



Sintesis Metil Ester Sulfonat Berbasis Minyak Biji Kelor (*Moringa Oliofera L.*) pada Variasi Waktu dan Suhu Sulfonasi

Murniati^{1*}, Sri Seno Handayani², Dedy Suhendra³, Erin Ryantin Gunawan⁴, Nanila Ramdani⁵ 

^{1,2,3,4,5} Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Mataram, Mataram, Indonesia

ARTICLE INFO

Article history:

Received July 19, 2022

Revised July 21, 2022

Accepted March 13, 2023

Available online July 25, 2023

Kata Kunci:

Metil Ester Sulfonat, Minyak Biji Kelor, Sulfonasi, NaHSO₃ dan CaO

Keywords:

Methyl Ester Sulfonate, Moringa Seeds Oil, Sulfonation, NaHSO₃ and CaO



This is an open access article under the [CC BY-SA](https://creativecommons.org/licenses/by-sa/4.0/) license. Copyright © 2023 by Author. Published by Universitas Pendidikan Ganesha.

ABSTRAK

Penggunaan surfaktan sintetis berbasis petrokimia memiliki efek negatif pada kesehatan manusia dan lingkungan karena bersifat korosif dan beracun, menyebabkan pemanasan global, dan kelangkaan sumber daya fosil. Metil ester sulfonat (MES) merupakan salah satu jenis surfaktan anionik yang banyak diaplikasikan dalam berbagai industri. Bahan baku pembuatan surfaktan berasal dari minyak bumi yang tidak dapat diperbaharui dan tidak ramah lingkungan, sehingga diperlukan bahan baku alternatif lain yaitu dari minyak biji kelor. Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis MES dari minyak biji kelor (*Moringa oliofera L.*) pada variasi suhu (70, 80, dan 90) °C dan waktu reaksi (3, 4 dan 5) jam, serta mengkarakterisasi MES menggunakan spektrofotometer FTIR pada kondisi optimum. Jenis penelitian ini adalah penelitian eksperimental laboratorium. Hasil penelitian menunjukkan bahwa MES dapat sintesis dari minyak biji kelor pada kondisi optimum suhu 80 °C dan waktu reaksi 4 jam. Produk MES berwarna putih kekuningan, pH 7 dan yield 66,72 %. Karakterisasi FTIR menunjukkan pita serapan S=O sulfonat yang menandakan terbentuknya produk MES.

ABSTRACT

The use of petrochemical-based synthetic surfactants has negative effects on human health and the environment because they are corrosive and toxic, cause global warming, and scarcity of fossil resources.. Methyl ester sulfonate (MES) is one type of anionic surfactant that is widely applied in various industries. The raw material for making surfactants comes from petroleum which cannot be renewed and is not environmentally friendly, so other alternative raw materials are needed, namely Moringa seed oil. This study aimed to synthesize MES from Moringa seed oil (*Moringa oliofera L.*) at various temperatures (70, 80, and 90) °C and reaction time (3, 4 and 5) hours, and characterization MES using FTIR spectrophotometer at optimum conditions. This type of research is a laboratory experimental research. The results showed that MES can be synthesized from Moringa seed oil at the optimum temperature of 80 °C and the reaction time of 4 hours. MES product is yellowish white in color, pH 7 and yield is 66.72%. FTIR characterization showed the appearance of S=O sulfonate absorption band which indicated the formation of MES product.

1. PENDAHULUAN

Surfaktan (*surface active*) merupakan senyawa aktif permukaan yang dapat menurunkan tegangan permukaan pada antarmuka antara cairan dan cairan lainnya, cairan dengan padatan, atau cairan dengan fase gas (Jaksen et al., 2020; Hariani et al., 2016). Surfaktan banyak digunakan dalam industri kimia, pertanian, kosmetik, sabun, sampo, bahan pembersih dan produk farmasi (Qadariyah et al., 2021; Siti Afida et al., 2016) dan *oil recovery* (Alfauziah et al., 2020). Sebagian besar penggunaan surfaktan adalah surfaktan sintesis dari minyak bumi (petrokimia). Secara global, produksi surfaktan sintetis telah mencapai 13 juta ton/tahun. Pada tahun 2014, Lembaga Riset Pasar Ceresana, Jerman, melaporkan bahwa pasar dunia untuk surfaktan telah melampaui 33 miliar dolar AS dan diperkirakan mengalami peningkatan sebesar 2,5% hingga tahun 2022 (Siti Afida et al., 2016). Penggunaan surfaktan sintetis berbasis petrokimia memiliki efek negatif pada kesehatan manusia dan lingkungan karena bersifat korosif dan beracun, menyebabkan pemanasan global, dan kelangkaan sumber daya fosil (Qadariyah et al., 2022; Alwadani & Fatehi, 2018). Oleh karena itu, perlu dilakukan pencarian bahan baku alternatif yang bersumber dari bahan alam karena kurang toksik, bersifat *biodegradable*, serta mengurangi penggunaan bahan baku minyak bumi yang semakin berkurang dan mahal.

*Corresponding author.

