



**UNIVERSITAS INDONESIA**

**PEMBUATAN METIL ESTER SULFONAT (MES) SEBAGAI  
SURFAKTAN UNTUK *ENHANCED OIL RECOVERY* (EOR)**

**TESIS**

**DWI SUPRININGSIH  
0806421716**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
PROGRAM MAGISTER ILMU KIMIA  
DEPOK  
JUNI 2010**



**UNIVERSITAS INDONESIA**

**PEMBUATAN METIL ESTER SULFONAT (MES) SEBAGAI  
SURFAKTAN UNTUK *ENHANCED OIL RECOVERY* (EOR)**

**TESIS**

**Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar magister sains**

**DWI SUPRININGSIH  
0806421716**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
PROGRAM STUDI MAGISTER ILMU KIMIA  
DEPOK  
JUNI 2010**

## HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

Tesis ini adalah hasil karya saya sendiri, dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk telah saya nyatakan dengan benar.

Nama : Dwi Supriningsih

NPM : 0806421716

Tanda Tangan :

Tanggal : Juni 2010

## HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :  
Nama : Dwi supriningsih  
NPM : 0806421716  
Program Studi : Magister Ilmu Kimia  
Judul Skripsi : Pembuatan Metil Ester Sulfonat (MES) sebagai  
Surfaktan untuk *Enhanced Oil Recovery* (EOR)

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Magister Sains pada Program Studi Magister Ilmu Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia

### DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Dr. rer. nat. Widajanti wibowo ( )  
Pembimbing : Dr. Ir. Usman, M. Eng ( )  
Penguji : Prof. Dr. Wahyudi Priyono Suwarso ( )  
Penguji : Dr. Endang Saepudin ( )  
Penguji : Dr. Riwandi Sihombing ( )  
Penguji : Dr. Yuni Krisyuningsih Krisnandi ( )

Ditetapkan di : Depok  
Tanggal : Juli 2010

## KATA PENGANTAR

Alhamdulillah robbil ‘aalamiin, atas berkah dan rahmat Allah SWT tesis dengan judul “Pembuatan Metil Ester Sulfonat (MES) Sebagai Surfaktan untuk *Enhanced Oil Recovery* (EOR)” dapat terselesaikan. Tesis ini disusun guna melengkapi salah satu syarat untuk mendapatkan gelar Magister Sains dari Jurusan Magister Ilmu Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.

Sejak pengumpulan data di laboratorium, penelusuran pustaka, sampai penyusunan, penulis telah mendapatkan bantuan dari berbagai pihak dalam berbagai bentuk pula. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis ingin menyampaikan terima kasih kepada :

1. Dr. Ridla Bakri, M. Phil selaku ketua Jurusan Ilmu Kimia FMIPA UI.
2. Dr. Endang Saepudin selaku ketua Program Studi Magister Ilmu Kimia FMIPA UI.
3. Dr. Yuni Krisyuningsih Krisnandi selaku sekretaris Program Studi Magister Ilmu Kimia FMIPA UI.
4. Dr. rer.nat.Widajanti Wibowo selaku pembimbing I yang telah berkenan meluangkan waktu dan penuh kesabaran memberikan bimbingan yang berguna demi terselesainya tesis ini.
5. Dr. Ir. Usman, M. Eng selaku pembimbing II yang juga telah berkenan meluangkan waktu dan penuh kesabaran memberikan bimbingan yang berguna demi terselesainya tesis ini.
6. Segenap Bapak dan Ibu Dosen FMIPA khususnya Jurusan Kimia yang telah membekali penulis dengan ilmu yang sangat berguna dalam penyusunan tesis ini.

7. Departemen Energi dan Sumber Daya Mineral yang telah memberikan kepercayaan dan dana kepada penulis untuk melanjutkan studi di Program Studi Magister Ilmu Kimia FMIPA UI.
8. Segenap manajemen dan staf PPPTMGB “Lemigas”, KPRT Proses dan Eksploitasi yang telah memberikan fasilitas, pelayanan dan kemudahan kepada penulis untuk menyelesaikan tesis ini.
9. Suami tercinta yang selalu memberi semangat dan dukungannya, putra-putri tersayang, Asfar, Bilqisth dan Taqi, kebanggaan ummi, Bapak dan Ibu beserta segenap keluarga yang telah memberikan doa dan dukungannya.
10. Eni yang selalu memberikan kepercayaannya, Novi dan rekan-rekan mahasiswa terima kasih untuk segala bantuannya.
11. Semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Semoga segala bantuan yang telah diberikan menjadi amal sholeh yang mendapatkan ridho dari Allah SWT.

Penulis menyadari bahwa tesis ini jauh dari sempurna, masih banyak kekurangan yang terdapat didalamnya. Untuk itu kritik dan saran sangat diharapkan oleh penulis. Penulis berharap semoga tesis ini dapat bermanfaat bagi yang membacanya.

Penulis

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI  
TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

---

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Dwi Supriningsih  
NPM : 0806421716  
Program Studi : Magister Ilmu Kimia  
Departemen : Kimia  
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Jenis karya : Tesis

demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty Free Right*) atas karya ilmiah saya yang berjudul :  
Pembuatan Metil Ester Sulfonat (MES) Sebagai Surfaktan untuk *Enhanced Oil Recovery* (EOR)

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/format-kan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat, dan mempublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok  
Pada tanggal : 10 Juni 2010  
Yang menyatakan

( Dwi supriningsih )

## ABSTRAK

Nama : Dwi Supriningsih  
Program Studi : Magister Ilmu Kimia  
Judul : Pembuatan Metil Ester Sulfonat (MES) Sebagai Surfaktan untuk  
*Enhanced Oil Recovery* (EOR)

Telah dilakukan proses pembuatan metil ester sulfonat (MES) dengan bahan awal metil ester (ME) dari *crude palm oil* (CPO) dan  $H_2SO_4$  sebagai agen pensulfonasi. Reaksi pembuatan MES terdiri dari 3 tahap: sulfonasi dengan  $H_2SO_4$ , pemurnian dengan metanol, dan penetralan dengan NaOH. Optimasi dilakukan dengan variasi waktu reaksi ( 0,5; 1,0; 1,5; dan 2,0 jam) dan variasi penambahan metanol (25, 30, 35, 40, dan 45 %). Produk reaksi dianalisis dengan spektrofotometer infra merah dan dilakukan uji angka asam, angka iod, kandungan surfaktan anionik, dan uji *screening* surfaktan. *Screening* surfaktan terdiri dari: uji kompatibilitas, tegangan antar muka, stabilitas termal dan kelakuan fasa. Produk reaksi pembuatan MES menunjukkan bahwa MES adalah suatu ester yang diperkirakan tersulfonasi pada  $C_{\alpha}$ . Kondisi optimum proses pembuatan MES diperoleh pada waktu reaksi optimum 1,5 jam dan penambahan jumlah metanol optimum 40 %. Pada kondisi optimum tersebut diperoleh MES dengan nilai tegangan antar muka  $3,68 \cdot 10^{-2}$ ;  $3,52 \cdot 10^{-2}$ ;  $3,17 \cdot 10^{-2}$ ; dan  $3,07 \cdot 10^{-2}$  dyne/cm pada konsentrasi surfaktan 0,3; 0,5; 0,7; dan 1,0 %. Produk MES yang diperoleh dapat dipertimbangkan sebagai surfaktan untuk *enhanced oil recovery* (EOR).

Kata Kunci : metil ester sulfonat, surfaktan, *enhanced oil recovery*  
xiii+52 halaman; 22 gambar; 10 tabel  
Daftar Pustaka : 13 (1980-2009)

## ABSTRACT

Name : Dwi Supriningsih  
Title : Synthesis of Methyl Ester Sulfonate (MES) Applied as Surfactant for Enhanced Oil Recovery (EOR)

The synthesis of methyl ester sulfonate (MES) was conducted using methyl ester (ME) produced from crude palm oil (CPO) with  $H_2SO_4$  as sulfonating agent. The synthesis consisted of three steps-processes : sulfonation reaction with  $H_2SO_4$ , purification with methanol and neutralization with NaOH. The sulfonation reaction was carried out in time interval of 0,5; 1,0; 1,5; dan 2,0 hours and variation of addition methanol of 25, 30, 35, 40, and 45 %. The products were analyzed with FTIR method, in addition to the determination of acid number, iodine number, surfactant content, and screening of surfactant. The screening of surfactant consisted of compatibility test, interfacial tension test, thermal stability test, and phase behavior test. The synthesized MES showed that MES was an ester compound and the sulfonate group was bond at  $C_\alpha$ . The optimum sulfonation reaction was achieved for 1,5 hours and 40 % methanol addition, in which the interfacial tension (IFT) of MES  $3,68 \cdot 10^{-2}$ ;  $3,52 \cdot 10^{-2}$ ;  $3,17 \cdot 10^{-2}$ ; and  $3,07 \cdot 10^{-2}$  dyne/cm at concentration of surfactant 0,3; 0,5; 0,7; and 1,0 % respectively. The product of MES can be considered as a surfactant for enhanced oil recovery (EOR).

Key Words : methyl ester sulfonate, surfactant, enhanced oil recovery  
xiii+52 pages; 22 pictures; 10 tables  
Bibliography : 13 (1980-2009)

## DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINILITAS.....	ii
LEMBAR PENGESAHAN.....	iii
KATA PENGANTAR.....	iv
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH .....	vi
ABSTRAK .....	vii
DAFTAR ISI .....	ix
DAFTAR GAMBAR .....	xi
DAFTAR TABEL.....	xii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiii
<b>1. PENDAHULUAN .....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	2
1.3 Tujuan Penelitian .....	3
1.4 Hipotesis .....	3
<b>2. TINJAUAN PUSTAKA .....</b>	<b>4</b>
2.1. <i>Enhanced Oil Recovery</i> (EOR) .....	4
2.2. Surfaktan.....	9
2.2.1. Surfaktan Anionik .....	11
2.2.2. Surfaktan Kationik .....	12
2.2.3. Surfaktan Non Ionik.....	13
2.2.4. Surfaktan Amfoter .....	14
2.3. Metil Ester dari <i>Crude Palm Oil</i> (CPO).....	14
2.3.1 Esterifikasi .....	14
2.3.2 Transesterifikasi .....	15
2.4. Surfaktan Metil Ester Sulfonat (MES).....	16
2.5. Proses Sulfonasi .....	17
2.6. Proses Sulfonasi Terhadap ME.....	18
<b>3. METODE PENELITIAN .....</b>	<b>22</b>
3.1. Alat dan Bahan .....	22
3.1.1. Alat yang Digunakan.....	22
3.1.2. Bahan yang Digunakan.....	22
3.2. Metode Kerja .....	23
3.2.1. Proses Reaksi Pembuatan MES .....	23
3.2.2. Analisis Hasil Reaksi Pembuatan MES .....	23
<b>4. HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN.....</b>	<b>25</b>
4.1. Metil Ester .....	25
4.2. Pembuatan MES dengan Variasi Waktu .....	26
4.3. Pembuatan MES dengan Variasi Jumlah Metanol yang Ditambahkan....	30
4.4. Uji <i>Screening</i> Surfaktan MES untuk EOR.....	33

4.4.1. Uji Kompatibilitas.....	33
4.4.2. Uji Pengukuran Tegangan Antar Muka / IFT.....	35
4.4.3. Uji <i>Thermal Stability</i> .....	36
4.4.4. Uji Kelakuan Fasa.....	38
4.5. Struktur MES Produk Reaksi Pembuatan MES dengan Bahan Metil Ester dari CPO dengan Agen Pensulfonasi H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> .....	39
4.5.1. Metil Ester Miristat, CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>12</sub> CO <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> .....	40
4.5.2. Metil Ester Palmitat, CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>14</sub> CO <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> .....	40
4.5.3. Metil Ester Stearat, CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>16</sub> CO <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> .....	41
4.5.4. Metil Ester Oleat, CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>7</sub> CH=CH(CH <sub>2</sub> ) <sub>7</sub> CO <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> .....	42
4.5.5. Metil Ester Linoleat, CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> CH=CHCH <sub>2</sub> CH=CH(CH <sub>2</sub> ) <sub>7</sub> CO <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> .....	43
<b>5. KESIMPULAN DAN SARAN .....</b>	<b>44</b>
5.1. Kesimpulan.....	44
5.2. Saran.....	44
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>45</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>47</b>
Lampiran 1. Diagram alir metode kerja pembuatan MES dengan variasi waktu.....	47
Lampiran 2. Diagram alir metode kerja pembuatan MES dengan variasi jumlah metanol.....	48
Lampiran 3. Spektrum MES hasil reaksi pembuatan MES dari bahan baku metil ester CPO dengan agen pensulfonasi NaHSO <sub>3</sub> (Rivai, M. 2008).....	49
Lampiran 4. Spektrum produk reaksi pembuatan MES pada variasi waktu 0,5 Jam.....	50
Lampiran 5. Spektrum produk reaksi pembuatan MES pada variasi waktu 1 jam.....	51
Lampiran 6. Spektrum produk reaksi pembuatan MES pada variasi waktu 2 jam.....	52
Lampiran 7. Gambar alat untuk mengukur IFT, <i>Spinning Drop Interfacial Tensiometer</i> .....	53

## DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1. Gugus hidrofilik dan hidrofobik suatu surfaktan.....	10
Gambar 2.2. Struktur misel, (a) Sterik (b) Lamelar.....	11
Gambar 2.3. Reaksi esterifikasi asam lemak menjadi metil ester.....	14
Gambar 2.4. Reaksi transesterifikasi trigliserida menjadi metil ester.....	16
Gambar 2.5. Struktur kimia metil ester sulfonat .....	17
Gambar 2.6. H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> sebagai agen pensulfonasi .....	18
Gambar 2.7. Reaksi sulfonasi H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> terhadap benzena.....	18
Gambar 2.8. Kemungkinan masuknya gugus sulfonat pada suatu metil ester tidak jenuh.....	18
Gambar 2.9. Kemungkinan masuknya gugus sulfonat pada suatu metil ester jenuh.....	19
Gambar 2.10. Reaksi sulfonasi metil ester tidak jenuh dengan NaHSO <sub>3</sub> sebagai agen pensulfonasi .....	19
Gambar 2.11. Reaksi pembuatan MES dengan gas SO <sub>3</sub> sebagai agen pensulfonasi terhadap metil ester .....	20
Gambar 2.12. Reaksi hidrolisis MES (1) dan reaksi pembuatan kembali MES dari asam karboksilat sulfonat (2) .....	20
Gambar 2.13. Reaksi pembentukan <i>di</i> -salt.....	21
Gambar 2.14. Reaksi pembentukan sodium $\alpha$ -sulfonilmetilester .....	21
Gambar 4.1. Spektrum metil ester bahan penelitian .....	26
Gambar 4.2. Spektrum MES pada waktu reaksi 1,5 Jam .....	27
Gambar 4.3. Grafik hubungan antara waktu reaksi dan kandungan surfaktan anionik yang terkandung pada produk reaksi pembuatan MES .....	29
Gambar 4.4. Spektrum produk reaksi pembuatan MES pada variasi metanol 40 % .....	30
Gambar 4.5. Grafik hubungan antara jumlah penambahan metanol dengan kandungan surfaktan anionik produk reaksi pembuatan MES .....	33
Gambar 4.6. Uji kompatibilitas surfaktan MES .....	34
Gambar 4.7. Uji <i>thermal stability</i> kualitatif terhadap larutan surfaktan MES sebelum dan setelah dilakukan pemanasan .....	37
Gambar 4.8. Hasil uji kelakuan fasa.....	38

## DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1. Metode peningkatan pengurusan minyak tahap lanjut (EOR).....	5
Tabel 2.2. Klasifikasi metode peningkatan pengurusan minyak berdasarkan mekanisme pendesakan.....	6
Tabel 2.3. Kriteria screening pengurusan tahap lanjut (EOR).....	8
Tabel 4.1. Komposisi asam lemak, nilai angka asam dan nilai angka iod metil ester.....	25
Tabel 4.2. Hasil pengujian angka asam, angka iod dan kandungan surfaktan anionik produk reaksi pembuatan MES pada variasi waktu.....	28
Tabel 4.3. Hasil pengujian angka asam, angka iod dan kandungan surfaktan anionik produk reaksi pembuatan MES pada variasi jumlah metanol.....	31
Tabel 4.4. Hasil uji kompatibilitas tegangan antar muka surfaktan MES.....	32
Tabel 4.5. Hasil uji Pengukuran tegangan antar muka / IFT ME .....	35
Tabel 4.6. Hasil uji pengukuran IFT ME.....	36
Tabel 4.7. Hasil uji <i>thermal stability</i> kuantitatif terhadap larutan surfaktan MES sebelum dan setelah dilakukan pemanasan.....	38

## DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Diagram alir metode kerja pembuatan MES dengan variasi waktu.....	47
Lampiran 2. Diagram alir metode kerja pembuatan MES dengan variasi jumlah metanol.....	48
Lampiran 3. Spektrum MES hasil reaksi pembuatan MES dari bahan baku metil ester CPO dengan agen pensulfonasi NaHSO <sub>3</sub> (Rivai, M. 2008).....	49
Lampiran 4. Spektrum produk reaksi pembuatan MES pada variasi waktu 0,5 Jam.....	50
Lampiran 5. Spektrum produk reaksi pembuatan MES pada variasi waktu 1 Jam.....	51
Lampiran 6. Spektrum produk reaksi pembuatan MES pada variasi waktu 2 Jam.....	52
Lampiran 7. Gambar alat untuk mengukur IFT, <i>Spinning Drop Interfacial Tensiometer</i> .....	53

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1. Latar Belakang

Peningkatan produksi minyak bumi dari suatu lapangan minyak dapat dilakukan dengan menerapkan teknologi *Enhanced Oil Recovery* (EOR). EOR merupakan teknik pengangkatan minyak tahap lanjut untuk mengangkat minyak yang masih tersisa setelah teknik pengangkatan primer dan sekunder diterapkan. Salah satu teknik EOR yang digunakan adalah teknik injeksi kimia, yaitu menginjeksikan bahan kimia berupa surfaktan dan polimer untuk mengubah sifat fisika minyak dan fluida yang ada di dalam *reservoir*, agar supaya minyak tersebut dapat lebih mudah mengalir.

Surfaktan yang umum dipakai adalah surfaktan yang disintesis dari petroleum seperti petroleum sulfonat. Kelemahan penggunaan surfaktan ini adalah tidak tahan terhadap kadar salinitas yang tinggi, cenderung mencemari lingkungan karena sifatnya yang sulit didegradasi, harganya mahal, dan masih harus diimpor (Sheats, Brian, and McArthur, 2002). Pada penelitian ini dilakukan pembuatan surfaktan dengan bahan baku yang lebih murah, ramah lingkungan, ketersediaan bahan baku yang dapat diperbaharui. Surfaktan ini adalah metil ester sulfonat (MES) berbahan baku minyak nabati.

