

Bidang Ilmu : Pertanian

**LAPORAN PENELITIAN  
HIBAH BERSAING TAHUN KE-2**



**OPTIMASI PRODUKSI SURFAKTAN DARI CPO PARIT  
DAN MINYAK JELANTAH DARI SAWIT DAN UJI  
EFEKTIVITASNYA PADA PENDESAKAN MINYAK  
BUMI**

**Tim Pengusul:**

**Dr. Sri Hidayati, M.P, NIDN: 0030097102  
Prof. Pudji Permadi, M.Sc, NIDN: 0004035302**

**UNIVERSITAS LAMPUNG  
November 2014**

**HALAMAN PENGESAHAN**  
**RESEARCH PROPOSAL**

**Judul Kegiatan** : Optimal Produksi Surfaktan Urea/Cpa Berbasis Minyak Kelapa Dari Sweets Dan Uji Efektivitasnya Pada Pencegahan Minyak Bumi

**Kode/Nama Rumpun Ilmu** : 162 - Teknologi Hasil Pertanian

**Ketua Panitia** :  
A. Nama Lengkap : Dr. SRIHIDAYATI S.T.P.M.P.  
B. NIDN : 000097102  
C. Jabatan Fungsional : Lektor Kepala  
D. Program Studi : Teknologi Hasil Pertanian  
E. Nomor HP : 085841147709  
F. Surel (e-mail) : hidayati\_tpp@unlha.ac.id

**Anggota Panitia (1)** :  
A. Nama Lengkap : PUNDI PERMADI  
B. NIDN : 000405302  
C. Pekerjaan Tetap : Dosen Teknologi Rungtu  
D. Program Studi : P.3001  
E. No. : 1  
F. Biaya Penelitian Keseluruhan : Rp 123.000.000,00  
Biaya Tahun Berjalan :  
- disalurkan ke Dik. 1 Rp 20.000.000,00  
- dana internal PT Rp 0,00  
- dana institusi lain Rp 0,00  
- lainnya/saluran II



bandar Lampung, 4 - 11 - 2014,  
Ketua Panitia

(Dr. SRIHIDAYATI S.T.P.M.P.)  
NIDN/000097102



(Dr. Fery Adhiansyah)  
NIDN/0000103092041003

## **RINGKASAN**

### **OPTIMASI PRODUKSI SURFAKTAN DARI CPO PARIT DAN MINYAK JELANTAH DARI SAWIT DAN UJI FEKTIVITASNYA PADA PENDESAKAN MINYAK BUMI**

Sri Hidayati\*, Pudji Permadi\*\*

Limbah kelapa sawit merupakan salah satu bahan baku yang sangat potensial yang dapat dimanfaatkan untuk bahan baku pembuatan surfaktan untuk EOR (Enhanced Oil Recovery) pada minyak bumi. Salah satu limbah cair kelapa sawit tersebut adalah CPO parit, sedangkan limbah dari hasil penggorengan minyak sawit adalah jelantah. Diharapkan pemanfaatan dari kedua jenis limbah ini mampu menekan biaya produksi untuk bahan baku pembuatan surfaktan seperti metil ester sulfonat sehingga mampu bersaing dengan bahan baku lainnya.

Tujuan Penelitian Tahun Kedua adalah mengetahui pengaruh suhu, lama pemanasan, salinitas dan kesadahan terhadap ketahanan MES. Hasil penelitian menunjukkan bahwa peningkatan suhu pemanasan akan memperkecil peak gugus sulfonat, meningkatkan tegangan permukaan dan tegangan antar muka (IFT), menurunkan bilangan Iod, Bilangan asam dan mengurangi stabilitas emulsi. Konsentrasi MES terbaik untuk menghasilkan IFT terendah adalah 1% yaitu 1,806 dyne/cm, salinitas optimal terjadi pada 20.000 ppm NaCl dengan nilai IFT 0,0055 dyne/cm. Pemanasan pada suhu 80°C selama 30 hari dengan penambahan alkali Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 1% masih menghasilkan IFT 0,098 dyne/cm.

Kata Kunci: MES, thermal degradasi, salinitas

## **PRAKATA**

Puji syukur penulis panjatkan ke hadirat Tuhan yang Maha Esa, karena berkat tuntunan dan rahmatNya penulis dapat menyelesaikan laporan ini. Penulis mengucapkan banyak terimakasih kepada pihak yang membantu dalam pendanaan khususnya DP2M Dikti dan BOPTN Universitas Lampung.

Akhir kata tidak ada gading yang tak retak, dengan ini kami sangat bersenang hati menerima saran dan kritik yang membangun kesempurnaan laporan ini. Semoga karya ini bermanfaat bagi yang membaca dan peneliti surfaktan pada khususnya.

Bandar Lampung, November 2014

Penulis

## DAFTAR ISI

### HALAMAN

1. Pendahuluan .....	9
2. Tinjauan Pustaka.....	14
3. Tujuan dan Manfaat Penelitian.....	20
4. Metode Penelitian.....	21
5. Hasil dan Pembahasan.....	29
6. Rencana Tahapan berikutnya.....	49
7. Kesimpulan.....	50
Daftar Pustaka.....	51
Lampiran.....	53

## DAFTAR TABEL

### HALAMAN

1. Tabel roadmap penelitian.....	17
2. Hasil analisis degradasi MES.....	32
3. Hasil uji komabilitas.....	43

## DAFTAR GAMBAR

### HALAMAN

1. Skema kegiatan yang akan dikerjakan.....	22
2. Analisis gugus sulfonat pada Metil Ester Sulfonat dari metil ester CPO yang diuji dengan menggunakan FTIR.....	29
3. Analisis gugus sulfonat pada hasil degradasi MES dari metil ester yang dipanaskan pada suhu 120 <sup>0</sup> C selama 8 dan 56 jam yang diuji dengan menggunakan FTIR .....	30
4. Analisis gugus sulfonat pada hasil degradasi MES dari metil ester yang dipanaskan pada suhu 150 <sup>0</sup> C selama 8 dan 56 jam yang diuji dengan menggunakan FTIR .....	31
5. Analisis gugus sulfonat pada hasil degradasi MES dari metil ester yang dipanaskan pada suhu 180 <sup>0</sup> C selama 8 dan 56 jam yang diuji dengan menggunakan FTIR .....	32
6. Pengaruh lama pemanasan terhadap IFT .....	34
7. Pengaruh suhu dan lama pemanasan terhadap stabilitas MES CPO .....	35
8. Pengaruh suhu dan lama pemanasan terhadap stabilitas MES jelantah .....	35
9. Pengaruh suhu dan lama pemanasan terhadap bilangan iod MES CPO.....	37
10. Pengaruh suhu dan lama pemanasan terhadap stabilitas MES CPO.....	37
11. Pengaruh suhu dan lama pemanasan terhadap bilangan iod MES jelantah ..	38
12. Pengaruh suhu dan lama pemanasan terhadap bilangan asam MES CPO ...	39
13. Pengaruh suhu dan lama pemanasan terhadap tegangan permukaan MES ..	41
14. Pengaruh suhu dan lama pemanasan terhadap tegangan permukaan MES jelantah.....	41
15. Pengaruh konsnetrasi MES terhadap IFT.....	44
16. Pengaruh konsentrasi alkali terhadap IFT MES.....	45
17. Pengaruh lama waktu simpan terhadap IFT MES yang dipanaskan.....	46
18. Pengaruh konsentrasi NaCl terhadap IFT MES.....	47

## DAFTAR LAMPIRAN

### HALAMAN

1. Instrumen .....	55
2. Personalai tenaga peneliti beserta kualifikasinya.....	56
3. Publikasi .....	65



## BAB 1. PENDAHULUAN

Surfaktan merupakan suatu bahan yang dapat mengubah atau memodifikasi tegangan permukaan dan antarmuka antara fluida yang tidak saling larut (Unisource canada, 2005; Scharamm, 2000; Salager, 2002; Particle Engineering Research Center, 2005). Hal ini membuat surfaktan banyak digunakan industri perminyakan untuk mendesak minyak bumi/*enhanced oil recovery* (EOR). Kebutuhan surfaktan pada industri di Indonesia pada tahun 2005 mencapai 719.000 Metrik Ton ( Hadisubroto, 2005) dan sepenuhnya merupakan produk impor.