E-mail addresses: murniati@unram.ac.id (Murniati)

Surfaktan anionik metil ester sulfonat (MES) merupakan salah satu surfaktan alternatif pengganti surfaktan sintesis adalah. MES terbuat dari sumber daya alam terbarukan, seperti minyak nabati dan lemak. MES dapat menggantikan surfaktan yang berasal dari minyak bumi karena memiliki banyak keunggulan yaitu mudah terdegradasi, bahan pembersih yang baik, mudah larut dalam air, dan relatif murah (Sahila et al., 2021; Nurliana et al., 2021). MES memiliki banyak keuntungan baik dari sudut pandang ekonomi maupun lingkungan. MES dianggap sebagai surfaktan berharga yang banyak digunakan dalam industri kimia karena aktivitas permukaan yang sangat baik, tingkat *biodegradabilitas* yang tinggi, serta lebih stabil terhadap hidrolisis pada pH rendah atau tinggi (Qadariyah et al., 2021; Alwadani & Fatehi, 2018).

Beberapa peneliti telah berhasil mensintesis MES dari bahan baku minyak nabati seperti minyak kelapa sawit (Sahila et al., 2021; Jaksen et al., 2020), kelapa (Alfauziah et al., 2020) dan wijen (Soy et al., 2020). Akan tetapi, bahan baku tersebut merupakan bahan baku minyak nabati yang digunakan sebagai bahan pangan (*edible*) dan bersifat komersil. Oleh karena itu diperlukan bahan alternatif lain sebagai sumber minyak nabati yang bersifat non komersil, *non-edible* dan ketersediannya melimpah, salah satunya adalah minyak biji kelor (*Moringa Oleifera L.*). Biji kelor memiliki kandungan minyak sebesar 25-44 % (Fu et al., 2021; Salimi et al., 2019; Niju et al., 2019). Komposisi asam-asam lemak penyusun minyak biji kelor (trigliserida) yaitu asam palmitat (7,2 %), asam stearat (5,2 %), asam oleat (70,7 %), asam linoleat (1,0 %), asam miristat (0,4 %), asam arakhidat (3,4 %), asam palmitoleinat (1,02 %) dan asam linolenat (0,2 %) (Wardoyo & Daniel, 2017). Adanya kandungan asam-asam lemak ini memungkinkan minyak biji kelor dapat dijadikan sebagai bahan baku pembuatan MES.

MES dapat disintesis melalui proses transesterifikasi minyak dan proses sulfonasi metil ester (ME). Proses sulfonasi yaitu mereaksikan ME dengan reagen kimia yang mengandung sulfat atau sulfid seperti agen NaHSO_3 (Qadariyah et al., 2021; Alfauziah et al., 2020). Agen sulfonasi NaHSO_3 memiliki beberapa keunggulan dibandingkan dengan pensulfonasi lain yaitu harganya relatif murah, produk yang dihasilkan berwarna cerah, mudah diaplikasikan pada skala kecil, serta menghasilkan yield yang sangat tinggi (Sahila et al., 2021; Qadariyah et al., 2021) (Qadariyah et al., 2021). Kelemahan penggunaan NaHSO_3 kurang reaktif, oleh karena itu dibutuhkan katalis dan suhu tinggi. Salah satu jenis katalis yang digunakan dalam proses sulfonasi adalah CaO (Alfauziah et al., 2020; Qadariyah et al., 2021). Katalis CaO memiliki aktivitas katalitik dan kebasahan yang cukup tinggi, kondisi reaksi yang ringan, reaksi yang terjadi cepat, masa hidup katalis yang panjang sehingga dapat dimanfaatkan kembali (Kesic et al., 2016).

Proses sulfonasi ME minyak nabati telah banyak dilakukan oleh para peneliti. Proses sulfonasi menggunakan NaHSO_3 dengan bahan baku berupa minyak kelapa sawit yang menghasilkan surfaktan MES dengan waktu reaksi 10 menit, suhu 55 °C dan rendemen mencapai 98,67 % dengan bantuan *microwave* (Sahila et al., 2021). Selain itu, telah dilakukan sintesis MES menggunakan metil ester yang diperoleh dari biji ketapang dan disulfonasi dengan NaHSO_3 pada perbandingan mol 1:1,5, mendapatkan hasil optimum pada suhu reaksi 100 °C dan waktu reaksi 4,5 jam (Hariyani et al., 2016). Sintesis MES juga telah dilakukan menggunakan minyak sawit menghasilkan yield sebesar 49,71 %, waktu reaksi 120 menit dan suhu 120 °C (Chalim et al., 2017). Produk MES yang terbentuk dikarakterisasi menggunakan FTIR menunjukkan munculnya pita serapan gugus S=O pada bilangan gelombang 1195-1168 cm^{-1} (Alfauziah et al., 2020; Qadariyah et al., 2021). Oleh karena itu, pada penelitian dilakukan sintesis MES dari minyak biji kelor menggunakan agen sulfonasi NaHSO_3 dan katalis CaO dengan melakukan optimasi variabel waktu dan suhu reaksi serta karakterisasi produk MES menggunakan spektrofotometer FTIR.

2. METODE

Sampel biji kelor diperoleh dari perkebunan disekitar wilayah Kota Mataram. Tahapan penelitian meliputi ekstraksi dan pemurnian minyak biji kelor, sintesis ME dan sintesis MES. Ekstraksi minyak biji kelor menggunakan metode sokletasi dengan pelarut n-heksana (Niju et al., 2019; Salimi et al., 2019) Sebanyak 50 g sampel biji kelor kering yang sudah dihaluskan dibungkus dengan kertas saring, kemudian dimasukkan ke dalam soklet yang telah dirangkai dengan kondensor dan labu didih. Selanjutnya dituang pelarut sebanyak 250 mL ke dalam labu didih dan dipanaskan selama 6 jam. Ekstrak n-heksana kemudian dipekatkan menggunakan rotary evaporator pada temperatur 50 °C, kemudian dimurnikan dengan kromatografi kolom sehingga diperoleh trigliserida minyak biji kelor.