Pembuatan MES berbahan baku metil ester (ME) dari minyak nabati masih harus ditingkatkan, salah satunya adalah minyak nabati kelapa sawit. Indonesia merupakan produsen sawit terbesar dunia dengan luas areal perkebunan kelapa sawit di Indonesia pada tahun 2008 mencapai 6,6 juta ha dan total produksi CPO mencapai sekitar 17 juta ton / tahun. Dari total produksi CPO nasional tersebut, sekitar 38,2% dikonsumsi untuk kebutuhan domestik dan sisanya sebesar 61,8% diekspor dalam bentuk CPO. Ekspor produk sawit Indonesia sebagian besar masih dalam bentuk CPO, sehingga nilai tambah yang diperoleh Indonesia dari sawit masih rendah (Hambali *et al.*, 2009). Pengolahan CPO menjadi produk hilir memberikan nilai tambah tinggi. Produk olahan dari CPO dapat dikelompokkan menjadi dua, yaitu produk pangan dan non pangan. Produk pangan terutama

minyak goreng dan margarin. Produk non pangan terutama oleokimia yaitu ester, asam lemak, surfaktan, gliserin, dan turunan-turunannya. Oleh karena itu, pada penelitian ini akan digunakan ME dari CPO untuk membuat surfaktan MES.

## 1.2. Rumusan Masalah

Kemampuan surfaktan untuk menurunkan tegangan antar muka larutan surfaktan dan fluida hidrokarbon dalam aplikasi EOR sangat dipengaruhi oleh kondisi formasi sumur minyak (kesadahan, salinitas, dan suhu), pengaruh kosurfaktan, konsentrasi surfaktan, dan kualitas surfaktan. Hal-hal tersebut dapat dilihat pengaruhnya terhadap MES yang digunakan untuk proses pelepasan minyak bumi. Terkait dengan fungsi untuk mendorong minyak yang terjebak dalam pori batuan, maka gaya kapilaritas dalam pori harus diturunkan dengan cara menurunkan nilai IFT (*interfacial tension*) antara minyak sisa dengan *brine* di dalam *reservoir*. Surfaktan memegang peranan penting di dalam proses EOR dengan cara menurunkan tegangan antarmuka / *interfacial tension* (IFT), merubah kebasahan (*wettability*), mendemulsikan emulsi air dan minyak, menurunkan viskositas dan menstabilkan dispersi. Hal yang paling penting dalam penggunaan surfaktan untuk mendapatkan perolehan minyak yang tinggi adalah kemampuan surfaktan tersebut menurunkan IFT hingga  $10^{-3}$ - $10^{-4}$  dyne/cm (Pithapurwala *et al.*, 1986 dalam Alamanda, 2007). MES yang baik akan memiliki kemampuan di atas sehingga penggunaannya dalam EOR dapat memudahkan proses pelepasan minyak bumi dari *reservoir* untuk di produksi.

MES dibuat dari ester metil CPO dengan reaksi sulfonasi melalui beberapa tahap. Tahapan pembuatan surfaktan MES adalah sulfonasi metil ester untuk menghasilkan MES, pemurnian dengan metanol, dan penetralan dengan NaOH. Dari tahapan tersebut, faktor yang menentukan kualitas MES, diantaranya adalah rasio mol, suhu reaksi, konsentrasi gugus sulfonat yang ditambahkan (NaHSO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, oleum, gas SO<sub>3</sub>), waktu netralisasi, jenis dan konsentrasi katalis, pH, dan suhu netralisasi (Foster, 1996).

Kondisi proses yang berbeda akan menyebabkan keragaman produk MES yang terbentuk. Hidayati, Ilim, dan Permadi (2008) melakukan reaksi pembuatan

MES dari CPO dengan NaHSO<sub>3</sub> sebagai agen pensulfonasi diperoleh nilai tegangan antar muka (nilai IFT) 0,34 dyne/cm, angka asam 13,32 mg KOH / g sampel dan nilai angka iod 41,12 g iod/ 100 g sampel. Sedangkan Hambali, *et al.* (2009) melakukan reaksi pembuatan MES dari CPO dengan gas SO<sub>3</sub> sebagai agen pensulfonasi diperoleh nilai tegangan antar muka (nilai IFT) berkisar antara 10<sup>-1</sup> – 10<sup>-2</sup> dyne/cm pada konsentrasi surfaktan 0,1–1,0 %.

Pada penelitian ini, akan digunakan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> sebagai agen pensulfonasi, selain harganya murah, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> mudah diperoleh. Proses sulfonasi tersebut dilakukan dengan variasi kondisi reaksi (waktu reaksi sulfonasi dan konsentrasi metanol), sehingga diharapkan diperoleh kondisi waktu reaksi dan konsentrasi metanol yang optimum untuk memperoleh MES dengan nilai IFT yang rendah dan diharapkan dapat diaplikasikan untuk EOR.

### 1.3. Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah melakukan reaksi sulfonasi ME dengan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> sebagai agen pensulfonasi dengan variasi kondisi reaksi (waktu reaksi sulfonasi dan konsentrasi metanol), untuk mendapatkan kondisi waktu reaksi dan konsentrasi metanol yang optimum diperoleh MES dengan nilai IFT yang rendah untuk EOR.

### 1.4. Hipotesis

Reaksi sulfonasi ME dengan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> sebagai agen pensulfonasi diharapkan dapat menghasilkan MES dengan nilai IFT yang rendah. Harga IFT yang rendah diharapkan dapat memudahkan minyak mengalir dari pori-pori batuan ke sumur produksi sehingga peningkatan perolehan minyak dari *reservoir* tersebut terjadi.

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1. *Enhanced Oil Recovery (EOR)*

Kondisi *reservoir* sangat berpengaruh terhadap efisiensi peningkatan perolehan minyak terutama dengan metoda injeksi kimia, seperti: heterogenitas batuan *reservoir*, kadar garam air formasi, kadar lempung dan mineral lain yang terdapat dalam batuan *reservoir*, terutama kandungan kation divalen yang terdapat pada permukaan batuan *reservoir*. Selain itu, karakteristik aliran fluida seperti: mobilisasi saturasi minyak yang rendah, penggunaan bahan kimia sebagai fluida pendesak yang kurang mencukupi, tidak terkontrolnya *bottom water* atau *channeling* perlu diantisipasi, agar tidak mengalami kegagalan bila akan diterapkan pendesakan kimia di lapangan.

Pada proses peningkatan perolehan minyak dengan fluida injeksi bahan kimia, fluida yang diinjeksikan terlebih dahulu pada umumnya adalah *preflush* alkali. *Preflush* ini bertujuan untuk menghilangkan sebagian ion divalen (kalsium dan magnesium) yang terdapat pada air formasi dan permukaan batuan. Sebagaimana diketahui ion divalen  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Mg}^{2+}$  kehadirannya bisa mengurangi efisiensi pendesakan surfaktan / polimer. Volume *preflush* alkali yang diinjeksikan tergantung dari keadaan reservoirnya, dan biasanya berkisar antara 0,05 Pore Volume (PV) sampai dengan 1 PV. Setelah diinjeksikan *preflush* alkali, kemudian diikuti dengan injeksi surfaktan yang bertujuan untuk mengurangi tegangan antar muka minyak-air. Selanjutnya adalah injeksi polimer yang bertujuan untuk mengontrol mobilitas air injeksi dengan cara meningkatkan viskositasnya. Terakhir adalah injeksi air yang bertujuan untuk mendorong sisa minyak yang masih tersisa di dalam reservoir.

Rangkaian pendesakan tersebut bertujuan untuk meningkatkan efektifitas suatu sistem pendesakan. Kemampuan surfaktan menurunkan tegangan antar muka minyak-air dapat memperbaiki efisiensi pendesakan secara mikro, sedangkan polimer sebagai pengontrol mobilitas air injeksi dapat memperbaiki efisiensi pendesakan secara makro.

Lebih dari 20 metoda EOR yang dikenal telah berhasil dilakukan pada skala laboratorium dan beberapa teknik telah sukses pada uji lapangan. Metoda EOR dapat menggunakan sekitar 15 jenis fluida / material yang diinjeksikan ke dalam *reservoir*. Apabila harga minyak cukup tinggi, metoda EOR dapat diaplikasikan untuk menaikkan produksi minyak suatu lapangan.

Ada 8 metoda EOR yang termasuk umum dipakai di lapangan minyak, yaitu 3 jenis injeksi gas (nitrogen, hidrokarbon, karbon dioksida), 3 jenis injeksi fluida (miselar, polimer, dan alkali/surfaktan/polimer-ASP), 2 metoda injeksi panas (*combustion*, dan *steam*). Jenis metoda EOR dapat dilihat pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1. Metode peningkatan pengurasan minyak tahap lanjut (EOR)

<b><i>CURRENT AND PAST EOR METHODS</i></b>
<b><i>Method</i></b>
<i>Gas and Hydrocarbon Solvent Methods</i> <i>“Inert” gas injection</i> <i>Nitrogen injection</i> <i>Flue-gas injection</i> <i>Hydrocarbon-gas (and liquid) injection</i> <i>High-pressure gas drive</i> <i>Enriched-gas drive</i> <i>Miscible solvent (LPG or propane) flooding</i> <i>CO<sub>2</sub> flooding</i>
<i>Improved Waterflooding Methods</i> <i>Alcohol-miscible solvent flooding</i> <i>Micellar /polymer (surfactant) flooding</i> <i>Alkaline flooding</i> <i>ASP flooding</i> <i>Polymer flooding</i> <i>Gels for water shutoff</i> <i>Microbial injection</i>
<i>Thermal Methods</i> <i>In-situ combustion</i> <i>Standard forward combustion</i> <i>Wet combustion</i> <i>O<sub>2</sub>-enriched combustion</i> <i>Reverse combustion</i> <i>Steam and hot-water injection</i> <i>Hot-water flooding</i> <i>Steam stimulation</i> <i>Steam flooding</i> <i>Surface mining and extraction</i>

[sumber : Hestuti E, 2009, laporan hasil litbang, Lemigas]

Mekanisme utama pada pengurasan EOR, adalah: (1) ekstraksi pelarut (*solvent extraction*) yang mendorong terjadinya pembauran (*miscibility*), (2) penurunan tegangan antar-muka, (3) perubahan viskositas baik minyak maupun air, dan juga dapat karena adanya kenaikan tekanan karena injeksi fluida. Hal ini ditampilkan pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2. Klasifikasi metode peningkatan pengurasan minyak tahap lanjut berdasarkan mekanisme pendesakan

<b>CLASSIFICATION OF CURRENT ENHANCED RECOVERY METHODS*</b>
<i>Solvent extraction and/or "miscible-type" processes</i> <i>Nitrogen and flue gas</i> <i>Hydrocarbon-miscible methods</i> <i>CO<sub>2</sub> flooding</i> <i>"Solvent" extraction of mined, oil bearing ore</i> <i>IFT reduction processes</i> <i>Micellar/polymer flooding (sometimes included in miscible type flooding above)</i> <i>ASP flooding</i> <i>Viscosity reduction (of oil) or viscosity increase (of driving fluid) processes</i> <i>pressure</i> <i>Steam flooding</i> <i>Fire flooding</i> <i>Polymer flooding</i> <i>Enhanced gravity drainage by gas or steam injection</i>

Keterangan : \*)classified by the main mechanism of oil displacement (excluding gel treatment)  
[sumber : Hestuti E, 2009, laporan hasil litbang, Lemigas]

Penambahan perolehan minyak dari aplikasi teknologi EOR terbesar berasal dari injeksi *steam* diikuti oleh injeksi gas termasuk injeksi gas hidrokarbon. Proyek injeksi gas di dunia terus menunjukkan peningkatan. Injeksi nitrogen dan *flue gas* membutuhkan tekanan terbur minimal (TTM) yang sangat tinggi, sehingga hanya cocok untuk *reservoir* yang sangat dalam. Pada kondisi terbur *recovery* minyak sangat baik. Biayanya relatif sangat rendah, hanya saja injeksi ini dapat menyebabkan korosi, sehingga injeksi nitrogen atau *flue gas* sangat sedikit diaplikasikan. Injeksi CO<sub>2</sub> lebih optimistik terutama di Amerika, karena dapat diaplikasikan pada cakupan *gravity* minyak dan kedalaman *reservoir* yang luas.

Injeksi kimia meliputi miselar / polimer, ASP (Alkali/surfaktan/polimer), injeksi alkali, dan polimer. Injeksi kimia hanya sedikit dilakukan karena biayanya mahal. Injeksi miselar/polimer, ASP, dan alkali bertujuan untuk menurunkan tegangan antar-muka, dimana untuk mendorong fasa *discontinuous (trapped oil)* diperlukan tenaga 10 kali lipat dibandingkan dengan fasa *continuous*. Surfaktan sangat efektif untuk mengatasi masalah tersebut. Biaya untuk injeksi miselar/polimer sangat tinggi, maka untuk mengatasi hal tersebut pada saat ini ASP lebih banyak digunakan. Alkali biasanya diinjeksikan untuk mengurangi adsorpsi surfaktan pada batuan dan juga untuk membantu menurunkan tegangan antarmuka. Dengan ASP biaya dapat ditekan, karena alkali lebih murah daripada surfaktan. Sedangkan injeksi polimer berguna untuk kontrol mobilitas dan menaikkan *sweep efficiency*. Selama 35 tahun terakhir telah banyak proyek injeksi polimer diterapkan pada beberapa reservoir yang berbeda. Namun demikian, dengan biaya yang sangat tinggi proyek polimer semakin berkurang. Pemakaian polimer dengan berat molekul besar, akan menurunkan permeabilitas batuan *reservoir* dengan cepat, sehingga hanya dapat diaplikasikan pada *reservoir* dengan permeabilitas di atas 100 *mili Darcy (mD)*. Untuk berat molekul yang rendah dan viskositas yang tinggi, hanya dapat dicapai dengan konsentrasi yang tinggi, sehingga biaya untuk injeksi akan bertambah pada penggunaan polimer dengan berat molekul yang ringan.

Injeksi panas pada umumnya digunakan pada minyak dengan *gravity* tinggi. Metode injeksi panas terutama injeksi *steam* mempunyai kontribusi terbesar terhadap produksi minyak dengan metoda EOR. Injeksi panas telah sukses lebih dari 30 tahun. Injeksi *steam* baik dilakukan pada *reservoir* dangkal, lapisan tebal, permeabilitas tinggi, dan saturasi minyak besar. Saat ini injeksi panas sudah mulai diaplikasikan pada minyak dengan densitas rendah (*LOSFLight oil steam flooding*). Percobaan di laboratorium menunjukkan bahwa injeksi *steam* mempunyai mekanisme pengurasan yang sangat efisien. Sedangkan *In-situ Combustion* kelihatannya merupakan metoda EOR yang ideal. 10 % minyak dibakar *insitu* dan memperbaiki sifat minyak tersisa, udara yang diinjeksikan harganya sangat murah, dan dapat diaplikasikan pada kondisi lapangan yang sangat luas terutama untuk *reservoir* sangat dalam dibandingkan

dengan injeksi *steam*. Pendorongannya dapat berlangsung terbaur maupun tidak terbaur. Metoda ini sangat menjanjikan untuk dilaksanakan pada lapisan yang dalam baik untuk minyak berat maupun ringan.

Karakteristik *reservoir* dan fluida injeksi harus dipilih agar sesuai dan diperoleh beberapa mekanisme sekaligus yang saling menunjang untuk dapat menaikkan produksi minyak. Injeksi *steam* pada umumnya dipakai untuk minyak berat pada *reservoir* dengan kedalaman rendah, sedangkan minyak ringan pada *reservoir* yang sangat dalam dapat diinjeksikan CO<sub>2</sub> yang terbaur (*miscible*), dengan cakupan *gravity* minyak yang luas dari 30 sampai 45 °API. Injeksi CO<sub>2</sub> terbaur pada umumnya diterapkan pada kedalaman lebih dari 2000 ft. Sedangkan metoda EOR dengan *water-based* dapat diaplikasikan pada minyak dengan densitas menengah. Karakteristik minyak dan *reservoir* yang baik untuk masing-masing metoda EOR ditunjukkan pada Tabel 2.3. Pada tabel tersebut diberikan besaran karakter batuan dan sifat minyak untuk masing-masing metoda EOR.

Tabel 2.3. Kriteria *screening* pengurangan tahap lanjut (EOR)

SUMMARY OF SCREENING CRITERIA FOR EOR METHODS										
Oil Properties					Reservoir Characteristics					
No	EOR Method	Gravity (oAPI)	Viscosity (cp)	Composition	Oil Saturation (%PV)	Foamation Type	Net Thickness ft	Average Permeability md	Depth (ft)	Temperature (oF)
<b>Gas Injections Methods (Miscible)</b>										
1	Nitrogen and flue gas	> 35 ↗ <u>48</u> ↘	< 0.4 ↘ <u>0.2</u> ↗	High percent of C1 to C7	> 40 ↗ <u>75</u> ↘	Sandstone or carbonate	Thin unless dipping	NC	> 6,000	NC
2	Hydrocarbon	> 23 ↗ <u>41</u> ↘	< 3 ↘ <u>0.5</u> ↗	High percent of C2 to C7	> 30 ↗ <u>80</u> ↘	Sandstone or carbonate	Thin unless dipping	NC	> 4,000	NC
3	CO <sub>2</sub>	> 22 ↗ <u>36</u> ↘ <sup>a</sup>	< 10 ↘ <u>1.5</u> ↗	High percent of C5 to C12	> 20 ↗ <u>55</u> ↘	Sandstone or carbonate	Wide range	NC	> 2,500 <sup>a</sup>	NC
1-3	Immiscible gases	> 12	< 600	NC	> 35 ↗ <u>70</u> ↘	NC	NC if dipping and/or good vertical permeability	NC	> 1,800	NC
<b>(Enhanced) Waterflooding</b>										
4	Micellar/ Polymer ASP, and Alkaline Flooding	> 20 ↗ <u>35</u> ↘	< 35 ↘ <u>13</u> ↗	Light, intermediate, some organic acids for alkaline floods	> 35 ↗ <u>53</u> ↘	Sandstone preferred	NC	> 10 ↗ <u>450</u> ↘	> 9,000 ↘ <u>3250</u>	> 200 ↘ <u>80</u>
5	Polymer Flooding	> 15	< 150, > 10	NC	> 50 ↗ <u>80</u> ↘	Sandstone preferred	NC	> 10 ↗ <u>800</u> ↘ <sup>b</sup>	< 9,000	> 200 ↘ <u>140</u>
<b>Thermal/Mechanical</b>										
6	Combustion	> 10 ↗ <u>16</u> →?	< 5,000 ↓ <u>12,000</u>	some organic asphaltic components	> 50 ↗ <u>72</u> ↘	High-porosity sand/ sandstone	> 10	> 50 <sup>c</sup>	< 11,500 ↘ <u>3500</u>	> 100 ↘ <u>135</u>
7	Steam	> 8 to <u>13.5</u> →?	< 200,000 ↓ <u>4,700</u>	NC	> 40 ↗ <u>66</u> ↘	High-porosity sand/ sandstone	> 20	> 200 ↗ <u>2,540</u> ↘ <sup>d</sup>	< 4,500 ↘ <u>1500</u>	NC
-	Surface Mining	7 to 11	Zero cold flow	NC	> 8 wt % sand	Mineable tar sand	> 10 <sup>e</sup>	NC	> 3 : 1 overburden to sand ratio	NC
<small>NC= not critical            Underlined values represent the approximate mean or average for current field projects            a=See Table 3 of Ref. 16            b&gt;3md from some carbonate reservoirs if the intent is to sweep only the fracture system            c=Transmissibility &gt; 20 md-ft/cp            d=Transmissibility &gt; 50 md-ft/cp            e=See depth</small>										

[sumber: J.J Taber dkk. *EOR, Screening Criteria Revisited-Part I*. 1977]

Kriteria tersebut tidak berlaku mutlak, namun sebagai petunjuk dari beberapa proyek di dunia dan sukses yang dapat digunakan sebagai pendekatan yang memadai. Batasan-batasan yang dibuat tidak spesifik dan kaku, namun lebih bersifat rekomendasi. Sebagai contoh, untuk *gravity* minyak pada injeksi nitrogen terbaaur  $>35/48$  ini berarti bahwa prosesnya akan bekerja dengan baik pada minyak dengan *gravity* lebih besar  $35^{\circ}$ API, dan pada *gravity* yang lebih besar akan lebih baik lagi, sedangkan proyek nitrogen yang dikerjakan di dunia rata-rata mempunyai *gravity*  $48^{\circ}$ API. Ada 7 macam metoda EOR dan ditambah satu metoda *surface mining* yang secara teknologi dapat dipakai untuk menaikkan produksi minyak.