Penelitian mengenai proses produksi MES dari minyak inti sawit sudah dilakukan oleh Hidayati (2006), dan minyak jarak (Hidayati *dkk.*, 2009) menggunakan reaktan  $\text{NaHSO}_3$  dengan karakteristiknya serta uji pada pendesakan minyak bumi mampu merecovery minyak bumi sebesar 72%. Hasil optimasi MES pada Tahun I dengan bahan baku dari metil ester minyak jelantah menunjukkan bahwa kondisi proses yang terbaik terjadi pada penggunaan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  80% dan lama reaksi 90 menit. Karakteristik MES yang dihasilkan yaitu nilai tegangan permukaan 27,35 dyne/cm, stabilitas emulsi 89,44%, bilangan asam 17,72%, nilai IFT pada konsentrasi MES 0,1% sebesar 4,81 dyne/cm, konsentrasi MES 0,5% sebesar 2,68%, konsentrasi MES 1% sebesar 0,1149 dyne/cm dan konsentrasi 2% sebesar 0,0361 dyne/cm dengan menggunakan air formasi pada salinitas 10.000 ppm dan memiliki IFT yang lebih kecil dibanding surfaktan komersial. Penambahan asam sulfat sebesar 120 ml pada lama reaksi 75 menit menghasilkan tegangan permukaan 34,67 dyne/cm, stabilitas emulsi 54,11% dan berat jenis 1,34 g/ml. Pemberian asam peroksida pada konsentrasi 11% menghasilkan karakteristik terbaik yaitu nilai tegangan permukaan 34,57 dyne/cm, stabilitas emulsi 56,37%, berat jenis 1,39 g/ml dan warna 4,22 (agak putih).

Berdasarkan hasil penelitian Tahun I, MES yang dihasilkan memiliki potensi untuk dimanfaatkan sebagai surfaktan flooding sehingga perlu dikaji ketahanannya terhadap suhu, lama pemanasan, salinitas dan kesadahan. Diharapkan pada penelitian ini MES dengan menggunakan bahan baku minyak jelantah dan CPO parit dengan reaktan aktif diharapkan memiliki ketahanan terhadap suhu, salinitas dan kesadahan yang baik mampu sehingga menghasilkan recovery minyak bumi yang tinggi.

## 1.2 Tujuan Khusus

Secara rinci tujuan khusus penelitian adalah:

1. Mengetahui karakteristik surfaktan metil ester sulfonat yang dihasilkan pada kondisi optimum.
2. Mengetahui kinerja surfaktan MES yang dihasilkan pada kondisi optimum akibat pengaruh salinitas, suhu, kesadahan air pada konsentrasi MES yang berbeda.

## 1.3 Keutamaan Penelitian

Peningkatan harga minyak bumi dunia tahun 2012 mencapai \$120 perbareel menyebabkan kemungkinan terjadi krisis energi terutama jika tidak ditemukan cadangan minyak baru (Kompas, 2012). Sisa minyak di dalam pori-pori batuan masih 70% yang harus diambil dengan teknologi EOR. *Enhanced Oil Recovery* (EOR) merupakan tahap akhir proses produksi suatu reservoir minyak yaitu apabila produksi minyak sudah dilakukan dengan proses *primary* dan *secondary recovery*, maka minyak yang tersisa harus dikuras dengan metode EOR. Tujuan dari EOR adalah meningkatkan perolehan minyak dengan mengubah sifat fisik batuan/fluida agar minyak sisa yang terperangkap dalam pori-pori batuan reservoir dapat dialirkan kepermukaan (Siregar *dkk.*, 1999). Penurunan tekanan di dalam reservoir, viskositas yang meningkat dan besarnya tegangan antar muka menyebabkan minyak sulit untuk keluar dari pori-pori batuan. Surfaktan yang diinjeksikan ke dalam reservoir minyak bumi (*surfactant flooding*) akan menurunkan tegangan antar muka (IFT) minyak air yang kemudian akan mengurangi tekanan kapiler pada daerah penyempitan pori-pori sehingga minyak yang tertinggal sesudah proses *water flooding* dapat diproduksi. Untuk menurunkan bilangan kapiler diperlukan penurunan IFT dari nilai normal IFT minyak/air 30 dyne/cm menjadi  $10^{-2}$  dyne/cm.

Metil Ester Sulfonat (MES) merupakan salah satu surfaktan anionik yang dibuat dari minyak nabati maupun hewani dan berfungsi sebagai bahan aktif penurun tegangan permukaan yang banyak dimanfaatkan dalam berbagai macam industri seperti industri makanan, minuman, sabun, deterjen, kosmetika dan industri perminyakan.

Jenis surfaktan yang banyak digunakan untuk industri perminyakan adalah surfaktan berbasis petroleum. Kelemahan surfaktan berbasis petroleum adalah bahan baku yang bersifat tidak dapat diperbaharui, harga mahal, tidak tahan pada kesadahan yang tinggi dan sulit didegradasi oleh mikroba sehingga tidak ramah lingkungan. Keunggulan yang dimiliki surfaktan MES dibandingkan surfaktan berbasis petroleum yaitu dapat dibuat dari minyak nabati yang bersifat renewable, murah, lebih ramah lingkungan, secara alami mudah didegradasi dan memiliki sifat deterjensi yang baik walaupun digunakan pada air dengan tingkat kesadahan dan salinitas yang cukup tinggi.

Salah satu minyak nabati yang potensial dan belum dimanfaatkan untuk bahan baku pembuatan surfaktan yakni biodiesel adalah minyak jelantah dan CPO parit dari minyak sawit (Sugiyono, 2010; Suarna, 2010). Pada tahun 2005 Indonesia memiliki 360 pabrik CPO dengan produksi sebesar 11,6 juta ton dengan limbah cair (CPO parit) sebanyak 0,355 juta ton. Limbah tersebut memiliki kandungan BOD sebesar 25.000 mg/l dan pH 4,2 sehingga berbahaya jika langsung dibuang ke sungai (Afrizal, 2007; Nugroho, 2010; Prihandaka *dkk.*, 2007). Perkiraan jika limbah tersebut diolah menjadi MES akan menghasilkan 7,093 juta liter MES pertahun sehingga diharapkan Indonesia tidak lagi mengimpor surfaktan anionik untuk kepentingan industrinya. Komposisi CPO parit maupun minyak jelantah tidak jauh berbeda dengan CPO sawit.

Kandungan asam lemak penyusun minyak minyak jelantah dan CPO parit diantaranya terdiri dari oleat 32,192%, dan linoleat 5,022% (Sidjabat, 2004). Kandungan asam lemak berikatan rangkap ini hampir mendekati kandungan asam lemak minyak pada CPO seperti oleat 39- 45 %, linoleat 7- 11% (Hidayati, 2006). Keadaan ini menunjukkan bahwa minyak minyak jelantah dan CPO parit diharapkan akan memberikan hasil relatif sama dengan MES yang dihasilkan dari bahan baku minyak CPO.

Berdasarkan hal tersebut diatas maka untuk menghasilkan MES yang memiliki kinerja yang cocok untuk EOR perlu dilakukan suatu kajian perancangan proses produksi MES menggunakan pereaktan  $H_2SO_4$  yang meliputi optimasi proses sulfonasi dimana yang diteliti adalah berapa konsentrasi  $H_2SO_4$  dan lama reaksi yang terbaik yang menghasilkan MES dengan karakteristik yang cocok untuk digunakan sebagai surfaktan pada EOR dengan bahan baku dari minyak minyak jelantah dan CPO parit.