Sintesis ME dari minyak biji kelor menggunakan metode transesterifikasi dengan katalis basa kuat KOH (Alfauziah et al., 2020; Qadariyah et al., 2021). Sintesis ME dilakukan dengan mereaksikan minyak biji kelor dengan metanol dengan perbandingan 1:5 dan ditambahkan katalis KOH sebanyak 1,5 % dari bobot minyak. Proses sintesis dilakukan pada suhu 35 °C dengan kecepatan 400 rpm selama 60 menit. Hasil reaksi transesterifikasi diendapkan selama ± 12 jam hingga terpisah membentuk lapisan ME dan gliserol. Lapisan ME dimasukkan ke dalam corong pisah, kemudian ditambahkan akuades sebanyak metil ester. ME yang diperoleh ditambahkan Na_2SO_4 dan disimpan dalam desikator.

Sintesis MES mengikuti metode sebelumnya (Alfauziah et al., 2020). Sintesis MES terdiri dari tiga tahap yaitu sulfonasi, pemurnian dan penetralan (Nurliana et al., 2021). Proses sulfonasi dilakukan dengan mencampurkan NaHSO_3 dan CaO kemudian ditambahkan kedalam labu leher tiga selama 30 menit dan ditambahkan ME minyak biji kelor $\pm 7,9$ g pada variasi suhu (70, 80, dan 90 °C) dan waktu reaksi sulfonasi (3, 4, dan 5 jam). Campuran hasil reaksi dilanjutkan ke tahap pemurnian dengan menambahkan metanol 40 %, pada suhu 55 °C dan selama 90 menit. Setelah reaksi selesai, campuran reaksi dipindahkan ke dalam corong pisah dan didiamkan ± 12 jam hingga terbentuk 2 fase. Produk yang berada pada fase organik kemudian disentrifugasi untuk mengendapkan katalis CaO . Campuran hasil reaksi dilakukan proses netralisasi dengan menambahkan NaOH 20 %. Produk MES optimum selanjutnya dilakukan analisis menggunakan Spektrofotometer IR.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil

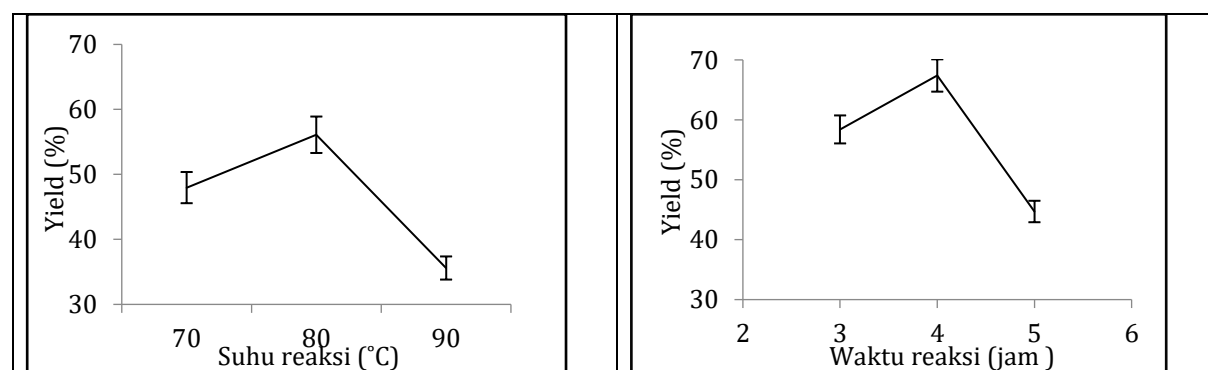
Minyak biji kelor hasil ekstraksi yang diperoleh berwarna kuning dan tidak kental. Yield minyak biji kelor hasil ekstraksi disajikan pada Tabel 1^a(Fu et al., 2021); ^b(Salimi et al., 2019); ^c(Niju et al., 2019); ^d(Azis et al., 2016); ^e(Niju et al., 2018); ^f(Dominguez et al., 2019).

Tabel 1. Yield Minyak Biji Kelor dan ME

No.	Produk	Yield (%)			
		Hasil Penelitian	Pembanding		
1	Minyak Biji Kelor	38,09	25,5 ^a	34,80	25-44
2	ME	67,72	94,2 ^d	97,06	91,5

Hasil sintesis ME membentuk dua lapisan yaitu ME yang berwarna kuning bening dan gliserol berwarna putih. Hal ini sesuai dengan beberapa hasil reaksi transesterifikasi yang dilakukan oleh peneliti lain (Azis et al., 2016; Rashed et al., 2016). Akan tetapi, yield ME hasil sintesis seperti yang terlihat pada Tabel 1 masih rendah dibandingkan dengan beberapa hasil penelitian lainnya. Rendahnya yield ME disebabkan tidak dilakukan optimasi variabel yang mempengaruhi proses sintesis seperti jenis katalis, rasio alkohol terhadap minyak, waktu reaksi, suhu reaksi, kecepatan pengadukan, kadar air dan kadar asam lemak bebas pada minyak (Niju et al., 2019; Esmaeili et al., 2019).