## 2.2. Surfaktan

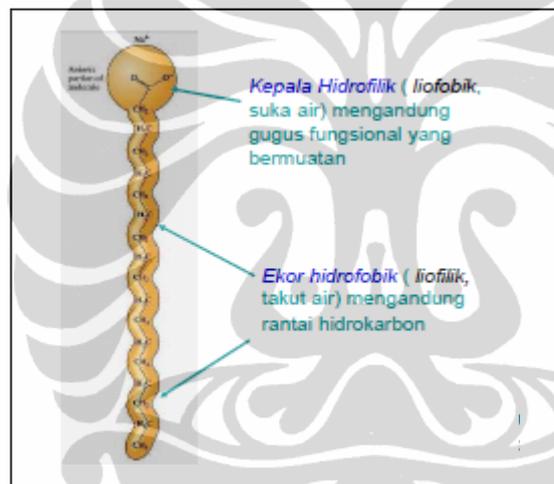
Surfaktan atau *Surface Active Agent* dapat didefinisikan sebagai sebuah molekul yang bekerja pada sebuah bidang permukaan / antar muka dan mempunyai kemampuan untuk merubah kondisi yang sebenarnya. Surfaktan dapat menurunkan tegangan antar muka dua cairan yang tidak bercampur dengan penyerapan molekul surfaktan pada antar muka cairan dan padatan.

Surfaktan adalah zat yang bersifat aktif permukaan, apabila dilarutkan dalam air dan kontak dengan minyak cenderung akan terkonsentrasi pada antar muka minyak air. Pada umumnya molekul surfaktan mempunyai dua gugus yang terdiri dari bagian kepala dalam jumlah yang sedikit yang terpisah pada kedua ujung rantai molekul, yaitu gugus hidrofil (menyukai air atau larut dalam air) atau lipofob (menolak minyak) dan bagian ekor dalam jumlah yang cukup besar yang disebut sebagai gugus hidrofob (tidak menyukai air tetapi larut dalam minyak) atau lipofil (menolak air), kedua gugus tersebut ditunjukkan pada Gambar 2.1.

Di dalam air, gugus hidrofil pada molekul surfaktan akan menarik molekul air dalam larutan, sedangkan gugus hidrofob cenderung menolak molekul air tersebut. Jika terdapat keseimbangan antara dua tenaga gugus tersebut, maka zat terlarut dan pelarutnya akan terkonsentrasi pada bidang antar muka, dimana gugus hidrofob akan terorientasi pada media yang relatif bersifat non polar. Sedangkan

pada gugus hidrofil akan terorientasi pada media yang bersifat polar. Bahan utama surfaktan ialah petroleum sulfonat yang mempunyai rumus kimia  $R-SO_3H$ , dimana “R” adalah gugusan atom-atom karbon aromatik. Gugus hidrofil biasanya berupa senyawa hidrokarbon atom  $C_8$  sampai dengan  $C_{22}$ , sedangkan hidrofob umumnya berupa karboksilat, sulfonat, fosfat dan sisa asam lainnya. Pemilihan surfaktan yang akan digunakan dalam EOR mencakup empat kriteria utama yaitu:

1. Tegangan antar muka minyak air yang rendah
2. Adsorpsi rendah
3. Kesesuaian dengan fluida *reservoir*
4. Biaya rendah



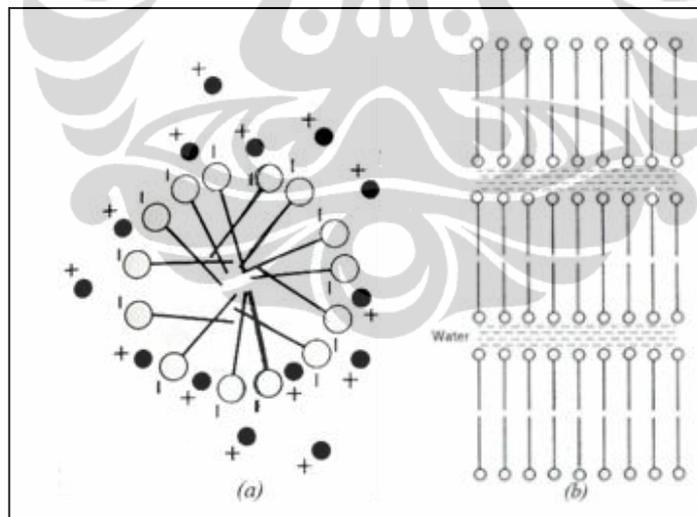
Gambar 2.1. Gugus hidroflik dan hidrofobik suatu surfaktan

Surfaktan yang umum digunakan dalam proyek EOR adalah surfaktan anionik. Bila surfaktan anionik dilarutkan kedalam larutan encer, maka surfaktan akan berdisosiasi (terpisah) menjadi kation dan monomer. Kenaikan konsentrasi surfaktan menyebabkan gugus hidrofob (gugus yang suka minyak) akan saling berkumpul membentuk kumpulan yang disebut misel, di mana tiap-tiap misel terdiri dari beberapa monomer. Misel-misel yang terbentuk di dalam campuran senyawa tersebut tersusun secara sterik atau lamelar. Struktur misel tersebut ditunjukkan pada Gambar 2.2.

Pada konsentrasi surfaktan masih rendah, misel belum terbentuk. Bila konsentrasi kritik misel sudah tercapai, maka terbentuklah misel, dengan kata lain

*Critical Micellar Concentration* (CMC) adalah konsentrasi dimana molekul surfaktan mulai membentuk misel. Karena harga CMC ini sangat kecil yaitu  $10^{-5}$  sampai  $10^{-4}$  kg mol/m<sup>-3</sup> maka praktis larutan surfaktan selalu terdapat dalam bentuk misel. Struktur misel ini tidak tetap dan dapat berubah dalam berbagai bentuk. Bila larutan surfaktan kontak dengan fasa berminyak (*oleic phase*), surfaktan cenderung berakumulasi pada permukaan (permukaan antara fasa minyak dan fasa cair). Gugus yang suka minyak larut dalam fasa berminyak sedangkan gugus yang suka air larut dalam fasa air. Karena sifat tersebut maka surfaktan akan menyebabkan tegangan permukaan antara dua fasa yang tidak campur tersebut menurun. Berdasarkan sifat kelistrikkannya, surfaktan dapat digolongkan menjadi:

1. Surfaktan anionik yang bermuatan negatif
2. Surfaktan kationik yang bermuatan positif
3. Surfaktan non ionik tidak terionisasi dalam larutan
4. Surfaktan amphoter yang bermuatan positif dan negative tergantung dari harga pH larutan



Gambar 2.2. Struktur misel, (a) Sterik (b) Lamelar

### 2.2.1. Surfaktan Anionik

Gugus hidrofob dari surfaktan anionik merupakan suatu gugus polar dan bermuatan negatif dalam air. Ionisasi molekul membebaskan kation dan ionik

monomer, anion surfaktan ini umumnya terdapat dalam pendesakan *micellar polymer* karena merupakan surfaktan yang baik, tahan dalam penyimpanan, stabil dan dapat dibuat dengan harga murah. Secara komersial, group anionik diproduksi dalam bentuk karboksilat, sulfat, sulfonat, fosfat, atau fosfonat.

Contoh surfaktan anionik adalah:

- Garam Asam karboksilat
- Garam sodium dan potasium dari asam lemak rantai lurus (sabun)
- Garam sodium dan potasium dari asam lemak minyak kelapa
- Garam sodium dan potasium dari asam minyak tall
- Garam amina *Acylated Polypeptides*
- Garam Asam Sulfonat
- *Linear Alkyl Benzene Sulfonate (LAS)*
- *Higher Alkyl Benzene Sulfonate*
- *Benzene, Toluene, Xylene dan Cumenesulfonate*
- *Ligninsulfonate*
- *Petroleum Sulfonate*
- *N-Acyl-n-alkyltaurates*
- *Parafin Sulfonate (SAS),*
- *Secondary n- alkyltaurates*
- *Alfa Olefin Sulfonate (AOS)*
- *Ester Sulfonate*
- *Methyl Ester Sulfonate*
- *Isethionates*
- *Sodium Ester dari phosporic dan polyphosporic*
- *Perfluorinated Anion*

### 2.2.2. Surfaktan Kationik

Gugus hidrofil dari surfaktan kationik membentuk ion positif dalam air. Senyawa polar jika berkutub positif, surfaktan sebagai kation. Pada keadaan ini molekul surfaktan mengandung anion senyawa anorganik untuk menetralkan kutub. Surfaktan kation digunakan sedikit dalam pendesakan *micellar-polymer*.

Hal ini dikarenakan surfaktan tersebut mempunyai daya adsorpsi yang tinggi oleh permukaan anionik dari permukaan *clay*. Surfaktan kationik pada umumnya memiliki kelarutan yang lebih tinggi dalam kondisi asam, dibandingkan pada kondisi netral atau larutan alkali. Contoh surfaktan kationik adalah:

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

### 2.2.3. Surfaktan Non Ionik

Surfaktan non ionik adalah surfaktan yang tidak terionisasi atau tidak terurai jika dilarutkan dalam air, maka dari itu tidak bermuatan. Surfaktan non ionik merupakan golongan surfaktan yang mempunyai manfaat yang meluas dalam *micellar polymer* yaitu terutama sebagai kosurfaktan, tetapi pada dasarnya sebagai non ionik surfaktan primer. Surfaktan ini tidak berbentuk ikatan ionik, tetapi ketika terlarut dalam larutan air sifat elektronegatif surfaktan menunjukkan perbedaan antara unsur-unsur utamanya. Non ionik sangat toleransi terhadap salinitas tinggi daripada anionik dan mempunyai surfaktan lebih sedikit. Umumnya surfaktan non ionik adalah larut dalam air seperti polimer *ethylene oxide* atau *propylene oxide*. Surfaktan non ionik merupakan sintesa yang dihasilkan melalui kondensasi *fatty alcohol*, *fatty acids* atau *fatty amides* dengan etilen oksida. Contoh surfaktan non ionik adalah:

- *Polyoxyethlenated Alkylphenols*,
- *Alkylphenol Ethoxylates*
- *Polyoxyethlenated* rantai lurus
- alkohol, *alcohol ethoxylates*
- *Polyoxyethlenated Mercaptans*
- Alkanolamina kondensat,
- Alkanolamida

- *Tertiart Acetylenic Glycol*

#### 2.2.4. Surfaktan Amfoter

Surfaktan amfoter adalah surfaktan yang termasuk dalam gugus hidrofil, bisa bermuatan positif atau tidak bermuatan. Muatan ion pada surfaktan amfoter tergantung dari pada pH sistem. Surfaktan jenis ini mengandung dua atau lebih aspek jenis lain. Contoh amfoterik mungkin mengandung grup anion dan polar grup non. Ada empat (4) jenis surfaktan amfoter yang umum dipakai pada EOR, yaitu:

- *Sulfobetains*
- *Betain*
- *Alkylimidazoliumbetains*
- *Amidoalkylbetains*

### 2.3. Metil Ester dari Crude Palm Oil (CPO)

Metil ester dihasilkan melalui reaksi kimia esterifikasi dan transesterifikasi.

#### 2.3.1. Esterifikasi

Esterifikasi adalah tahap konversi dari asam lemak bebas menjadi ester. Esterifikasi mereaksikan minyak lemak dengan alkohol. Katalis-katalis yang cocok adalah zat berkarakter asam kuat dalam hal ini asam sulfat, asam sulfonat organik atau resin penukar kation asam kuat merupakan katalis-katalis yang biasa terpilih dalam praktek industrial (Soerawidjaja, 2006).



Gambar 2.3. Reaksi esterifikasi asam lemak menjadi metil ester

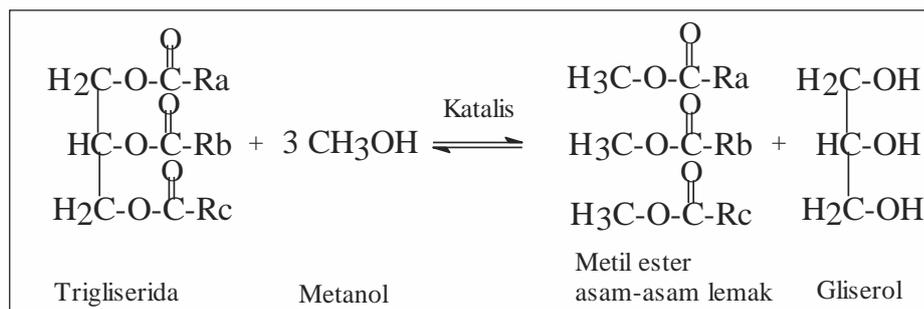
Untuk mendorong agar reaksi bisa berlangsung ke konversi yang sempurna pada suhu rendah (misalnya paling tinggi 120° C), reaktan metanol harus ditambahkan dalam jumlah yang sangat berlebih (biasanya lebih besar dari 10 kali nisbah stoikiometrik) dan air produk ikutan reaksi harus disingkirkan dari campuran reaksi, yaitu fasa minyak. Melalui kombinasi-kombinasi yang tepat dari kondisi-kondisi reaksi dan metode penyingkiran air, konversi sempurna asam-asam lemak ke ester metilnya dapat dituntaskan dalam waktu 1 sampai beberapa jam. Reaksi esterifikasi dapat dilihat pada Gambar 2.3.

Reaksi esterifikasi dilakukan untuk membuat biodiesel dari minyak berkadar asam lemak bebas tinggi (berangka-asam  $\geq 5$  mg-KOH/g). Pada tahap ini, asam lemak bebas akan dikonversikan menjadi metil ester. Tahap esterifikasi biasanya diikuti dengan tahap transesterifikasi. Namun sebelum produk esterifikasi diumpankan ke tahap transesterifikasi, air dan bagian terbesar katalis asam yang dikandungnya harus disingkirkan terlebih dahulu.

### 2.3.2. Transesterifikasi

Transesterifikasi (biasa disebut dengan alkoholisis) adalah tahap konversi dari trigliserida (minyak nabati) menjadi alkil ester, melalui reaksi dengan alkohol, dan menghasilkan produk samping yaitu gliserol. Di antara alkohol-alkohol monohidrik yang menjadi kandidat sumber/pemasok gugus alkil, metanol adalah yang paling umum digunakan, karena harganya murah dan reaktifitasnya paling tinggi (sehingga reaksi disebut metanolisis). Dengan demikian biodiesel praktis identik dengan metil ester asam-asam lemak (*Fatty Acids Metil Ester*, FAME). Reaksi transesterifikasi trigliserida menjadi metil ester dapat dilihat pada Gambar 2.4.

Reaksi transesterifikasi juga menggunakan katalis dalam reaksinya. Tanpa adanya katalis, konversi yang dihasilkan maksimum namun reaksi berjalan dengan lambat (Mittlebatch, 2004 dalam Alamanda, 2007). Katalis yang biasa digunakan pada reaksi transesterifikasi adalah katalis basa, karena katalis ini dapat mempercepat reaksi.



Gambar 2.4. Reaksi transesterifikasi trigliserida menjadi metil ester

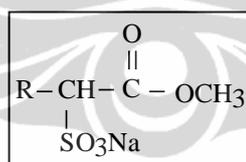
#### 2.4. Surfaktan Metil Ester Sulfonat (MES)

Surfaktan merupakan senyawa kimia yang memiliki aktivitas pada permukaan yang tinggi. Sifat-sifat surfaktan dipengaruhi oleh adanya bagian hidofilik dan hidrofobik pada molekul surfaktan. Kehadiran gugus hidrofobik dan hidofilik yang berada dalam satu molekul, menyebabkan pembagian surfaktan cenderung berada pada antar muka antara fasa yang berbeda derajat polaritas dan ikatan hidrogen seperti minyak/air atau udara/air. Pembentukan film pada antar muka ini mampu menurunkan energi antar muka dan menyebabkan sifat-sifat khas pada molekul surfaktan (Georgiou *et al.*, 1992 dalam Alamanda, 2007).

Surfaktan MES yang merupakan golongan baru dalam kelompok surfaktan anionik telah mulai dimanfaatkan sebagai bahan aktif pada produk-produk pencuci dan pembersih (*washing and cleaning products*) (Hui, dan Matheson, 1996 dalam Alamanda 2007). Pemanfaatan surfaktan MES sebagai bahan aktif pada deterjen telah banyak dikembangkan karena prosedur produksinya mudah, memperlihatkan karakteristik dispersi yang baik, sifat deterjensinya tinggi, walaupun pada air dengan tingkat kesadahan yang tinggi (*hard water*) dan tidak adanya fosfat, mempunyai asam lemak  $\text{C}_{16}$  dan  $\text{C}_{18}$  yang mampu memberikan tingkat deterjensi yang terbaik, memiliki sifat toleransi terhadap ion  $\text{Ca}^{2+}$  yang lebih baik, memiliki tingkat pembusaan yang lebih rendah dan memiliki stabilitas yang baik terhadap pH. Bahkan MES  $\text{C}_{16}$ - $\text{C}_{18}$  memperlihatkan aktivitas permukaan yang baik, yaitu sekitar 90 % dibandingkan linier alkil benzen sulfonat (LABS) (de Groot, 1991; Hui, 1996; Matheson, 1996 dalam Amri, 2009).

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 C<sub>14</sub>, C<sub>16</sub> dan C<sub>18</sub> memberikan tingkat deterjensi terbaik, serta bersifat mudah didegradasi (*good biodegradability*) (Amri, 2009). 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. Struktur kimia MES disajikan pada Gambar 2.5 (Setiyono, Nurlita, dan Hidayanti, 2009).