Hasil penelitian Tahun I menunjukkan bahwa kondisi proses sulfonasi terbaik

terdapat pada konsentrasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  80% dan lama reaksi 90 menit. Karakteristik Metil Ester Sulfonat (MES) terbaik yang dihasilkan memperlihatkan nilai tegangan permukaan 27,35 dyne/cm, stabilitas emulsi 89,44 %, nilai bilangan asam antara 17,72 mg KOH/g dan nilai tegangan antar muka pada konsentrasi MES 2% yaitu 0,0361 dyne/cm. Berdasarkan hasil penelitian Tahun I, MES yang dihasilkan memiliki potensi untuk dimanfaatkan sebagai surfaktan flooding sehingga perlu dikaji ketahanannya terhadap suhu, lama pemanasan, salinitas dan kesadahan.

Hasil penelitian Hidayati (2006) menunjukkan bahwa penggunaan MES dari minyak inti sawit pada konsentrasi 1% dengan salinitas 20.000 ppm menghasilkan IFT  $2,3^{-3}$  dyne/cm, sedangkan penggunaan MES dari minyak jarak pagar pada konsentrasi 1%, kesadahan 20.000 ppm mampu merecovery minyak >78% pada batuan dengan porositas 20,487% dan permeabilitas 788,376 mD (Hidayati *dkk.*, 2009), sehingga diharapkan MES dari minyak jelantah dan CPO parit dengan reaktan aktif dapat digunakan sebagai *surfactant flooding* dalam EOR yang lebih tinggi.

Faktor-faktor yang mempengaruhi nilai IFT adalah konsentrasi surfaktan, kesadahan, salinitas dan suhu. Hasil penelitian Mac Arthur *dkk.*, (1998) menunjukkan bahwa MES  $\text{C}_{16-18}$  yang dibuat melalui proses sulfonasi gas memiliki ketahanan terhadap kesadahan ( $\text{Ca}^{++}$  dan  $\text{Mg}^{++}$ ) dibandingkan surfaktan Alkil Olefin Sulfonat, Alkohol Sulfat dan Linier Alkil Sulfonat. MES dengan kesadahan sampai 300 ppm mampu mempertahankan daya deterjensi dari 90% menjadi 80% sedangkan alkohol sulfat turun menjadi 73%, dan linier alkil sulfonat menjadi 55%. Daya deterjensi ini berkorelasi dengan tegangan permukaan dan tegangan antar muka.

Salinitas memegang peranan penting dalam proses EOR. Pada kondisi salinitas rendah, surfaktan lebih larut dalam air sedangkan pada salinitas yang lebih tinggi surfaktan lebih larut dalam minyak. Mikroemulsi dihasilkan pada fasa *intermediate salinities* yakni terjadi keseimbangan antara fasa minyak dan air yang menghasilkan nilai IFT yang rendah ([www.oil.com/EOR/eor.html](http://www.oil.com/EOR/eor.html).13k, Paul dan Moulik, 2001, Ashayer -soltani, 1999). Selain itu, aplikasi surfaktan untuk EOR dipengaruhi oleh ketidakstabilan surfaktan pada suhu tinggi. Suhu yang tinggi akan mengubah sistem surfaktan dan memecah sistem tersebut (Sampath *dkk.*, 2003). Secara umum, surfaktan dari golongan sulfonat lebih tahan terhadap suhu dibandingkan dengan surfaktan dari golongan sulfat (Hu dan Tuvell, 1988). Berdasarkan data-data di atas perlu dilakukan

penelitian lebih lanjut tentang pengaruh konsentrasi, salinitas, kesadahan dan ketahanan panas terhadap kinerja MES yang dihasilkan agar dapat diaplikasikan sebagai surfaktan untuk proses pendesakan minyak bumi (EOR). MES merupakan surfaktan anionik yang bermuatan negatif dan cocok untuk batuan/*core* yang mengandung silikat (kuarsa) yang juga bermuatan negatif sehingga tidak akan saling mengikat. Untuk itu perlu dilakukan penelitian mengenai konsentrasi surfaktan yang mampu menghasilkan recovery minyak paling tinggi dengan berbagai jenis core (batuan) yang memiliki porositas dan permeabilitas berbeda.

Hasil temuan diharapkan dapat diterapkan pada industry pengeboran minyak bumi dan deterjen karena MES merupakan salah satu surfaktan anionik yang memiliki potensi yang baik ditinjau dari kemampuan menurunkan tegangan antarmuka dan ketahanannya terhadap salinitas dan kesadahan yang tinggi serta bersifat biodegradable dan diharapkan dapat menekan biaya produksi bahan baku pembuatan MES dengan memanfaatkan limbah sebagai bahan baku MES.

## **BAB II. TINJAUAN PUSTAKA**

### **3.1 Pengaruh Suhu, Salinitas, Kesadahan dan Konsentrasi Terhadap Kinerja metil Ester Sulfonat**

Kinerja yang paling utama surfaktan adalah kemampuan menurunkan tegangan antarmuka (IFT) dan stabilitas emulsi. Surfaktan yang mampu membentuk mikroemulsi memiliki sifat karakteristik seperti memiliki harga IFT yang rendah dan memiliki kapasitas untuk melarutkan antara minyak dan air. Kestabilan mikroemulsi dipengaruhi oleh salinitas, zat aditif, kesadahan, suhu dan tekanan (Gomma, 2003). Stabilitas termodinamik dari mikroemulsi dilaporkan oleh Ruckenstein dan Chi (1990) yang menyatakan bahwa energi untuk membentuk mikroemulsi berkisar  $10^{-2} - 10^{-3}$  mN/m .

Proses pendesakan minyak bumi dengan menggunakan surfaktan sebagai *microemulsions flooding* sudah lama digunakan. Minyak yang terjebak didalam reservoir memiliki IFT yang sangat tinggi yaitu 20-25 mN/m antara minyak dan *reservoir brine*, jika IFT diturunkan menjadi  $10^{-2}$  mN/m maka fraksi minyak dalam

residual oil dalam porous media yang terjebak dapat dimobilisasi/didesak (Gilje, *dkk.*, 1992, Baviere *dkk.*, 1995).

Faktor-faktor yang mempengaruhi nilai IFT adalah kesadahan, salinitas dan suhu. Pada konsentrasi yang memadai, surfaktan yang awalnya merupakan elektrolit biasa, mulai membentuk asosiasi antar molekul/micelles. Kesadahan yang berhubungan dengan keberadaan kation di dalam air khususnya ion divalen seperti kalsium dan magnesium menyebabkan surfaktan anionik dapat bergabung membentuk komponen yang tidak larut karena proses presipitasi. Hal ini tidak hanya mengurangi sifat kelarutan surfaktan di dalam air tetapi juga dapat mengurangi jumlah surfaktan dan karakteristik adsorpsi antara padatan/cairan, cairan/cairan dan permukaan air dan udara, sehingga mempengaruhi proses EOR. Hasil penelitian yang dilakukan oleh Kumar dan Bhat (1987) menyatakan bahwa peningkatan konsentrasi Alkil Benzen Sulfonat (ABS) yaitu surfaktan dari golongan anionik pada air sadah akan meningkatkan presipitasi surfaktan, menurunkan kelarutan dan meningkatkan IFT (*interfacial tension*).