Optimasi sintesis MES dilakukan pada variasi suhu dan waktu reaksi pada tahapan sulfonasi. Hasil optimasi suhu terhadap persen yield MES disajikan pada Gambar 5(a), yang menunjukkan bahwa meningkatnya suhu akan meningkatkan persen yield MES. Kenaikan suhu menyebabkan energi kinetik meningkat, serta meningkatkan permukaan bidang sentuh antar reaktan sehingga sehingga laju reaksi pembentukan MES juga meningkat (Yusuff et al., 2021; Yuliatmi et al., 2019). Akan tetapi pada suhu yang terlalu tinggi, terjadi penurunan yield MES yang disebabkan ketidakstabilan reaktan (Jaksen et al., 2020; Qadariyah et al., 2021).

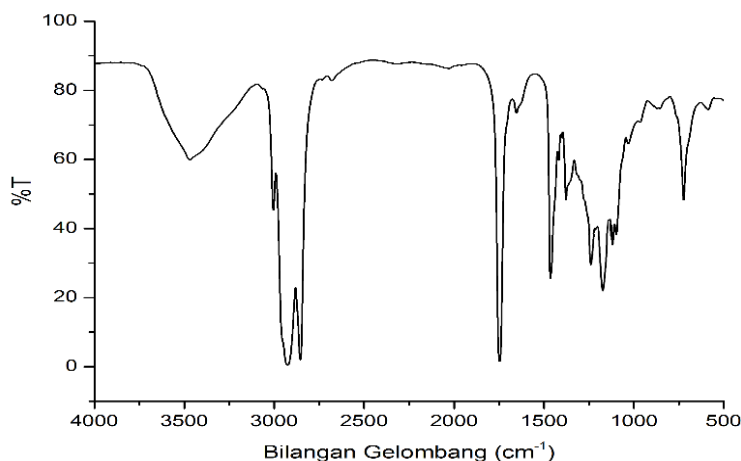


Gambar 5. Grafik Hubungan Suhu Reaksi (a) dan Waktu Reaksi (b) terhadap Yield MES Hasil Sintesis

Hasil optimasi waktu reaksi terhadap yield MES disajikan pada Gambar 5(b), yang menunjukkan bahwa semakin lama waktu reaksi maka semakin meningkat produk MES yang dihasilkan. Kondisi ini ditimbulkan karena interaksi antar molekul reaktan akan meningkat sehingga menghasilkan yield produk yang lebih tinggi (Chalim et al., 2017; Qadariyah et al., 2021). Pada waktu reaksi sulfonasi yang lebih lama terjadi penurunan persen yield. Penurunan persen yield disebabkan karena semakin lama waktu kontak

maka energi yang dibutuhkan semakin besar, sehingga dapat menyebabkan kerusakan reaktan, yang menyebabkan interaksi antara molekul menjadi tidak teratur (Qadariyah et al., 2021; Amaliah et al., 2021).

MES yang diperoleh pada kondisi optimum berwujud semi padat, berwarna putih kekuningan dengan nilai pH 7 dengan persen yield sebesar 66,72 %. Hasil yang diperoleh pada penelitian ini lebih tinggi penelitian (Chalim et al., 2017) sebesar 49,71 % dan lebih rendah dibandingkan (Sahila et al., 2021) diperoleh yield sebesar 84,01 %. Hasil karakterisasi MES menggunakan spektrofotometer FTIR seperti pada Gambar 6.



Gambar 6. Spektrum FTIR MES dari Minyak Biji Kelor

Tabel 2. Perbandingan Pita Serapan Gugus Fungsi FTIR MES

Tipe serapan	Bilangan gelombang (cm ⁻¹)			
	MES kelor hasil sintesis	(Qadariyah et al., 2021)	(Alfauziah et al., 2020)	(Hariani et al., 2016)
C-H	2853,77-2924,45	2851,89-2920,54	2924	2854,65-2924,09
C=O	1746,70	1741,01	1743,7	1747
C-O	1118,65	1117	1172,7	1172,72
S=O	1163,52	1168-1194	1168-1195	1118,71
CH ₃	1464,97	-	-	-