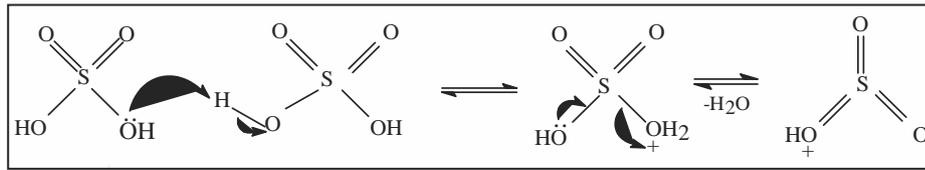
Proses produksi surfaktan MES dilakukan dengan mereaksikan metil ester dengan agen sulfonasi. Menurut Bernardini (1983) dan Pore (1976), pereaksi yang dapat dipakai pada proses sulfonasi antara lain asam sulfat (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), oleum (larutan SO<sub>3</sub> di dalam H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), sulfur trioksida (SO<sub>3</sub>), NH<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>H, dan ClSO<sub>3</sub>H (Amin, 2009). Untuk menghasilkan kualitas produk MES terbaik, beberapa perlakuan penting yang harus dipertimbangkan adalah rasio mol, suhu reaksi, konsentrasi grup sulfonat yang ditambahkan, waktu netralisasi, jenis dan konsentrasi katalis, pH dan suhu netralisasi (Foster, 1996).



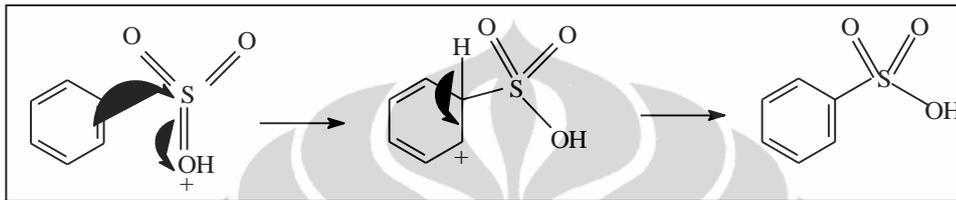
Gambar 2.5. Struktur kimia metil ester sulfonat

## 2.5. Proses Sulfonasi

Reaksi sulfonasi merupakan suatu reaksi substitusi elektrofilik dengan menggunakan agen pensulfonasi yang bertujuan untuk mensubstitusi atom H dengan gugus -SO<sub>3</sub>H pada molekul organik melalui ikatan kimia pada atom karbonnya (Clayden, Greeves & Wothers, 2001). H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dapat bertindak sebagai agen pensulfonasi, dapat dilihat pada Gambar 2.6.

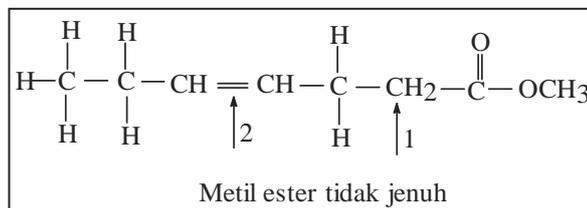
Gambar 2.6. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> sebagai agen pensulfonasi

Contoh reaksi H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dapat bertindak sebagai agen pensulfonasi ditunjukkan pada Gambar 2.7 yaitu reaksi sulfonasi H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> terhadap benzena.

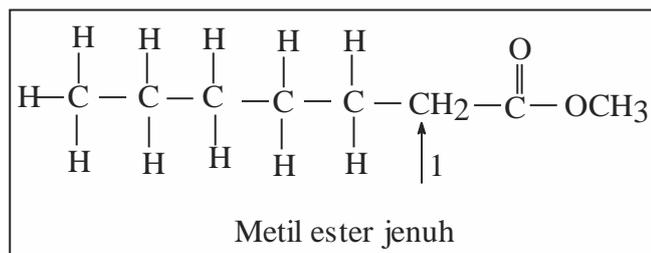
Gambar 2.7. Reaksi sulfonasi H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> terhadap benzena

## 2.6. Proses Sulfonasi Terhadap ME

Metil ester sebagai bahan untuk pembuatan MES terdiri dari dua jenis yaitu metil ester jenuh (tidak mengandung ikatan rangkap) dan metil ester tidak jenuh (mengandung ikatan rangkap). Groggins (1956) menyatakan, bahwa suatu metil ester tidak jenuh dapat mengalami reaksi sulfonasi pada dua bagian, yaitu pada C<sub>α</sub> dan ikatan rangkap (Alamanda, 2007). Gambar 2.8 menunjukkan bagian metil ester tidak jenuh yang dapat mengalami reaksi sulfonasi, sedangkan Gambar 2.9 menunjukkan bagian metil ester jenuh yang dapat mengalami reaksi sulfonasi.

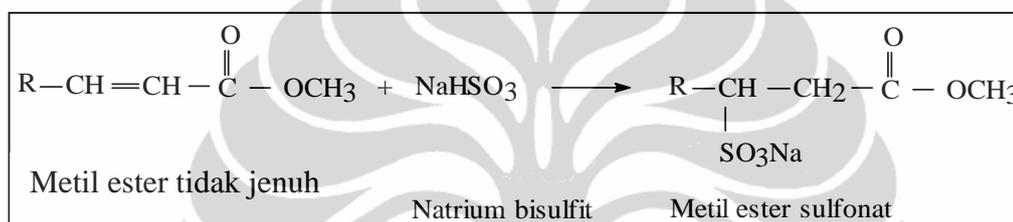


Gambar 2.8. Kemungkinan masuknya gugus sulfonat pada suatu metil ester tidak jenuh



Gambar 2.9. Kemungkinan masuknya gugus sulfonat pada suatu metil ester jenuh

Hidayati, (1996) melakukan reaksi sulfonasi metil ester tidak jenuh dengan  $\text{NaHSO}_3$  sebagai agen pensulfonasi (Alamanda, 2007). Reaksi sulfonasi tersebut ditunjukkan pada Gambar 2.10.

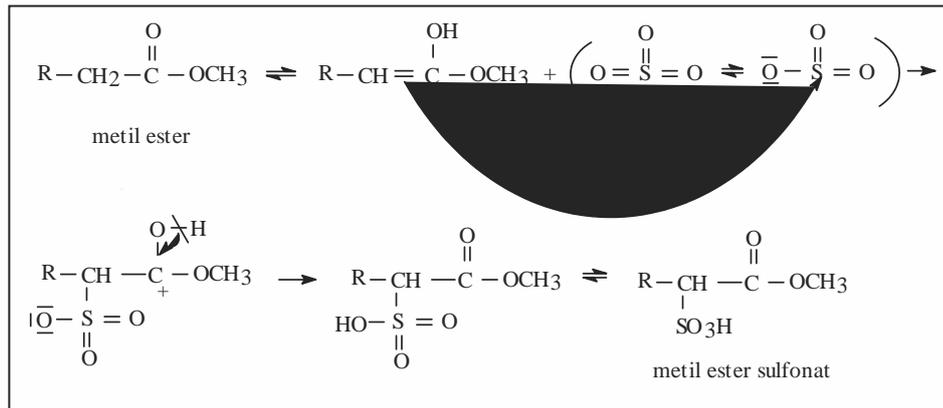


[sumber: Hidayati S, Ilim, Permadi P. 2008. "Optimasi Proses Sulfonasi untuk Memproduksi Metil Ester Sulfonat dari Minyak Sawit Kasar". Prosiding Seminar Nasional Sains dan Teknologi-II Universitas Lampung]

Gambar 2.10. Reaksi sulfonasi metil ester tidak jenuh dengan  $\text{NaHSO}_3$  sebagai agen pensulfonasi

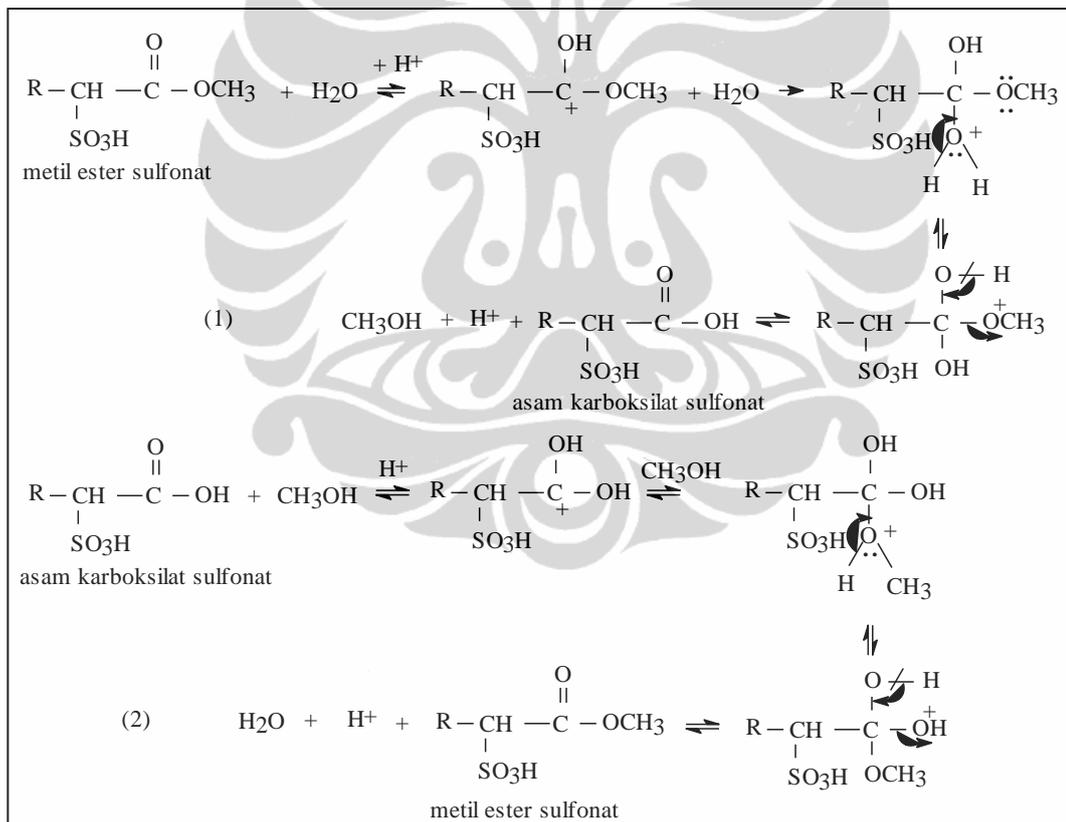
Hovda, (1996) melakukan reaksi pembuatan MES dengan gas  $\text{SO}_3$  sebagai agen pensulfonasi terhadap metil ester  $\text{RCH}_2\text{COOCH}_3$ , (R adalah  $\text{C}_4$ - $\text{C}_{22}$  lebih utama pada  $\text{C}_8$ - $\text{C}_{18}$ ). Reaksi pembuatan MES dengan gas  $\text{SO}_3$  sebagai agen pensulfonasi terhadap metil ester tersebut ditunjukkan pada Gambar 2.11.

Hovda, (1996) juga menyatakan, bahwa keberadaan air pasti ada selama proses pembuatan MES dapat menghidrolisis metil ester sulfonat menghasilkan asam karboksilat sulfonat. Penambahan metanol pada proses pembuatan MES tersebut dapat mengubah asam karboksilat sulfonat menjadi MES kembali, sebagai produk yang diharapkan. Reaksi hidrolisis MES (1) dan reaksi pembentukan kembali MES dari asam karboksilat sulfonat (2) dapat ditunjukkan pada Gambar 2.12. Penambahan metanol berlebih dilakukan supaya produk yang diharapkan, metil ester sulfonat, yang terbentuk.



[Sumber : Hovda, 1996. "Sulfonation of Fatty Acid Ester". United States Patent. 5.587.500]

Gambar 2.11. Reaksi pembuatan MES dengan gas  $\text{SO}_3$  sebagai agen pensulfonasi terhadap metil ester

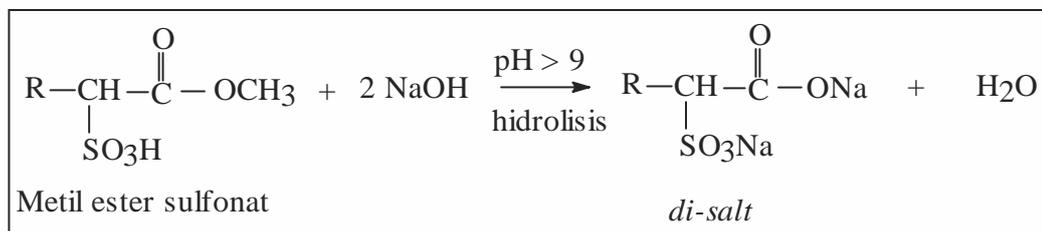


[Sumber : Hovda, 1996. "Sulfonation of Fatty Acid Ester". United States Patent. 5.587.500]

Gambar 2.12. Reaksi hidrolisis MES (1) dan reaksi pembentukan kembali MES dari asam karboksilat sulfonat (2)

Proses penetralan dengan menggunakan NaOH dilakukan pada kisaran pH 4-9 (lebih utama pH 5,5). pH proses penetralan tidak boleh melebihi pH 9, hal ini

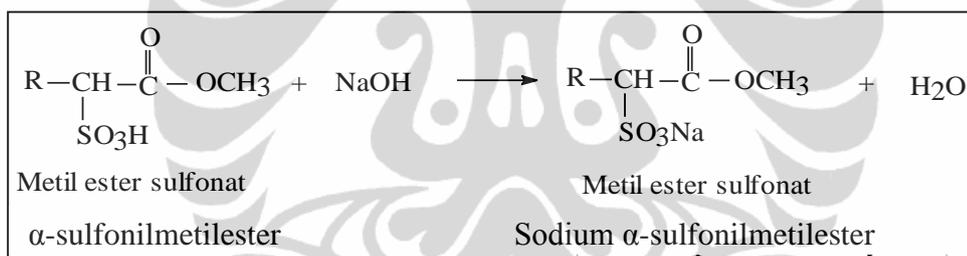
dapat menyebabkan proses terbentuknya *di-salt*, merupakan produk yang tidak diharapkan. Reaksi pembentukan *di-salt* dapat ditunjukkan pada Gambar 2.13.



[Sumber : Hovda, 1996. "Sulfonation of Fatty Acid Ester". United States Patent. 5.587.500]

Gambar 2.13. Reaksi pembentukan *di-salt*

Proses netralisasi juga dapat dilakukan dengan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . Pada proses netralisasi tersebut dapat diperoleh produk sodium  $\alpha$ -sulfonilmetilester, MES yang mengandung  $\text{Na}^+$  yang terikat pada grup sulfonat. Hal ini ditunjukkan pada Gambar 2.14.



[Sumber : Hovda, 1996. "Sulfonation of Fatty Acid Ester". United States Patent. 5.587.500]

Gambar 2.14. Reaksi pembentukan sodium  $\alpha$ -sulfonilmetilester.

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

Penelitian ini terbagi 2 tahap utama, yaitu proses reaksi pembuatan MES dan analisis hasil reaksi. Proses reaksi pembuatan MES terdiri dari proses sulfonasi ME dengan  $H_2SO_4$ , pemurnian dengan metanol, dan penetralan dengan NaOH. Sedangkan, analisis hasil reaksi dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer infra merah serta dilakukan pengujian angka asam, angka iod, uji kandungan surfaktan dengan metode ASTM (*American Standard Test Method*) D 2330 dan uji *screening* surfaktan untuk melihat apakah surfaktan yang dihasilkan layak diaplikasikan dalam EOR, yaitu meliputi uji *compatibility*, *thermal stability*, *phase behavior* dan IFT / tegangan antar muka.

#### **3.1. Alat dan Bahan**

##### **3.1.1. Alat yang Digunakan**

- Alat-alat gelas laboratorium
- *Hot plate*
- *Magnetic stirrer*
- Reaktor gelas
- FTIR model ATi Matson Genesis Series
- *Spining Drop Interfacial Tensiometer* model TX-500C
- Indikator pH universal
- Alat timbang Mettler Toledo

##### **3.1.2. Bahan yang Digunakan**

- Metil ester dari *crude palm oil* (CPO)
- $H_2SO_4$
- Metanol
- NaOH
- akuabides

## 3.2. Metode Kerja

### 3.2.1. Proses Reaksi Pembuatan Metil Ester Sulfonat (MES)

Proses reaksi pembuatan MES dilakukan dengan cara mencampurkan 100 g (0,35 mol) ME dari *crude palm oil* (CPO) dan 22 mL (0,39 mol)  $H_2SO_4$  ke dalam reaktor labu bulat leher tiga yang dilengkapi dengan kondensor dan termometer, dan corong penetes untuk meneteskan  $H_2SO_4$  tetes demi tetes. Campuran dipanaskan di atas *hotplate stirrer* pada suhu  $65^\circ C$  dan dilakukan pengadukan konstan selama waktu tertentu. Variasi waktu reaksi yang dilakukan adalah 0,5; 1,0; 1,5; dan 2,0 jam, ini merupakan proses sulfonasi. Selanjutnya dilakukan proses pemurnian dan penetralan. Pada proses pemurnian jumlah metanol yang ditambahkan sebesar 30 % (% wt terhadap total wt ME dan  $H_2SO_4$ ). Proses penetralan dilakukan dengan menggunakan larutan NaOH 30 % sampai pH 5-6. Selanjutnya terhadap waktu optimum, dilakukan variasi jumlah metanol yang digunakan, yaitu 25, 35, 40 dan 45 %. Diagram alir metode kerja pembuatan MES dengan variasi waktu ditunjukkan pada Lampiran 1, sedangkan diagram alir metode kerja pembuatan MES dengan variasi jumlah metanol ditunjukkan pada Lampiran 2.

### 3.2.2. Analisis Hasil Reaksi Pembuatan MES

Analisis hasil reaksi dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer infra merah serta dilakukan pengujian angka asam, angka iod, uji kandungan surfaktan dengan metode ASTM (*American Standard Test Method*) D 2330 dan uji *screening* surfaktan untuk melihat apakah surfaktan yang dihasilkan memenuhi kriteria aplikasi EOR, yaitu meliputi uji *compatibility*, *thermal stability*, *phase behavior* dan IFT / tegangan antar muka.

Analisis dengan menggunakan spektrofotometer infra merah dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi dari senyawa yang dianalisis. Pengujian angka asam adalah pengujian jumlah mg KOH yang digunakan untuk menetralkan asam lemak bebas yang terdapat dalam 1 g sampel. Angka asam bebas merupakan ukuran dari banyaknya asam lemak yang terdapat dalam sampel. Penentuan angka

asam ini disesuaikan dengan ASTM (*American Standard Test Method*) D 664. Pengujian angka iod dilakukan untuk mengetahui jumlah ikatan rangkap yang terdapat dalam sampel. Penentuan angka iod disesuaikan dengan metode AOCS Cd 1-25. Untuk mengetahui kandungan surfaktan anionik dalam sampel dilakukan pengujian kandungan surfaktan dengan metode ASTM (*American Standard Test Method*) D 2330. Sedangkan uji *screening* surfaktan dilakukan untuk mengetahui surfaktan layak digunakan pada pengurasan minyak tahap lanjut atau EOR.