Salinitas memegang peranan penting dalam proses EOR. Pada kondisi salinitas rendah, surfaktan lebih larut dalam air sedangkan pada salinitas yang lebih tinggi surfaktan lebih larut dalam minyak. Mikroemulsi dihasilkan pada fasa *intermediate salinities* yakni terjadi keseimbangan antara fasa minyak dan air yang menghasilkan nilai tegangan antarmuka yang rendah. ([www.oil.com/EOR/eor.html](http://www.oil.com/EOR/eor.html).13k, Paul dan Moulik, 2001). Salinitas yang lebih tinggi akan meningkatkan fraksi *oil-wet*. Hal ini karena *electrostatic repulsion* meningkat antara ion pada larutan surfaktan sehingga menyebabkan peningkatan adsorpsi surfaktan pada *solid fluid interface* (Ashayer - soltani, 1999). Hasil penelitian Hidayati (2006) menunjukkan bahwa penggunaan MES 1% pada salinitas 20.000 ppm menghasilkan IFT  $2,3^{-3}$  dyne/cm sehingga diharapkan dapat digunakan sebagai *surfactant flooding* dalam EOR.

Suhu yang tinggi akan mengubah sistem surfaktan dan memecah sistem tersebut (Sampath *dkk.*, 2003) sehingga perlu diteliti sejauh mana ketahanan MES akibat pengaruh suhu tinggi. Sistem emulsi surfaktan di dalam reservoir yang bersuhu tinggi akan mengalami gangguan kestabilan akibat pemecahan struktur rantai dalam waktu yang lama. Secara umum, surfaktan dari golongan sulfonat lebih tahan terhadap suhu dibandingkan dengan surfaktan dari golongan sulfat (Hu dan Tuvell, 1988). Hasil Penelitian Hidayati (2009) menunjukkan bahwa MES yang dibuat dari minyak inti

sawit memiliki ketahanan panas tanpa merusak gugus sulfonat dan kinerja untuk menurunkan IFT pada suhu mencapai 180°C selama 56 jam. Penelitian penggunaan surfaktan MES dari *crude palm oil* CPO parit dan minyak jelantah untuk EOR belum pernah dilakukan sehingga perlu dilakukan kajian-kajian untuk mendapatkan karakteristik MES yang cocok untuk EOR dan pengujian efektivitasnya terhadap pendesakan minyak bumi.

### **3.2 Peranan Surfaktan terhadap Tegangan Antarmuka (*Interfacial Tension*) Minyak-Air dan Pendesakan Minyak Bumi**

Besarnya gaya kapiler yang bekerja pada pori-pori dimana minyak dan air terdapat didalamnya mengakibatkan sebagian minyak sisa akan terperangkap. Surfaktan yang di injeksikan ke dalam inti batuan (*core*) bertujuan untuk menurunkan tegangan antar muka minyak air. Penurunan ini akan mengurangi tekanan kapiler pada daerah penyempitan pori-pori sehingga minyak yang tertinggal sesudah proses *water flooding* dapat diproduksi.

Tekanan kapiler mempunyai hubungan dengan afinitas batuan reservoir yang ditunjukkan oleh besarnya tegangan adhesi batuan reservoir terhadap sistem fluidanya. Tegangan adhesi merupakan fungsi dari tegangan antar permukaan serta fungsi dari kecenderungan fluida membasahi batuan (derajat kebasahan). Tegangan adhesi erat hubungannya dengan sifat kapilaritas dari batuan reservoirnya, dimana harga tekanan kapiler pada media yang berpori akan berbanding terbalik dengan jari-jari kapilernya.

Ukuran pori-pori berhubungan erat dengan tekanan kapiler dimana semakin kecil jari-jari pori-pori maka tekanan kapiler yang ditimbulkan semakin besar. Tekanan kapiler pada daerah penyempitan merupakan penghambat aliran gelembung minyak tersebut. Supaya gelembung minyak ini bisa melalui lubang kapiler dengan baik maka diperlukan penambahan tekanan tertentu sehingga bisa menembus lubang yang disebabkan oleh pengecilan pori-pori atau dengan cara menurunkan tegangan antarmuka minyak-air yakni dengan penambahan surfaktan.

Surfaktan memegang peranan penting di dalam proses *Enhanced Oil Recovery* (EOR) dengan cara menurunkan tegangan antarmuka, merubah *wettability*, bersifat sebagai emulsifier, menurunkan viskositas dan menstabilkan dispersi sehingga akan memudahkan proses pengaliran minyak bumi dari reservoir untuk di produksi. Minyak

yang terjebak di dalam pori-pori batuan disebut *blobs* atau *ganglia*. Untuk mendorong *ganglia* maka gaya kapilaritas dalam pori-pori harus diturunkan yakni dengan cara menurunkan nilai IFT antara minyak sisa dengan brine di dalam reservoir. Surfaktan mampu menurunkan IFT dan menurunkan saturasi minyak. Hal yang penting dalam proses penggunaan surfaktan untuk menghasilkan *recovery* minyak yang tinggi adalah: IFT yang sangat rendah, *brine compatibility* dan kestabilan terhadap temperatur, *control mobility* dan kelayakan ekonomis (Pithapurwala, dkk., 1986).

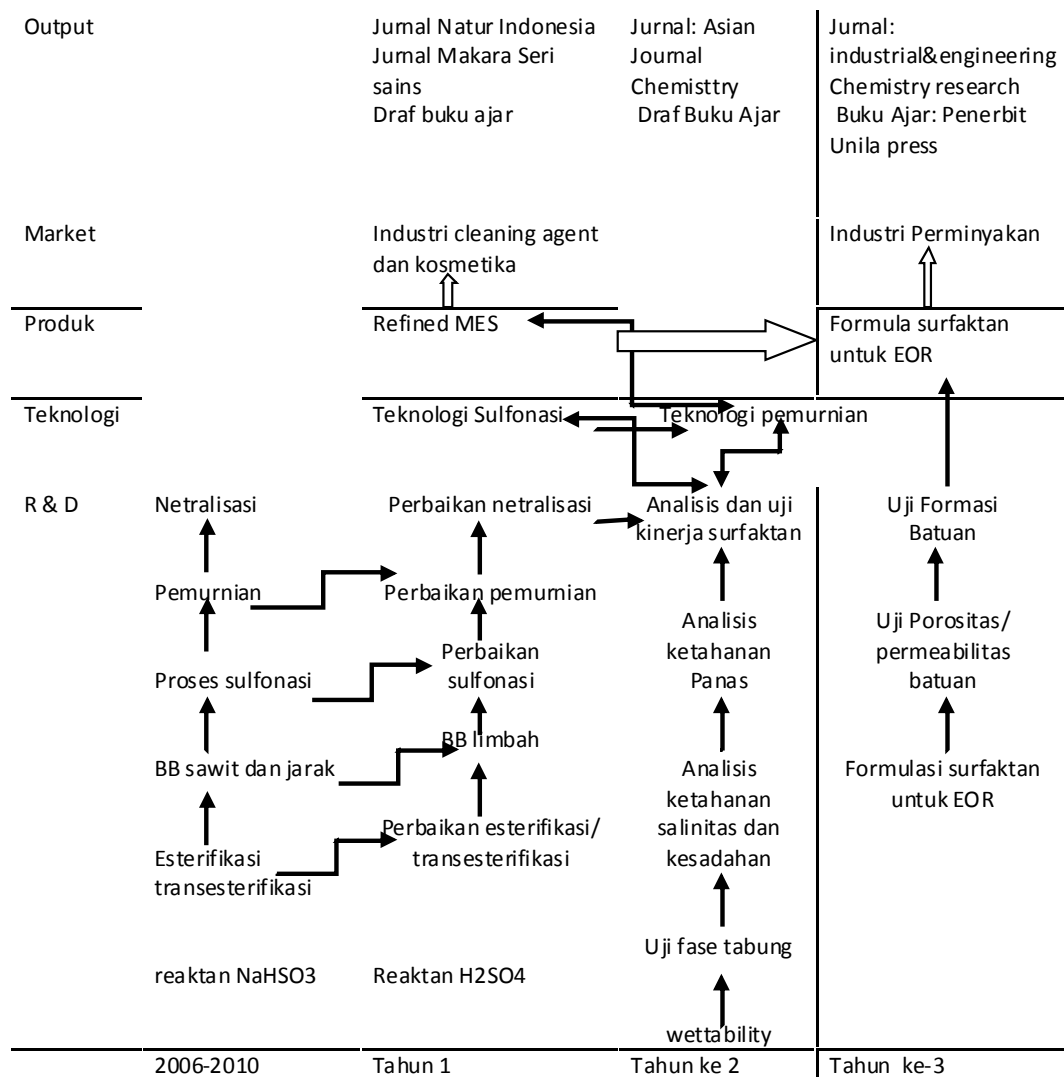
Metode EOR menggunakan cara kimiawi seperti *micellar-polymer flooding* (*MP flooding*) sangat efektif bila menggunakan surfaktan. Hal yang sangat penting dalam proses memaksimalkan hasil EOR adalah *oil swelling*, penurunan tegangan antar muka, *rock wettability modification*, pengurangan viskositas minyak dan *favorable phase behavior*. Hal ini disebabkan karena *capillary forces* pada proses penjeratan minyak bumi di bebatuan reservoir tergantung dari *capillary number*. *Capillary number* didefinisikan sebagai rasio viscous pada *capillary forces*.