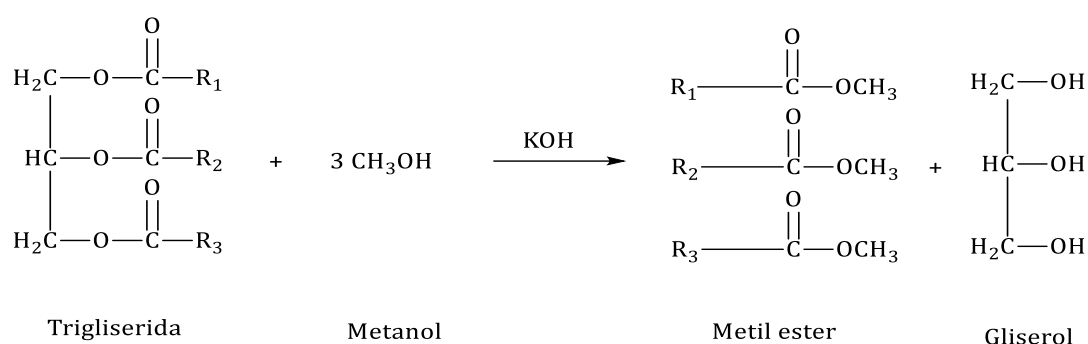
Analisis spektrum FTIR MES menunjukkan adanya puncak pada bilangan gelombang 1163,52 cm⁻¹ yang merupakan daerah serapan vibrasi regangan dari gugus sulfonat (S=O) (Alfauziah et al., 2020; Qadariyah et al., 2021). Serapan yang kuat dan tajam pada bilangan gelombang 1746,70 cm⁻¹ merupakan serapan khas untuk gugus C=O (Slamet et al., 2017; Hariani et al., 2016). Sifat ester muncul pada daerah serapan bilangan gelombang 1118,65 cm⁻¹ yang menunjukkan gugus C-O. Puncak pada daerah bilangan gelombang 2924,45 cm⁻¹ dan 2853,77 cm⁻¹ merupakan daerah serapan gugus C-H yang terdapat pada rantai asam lemak (Nurliana et al., 2021; Hariani et al., 2016). Pada daerah 3471 cm⁻¹ merupakan daerah serapan -OH. Ikatan O-H yang terdapat pada MES disebabkan oleh penyerapan air yang menunjukkan bahwa permukaan MES telah berubah dari hidrofobik menjadi hidrofilik (Nurliana et al., 2021).

Pembahasan

Metode yang umum digunakan untuk ekstraksi minyak yaitu ekstraksi secara mekanik dan kimia (ekstraksi pelarut). Diantara berbagai jenis metode ekstraksi yang digunakan, metode ekstraksi pelarut yang lebih disukai (Niju et al., 2019; Fu et al., 2021). Salah satu jenis metode ekstraksi pelarut untuk ekstraksi minyak biji kelor adalah metode sokletasi (Dominguez et al., 2019; Salimi et al., 2019; Bhutada et al., 2016). Sokletasi merupakan suatu proses ekstraksi sampel padatan yang berulang-ulang, sehingga sampel dapat terekstrak dengan sempurna. Keuntungan menggunakan metode sokletasi adalah ekstraksi berlangsung dengan cepat, pelarut yang digunakan lebih sedikit dan tidak mengalami kejenuhan. Pelarut yang digunakan untuk mengekstraksi minyak yaitu n-heksana, karena pelarut n-heksana bersifat non polar sehingga sangat baik digunakan untuk melarutkan minyak yang bersifat non polar (Salimi et al., 2019). Hasil ekstraksi yang didapatkan berwarna kuning dan tidak kental. Rendemen minyak biji kelor yang dihasilkan menunjukkan adanya perbedaan dengan beberapa hasil penelitian lainnya. Rendemen minyak biji kelor hasil penelitian

lebih tinggi dibandingkan dengan hasil ekstraksi (Fu et al., 2021; Salimi et al., 2019), tetapi lebih rendah dibandingkan dengan hasil ekstraksi peneliti lain (Bhutada et al., 2016); (Dominguez et al., 2019). Perbedaan rendemen minyak yang diperoleh dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor seperti letak geografis tempat tumbuh tanaman kelor, jenis pelarut dan waktu ekstraksi, serta kadar airnya (Fu et al., 2021; Dominguez et al., 2019).

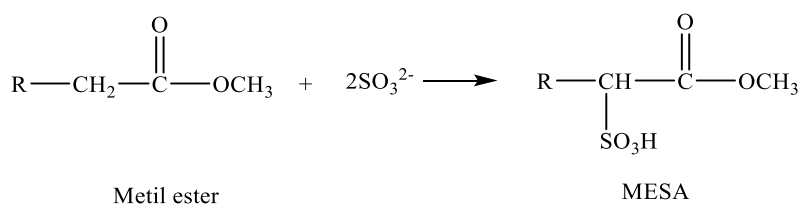
Metil ester (ME) dapat diproduksi melalui proses esterifikasi atau dengan transesterifikasi. Esterifikasi merupakan proses konversi asam lemak menjadi metil ester. Metode esterifikasi digunakan untuk minyak yang memiliki kadar asam lemak bebas (FFA) yang tinggi. Asam lemak yang tinggi jika dilakukan proses transesterifikasi maka akan menghasilkan produk yang berupa sabun (Niju et al., 2019). Pada penelitian ini minyak biji kelor sudah dilakukan proses pemurnian menggunakan kromatografi kolom untuk menghilangkan pengotor-pengotor seperti FFA sehingga diperoleh minyak dengan kandungan trigliserida. Trigliserida minyak biji kelor dikonversi menjadi ME melalui proses transesterifikasi. Reaksi transesterifikasi merupakan reaksi antara trigliserida dengan alkohol dengan bobot molekul rendah menghasilkan alkil ester ester dengan bantuan katalis. Selama proses, trigliserida pertama diubah menjadi digliserida, kemudian menjadi monogliserida, akhirnya menghasilkan ME dan gliserol seperti pada Gambar 7.