**BAB IV**  
**HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN**

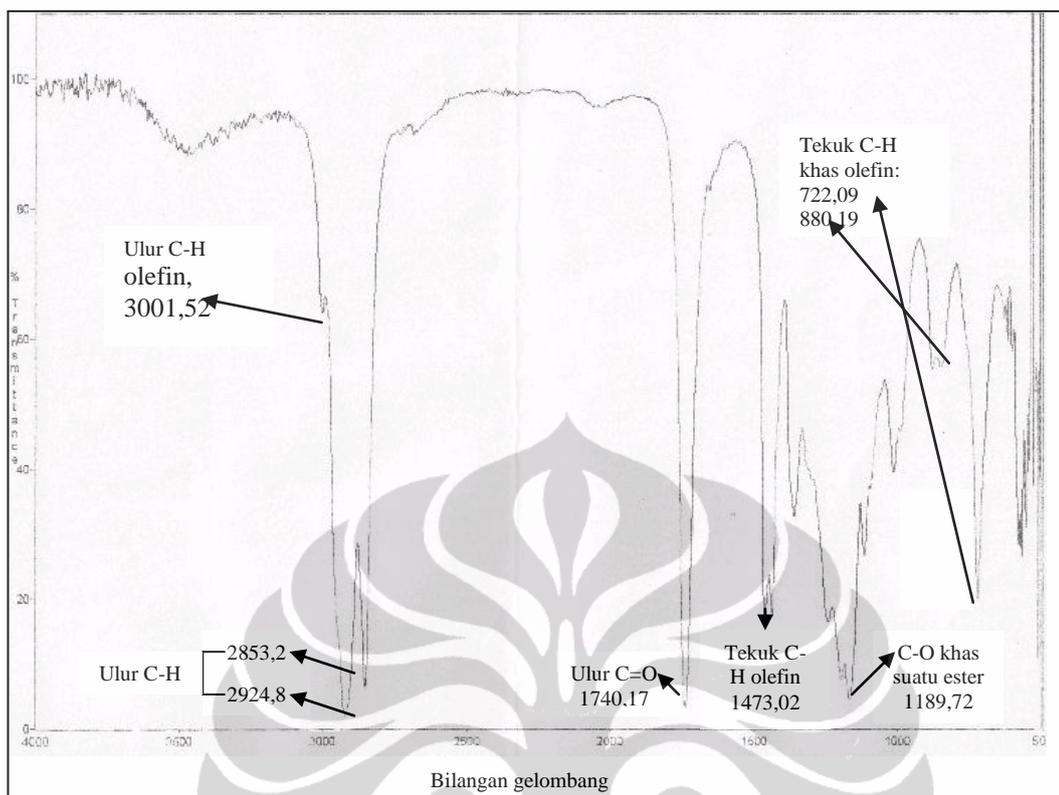
**4.1. Metil Ester**

Metil ester yang digunakan pada penelitian ini berasal dari CPO (*Crude Palm Oil*). Tabel 4.1 menunjukkan komposisi asam lemak, nilai angka asam, dan nilai angka iod yang terdapat dalam metil ester tersebut.

Tabel 4.1. Komposisi asam lemak, nilai angka asam, dan nilai angka iod metil ester

No.	Asam Lemak	Struktur	Jumlah (%)
1	Asam miristat	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{12}\text{CO}_2\text{H}$	1,04
2	Asam palmitat	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{CO}_2\text{H}$	46,03
3	Asam stearat	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{CO}_2\text{H}$	4,84
4	Asam oleat	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{CO}_2\text{H}$	39,2
5	Asam Linoleat	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_4\text{CH}=\text{CHCH}_2\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{CO}_2\text{H}$	4,49
6	Angka asam	0,98 mg KOH / g sampel	
7	Angka iod	26,70 g iod / 100 g sampel	

Identifikasi metil ester dengan spektrofotometer infra merah memberikan spektrum seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.1 dengan serapan-serapan gugus karbonil yang menunjukkan suatu ester yang mencirikan struktur metil ester. Pita serapan  $\nu = 3001,52 \text{ cm}^{-1}$  berasal dari getaran ulur C-H olefin / alkena. Pita serapan pada bilangan gelombang,  $\nu = 2924,88$  dan  $2853,27 \text{ cm}^{-1}$  berasal dari getaran ulur C-H. Getaran tekuk C-H yang menunjukkan adanya suatu gugus olefin / alkena ditunjukkan pada pita serapan,  $\nu = 1473,02 \text{ cm}^{-1}$ . Pita serapan khas suatu olefin / alkena ditunjukkan pada  $\nu = 880,19$  dan  $722,09 \text{ cm}^{-1}$ . Pita serapan tajam pada,  $\nu = 1740,17 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya getaran ulur C=O suatu ester. Pita serapan tajam pada,  $\nu = 1188,72 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan getaran ulur C-O, merupakan pita serapan khas yang dari suatu ester.

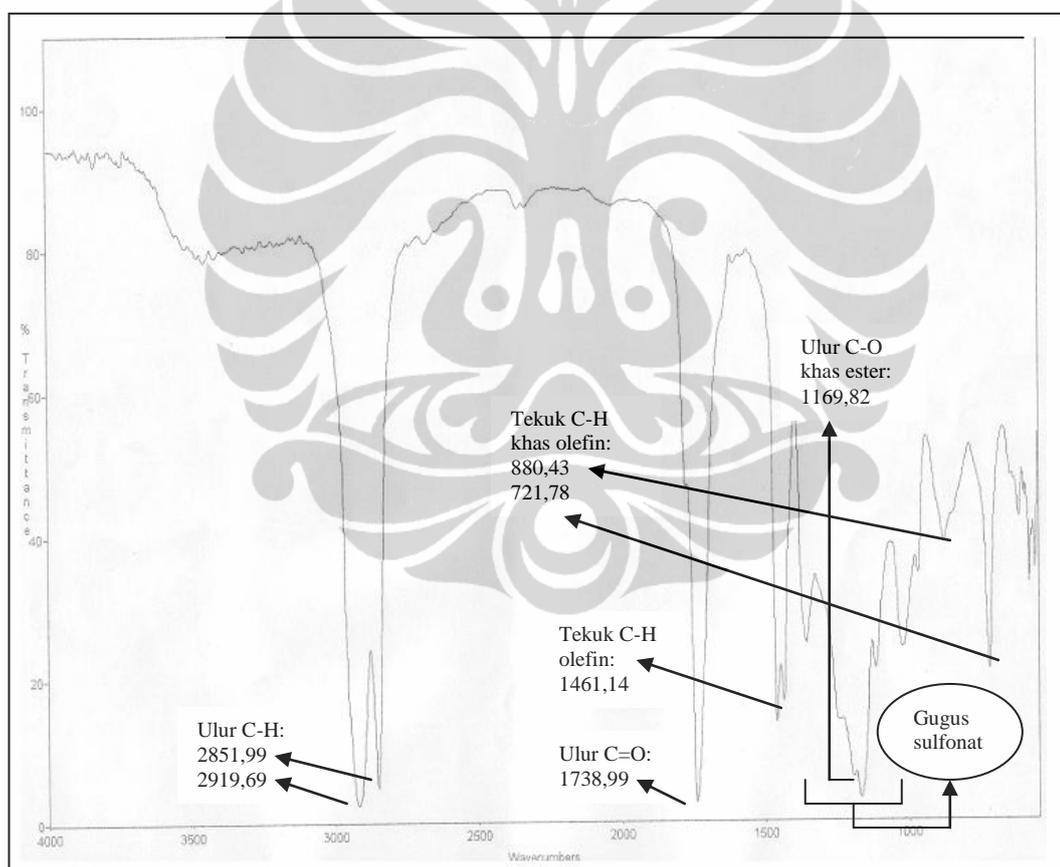


Gambar 4.1. Spektrum metil ester bahan penelitian

#### 4.2. Pembuatan MES dengan Variasi Waktu

Pembuatan MES dilakukan pada variasi waktu 0,5; 1,0; 1,5 dan 2,0 jam. Produk reaksi pembuatan MES dianalisis dengan spektrofotometer infra merah memberikan spektrum pada Gambar 4.2. Hasil analisis produk MES dengan spektrofotometer infra merah memperlihatkan spektrum dengan serapan pada,  $\nu = 2919,69$  dan  $2851,99 \text{ cm}^{-1}$  berasal dari getaran ulur C-H. Getaran tekuk C-H yang menunjukkan adanya suatu olefin / alkena ditunjukkan pita serapan,  $\nu = 1461,14 \text{ cm}^{-1}$ . Pita serapan khas suatu olefin / alkena ditunjukkan pada  $\nu = 880,43$  dan  $721,78 \text{ cm}^{-1}$ . Pita serapan tajam pada,  $\nu = 1738,99 \text{ cm}^{-1}$ , menunjukkan adanya getaran ulur C=O. Pita serapan tajam pada,  $\nu = 1169,82 \text{ cm}^{-1}$ , menunjukkan getaran ulur C-O dari suatu ester, merupakan serapan yang mencirikan keberadaan MES sebagai suatu senyawa ester. Spektrum pada Gambar 4.2 tersebut mirip dengan spektrum data sekunder pada Lampiran 3 yang merupakan spektrum MES

dari reaksi pembuatan MES dengan bahan metil ester CPO dan agen pensulfonasi  $\text{NaHSO}_3$ . Spektrum produk pembuatan MES pada variasi waktu 0,5; 1,0; dan 2,0 jam ditunjukkan pada Lampiran 4, 5, dan 6. Letak pasti serapan gugus sulfonat kurang jelas ditunjukkan, tetapi serapan tersebut berada pada kisaran bilangan gelombang,  $\nu = 1300\text{-}1000\text{ cm}^{-1}$  (Vandeberg, *et al.*, 1980). Berdasarkan pada struktur MES yang ditunjukkan pada Gambar 2.5 dan 2.11, maka dapat disimpulkan bahwa spektrum ME dan MES pada dasarnya sama hanya berbeda pada keberadaan gugus sulfonatnya. Gugus sulfonat kurang jelas letak pita serapannya karena tumpang tindih dengan serapan-serapan gugus fungsi senyawa asalnya, yaitu ME. Kesamaan dua senyawa tersebut, ME dan MES, adalah keduanya merupakan senyawa ester.



Gambar 4.2. Spektrum MES pada waktu reaksi 1,5 jam

Produk reaksi pembuatan MES pada variasi waktu reaksi juga dilakukan pengujian angka asam, angka iod, dan kandungan surfaktan anionik. Hasil pengujian tersebut ditunjukkan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2. Hasil pengujian angka asam, angka iod dan kandungan surfaktan anionik produk reaksi pembuatan MES pada variasi waktu reaksi

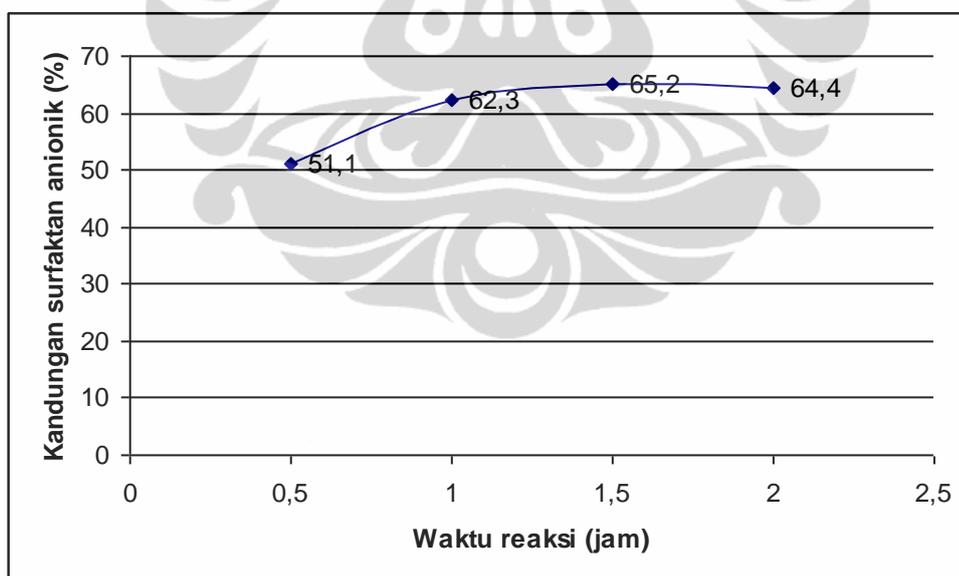
No.	Waktu reaksi (jam)	Angka asam (mg KOH/g sampel)	Angka iod (g iod/100 g sampel)	Kandungan surfaktan anionik (%)
1	0,5	0,98	26,70	51,1
2	1,0	1,01	26,30	62,3
3	1,5	1,03	25,10	65,2
4	2,0	1,10	24,30	64,4

Variasi waktu reaksi yang digunakan dalam penelitian ini, adalah 0,5; 1,0; 1,5; dan 2,0 jam. Hal tersebut dilakukan untuk menghindari rusaknya reaktan ME, jika reaksi berlangsung lebih dari 2 jam, seperti yang disarankan oleh Alamanda (2007), bahwa reaksi sulfonasi dengan  $H_2SO_4$  sebaiknya dilakukan tidak lebih dari 2 jam waktu reaksi untuk menghindari kerusakan reaktan ME.

Hasil pengujian angka asam, seperti terlihat pada Tabel 4.2, menunjukkan bahwa pada waktu reaksi 0,5 jam nilai angka asam produk tidak terjadi perubahan dibandingkan dengan nilai angka asam bahan awal metil ester. Bertambahnya waktu reaksi seiring dengan nilai angka asam yang meningkat. Pada reaksi pembentukan MES dimungkinkan terjadi reaksi hidrolisis sebagian kecil ME menjadi asam-asam lemaknya, karena adanya  $H_2O$ . Selain itu, reaktan ME mengandung asam lemak dan pada reaksi pembentukan MES dapat terbentuk produk samping berupa asam karboksilat sulfonat (struktur ditunjukkan pada Gambar 2.12). Hidrolisis ME dan pembentukan produk samping tersebut menyebabkan angka asam bertambah, selain dikarenakan kemungkinan adanya sisa asam lemak bahan awal, atau pun sisa reaktan yang bersifat asam yang dapat mempengaruhi nilai angka asam ini. Penambahan metanol dapat memperkecil terjadinya reaksi hidrolisis ME dan pembentukan produk samping asam karboksilat sulfonat. Sedangkan penambahan NaOH dapat menetralkan sisa reaktan yang bersifat asam, sehingga diharapkan larut dalam fasa air dan terpisah dari MES, meskipun tidak terpisah 100 %. Tabel 4.2 menunjukkan bahwa angka asam dari produk MES tidak terlalu besar, sehingga diharapkan sebagian besar produk reaksi yang terbentuk, adalah produk yang diharapkan yaitu MES.

Hasil pengujian angka iod pada Tabel 4.2 menunjukkan semakin bertambahnya waktu reaksi, nilai angka iod produk semakin menurun. Angka iod menunjukkan jumlah ikatan rangkap yang terdapat dalam sampel tersebut. Hal ini menunjukkan bahwa waktu reaksi semakin bertambah, maka jumlah ikatan rangkap produk reaksi mengalami pengurangan. Pengurangan ikatan rangkap ini disebabkan terjadinya oleh proses pemanasan selama reaksi pembuatan MES berlangsung. Perubahan angka iod yang terjadi pada proses pembuatan MES dengan variasi waktu ini tidak signifikan, hal ini diperkuat dengan adanya pita serapan,  $\nu = 1461,14 \text{ cm}^{-1}$  berasal dari getaran tekuk C-H yang menunjukkan adanya suatu olefin / alkena, selain itu diperkuat dengan adanya pita serapan khas suatu olefin / alkena yang ditunjukkan pada  $\nu = 880,43$  dan  $721,78 \text{ cm}^{-1}$ .

Tabel 4.2 menunjukkan hasil pengujian kandungan surfaktan anionik yang paling tinggi pada waktu reaksi 1,5 jam. Hal tersebut semakin jelas terlihat dalam penyajian grafik hubungan antara waktu reaksi dan kandungan surfaktan anionik yang terkandung pada produk reaksi pembuatan MES yang ditunjukkan pada Gambar 4.3..



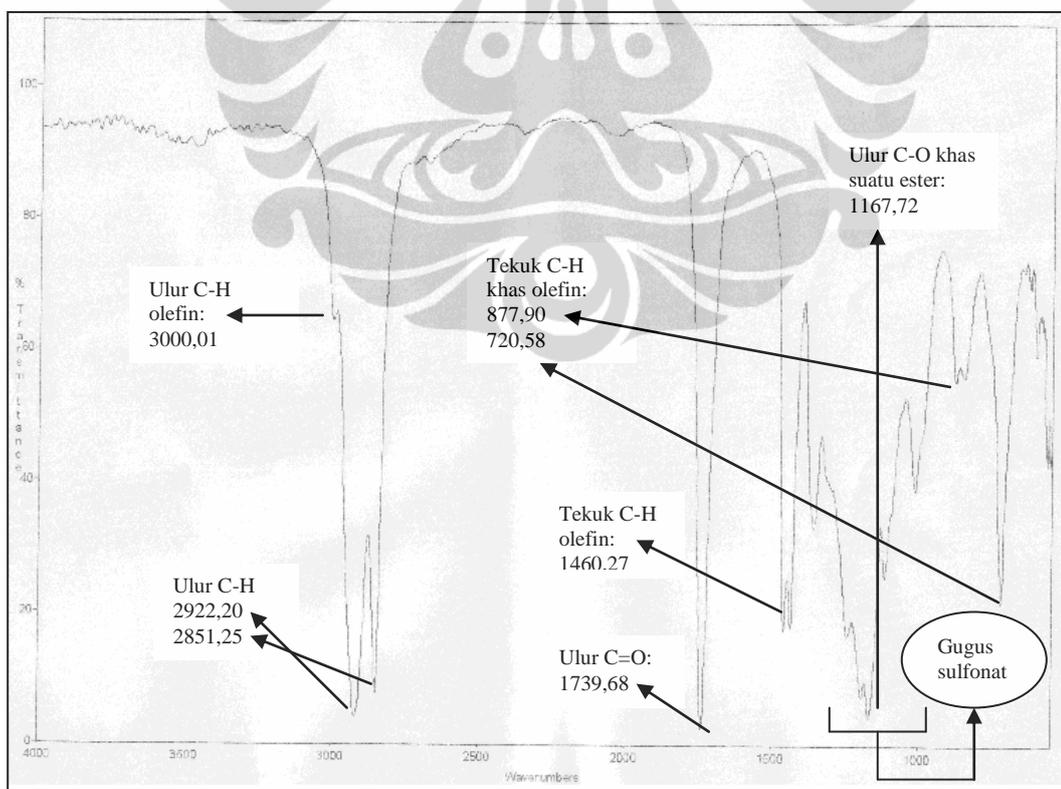
Gambar 4.3. Grafik hubungan antara waktu reaksi dan kandungan surfaktan anionik yang terkandung pada produk reaksi pembuatan MES

Gambar 4.3 tersebut menunjukkan grafik hubungan antara waktu reaksi dan kandungan surfaktan anionik yang terkandung pada produk reaksi pembuatan

MES. Gambar tersebut memperlihatkan, bahwa seiring bertambahnya waktu reaksi yaitu pada waktu reaksi 0,5 -1,5 jam terjadi peningkatan kandungan surfaktan anionik pada sampel. Peningkatan kandungan surfaktan anionik tersebut mulai terlihat terjadi penurunan pada waktu reaksi 2 jam. Berdasarkan kandungan surfaktan anionik pada sampel produk reaksi pembuatan MES, maka diperoleh bahwa waktu reaksi 1,5 jam merupakan waktu reaksi optimum pembuatan MES.