$$N_{ca} = \frac{\text{Viscous Forces}}{\text{Capillary Forces}} = \frac{v\mu}{\sigma \cos \theta}$$

Dimana  $v$  dan  $\mu$  adalah Darcy *velocity* dan viskositas pada cairan,  $\sigma$  adalah tegangan antarmuka minyak-air dan  $\theta$  adalah sudut kontak (*contact angle*). *Capillary number* dapat dikontrol dengan penambahan surfaktan (*surface active agent*). IFT yang rendah akan menurunkan gaya kapiler sehingga proses penjeratan minyak dapat dikurangi akibat dari penurunan viskositas dan proses mobilisasi (Alban and Gabbito, 2003). Hasil uji laboratorium *Bereau sandstone cores* menunjukkan bahwa mobilisasi minyak sudah dapat terjadi pada nilai sekitar  $10^{-5}$  dan *capillary number*  $10^{-3}$  untuk EOR lengkap ([www.oil-chem.com/EOR/eor.html-13k](http://www.oil-chem.com/EOR/eor.html-13k)). Pada injeksi surfaktan hal yang kurang baik untuk dilakukan injeksi adalah kondisi *core* yang heterogen seperti adanya *clay*, permeabilitas dan porositas yang kecil, adanya ion bervalensi dua dengan konsentrasi tinggi yang dapat mempresipitasi surfaktan. Hasil uji *core displacement* pada penggunaan surfaktan sodium lignosulfonat dari lignin tandan kelapa sawit 2% diperoleh *recovery* sekitar 30% sedangkan pada penggunaan MES dari inti sawit sebesar 2,5% diperoleh *recovery* total sebesar 72% (Hidayati, 2006. Roadmap penelitian seperti dibawah ini.



Tahun	Jenis bahan baku	Optimasi proses	Hasil/output	Pengembangan lanjutan
2006-2010	Minyak non limbah 1. Inti sawit 2. CPO 3. Minyak jarak 4. Minyak curah	- Suhu, lama reaksi, konsentrasi metanol, suhu pemurnian, suhu netralisasi, lama netralisasi - Pengaruh suhu, lama, salinitas dan kesadahan pada minyak inti sawit, CPO dan jarak	1. IFT<10-1dyne/cm 2. Stabilitas emulsi >60% 3. Recovery<75% 4. Memiliki ketahanan terhadap suhu 150oC selama 58 jam, salinitas optimal 20.000 ppm dan kesadahan sampai 300 ppm  Output:jurnal	Pengembangan MES dengan bahan baku limbah minyak dan optimasi pada perlakuan dengan pereaksi yang lebih aktif untuk menghasilkan recovery minyak optimal
2011-2015	Pemanfaatan limbah sebagai bahan baku MES 1. CPO parit 2. Minyak jelantah	- Optimasi proses dengan reaktan yang lebih aktif - Optimasi proses meliputi rasio mol, suhu, konsentrasi reaktan dan pemucatan - Uji kinerja MES akibat termal degradasi, salinitas, kesadahan - Optimasi formulasi surfaktan untuk pendesakan minyak bumi	Hasil yang diharapkan: 1. IFT<10-2 dyne/cm 2. Stabilitas emulsi>75% 3. Recovery minyak>75% 4. Tahan suhu ,kesadahan dan salinitas tinggi 5. Daya adsiorbsi batuan rendah  Output: jurnal dan buku ajar	MES merupakan surfaktan yang sangat potensial sebagai surfaktan flooding sehingga pengembangannya sangat menjanjikan



### 3.3 Kegiatan penelitian yang telah dilaksanakan dan yang telah dicapai

Penelitian mengenai pemanfaatan minyak nabati sebagai bahan baku pembuatan surfaktan jenis metil ester sulfonat telah dilakukan oleh peneliti sejak tahun 2006. Proses produksi MES dengan bahan baku minyak inti sawit telah dilakukan oleh Hidayati (2006), CPO sawit (Hidayati *dkk.*, 2008) dan minyak jarak (Hidayati *dkk.*, 2009) dengan dukungan dana Hibah Bersaing Ditjen Dikti Tahun 2008/2009 menggunakan reaktan  $\text{NaHSO}_3$  dan produksi MES dari minyak curah pada tahun 2010 dengan dana kerjasama dengan Lemigas (Lembaga Penelitian Minyak dan Gas). Hasil penelitian Tahun I (HB 2013) menunjukkan bahwa kondisi proses sulfonasi terbaik terdapat pada konsentrasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  80% dan lama reaksi 90 menit. Karakteristik Metil

Ester Sulfonat (MES) terbaik yang dihasilkan memperlihatkan nilai tegangan permukaan 27,35 dyne/cm, stabilitas emulsi 89,44 %, nilai bilangan asam antara 17,72 mg KOH/g dan nilai tegangan antar muka pada konsentrasi MES 2% di dalam air dengan salinitas 10.000 ppm yaitu 0,0361 dyne/cm. Berdasarkan hasil penelitian Tahun I, MES yang dihasilkan memiliki potensi untuk dimanfaatkan sebagai surfaktan flooding sehingga perlu dikaji ketahanannya terhadap suhu, lama pemanasan, salinitas dan kesadahan.

Pada MES dari inti sawit menghasilkan nilai tegangan antarmuka minyak bumi-air dari 35,45 dyne/cm menjadi dyne/cm, stabilitas emulsi 88,7%, tegangan permukaan 32,8 dyne/cm dan sedangkan hasil uji pendesakan minyak bumi dengan menggunakan konsentrasi MES dari minyak inti sawit 2,5% pada salinitas mencapai 20.000 ppm mampu mendesak minyak bumi sebanyak 72% dari minyak bumi awal yang terdapat di dalam batuan, sedangkan MES dari CPO menghasilkan stabilitas emulsi 79,5%, tegangan antarmuka 0,35 dyne/cm dan tegangan permukaan 33,2 dyne/cm. Hasil MES menggunakan minyak jarak pagar menghasilkan stabilitas emulsi 55%, tegangan permukaan 28,93 dyne/cm dengan uji terhadap pendesakan minyak bumi mampu mencapai 75%. Pada uji ketahanan panas dari minyak CPO dan Jarak pagar dengan dana penelitian dari Fundamental Ditjen Dikti tahun 2010/2011 menunjukkan bahwa MES dari CPO, inti sawit maupun minyak jarak pagar memiliki ketahanan panas sampai suhu 180°C selama 72 jam dengan hasil masih memiliki gugus fungsional berupa gugus sulfonat pada suhu tersebut.