Gambar 7. Reaksi Transesterifikasi Trigliserida

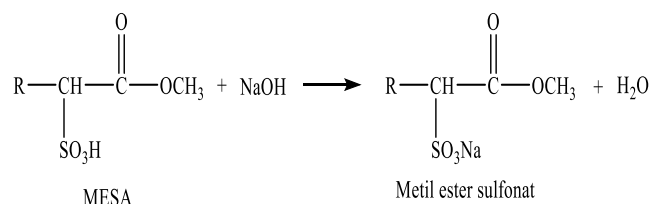
Reaksi transesterifikasi dipengaruhi oleh beberapa variabel seperti jenis alkohol, katalis, waktu reaksi, suhu reaksi, kecepatan pengadukan serta kadar asam lemak bebas (FFA) pada minyak. Jenis alkohol yang digunakan pada penelitian ini adalah metanol. Metanol merupakan alkohol yang paling umum yang digunakan dalam reaksi transesterifikasi karena biaya rendah, bersifat polar, reaktivitas yang lebih tinggi dengan trigliserida, dan rantai terpendek (Niju et al., 2019; Omonhinmin et al., 2020). Pada reaksi transesterifikasi umumnya menggunakan 2 jenis katalis yaitu katalis homogen dan katalis heterogen (Esmaeili et al., 2019; Omonhinmin et al., 2020). Pada penelitian ini digunakan katalis homogen yang bersifat basa yaitu KOH. Katalis KOH memiliki beberapa keunggulan seperti dapat digunakan pada skala besar, waktu reaksi lebih pendek, aktivitas katalitik yang tinggi, ketersediaan melimpah dan biaya murah (Omonhinmin et al., 2020; Niju et al., 2018).

Sulfonasi ME merupakan reaksi kimia yang melibatkan penggabungan gugus sulfonat (agen sulfonasi) ke dalam senyawa organik yang berupa ME (Nurliana et al., 2021; Qadariyah et al., 2021). Reaksi sulfonasi diawali dengan mereaksikan reaktan NaHSO₃ sebagai agen sulfonasi dengan katalis CaO untuk membentuk gugus SO₃²⁻. Sintesis MES dengan metode sulfonasi dilakukan dengan beberapa tahapan, yaitu tahap sulfonasi, tahap pemurnian, dan tahap netralisasi. Pada tahap sulfonasi, gugus SO₃²⁻ akan terikat pada atom karbon α (C_α), hal ini disebabkan adanya imbas dari efek induksi (perbedaan keelektronegatifan) gugus oksigen yang berikatan rangkap dengan atom karbon pada karboksil (Iman et al., 2016; Yuliatmi et al., 2019). Hasil dari reaksi sulfonasi berupa asam metil ester sulfonat (MESA) yang berwarna putih pucat. Berikut reaksi yang terjadi pada tahap sulfonasi, terlihat pada Gambar 8.



Gambar 8. Reaksi Tahap Sulfonasi

MESA dapat mengalami reaksi hidrolisis menghasilkan asam karboksilat sulfonat dengan adanya air selama proses sulfonasi. Oleh karena itu, perlu dilakukan proses pemurnian dengan penambahan metanol (Alfauziah et al., 2020; Nurliana et al., 2021). Asam karboksilat sulfonat akan mengalami penyusunan kembali membentuk MESA dengan penambahan metanol berlebih. Pada tahap akhir dilakukan proses netralisasi yang bertujuan untuk mencegah pH MESA yang terlalu rendah/asam, nilai pH MESA berkisar antara 2,12-3,8 (Qadariyah et al., 2021; Yuliatmi et al., 2019). Setelah proses netralisasi MESA berubah menjadi MES yang mengikat satu kation Na^+ yang merupakan garam yang nantinya akan terdisosiasi dalam air sehingga MES berada dalam bentuk aktifnya yaitu bermuatan negatif (surfaktan anionik). Reaksi pembentukan MES seperti pada Gambar 10.



Gambar 9. Reaksi Pembentukan MES

Untuk mendapatkan karakteristik dan yield MES yang optimal perlu dilakukan proses optimasi beberapa variabel yang mempengaruhi proses sulfonasi seperti bahan baku, komposisi asam lemak penyusun trigliserida, agen sulfonasi dan kondisi atau perlakuan pada proses sulfonasi yang meliputi suhu, rasio mol ME-agen sulfonasi, waktu reaksi dan pH (Yusuff et al., 2021; Jaksen et al., 2020). Pada penelitian ini dilakukan optimasi variabel suhu dan waktu reaksi. Suhu dapat mempercepat terjadinya reaksi dengan memperluas distribusi energi dan memperbanyak jumlah molekul yang mempunyai energi kinetik lebih tinggi daripada energi aktivasi sehingga memungkinkan semakin besarnya peluang untuk terjadinya tumbukan dan akan mempercepat terjadinya reaksi pembentukan MES (Jaksen et al., 2020; Chalim et al., 2017). Waktu reaksi sulfonasi berhubungan dengan lama waktu kontak antara reaktan yang terlibat dalam reaksi sulfonasi. Semakin lama waktu reaksi, interaksi antar molekul reaktan akan semakin meningkat sehingga menghasilkan yield produk MES yang lebih tinggi. Namun jika kesetimbangan telah tercapai, tambahan waktu reaksi tidak akan mempengaruhi perolehan produk reaksi. Hal ini disebabkan karena energi yang dibutuhkan oleh pelarut sangat besar dan dapat menyebabkan kehancuran molekul organik yang terkandung dalam metil ester, yang menyebabkan interaksi antara molekul dalam bahan menjadi tidak teratur (Qadariyah et al., 2021; Chalim et al., 2017).