#### 4.3. Pembuatan MES dengan Variasi Jumlah Metanol yang Ditambahkan

Pembuatan MES dilakukan dengan variasi metanol yang ditambahkan sebesar 25, 30, 35, 40 dan 45 % (% wt total wt ME dan agen pensulfonasi). Produk reaksi hasil pembuatan MES dianalisis dengan spektrofotometer infra merah memberikan spektrum pada Gambar 4.4. Spektrum pada Gambar 4.4 tersebut menunjukkan spektrum suatu ester, dimana MES merupakan suatu ester. Spektrum tersebut mempunyai kemiripan dengan spektrum data sekunder pada Lampiran 3.



Gambar 4.4. Spektrum produk reaksi pembuatan MES pada variasi metanol 40 %

Pita serapan  $\nu = 3000,01 \text{ cm}^{-1}$  berasal dari getaran ulur C-H olefin / alkena. Pita serapan pada  $\nu = 2922,20$  dan  $2851,25 \text{ cm}^{-1}$  berasal dari getaran ulur C-H. Getaran tekuk C-H yang menunjukkan adanya suatu olefin / alkena ditunjukkan pita serapan pada  $\nu = 1460,27 \text{ cm}^{-1}$ . Pita serapan khas suatu olefin / alkena ditunjukkan pada  $\nu = 877,90$  dan  $720,59 \text{ cm}^{-1}$ . Pita serapan tajam pada  $\nu = 1739,68 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya getaran ulur C=O. Pita serapan tajam pada  $\nu = 1167,72 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan getaran ulur C-O dari suatu ester.

Produk reaksi hasil pembuatan MES pada variasi jumlah metanol juga dilakukan pengujian angka asam, angka iod, dan kandungan surfaktan anionik. Hasil pengujian tersebut ditunjukkan pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3. Hasil pengujian angka asam, angka iod, dan kandungan surfaktan anionik produk reaksi pembuatan MES pada variasi jumlah metanol

No.	Jumlah metanol (%wt)	Angka asam (mg KOH/g sampel)	Angka iod (g iod/100 g sampel)	Kandungan surfaktan anionik (%)
1	25	1,00	25,06	59,9
2	30	1,00	25,10	65,2
3	35	0,99	25,14	67,7
4	40	1,01	25,05	70,1
5	45	1,03	25,18	68,8

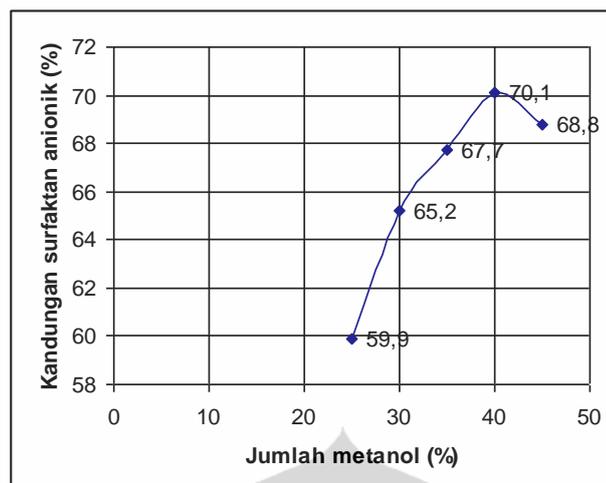
Variasi jumlah metanol yang dilakukan pada penelitian ini, adalah 25, 30, 35, 40, dan 45 %. Alasan dilakukan variasi metanol pada kisaran tersebut, karena seperti yang telah dikemukakan oleh Sheats (2002), bahwa konsentrasi metanol yang optimun pada proses sulfonasi adalah 30 – 40 %.

Tabel 4.3 memperlihatkan bahwa menurut saya nilai angka asam relatif stabil pada variasi penambahan jumlah metanol 25- 45%. Pada penambahan metanol 35% terjadi penurunan angka asam. Nilai angka asam terlihat mulai meningkat kembali pada penambahan metanol 40 %. Nilai angka asam ini dipengaruhi oleh terjadinya reaksi hidrolisis ME dan terbentuknya produk samping (asam karboksilat sulfonat), sisa asam lemak bahan awal, ataupun sisa reaktan yang bersifat asam. Penambahan metanol dapat memperkecil terjadinya reaksi hidrolisis ME dan terbentuknya produk samping asam karboksilat sulfonat.

Sedangkan penambahan NaOH dapat menetralkan sisa reaktan yang bersifat asam, sehingga diharapkan larut dalam fase air dan terpisah dari MES. Tabel 4.3 menunjukkan, bahwa angka asam dari produk MES tidak terlalu besar, sehingga diharapkan sebagian besar produk reaksi yang terbentuk adalah produk yang diharapkan yaitu MES.

Tabel 4.3 memperlihatkan hasil pengujian angka iod produk reaksi pembuatan MES. Angka iod sampel produk reaksi pembuatan MES dengan penambahan metanol sebesar 40 % memberikan nilai angka iod paling kecil dibandingkan sampel yang lain, tetapi perbedaan nilai angka iod sampel-sampel tersebut tidak terlalu besar, sehingga dapat dikatakan perubahan angka iod yang terjadi tidak terlalu signifikan. Berkurangnya angka iod ini, menunjukkan berkurangnya ikatan rangkap, yang disebabkan oleh pemanasan pada proses pembuatan MES. Hal ini juga ditandai oleh pita serapan pada  $\nu = 1460,27 \text{ cm}^{-1}$  yang merupakan pita serapan untuk getaran tekuk C-H yang menunjukkan adanya suatu olefin / alkena, serta pita serapan khas suatu olefin / alkena ditunjukkan pada  $\nu = 877,90$  dan  $720,59 \text{ cm}^{-1}$ .

Secara kumulatif kandungan surfaktan pada metanol 40 % paling besar, 70,1 %, dibandingkan dengan sampel yang lain, hal ini lebih jelas terlihat pada Gambar 4.5. Gambar 4.5 menunjukkan grafik hubungan antara jumlah penambahan metanol dengan kandungan surfaktan anionik produk reaksi pembuatan MES. Gambar tersebut memperlihatkan bahwa pada penambahan metanol 25-40 % terjadi peningkatan nilai kandungan surfaktan anionik. Pada penambahan metanol 45 %, nilai kandungan surfaktan anionik mengalami penurunan. Sedangkan kandungan surfaktan pada metanol 25 % jauh lebih kecil dibandingkan dengan kandungan surfaktan pada metanol 40 % meskipun nilai angka iodnya tidak jauh berbeda. Hal ini disebabkan karena penambahan metanol yang lebih kecil. Berdasarkan kandungan surfaktan yang diperoleh, maka penambahan jumlah metanol 40% merupakan penambahan jumlah metanol yang optimum.



Gambar 4.5. Grafik hubungan antara jumlah penambahan metanol dengan kandungan surfaktan anionik produk reaksi pembuatan MES

#### 4.4. Uji *Screening* Surfaktan MES untuk EOR

Uji *screening* surfaktan yang dilakukan terdiri dari empat jenis uji, yaitu uji kompatibilitas, uji pengukuran IFT (tegangan antarmuka), uji *thermal stability*, dan uji kelakuan fasa. Semua uji dilakukan pada satu salinitas air formasi 15.000 ppm dari sumur lapangan Ogan. Hasil uji *screening* yang dilakukan pada surfaktan MES akan dibahas secara detail berikut ini.

##### 4.4.1. Uji Kompatibilitas

Uji kompatibilitas merupakan uji paling awal sebelum pengujian-pengujian yang lain dilakukan. Apabila pada uji ini surfaktan tidak lolos (tidak kompatibel), maka surfaktan dianggap tidak layak untuk *reservoir* yang bersangkutan. Suatu surfaktan tidak perlu dilakukan pengujian-pengujian tahap lanjut, jika uji kompatibilitas tidak lolos. Uji kompatibilitas dilakukan untuk mengetahui seberapa besar kecocokan antara surfaktan dengan air formasi dari suatu *reservoir*. Uji kompatibilitas ini dilakukan dengan melarutkan surfaktan MES dengan air formasi 15.000 ppm pada konsentrasi surfaktan 0,1; 0,3; dan 1,0 % (% wt). Hasil uji kompatibilitas surfaktan MES ditunjukkan pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4. Hasil uji kompatibilitas surfaktan MES

No.	Konsentrasi Surfaktan ME (% wt)	Hasil Pengamatan
1	0,1	Agak keruh
2	0,3	keruh
3	1,0	Sangat keruh

Uji kompatibilitas dilakukan pada konsentrasi larutan surfaktan 0,1; 0,3; dan 1,0 % (% wt), pemilihan variasi konsentrasi tersebut bertujuan untuk mewakili konsentrasi surfaktan yang rendah. Karena diharapkan diperoleh nilai IFT pada kisaran  $10^{-3}$  dyne/cm pada konsentrasi surfaktan yang rendah, sehingga selain injeksi ke dalam *reservoir* efektif, karena nilai IFT surfaktan rendah ( $10^{-3}$  dyne/cm), biaya injeksi ke dalam *reservoir* dapat lebih ekonomis.

Hasil uji kompatibilitas pada Tabel 4.4 memperlihatkan hasil pengamatan terhadap setiap larutan surfaktan membentuk larutan yang keruh, dengan tingkat kekeruhan yang semakin meningkat seiring dengan bertambahnya konsentrasi surfaktan. Hal ini lebih jelas dapat dilihat pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6. Uji kompatibilitas surfaktan MES

Gambar 4.6 menunjukkan bahwa peningkatan konsentrasi surfaktan menyebabkan larutan surfaktan semakin keruh tetapi tidak menimbulkan endapan atau gumpalan. Pencampuran surfaktan dengan air formasi akan terbentuk tiga jenis larutan :

- Larutan sempurna, terbentuk campuran yang jernih, 1 fasa.
- Koloid, terbentuk campuran yang terlihat keruh, 1 fasa.

- Suspensi, terbentuk campuran 2 fasa, liquid dan padatan dimana butiran/gumpalan terlihat sangat jelas.

Pada uji kompatibilitas diharapkan campuran yang terbentuk adalah larutan sempurna atau koloid, sedangkan suspensi sangat tidak diharapkan karena dikhawatirkan akan terjadi penyumbatan pada saat larutan surfaktan diinjeksikan ke dalam batuan. Berdasarkan hasil uji kompatibilitas, maka disimpulkan bahwa surfaktan MES ini kompatibel terhadap air formasi tersebut, karena pada hasil uji ini tidak menunjukkan adanya endapan atau gumpalan yang dapat menimbulkan penyumbatan pada batuan *reservoir*.

#### 4.4.2. Uji Pengukuran Tegangan Antar Muka / IFT

Tegangan antar muka atau IFT merupakan parameter yang sangat penting untuk menentukan apakah suatu jenis surfaktan bagus atau tidak sebagai *injection chemical* pada proses EOR. Pengukuran IFT dilakukan menggunakan alat *Spinning Drop Interfacial Tensiometer*. Lampiran 7 memperlihatkan alat yang digunakan untuk mengukur IFT. Hasil uji pengukuran IFT ditunjukkan pada Tabel 4.5.

Tabel 4.5. Hasil uji pengukuran tegangan antar muka / IFT surfaktan MES

No.	Konsentrasi surfaktan (%wt)	IFT (dyne / cm)
1	0,1	$1,47 \cdot 10^{-1}$
2	0,3	$3,68 \cdot 10^{-2}$
3	0,5	$3,52 \cdot 10^{-2}$
4	0,7	$3,17 \cdot 10^{-2}$
5	1,0	$3,07 \cdot 10^{-2}$

Uji pengukuran tegangan antar muka dilakukan pada konsentrasi larutan surfaktan 0,1; 0,3; 0,5; 0,7; dan 1,0 % (% wt), pemilihan variasi konsentrasi tersebut bertujuan untuk mewakili konsentrasi surfaktan yang rendah, yaitu pada konsentrasi. Karena diharapkan diperoleh nilai IFT pada kisaran  $10^{-3}$  dyne/cm pada konsentrasi surfaktan yang rendah, sehingga selain injeksi ke dalam

*reservoir* efektif, karena nilai IFT surfaktan rendah ( $10^{-3}$  dyne/cm), biaya injeksi ke dalam *reservoir* dapat lebih ekonomis.

Hasil uji pengukuran IFT yang ditunjukkan pada Tabel 4.5, nilai IFT larutan surfaktan MES dapat mencapai  $10^{-2}$  dyne/cm pada konsentrasi surfaktan 0,3; 0,5; 0,7; dan 1,0 %. Jika dibandingkan dengan nilai IFT ME seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.6, nilai IFT MES menunjukkan hasil yang lebih rendah, seperti yang diharapkan pada penelitian ini. Ini merupakan hasil yang menggembirakan, dengan demikian diharapkan surfaktan ini dapat efektif dalam meningkatkan % *oil recovery*. Surfaktan dapat dikatakan efektif dalam meningkatkan % *oil recovery*, surfaktan harus mampu menurunkan IFT sampai  $10^{-3}$  dyne/cm (Rosen, 2004). Larutan surfaktan MES mampu mencapai IFT sampai  $10^{-3}$  dyne/cm dapat diusahakan dengan lebih mengoptimalkan proses pembuatan surfaktan MES, sehingga surfaktan MES ini efektif dalam meningkatkan % *oil recovery*.

Tabel 4.6. Hasil uji pengukuran tegangan antar muka / IFT ME

No.	Konsentrasi ME (%)	Nilai IFT (dyne/cm)
1	0,1	11,10
2	0,5	10,32
3	1,0	6,25
4	2,0	4,56
5	4,0	2,78

#### 4.4.3. Uji *Thermal Stability*

Uji *thermal stability* dimaksudkan untuk mengetahui pengaruh panas terhadap kinerja surfaktan. Diharapkan kinerja surfaktan tidak terpengaruh (menurun) karena pemanasan. Uji ini terdiri dari 2 macam, yaitu uji kualitatif dan kuantitatif.

Uji kualitatif dilakukan dengan mengamati perubahan yang terjadi pada larutan, sedangkan uji kuantitatif pada penelitian ini dilakukan dengan pengukuran IFT setelah dilakukan pemanasan selama 7 hari. Hasil pengamatan diharapkan pada larutan tidak terbentuk gumpalan/butiran, sedangkan nilai IFT diharapkan tetap stabil (rendah) atau menurun. Gambar 4.7 menunjukkan uji

kualitatif terhadap larutan sebelum dilakukan pemanasan dan setelah dilakukan pemanasan. Pemanasan dilakukan pada suhu sesuai dengan suhu *reservoir*. Pada penelitian ini air formasi yang dipakai berasal dari sumur lapangan Ogan, maka suhu pemanasan sesuai dengan suhu sumur lapangan Ogan yaitu 70 °C. Gambar 4.7 menunjukkan bahwa sebelum dan setelah dilakukan pemanasan, larutan surfaktan tidak memperlihatkan adanya butiran atau gumpalan dan juga endapan.

Sedangkan hasil uji *thermal stability* kuantitatif terhadap larutan sebelum dilakukan pemanasan dan setelah dilakukan pemanasan disajikan dalam Tabel 4.7. Uji stabilitas termal kualitatif dilakukan pada konsentrasi larutan surfaktan 0,1; 0,3; 0,5; 0,7; dan 1,0 % (%wt), pemilihan variasi konsentrasi tersebut bertujuan untuk mewakili konsentrasi surfaktan yang rendah, yaitu pada konsentrasi surfaktan  $\leq 1,0$  %. Karena diharapkan diperoleh nilai IFT pada kisaran  $10^{-3}$  dyne/cm pada konsentrasi surfaktan yang rendah, sehingga biaya injeksi ke dalam *reservoir* dapat lebih ekonomis.



Gambar 4.7. Uji *thermal stability* kualitatif terhadap larutan surfaktan MES sebelum dan setelah dilakukan pemanasan

Nilai pengukuran IFT pada konsentrasi 0,1; 0,5; 0,7; dan 1,0 % (%wt) menghasilkan nilai IFT yang semakin menurun, hal ini memang yang diharapkan. Sedangkan nilai IFT larutan surfaktan pada konsentrasi 0,3 % mengalami peningkatan setelah dilakukan pemanasan, tetapi masih tetap dalam  $10^{-2}$  dyne/cm, hal ini dimungkinkan karena faktor teknis pada saat preparasi sampel sebelum dilakukan pengukuran IFT. Berdasarkan uji *thermal stability* secara kualitatif dan

kuantitatif maka dapat disimpulkan surfaktan MES tahan terhadap panas. Sehingga diharapkan kinerja surfaktan tetap baik, tidak terpengaruh oleh pemanasan.

Tabel 4.7. Uji *thermal stability* kuantitatif terhadap larutan surfaktan MES sebelum dan setelah dilakukan pemanasan

No.	Konsentrasi surfaktan MES (%)	Tegangan antarmuka sebelum pemanasan (dyne/cm)	Tegangan antarmuka setelah pemanasan (dyne/cm)
1	0,1	$1,47.10^{-1}$	$1,29.10^{-1}$
2	0,3	$3,68.10^{-2}$	$7,78.10^{-2}$
3	0,5	$3,52. 10^{-2}$	$3,09. 10^{-2}$
4	0,7	$3,17. 10^{-2}$	$2,53. 10^{-2}$
5	1,0	$3,07.10^{-2}$	$2,20.10^{-2}$

#### 4.4.4. Uji Kelakuan Fasa

Uji kelakuan fasa dilakukan dengan cara mencampurkan larutan surfaktan dengan minyak dari lapangan Ogan dengan komposisi tertentu dalam suatu *vial glass*, kemudian dihomogenkan dan dilakukan pemanasan pada suhu  $70^{\circ}\text{C}$  selama 7 hari. Hasil uji kelakuan fasa ditunjukkan oleh Gambar 4.8.



Gambar 4.8. Hasil uji kelakuan fasa

Larutan surfaktan yang dilakukan uji kelakuan fasa adalah larutan surfaktan yang memberikan nilai IFT mencapai  $10^{-2}$  dyne/cm, pada uji ini diwakilkan oleh konsentrasi 0,3 dan 1,0 %. Gambar 4.8 menunjukkan bahwa

larutan surfaktan dan minyak membentuk 2 fasa. Hal ini menunjukkan bahwa surfaktan dapat digunakan untuk rancangan fluida injeksi yang merupakan sistem pendesakan tak terbaaur (*immiscible displacement*) pada proses EOR.