### **BAB III. TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN**

#### **Tujuan Penelitian**

1. Mengetahui karakteristik surfaktan metil ester sulfonat yang dihasilkan pada kondisi optimum.
2. Mengetahui kinerja surfaktan MES yang dihasilkan pada kondisi optimum akibat pengaruh salinitas, suhu, kesadahan air pada konsentrasi MES yang berbeda.

## **Manfaat Penelitian**

Manfaat penelitian ini untuk memanfaatkan nilai tambah dan memanfaatkan limbah yang tidak dimanfaatkan

## **BAB IV. METODE PENELITIAN**

### **3.1 Alat dan Bahan**

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah minyak goreng bekas, metanol teknis, NaOH, aquades dan bahan kimia untuk analisis. Peralatan untuk membuat MES terdiri dari rangkaian alat sulfonasi atau *sulfonation apparatus* (terdiri dari labu tiga leher 500 ml, termometer, *hot plate* yang dilengkapi *magnetic stirrer*, motor pengaduk, dan kondensor), neraca analitik, gelas arloji, gelas ukur 100 ml, gelas ukur 10 ml, labu erlenmeyer, *sentrifuge* dan pH meter. Peralatan untuk analisis sampel adalah tensiometer du Nuoy, neraca analitik, piknometer, refraktometer, pipet dan *Fourier Transform Infra red* (FTIR).

### **3.2 Lokasi Penelitian**

Penelitian dilakukan di Laboratorium Analisis Hasil Pertanian, Lab Biomass Terpadu Universitas Lampung, laboratorium EOR Institut Teknologi Bandung dan Laboratorium Miscellar Flooding Lembaga Penelitian Minyak dan Gas, Jakarta.

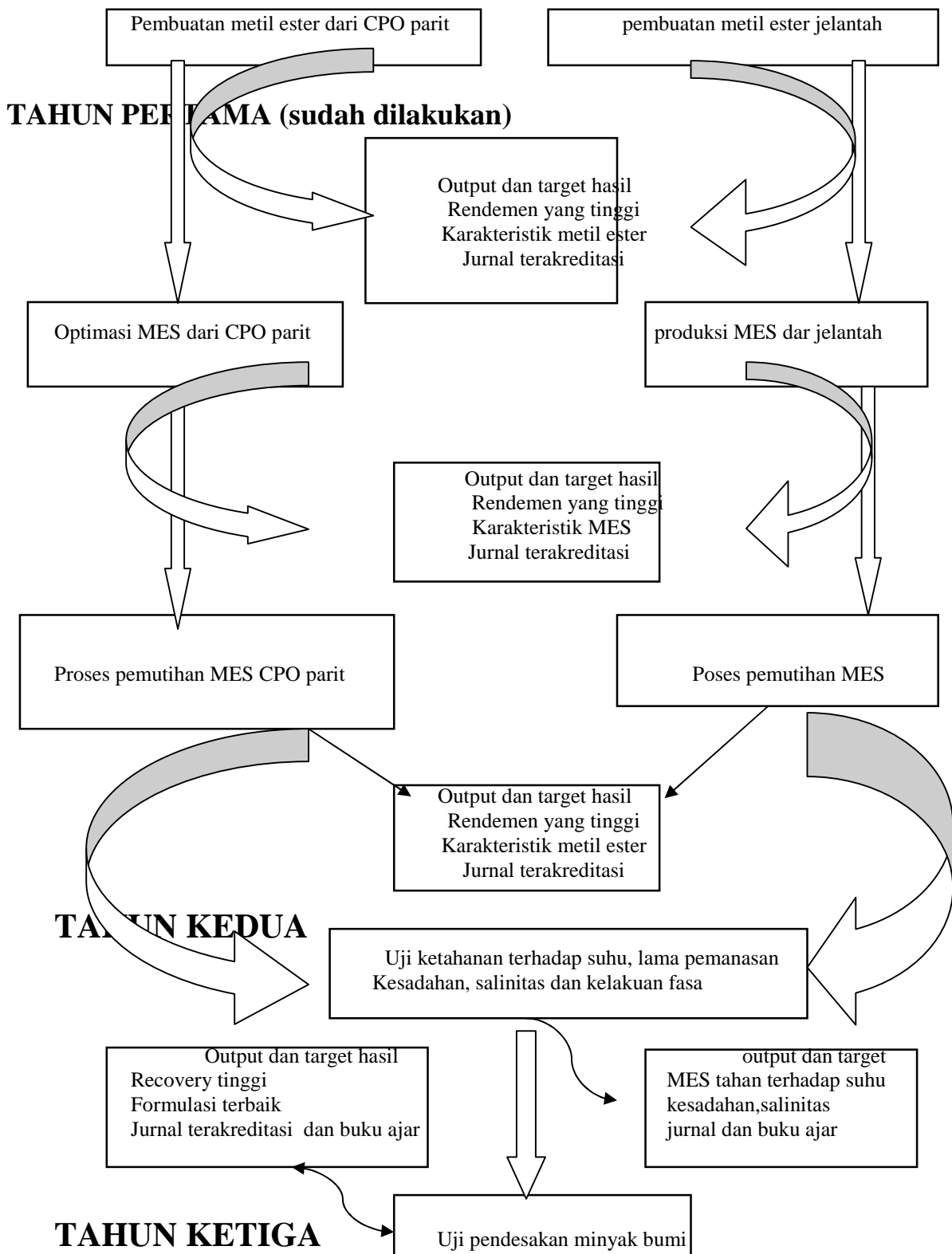
### **3.3 Kegiatan Penelitian yang akan dilaksanakan**

Kegiatan penelitian direncanakan dilakukan selama 2 tahun, dengan tahapan penelitian yang akan dilaksanakan sebagai berikut:

1. MES yang digunakan sebagai *surfactant flooding* harus memiliki ketahanan panas pada kondisi reservoir sehingga perlu dilakukan uji pengaruh suhu dan lama pemanasan terhadap stabilitas gugus sulfonat MES. Uji kualitatif stabilitas gugus sulfonat menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR). MES hasil dari optimasi proses yang menghasilkan IFT terkecil pada hasil penelitian Tahun

- I digunakan sebagai bahan untuk dilakukan analisis terhadap ketahanan panas. Aspek yang dikaji adalah pengaruh suhu pemanasan (100<sup>0</sup>C, 150<sup>0</sup>C, dan 200<sup>0</sup>C) dan lama pemanasan (24 dan 48 jam) terhadap stabilitas gugus sulfonat.
2. Kinerja surfaktan untuk flooding dipengaruhi oleh salinitas, kesadahan dan suhu. Peningkatan konsentrasi salinitas dan kesadahan serta suhu mempengaruhi nilai IFT. MES hasil dari optimasi proses yang menghasilkan IFT terkecil digunakan sebagai bahan untuk dilakukan analisis ketahanan terhadap salinitas. Aspek yang dikaji adalah pengaruh salinitas air dengan penambahan Ca<sup>2+</sup> (100, 200, 400 dan 500 ppm) terhadap IFT
  3. Uji kelakuan fasa untuk memperkirakan kelakuan fasa campuran surfaktan, air dan minyak dalam memperkirakan kinerja surfaktan di dalam tabung reaksi. Dalam uji dapat diamati secara visual pengaruh salinitas terhadap kelakuan fasa.
  4. Uji pengaruh konsentrasi MES (0, 0,5, 1, 2 dan 3%) terhadap adsorpsi batuan. Adanya kation di dalam batuan akan menyebabkan surfaktan teradsorpsi dan terjadi proses pemisahan atau fraksinasi yang menyebabkan penurunan konsentrasi surfaktan. Pada uji ini diamati konsentrasi surfaktan yang teradsorpsi menggunakan spektrometer UV-visible dan nilai tegangan antar muka (IFT) surfaktan setelah adsorpsi menggunakan *spining drop tensiometer*.
  5. Uji pengaruh konsentrasi MES (0, 0,5, 1, 2 dan 3%) pada pendesakan minyak bumi terhadap perolehan minyak bumi.

