar D.3.1.4.6 Hubungan antara waktu reaksi dan pH metil ester sulfonate pada rasio mol 1:3 dan katalis 1,5%



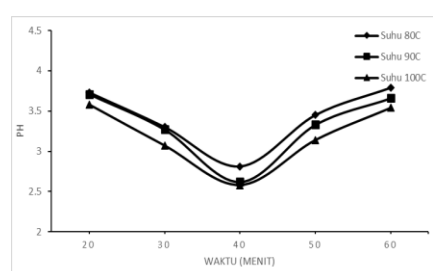
Gambar D.3.1.4.3 Hubungan antara waktu reaksi dan pH metil ester sulfonate pada rasio mol 1:3 dan katalis 1%



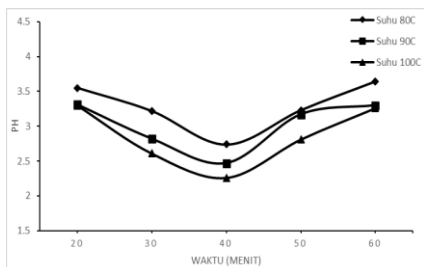
Gambar D.3.1.4.7 Hubungan antara waktu reaksi dan pH metil ester sulfonate pada rasio mol 1:1 dan katalis 2%



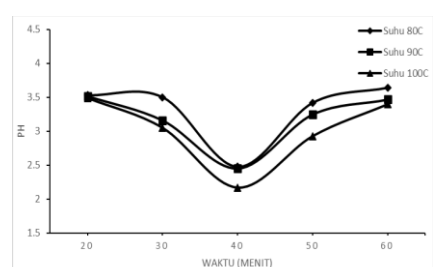
Gambar D.3.1.4.4 Hubungan antara waktu reaksi dan pH metil ester sulfonate pada rasio mol 1:1 dan katalis 1,5%



Gambar D.3.1.4.8 Hubungan antara waktu reaksi dan pH metil ester sulfonate pada rasio mol 1:2 dan katalis 2%

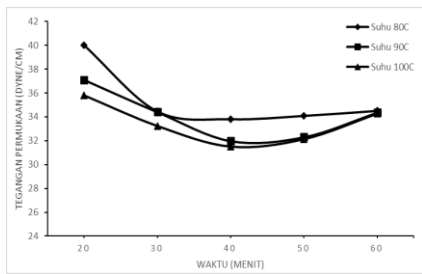


Gambar D.3.1.4.5 Hubungan antara waktu reaksi dan pH metil ester sulfonate pada rasio mol 1:2 dan katalis 1,5%

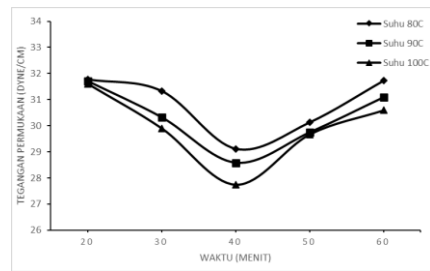


Gambar D.3.1.4.9 Hubungan antara waktu reaksi dan pH metil ester sulfonate pada rasio mol 1:3 dan katalis 2%

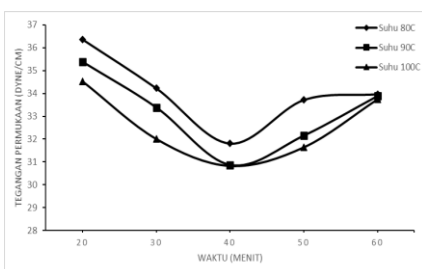
D.3.1.5 Tegangan Permukaan



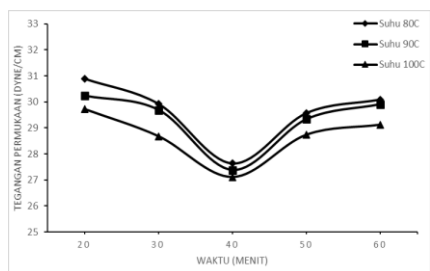
Gambar D.3.1.5.1 Hubungan antara waktu reaksi dan tegangan permukaan metil ester sulfonate pada rasio mol 1:1 dan katalis 1%



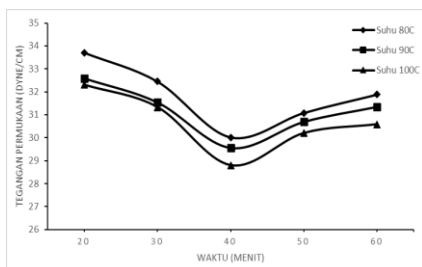
Gambar D.3.1.5.5 Hubungan antara waktu reaksi dan tegangan permukaan metil ester sulfonate pada rasio mol 1:2 dan katalis 1,5%



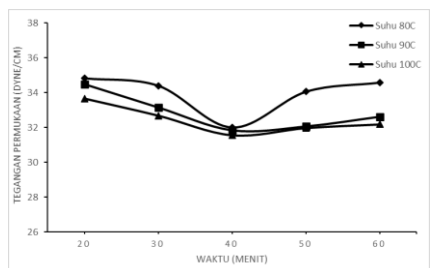
Gambar D.3.1.5.2 Hubungan antara waktu reaksi dan tegangan permukaan metil ester sulfonate pada rasio mol 1:2 dan katalis 1%