#### 4.5. Struktur MES Produk Reaksi Pembuatan MES dengan Bahan Metil Ester dari CPO dengan Agen Pensulfonasi $H_2SO_4$

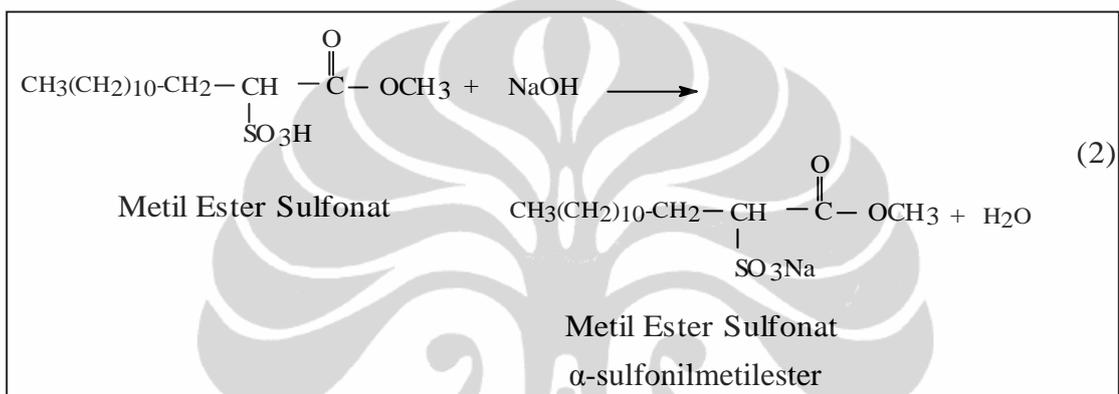
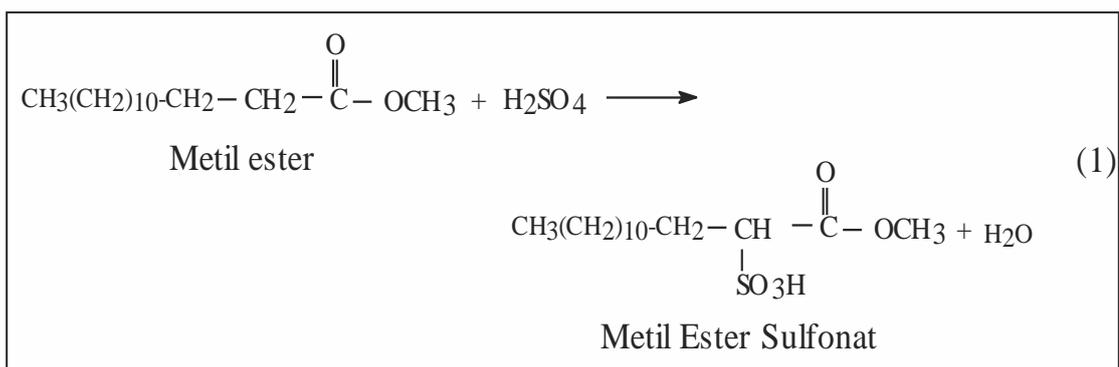
Pada tahap ini belum bisa secara pasti dapat menentukan struktur produk MES yang diperoleh tapi hanya perkiraan struktur senyawa MES. Perkiraan struktur MES dilakukan dengan cara merujuk pada hasil para peneliti MES sebelumnya. Adapun struktur MES yang diperoleh para peneliti sebelumnya ditunjukkan pada Gambar 2.5, 2.10, 2.11, dan 2.14. Hasil uji dengan spektrofotometer infra merah menunjukkan bahwa produk mempunyai gugus fungsi yang mencirikan suatu ester seperti ditunjukkan dalam Gambar 4.4. Berdasarkan komposisi asam lemak yang terdapat dalam bahan awal, maka senyawa metil ester yang ada dalam bahan awal adalah:

- $CH_3(CH_2)_{12}CO_2CH_3$ , metil ester miristat
- $CH_3(CH_2)_{14}CO_2CH_3$ , metil ester palmitat
- $CH_3(CH_2)_{16}CO_2CH_3$ , metil ester stearat
- $CH_3(CH_2)_7CH=CH(CH_2)_7CO_2CH_3$ , metil ester oleat
- $CH_3(CH_2)_4CH=CHCH_2CH=CH(CH_2)_7CO_2CH_3$ , metil ester linoleat

Reaksi metilester-metilester yang ada dalam bahan awal dengan  $H_2SO_4$  sebagai agen pensulfonasi dan perkiraan struktur MES ditunjukkan pada reaksi-reaksi pada sub bab berikut ini.  $H_2SO_4$  dapat bertindak sebagai agen pensulfonasi, hal ini ditunjukkan pada Gambar 2.6 dan 2.7.

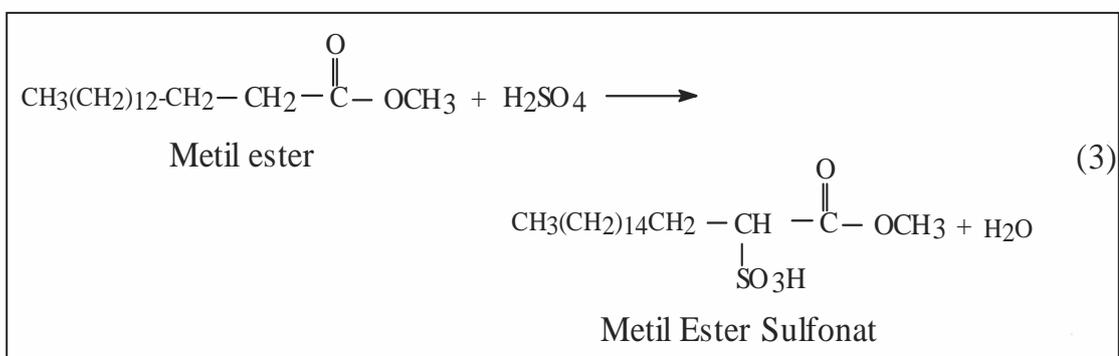
##### 4.5.1. Metil Ester Miristat, $CH_3(CH_2)_{12}CO_2CH_3$

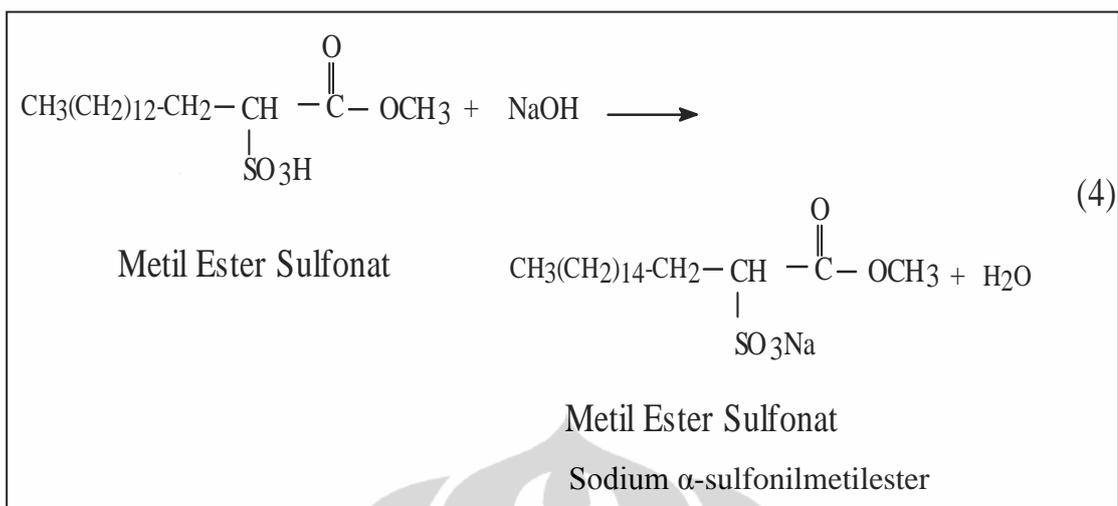
Metil ester miristat disulfonasi dengan asam sulfat dapat dihasilkan produk MES. Produk yang diperoleh dapat bereaksi dengan NaOH menghasilkan MES dalam struktur berbeda. Reaksi-reaksi tersebut ditunjukkan pada reaksi (1) dan (2).



#### 4.5.2. Metil Ester Palmitat, $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{CO}_2\text{CH}_3$

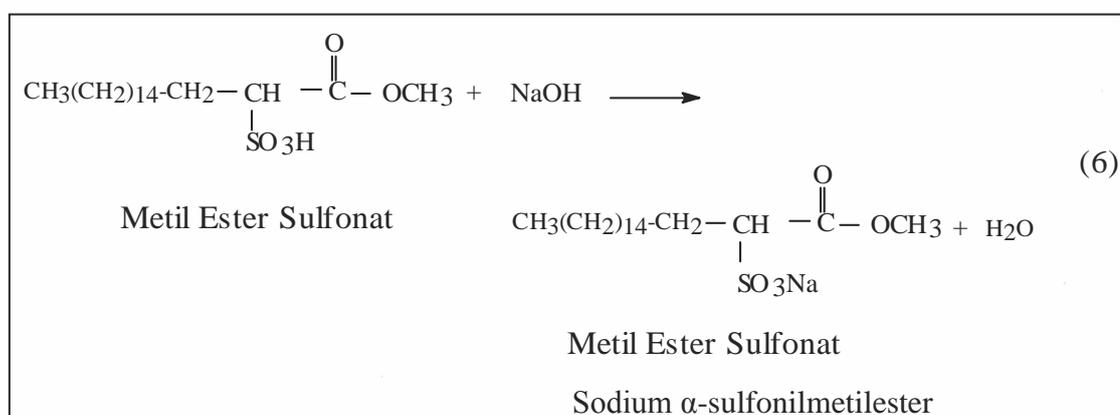
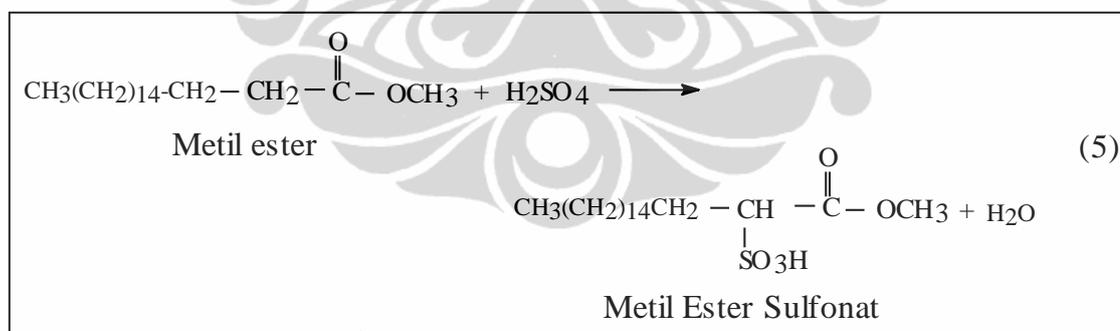
Metil ester palmitat disulfonasi dengan asam sulfat dapat dihasilkan produk MES. Produk yang diperoleh dapat bereaksi dengan NaOH menghasilkan MES dalam struktur berbeda. Reaksi-reaksi tersebut ditunjukkan pada reaksi (3) dan (4).





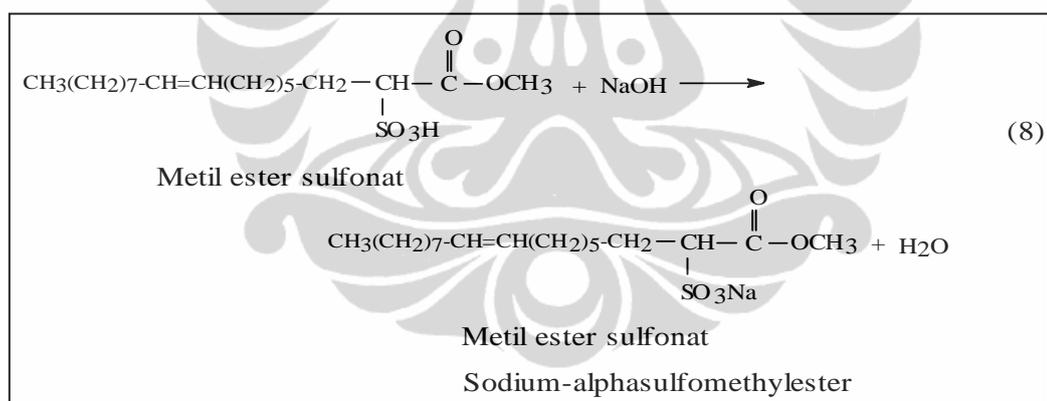
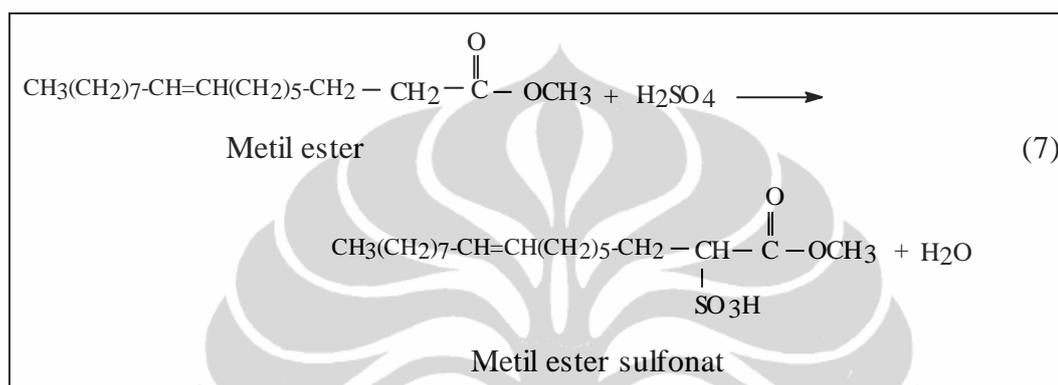
#### 4.5.3. Metil Ester Stearat, $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{CO}_2\text{CH}_3$

Metil ester stearat disulfonasi dengan asam sulfat dapat dihasilkan produk MES. Produk yang diperoleh dapat bereaksi dengan NaOH menghasilkan MES dalam struktur berbeda. Reaksi-reaksi tersebut ditunjukkan pada reaksi (5) dan (6).



#### 4.5.4. Metil Ester Oleat $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{CO}_2\text{CH}_3$

Metil ester oleat disulfonasi dengan asam sulfat dapat dihasilkan produk MES. Produk yang diperoleh dapat bereaksi dengan NaOH menghasilkan MES dalam struktur berbeda. Metil ester oleat merupakan metil ester tak jenuh sehingga dapat mengalami reaksi sulfonasi pada dua bagian yaitu pada  $\text{C}_\alpha$  dan ikatan rangkap. Reaksi-reaksi tersebut ditunjukkan pada reaksi (7) dan (8).



#### 4.5.5. Metil Ester Linoleat, $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_4\text{CH}=\text{CHCH}_2\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{CO}_2\text{CH}_3$

Metil ester linoleat disulfonasi dengan asam sulfat dapat dihasilkan produk MES. Produk yang diperoleh dapat bereaksi dengan NaOH menghasilkan MES dalam struktur berbeda. Metil ester linoleat merupakan metil ester yang dapat mengalami reaksi sulfonasi pada bagian  $\text{C}_\alpha$ . Reaksi-reaksi tersebut ditunjukkan pada reaksi (9) dan (10).



## BAB V

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1. Kesimpulan

Penjelasan fakta-fakta yang diperoleh dari penelitian dapat disajikan dalam beberapa butir kesimpulan sebagai berikut:

1. Pada penelitian ini pembuatan Metil Ester Sulfonat (MES) dengan bahan awal metil ester CPO dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  sebagai agen pensulfonasi berhasil dilakukan pada kondisi waktu reaksi optimum 1,5 jam dan konsentrasi metanol optimum 40 %.
2. Produk MES yang dihasilkan mampu mencapai nilai tegangan antarmuka / *interfacial tension* (IFT)  $3,68 \cdot 10^{-2}$ ;  $3,52 \cdot 10^{-2}$ ;  $3,17 \cdot 10^{-2}$ ; dan  $3,07 \cdot 10^{-2}$  dyne/cm pada konsentrasi surfaktan 0,3; 0,5; 0,7; dan 1,0 %.
3. Surfaktan MES produk reaksi pembuatan MES dengan bahan awal metil ester CPO dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  sebagai agen pensulfonasi dapat dipertimbangkan sebagai surfaktan untuk *enhanced oil recovery* (EOR) dengan pendesakan tak terbaaur untuk sumur lapangan Ogan.

#### 5.2. Saran

Berdasarkan pengamatan penulis selama penelitian dan penulisan laporan, terdapat beberapa hal yang menarik untuk dikaji lebih lanjut :

1. Perlu dilakukan analisis lebih lanjut terhadap produk MES ( $^{13}\text{C}$  NMR,  $^1\text{H}$  NMR) untuk menentukan struktur MES secara tepat.
2. Proses pembuatan MES perlu lebih dioptimalkan (dengan cara melakukan variasi mol reaktan, suhu, pH hasil proses penambahan NaOH), untuk mencapai surfaktan dengan nilai IFT pada kisaran  $10^{-3}$  dyne/cm.

## DAFTAR PUSTAKA

- Alamanda J. 2007. "Pembuatan Ester Metil dari CPO untuk surfaktan Flooding".  
<http://digilib.itb.ac.id/gdl.php?mod=search>.
- Amri Q. 2009. "Surfaktan Metil Ester Sulfonat Guna Meningkatkan Recovery Minyak Bumi". <http://infosawit.com/ids/teknologi.pdf>
- Clayden J, Greeves N, Warren S, Wothers P. 2001. "Organic Chemistry". Oxford University Press.
- Foster N.C. 1997. "Sulfonation and Sulfation Processes". [www.chemithon.com](http://www.chemithon.com),
- Hambali E., Rivai M., Suarsana P., Sugiharjo, zulchaidir E., Handoko H. 2009. "Surfaktan Metil Ester Sulfonat Guna Meningkatkan Recovery Minyak Bumi". [http://infosawit.com/ids/index.php?option=com\\_content&view=article&id=47&Itemid=56](http://infosawit.com/ids/index.php?option=com_content&view=article&id=47&Itemid=56)
- Hestuti E. 2009. Laporan Hasil Penelitian dan Pengembangan (litbang). Lemigas.
- Hidayati S, Ilim, Permadi P. 2008. "Optimasi Proses Sulfonasi untuk Memproduksi Metil Ester Sulfonat dari Minyak Sawit Kasar". Prosiding Seminar Nasional Sains dan Teknologi-II Universitas Lampung.
- Hovda. 1996. "Sulfonation of Fatty Acid Ester". United States Patent. 5.587.500.
- Rosen M. J. 2004. "Surfactant and Interfacial Phenomena". Third Edition. A John Wiley & Sons, Inc., Publication.
- Rosen M. J, Wang H., Shen P, and Zhu Y. 2005. "Ultralow Interfacial Tension For Enhanced Oil Recovery". Langmuir. 21. 3749-3736.