Skema Kegiatan Penelitian yang akan dilakukan disajikan pada Gambar 1.



Gambar 1. Skema kegiatan yang akan dikerjakan

### 3.4. Metode Pelaksanaan

Penelitian optimasi dilakukan dalam beberapa tahap meliputi :

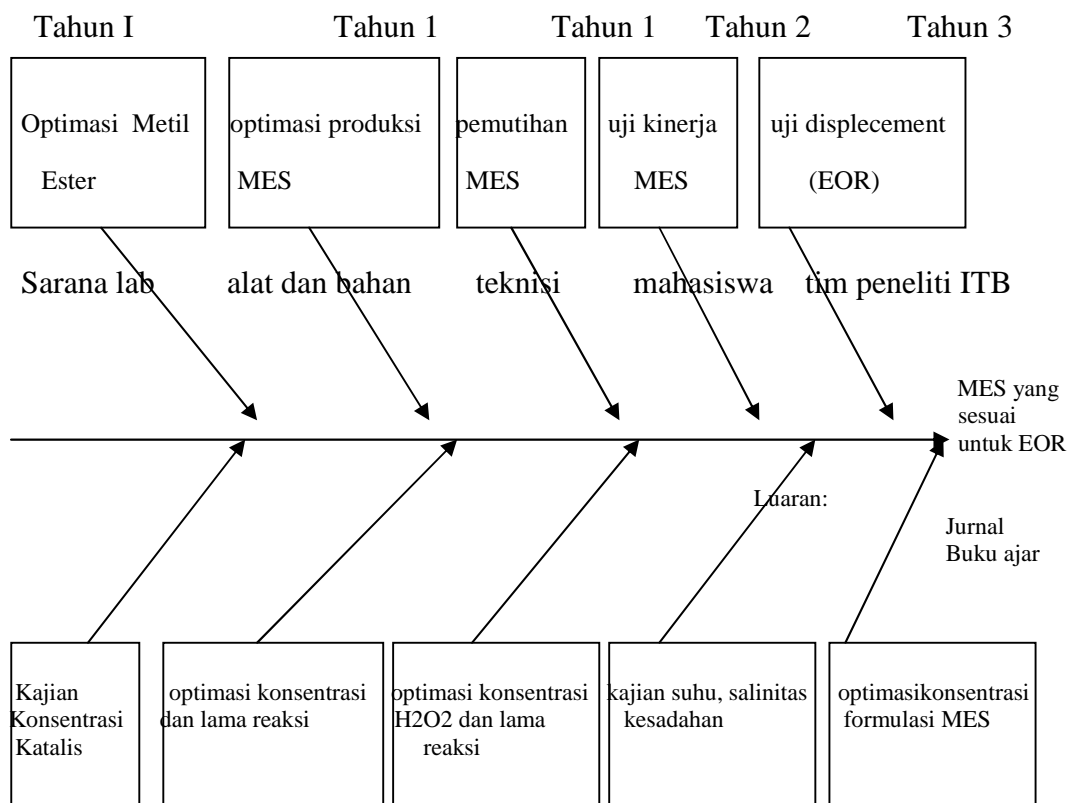
#### B. Tahun Kedua

MES merupakan salah satu surfaktan anionik yang memiliki potensi yang baik ditinjau dari kemampuan menurunkan tegangan antarmuka dan ketahanannya terhadap salinitas dan kesadahan yang tinggi terutama untuk digunakan sebagai *surfactant flooding* pada industri pengeboran minyak. Salah satu kelemahan penggunaan surfaktan untuk aplikasi pada industri pengeboran minyak adalah ketidakstabilan system kerja surfaktan terutama pada reservoir yang memiliki suhu yang tinggi. Penelitian ini bertujuan mengetahui kinerja MES akibat perlakuan suhu yang dicobakan, sehingga dapat diperoleh informasi sampai pada suhu berapa kinerja dari MES masih baik sebelum diaplikasikan lebih lanjut di lapangan dan pengaruh salinitas dan kesadahan pada kinerja MES.

#### Metodologi Penelitian Tahun kedua

1. MES yang digunakan sebagai *surfactant flooding* harus memiliki ketahanan panas pada kondisi reservoir sehingga perlu dilakukan uji pengaruh suhu dan lama pemanasan terhadap stabilitas gugus sulfonat MES. Uji kualitatif stabilitas gugus sulfonat menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR). MES hasil dari optimasi proses yang menghasilkan IFT terkecil digunakan sebagai bahan untuk dilakukan analisis terhadap ketahanan panas. Aspek yang dikaji adalah pengaruh suhu pemanasan ( $120^{\circ}\text{C}$ ,  $150^{\circ}\text{C}$ , dan  $180^{\circ}\text{C}$ ) dan lama pemanasan (8 dan 56 jam) terhadap stabilitas gugus sulfonat dan dianalisis sifat kimianya.
2. Kinerja surfaktan untuk flooding dipengaruhi oleh salinitas, kesadahan dan suhu. Peningkatan konsentrasi salinitas serta suhu mempengaruhi nilai IFT. MES hasil dari optimasi proses yang menghasilkan IFT terkecil digunakan sebagai bahan untuk dilakukan analisis ketahanan terhadap salinitas.

Diagram Tulang ikan Bagan Alir Sistemika Kegiatan



### 3.6 PROSEDUR ANALISIS

#### 1. Analisis Metil Ester Menggunakan Gas kromatografi

Dua gram minyak ditambahkan ke dalam labu didih, kemudian ditambahkan 6-8 ml NaOH dalam metanol, dipanaskan sampai tersabunkan lebih kurang 15 menit dengan pendingin balik. Selanjutnya ditambahkan 10 ml  $\text{BF}_3$  dan dipanaskan kira-kira dua menit. Dalam keadaan panas ditambahkan 5 ml n-heptana atau n-heksana, kemudian dikocok dan ditambahkan larutan NaCl jenuh. Larutan akan terpisah menjadi dua bagian. Bagian atas akan dipindahkan ke dalam tabung reaksi yang sebelumnya telah diberi 1 g  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ . Larutan tersebut siap diinjeksikan pada suhu detektor  $230^\circ\text{C}$ , suhu injektor  $225^\circ\text{C}$ , suhu awal  $70^\circ\text{C}$ , pada suhu awal = 2 menit, menggunakan glass column dengan panjang 2 meter dan diameter 2 mm, gas pembawa adalah helium dan fasa diam dietilen glikol suksinat. Jenis detektor yang digunakan adalah jenis FID (Flame Ionization Detector).

#### 1. Tegangan Antar Permukaan Metode DuNouy

Metode penentuan tegangan antarmuka sama dengan pengukuran tegangan permukaan. Untuk pengukuran cairan yang mengandung dua fase yang berbeda,



yaitu fase larut dalam air (*aqueous*) dan fase tidak larut dalam air (*nonaqueous*), dilakukan beberapa tahapan. Fase *aqueous* (air) dimasukkan terlebih dahulu ke dalam wadah gelas, kemudian dicelupkan cincin platinum kedalamnya (lingkaran logam tercelup 3 - 5 mm di bawah permukaan cairan), setelah itu secara hati-hati fase *nonaqueous* (xilen) ditambahkan diatas fase *aqueous* sehingga sistem terdiri dari dua lapisan. Kontak antara cincin dan fase *nonaqueous* sebelum pengukuran harus dihindari. Setelah tegangan antarmuka mencapai ekuilibrium, yaitu benar-benar terbentuk dua lapisan terpisah yang sangat jelas, pengukuran dapat dilakukan dengan cara yang sama dengan pengukuran tegangan permukaan. Kemampuan surfaktan dalam menurunkan tegangan antar muka dilakukan pada campuran air dengan xylene (1:1), konsentrasi surfaktan yang ditambahkan adalah 10 persen (dalam campuran xylene-air). Nilai tegangan antar muka antara air dengan xylene setelah ditambahkan surfaktan diukur kembali. Kemudian dibandingkan nilai tegangan antar muka antara sebelum dan sesudah ditambahkan surfaktan.