4. SIMPULAN

MES dapat disintesis dari minyak biji kelor melalui tahapan reaksi transesterifikasi minyak menjadi ME, yang dilanjutkan dengan tahap sulfonasi ME menjadi MES menggunakan agen sulfonasi NaHSO_3 dengan penambahan katalis CaO . Proses sulfonasi dipengaruhi oleh beberapa faktor seperti waktu reaksi dan suhu. Hasil optimasi variabel waktu reaksi dan suhu menunjukkan kondisi optimum yaitu pada waktu reaksi 4 jam dan suhu 80°C , dengan karakteristik MES yang berwarna putih kekuningan, pH 7 dan persen yield 66,74 %, serta hasil karakterisasi menggunakan FTIR menunjukkan adanya pita serapan C-H dari metil, C=O dari ester, dan S=O dari sulfonat.

5. UCAPAN TERIMAKASIH

Terima kasih disampaikan kepada pihak Universitas Mataram atas pendanaan penelitian ini melalui sumber dana DIPA BLU skema Penelitian Dosen Pemula dengan No. Kontrak 2882Q/UN18.L1/PP/2021.

6. DAFTAR PUSTAKA

- Alfauziah, F. V., Mardhiyah, F. J., Nadia, A., & Wijaya, K. (2020). Synthesis of Coconut Oil-based Sodium Methyl Ester Sulfonate for the Application of Enhanced Oil Recovery. *Journal of the Indonesian Chemical Society*, 3(1), 59. <https://doi.org/10.34311/jics.2020.03.1.68>.
- Alwadani, N., & Fatehi, P. (2018). Synthetic and Lignin-based Surfactants: Challenges and Opportunities. *Carbon Resources Conversion*, 1(2), 126–138. <https://doi.org/10.1016/j.crcon.2018.07.006>.
- Amaliah, D., Qadariyah, L., & Mahfud, M. (2021). The Production of Surfactant Anionic Methyl Ester

- Sulfonate (MES) from Virgin Coconut Oil (VCO) with Ultrasound-Assisted. *Journal of Physics: Conference Series*, 1845(1). <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1845/1/012005>.
- Azis, M. A. , Triwahyono, S., Jalil, A. , Rapai, H. A. , & Atabani, A. . (2016). Transesterification of Moringa Oleifera Oil to Biodiesel Over Potassium Fluoride Loaded on Eggshell Catalyst. *Malaysian Journal of Catalysis*, 1, 22–26. <https://mjcat.utm.my>.
- Bhutada, P. R., Jadhav, A. J., Pinjari, D. V., Nemade, P. R., & Jain, R. D. (2016). Solvent Assisted Extraction of Oil from Moringa oleifera Lam. Seeds. *Industrial Crops and Products*, 82, 74–80. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2015.12.004>.
- Chalim, A., Wibowo, A. A., Suryandari, A. S., Syarifuddin, M. M., & Tohir, M. (2017). Studi Kinetika Reaksi Metanolisis Pembuatan Metil Ester Sulfonat (MES) Menggunakan Reaktor Batch Berpengaduk. *Jurnal Teknik Kimia Dan Lingkungan*, 1(1), 28. <https://doi.org/10.33795/jtkl.v1i1.23>.
- Dominguez, Y. D., Garcia, D. T., Perez, L. G., Fernandez-Santana, E., Macias, M. R., Fischer, T., & Piloto-Rodriguez, R. (2019). Rheological Behavior and Properties of Biodiesel and Vegetable Oil from Moringa oleifera Lam. *Afinidad*, 76(587), 204–212.
- Esmaili, H., Yeganeh, G., & Esmailzadeh, F. (2019). Optimization of Biodiesel Production from Moringa oleifera Seeds Oil in The Presence of Nano-MgO Using Taguchi Method. *International Nano Letters*, 9(3), 257–263. <https://doi.org/10.1007/s40089-019-0278-2>.
- Fu, X., Su, J., Hou, L., Zhu, P., Hou, Y., Zhang, K., Li, H., Liu, X., Jia, C., & Xu, J. (2021). Physicochemical and Thermal Characteristics of Moringa oleifera Seed Oil. *Advanced Composites and Hybrid Materials*, 4(3), 685–695. <https://doi.org/10.1007/s42114-021-00302-4>.
- Hariani, P. L., Riyanti, F., & Fadilah, A. (2016). The Influence of Time Reaction to Characteristic of Methyl Ester Sulfonate from Seed Oil ketapang. *Indonesian Journal of Fundamental and Applied Chemistry*, 1(1), 14–18. <https://doi.org/10.24845/ijfac.v1.i1.14>.
- Iman, N., Razak, A. R., & Nurhaeni, N. (2016). Sintesis Surfaktan Metil Ester Sulfonat (Mes) dari Metil Laurat. *Kovalen*, 2(2), 54–66. <https://doi.org/10.22487/j24775398.2016.v2.i2.6726>.
- Jaksen, Silviyati, I., Supraptiah, E., & Daniar, Rima Margaretty, E. (2020). Effect of Sulfonation Temperature and Time on the Preparation of Methyl Ester Sulfonate Surfactant From Crude Palm Oil (CPO) Based Methyl Ester. *Proceedings of the 4th Forum in Research, Science, and Technology*, 7(1), 95–102. <https://doi.org/https://dx.doi.org/10.2991/ahe.k.210205.018>.
- Kesic, Z., Lukic, I., Zdujic, M., Mojovic, L., & Skala, D. (2016). Calcium Oxide Based Catalysts for Biodiesel Production: A Review. *Chemical Industry and Chemical Engineering Quarterly*, 22(4), 391–408. <https://doi.org/10.2298/CICEQ160203010K>.
- Niju, S., Anushya, C., & Balajii, M. (2018). Process Optimization for Biodiesel Production from Moringa oleifera Oil Using Conch Shells as Heterogeneous Catalyst. *Environmental Progress and Sustainable Energy*, 38(3), 1–12. <https://doi.org/10.1002/ep.13015>.
- Niju, S., Balajii, M., & Anushya, C. (2019). A Comprehensive Review on Biodiesel Production Using Moringa oleifera Oil. *International Journal of Green Energy*, 16(9), 702–715. <https://doi.org/10.1080/15435075.2019.1619565>.
- Nurliana, L., Kadidae, L. O., Sunarti, S., & Musta, R. (2021). Characterization of Methyl Ester Sulfonate (MES) from Mahogany (*Swietenia macrophylla* King) with Variations in H₂SO₄ Concentration and Sulfonation Duration. *ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia*, 17(2), 192. <https://doi.org/10.20961/alchemy.17.2.51613.192-201>.
- Omonhinmin, C., Olomukoro, E., Ayoola, A., & Egwim, E. (2020). Utilization of Moringa oleifera Oil for Biodiesel Production: A Systematic Review. *AIMS Energy*, 8(1), 102–121. <https://doi.org/10.3934/ENERGY.2020.1.102>.
- Qadariyah, L., Sahila, S., & Mahfud, M. (2021). The Effect of Reaction Time and Temperature on The Synthesis of Methyl Ester Sulfonate Surfactant from Palm Oil as A Feedstock Using Microwave-Assisted heating. *ASEAN Journal of Chemical Engineering*, 21(1), 104–112. <https://doi.org/10.22146/ajche.63786>.
- Qadariyah, L., Sahila, S., Sirait, C., Purba, C. P. E., Bhuana, D. S., & Mahfud, M. (2022). Surfactant Production of Methyl Ester Sulfonate from Virgin Coconut Oil using Aluminum Oxide with Microwave Assistance. *International Journal of Technology*, 13(2), 378–388. <https://doi.org/10.14716/ijtech.v13i2.4449>.
- Rashed, M. M., Masjuki, H. H., Kalam, M. A., Alabdulkarem, A., Rahman, M. M., Imdadul, H. K., & Rashedul, H. K. (2016). Study of The Oxidation Stability and Exhaust Emission Analysis of Moringa olifera Biodiesel in A Multi-Cylinder Diesel Engine with Aromatic Amine Antioxidants. *Renewable Energy*, 94, 294–303. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2016.03.043>.
- Sahila, S., Qadariyah, L., & Mahfud, M. (2021). The Study on Factors Affecting the Synthesis of Methyl Ester Sulfonate from Palm Oil using CaO Catalyst with Microwave-Assisted. *Journal of Physics: Conference*