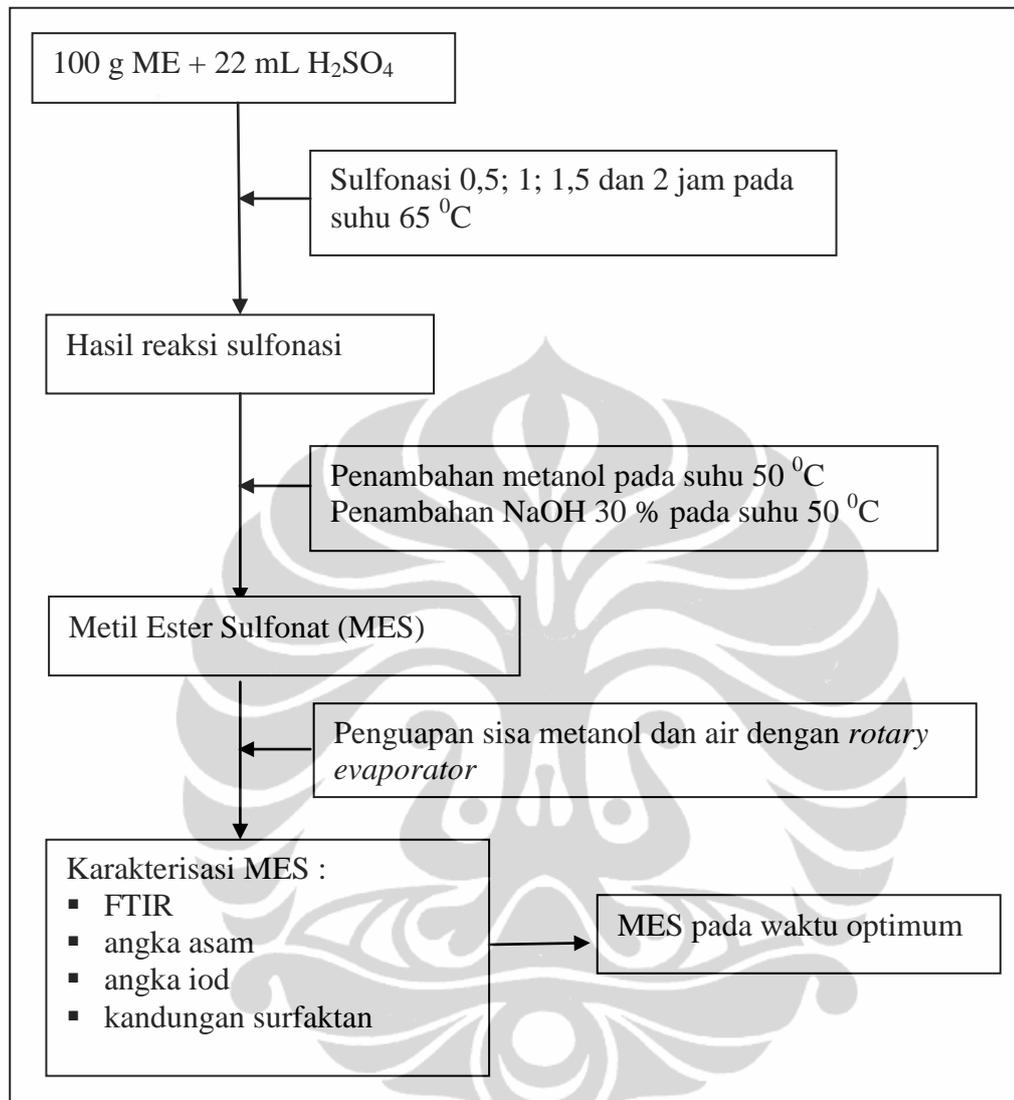
Sheats, W.B.; MacArthur, B.W. 2002. "Methyl Ester Sulfonate Products", The chemithon corporation. [www.chemithon.com](http://www.chemithon.com).

Soerawidjaja T.H 2006.. "Fondasi-Fondasi Ilmiah dan Keteknikan dari Teknologi Pembuatan Biodiesel". Handout Seminar Nasional "Biodiesel Sebagai Energi Alternatif Masa Depan".UGM Yogyakarta.

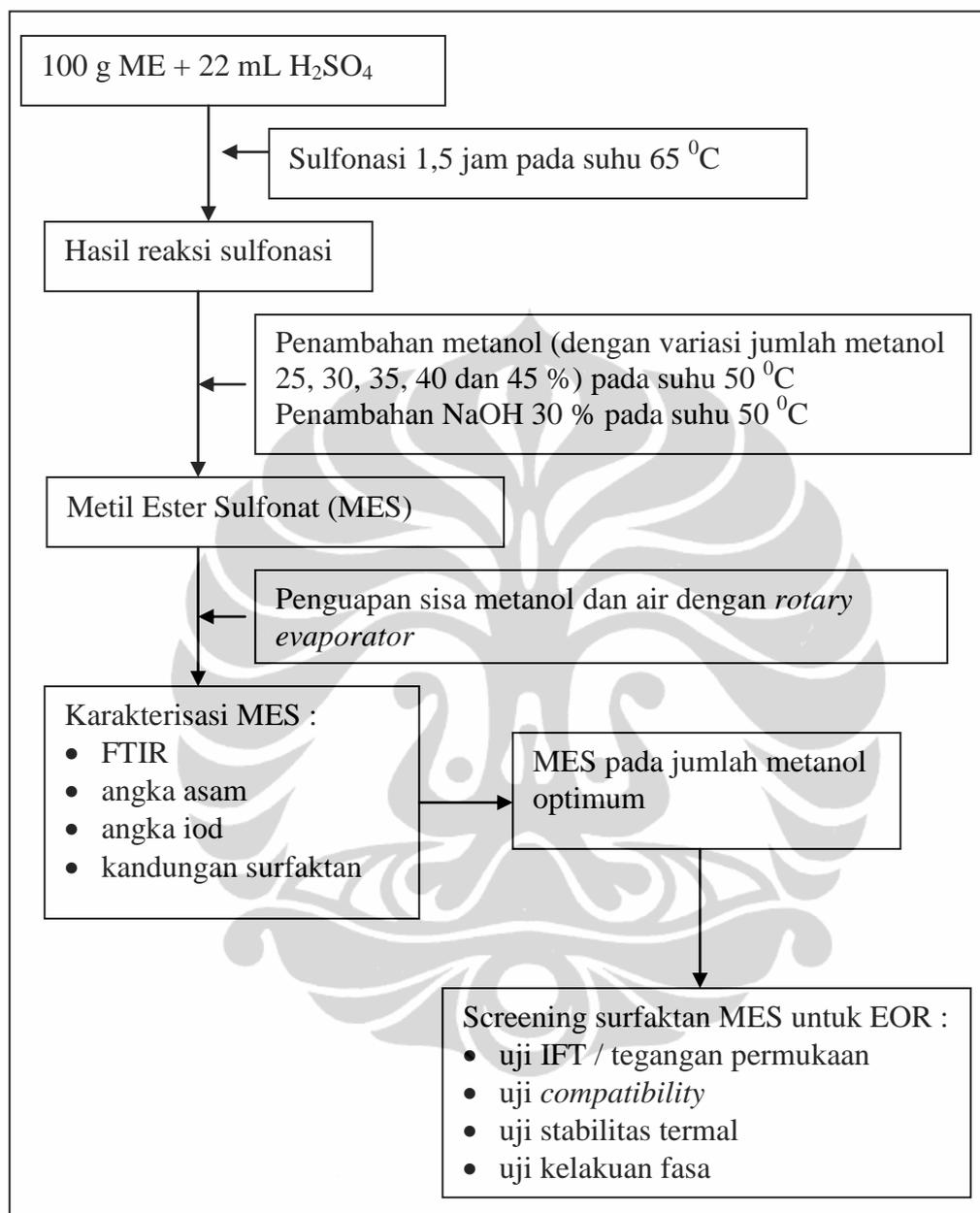
Vandeberg J.T; Anderson D.G., Dulfer J.K., Julian J. M., Scott R. W., Sutlif T. M., and vaickus M. J.. 1980. "An Infrared Spectroscopy Atlas for The Coatings Industry". Federation of Societies for Coatings Technology. Philadelphia.



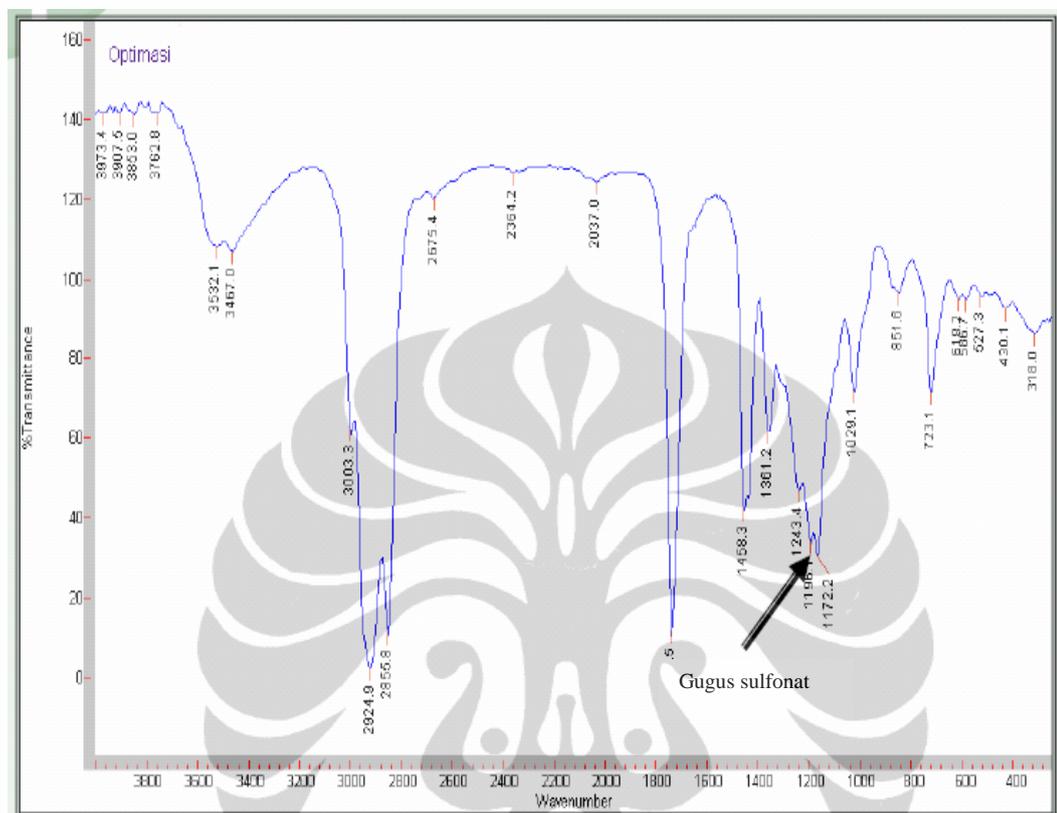
Lampiran 1. Diagram alir metode kerja pembuatan MES dengan variasi waktu.



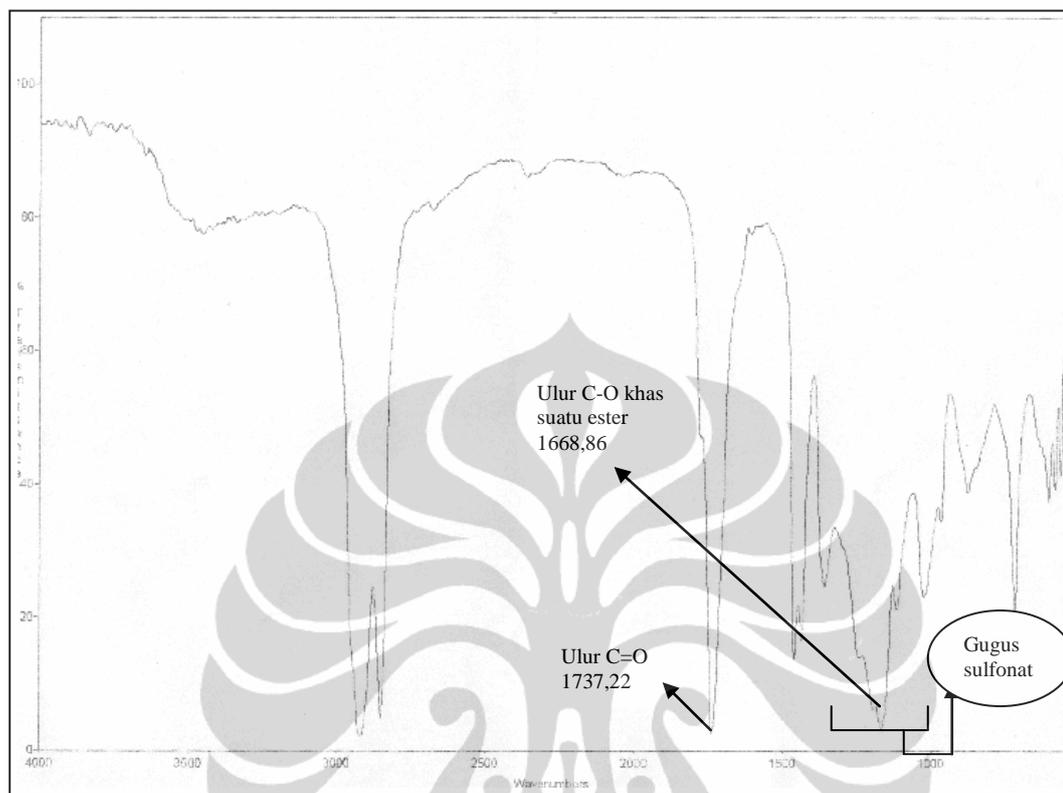
**Lampiran 2. Diagram alir metode kerja pembuatan MES dengan variasi jumlah metanol yang ditambahkan**



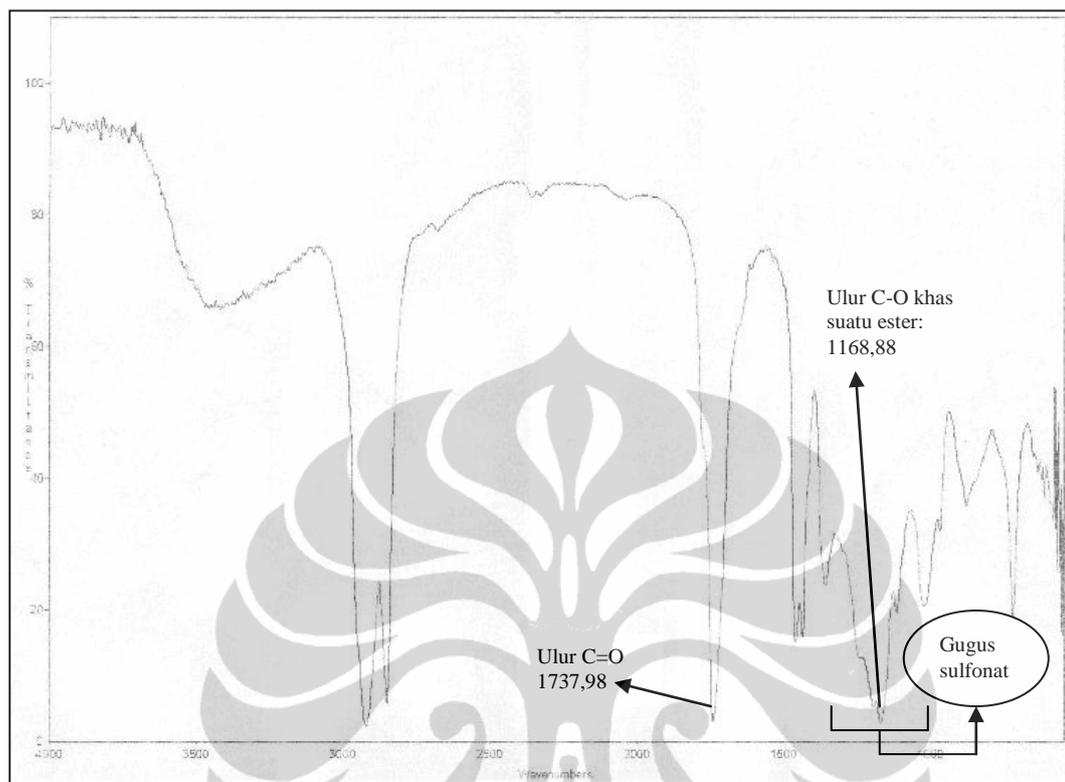
Lampiran 3. Spektrum MES hasil reaksi pembuatan MES dari bahan baku metil ester CPO dengan agen pensulfonasi  $\text{NaHSO}_4$  (Rivai, M. 2008)



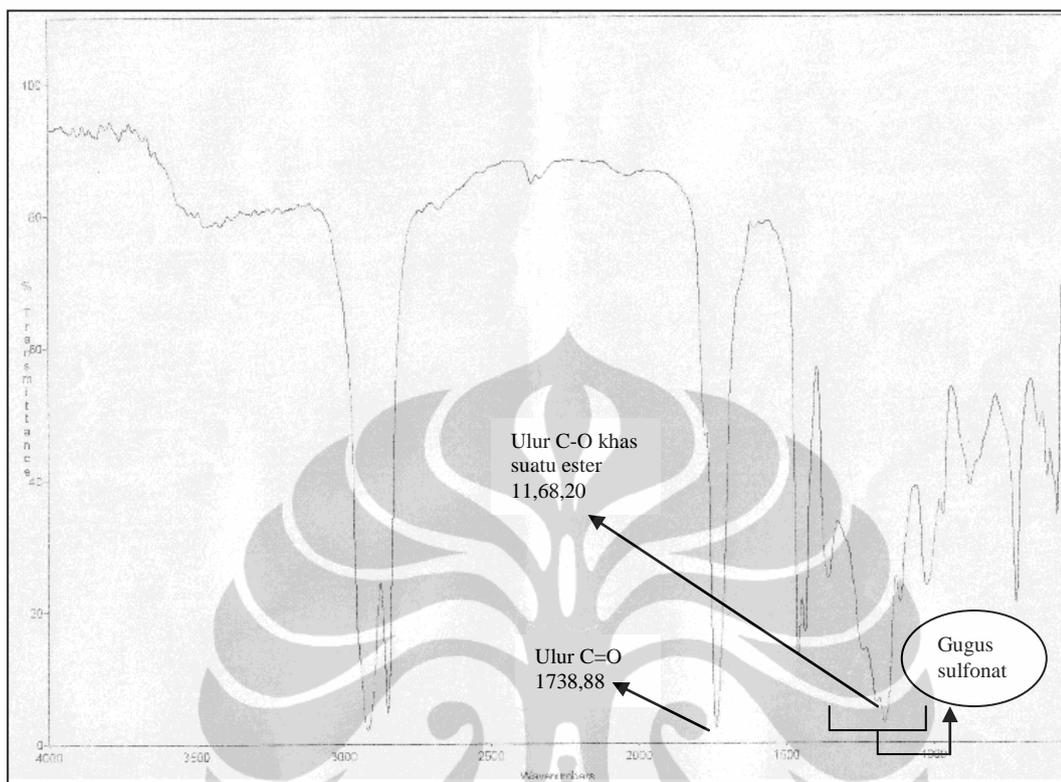
**Lampiran 4. Spektrum produk reaksi pembuatan MES pada variasi waktu  
0,5 jam**



### Lampiran 5. Spektrum produk reaksi pembuatan MES pada variasi waktu 1 jam



### Lampiran 6. Spektrum produk reaksi pembuatan MES pada variasi waktu 2 jam



**Lampiran 7. Gambar alat untuk mengukur IFT, *Spinning Drop Interfacial Tensiometer***