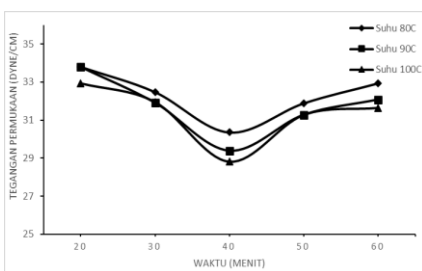
Gambar D.3.1.5.6 Hubungan antara waktu reaksi dan tegangan permukaan metil ester sulfonate pada rasio mol 1:3 dan katalis 1,5%



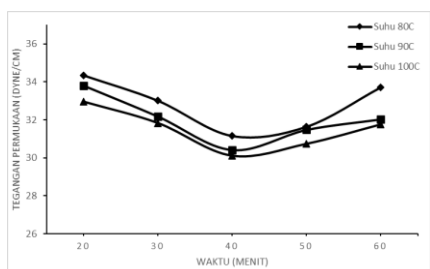
Gambar D.3.1.5.3 Hubungan antara waktu reaksi dan tegangan permukaan metil ester sulfonate pada rasio mol 1:3 dan katalis 1%



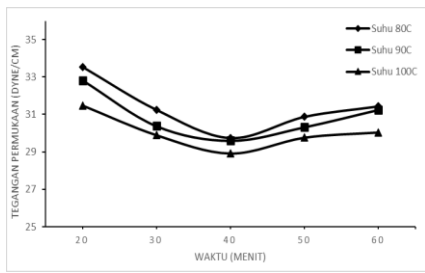
Gambar D.3.1.5.7 Hubungan antara waktu reaksi dan tegangan permukaan metil ester sulfonate pada rasio mol 1:1 dan katalis 2%



Gambar D.3.1.5.4 Hubungan antara waktu reaksi dan tegangan permukaan metil ester sulfonate pada rasio mol 1:1 dan katalis 1,5%



Gambar D.3.1.5.8 Hubungan antara waktu reaksi dan tegangan permukaan metil ester sulfonate pada rasio mol 1:2 dan katalis 2%



Gambar D.3.1.5.9 Hubungan antara waktu reaksi dan tegangan permukaan metil ester sulfonate pada rasio mol 1:3 dan katalis 2%

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

RIWAYAT HIDUP PENULIS



Sahiba Sahila, lahir di Tanjungpinang, Kepulauan Riau pada tanggal 10 Maret 1997. Penulis yang merupakan anak ketiga dari empat bersaudara yang lahir dari pasangan Bapak Kamaludin dan Ibu Aznita ini besar dan tumbuh di Tanjungpinang. Penulis telah menempuh Pendidikan formal di SDN 003 Tanjungpinang pada tahun 2002 hingga tahun 2008, SMPN 10 Tanjungpinang pada tahun 2008 sampai tahun 2011 dan SMAN 4 Tanjungpinang pada tahun 2008 sampai tahun 2011. Penulis kemudian melanjutkan studi program sarjana strata 1 Jurusan Teknik Kimia di Universitas Islam Indonesia (UII), Yogyakarta pada tahun 2014 dan menyelesaikan program sarjana strata 1 pada tahun 2018 dengan mengambil penelitian dengan judul “Pengaruh Suhu dan Waktu Aktivasi terhadap Karbon Aktif Ampas Tebu dengan Aktivator Kalium Hidroksida (KOH)” serta mengambil tugas akhir dengan judul “Pra Rancangan Pabrik Fatty Alkohol Dari Methyl Ester Dan Hydrogen Dengan Kapasitas 40.000 Ton/Tahun”. Penulis juga pernah memiliki pengalaman kerja praktek di PT. Pertamina Persero RU. VI, Indramayu, ketika menjalankan studi S1 pada tahun 2017.

Penulis kemudian melanjutkan studi program pascasarjana magister di Departemen Teknik Kimia Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya pada tahun 2019 dengan bidang keahlian Teknologi Proses. Pada tahap ini, penulis melanjutkan dan mendalami penelitian terkait proses pembuatan surfaktan anionik metil ester sulfonat di Laboratorium Teknologi Proses Reaksi Kimia dan Biomassa yang dibimbing oleh dosen laboratorium proses sendiri yaitu Dr. Lailatul Qadariah, S.T., M.T dan juga oleh Kepala Laboratorium Teknologi Proses Reaksi Kimia dan Biomassa yaitu Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA. Dan pada tanggal 15 Februari 2021 penulis telah berhasil melalui sidang akhir Tesis. Dalam penyusunan Tesis yang berjudul “ Pembuatan dan Karakterisasi Surfaktan Anionik Metil Ester Sulfonat dari Minyak Sawit dengan Bantuan Microwave” ini penulis telah mengikuti seminar Internasional yang diadakan oleh Politeknik Negeri Madiun pada seminar *1st International Conference on Industrial Automation, Smart Grid and its Application*.

Apabila ada kritik dan saran yang membangun terkait penelitian tersebut, maka pembaca dimohon untuk dapat menghubungi penulis via email sahibasahila@gmail.com