- Series, 1845(1). <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1845/1/012004>.
- Salimi, Y. K., Ischak, N. I., & Ibrahim, Y. (2019). Karakterisasi Asam Lemak Hasil Hidrolisis pada Minyak Biji Kelor (*Moringa oleifera*) dengan Metode Kromatografi Gas-Spektroskopi Massa. *Jambura Journal of Chemistry*, 1(1), 6–14. <https://doi.org/10.34312/jambchem.v1i1.2101>.
- Siti Afida, I., Razmah, G., & Zulina, A. M. (2016). Biodegradation of Various Homologues of Palm-Based Methyl Ester Sulphonates (MES). *Sains Malaysiana*, 45(6), 949–954.
- 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. <https://doi.org/10.1063/1.5011915>.
- Soy, R. C., Kipkemboi, P. K., & Rop, K. (2020). Synthesis, Characterization, and Evaluation of Solution Properties of Sesame Fatty Methyl Ester Sulfonate Surfactant. *ACS Omega*, 5(44), 28643–28655. <https://doi.org/10.1021/acsomega.0c03698>.
- Wardoyo, A., & Daniel. (2017). Sintesis Etilendiamida dari Metil Ester Minyak Biji Bintaro (*Cerbera manghas*, L.) Melalui Reaksi Amidasi Dengan Katalis NaOCH_3 . *Kimia*, 247–254.
- Yuliatmi, Bahri, S., & Yelmida. (2019). Sintesis Surfaktan Metil Ester Sulfonat (MES) dari Palm Oil Metyhl Eter (POME) dan Natrium Bisulfit (NaHSO_3) dengan Variasi Suhu Sulfonasi dan Rasio Mol POME : NaHSO_3 . *Journal of Chemical Information and Modeling*, 6, 1–7.
- Yusuff, A. S., Porwal, J., Bhonsle, A. K., Rawat, N., & Atray, N. (2021). Valorization of Used Cooking Oil as A Source of Anionic Surfactant Fatty Acid Methyl Ester Sulfonate: Process Optimization and Characterization Studies. *Biomass Conversion and Biorefinery*, 0123456789. <https://doi.org/10.1007/s13399-021-01663-y>.