## **2. Tegangan Antar Permukaan Metode Spinning Drop**

Langkah awal, dibuat pelarut dari air formasi yang mengandung 1% larutan sampel dan dilarutkan ke dalam air hingga dihasilkan larutan surfaktan MES. Setelah itu larutan surfaktan diaduk menggunakan magnetic stirrer sampai homogen. Selanjutnya larutan surfaktan tersebut diukur tegangan antar permukaan minyak-air dengan menggunakan alat *Spinning Drop Interfacial Tensiometer*.

Cara kerja Spinning Drop sebagai berikut : panaskan alat spinning drop, kemudian set pada suhu 40°C (kondisi percobaan) dan periode pada 10,10 msec/rev. Setelah kondisi tersebut stabil, ke dalam glass tube diisikan larutan surfaktan dengan konsentrasi yang telah dibuat. Ke dalam glass tube yang telah berisi larutan surfaktan, diberi tetesan minyak (crude oil). Dalam glass tube tidak boleh ada gelembung udara. Masukkan glass tube ke dalam alat spinning drop, dengan permukaan glass tube menghadap ke arah luar. Hidupkan power dan tombol lampu. Setiap setengah jam, catat data lebar tetesan dalam tabung dengan memutar drum. Ulangi pembacaan ini sampai didapatkan harga yang konstan dari pembacaan lebar tetesan. Bila pembacaan kurang jelas, fokus lensa dapat diatur.

## **3. Tegangan Antar Muka (Metode Du Nouy)**

Kemampuan surfaktan dalam menurunkan tegangan antar muka dilakukan pada campuran air dengan xylene (1:1), diukur menggunakan Tensiometer du Nouy. Konsentrasi surfaktan yang ditambahkan adalah 10 persen (dalam campuran xylene-air). Nilai tegangan antara muka antara air dengan xylene setelah ditambahkan surfaktan diukur kembali. Kemudian dibandingkan nilai tegangan antar muka antara sebelum dan sesudah ditambahkan surfaktan.

#### **4. Kestabilan Emulsi (Modifikasi ASTM D1436, 2001)**

Kestabilan emulsi diukur antara air dengan xylene. Xylene dengan air dicampur dengan perbandingan 6:4. Campuran tersebut dikocok selama 5 menit menggunakan vortex mixer. Pemisahan emulsi antar xylene dengan air diukur berdasarkan lamanya pemisahan antar fasa. Konsentrasi surfaktan yang ditambahkan adalah 10 persen (dalam campuran xylene-air). Lamanya pemisahan antar fasa sebelum ditambahkan surfaktan dibandingkan dengan sesudah ditambahkan surfaktan.

#### **5. Bilangan Asam (Acid Value) (AOAC, 1995)**

Bahan ditimbang 10-20 gram di dalam erlenmeyer 200 ml. Ditambahkan 50 ml alkohol netral 95 persen, kemudian dipanaskan selama 10 menit dalam penangas air sambil diaduk. Larutan ini dititar dengan KOH 0.1 N dengan indikator larutan Phenolptalein 1 persen di dalam alkohol, sampai tepat terlihat warna merah jambu. Setelah itu dihitung jumlah miligram KOH yang digunakan untuk menetralkan asam lemak bebas dalam 1 gram bahan (Jacobs, 1958).

$$\text{Bilangan asam (acid value)} = \frac{A \times N \times 56.1}{G}$$

Keterangan :  
A = jumlah ml KOH untuk titrasi  
N = normalitas larutan KOH  
G = bobot contoh (gram)  
56,1 = bobot molekul KOH

#### **6. Bilangan Iodine (AOAC, 1995)**

Ikatan rangkap yang terdapat pada asam lemak tidak jenuh akan bereaksi dengan iod dan membentuk senyawa yang jenuh. Jumlah iod yang diserap menunjukkan banyaknya ikatan rangkap atau ikatan tidak jenuh yang terdapat dalam minyak. Bilangan Iod dinyatakan sebagai jumlah gram iod yang diserap oleh 100 gram minyak atau lemak.

Prosedur: Sampel ditimbang sebanyak 0,5 gram dalam erlenmeyer 500 ml yang tertutup dan ditambahkan 20 ml karbontetraklorida sebagai pelarut. Ditambahkan 25 ml larutan Wijs dengan pipet dengan kelebihan volume pereaksi sekitar 50-60 persen. Dilakukan juga untuk blanko. Erlenmeyer disimpan pada tempat gelap dengan suhu  $25^{\circ}\text{C} + 5^{\circ}\text{C}$  selama 30 menit. Setelah itu ditambahkan 20 ml larutan kalium iodida 15 persen dan 100 ml air, dan botol ditutup serta dikocok dengan hati-hati. Titrasi dilakukan dengan larutan natrium thiosulfat 0,1 N dengan menggunakan indikator larutan pati.

$$\text{Bilangan iod} = \frac{(B - S) \times N \times 12,69}{G}$$

Dimana: B = jumlah ml thiosulfat untuk titrasi blako

S = jumlah ml thiosulfat untuk titrasi sampel

N = normalitas larutan thiosulfat

G = bobot sampel

## 7. Berat jenis

Pengukuran berat jenis dilakukan dengan menggunakan piknometer. Piknometer dibersihkan dengan aquades, lalu di masukkan ke dalam oven yang bersuhu  $105^{\circ}\text{C}$  selama 2 jam. Pengukuran di lakukan pada suhu ruangan  $20^{\circ}\text{C}$ . Piknometer ditimbang, lalu bahan dimasukkan ke dalam piknometer sampai penuh, lalu ditutup, dan sisa bahan yang keluar dilap dengan tisu. Setelah itu piknometer yang berisi bahan ditimbang. Setelah itu dihitung nilai berat jenis bahan dengan menggunakan rumus :

$$\text{Berat jenis} = \frac{A - B}{C}$$

Dimana : A = berat piknometer yang berisi bahan

B = berat piknometer kosong

C = kapasitas volume piknometer

## 8. Pengukuran Gugus Sulfonat menggunakan Fourier Transform Infrared (FTIR) (ASTM D2357-74)

Sampel (MES) dimasukkan ke dalam tabung tertutup, masing-masing 10 mL dan dipanaskan ke dalam oven dengan suhu 120°C, 150°C dan 180°C selama 56 jam. Sampel kemudian dianalisis dengan menggunakan FTIR spektroskopi Perkin Elmer 1600 series yang sudah dikoneksikan dengan computer Perkin Elmer 7300 profesional computer. Data dari FTIR diperoleh dengan menggunakan bilangan gelombang dari 4000 sampai 400.

## **BAB V. HASIL DAN PEMBAHASAN**

### **Pengaruh Suhu dan Lama Pemanasan terhadap Stabilitas Gugus Sulfonat MES**

Kestabilan terhadap panas merupakan hal yang paling penting dalam penggunaan surfaktan untuk Enhanced Oil Recovery (EOR) karena pada surfaktan *flooding*, sistem aktivasi surfaktan dapat rusak oleh tingginya suhu di dalam reservoir terutama dalam waktu yang cukup lama (Hu and Tuvell, 1988). Faktor yang mempengaruhi nilai IFT antara lain adalah suhu (Ibrahim *dkk.*, 2006). Aplikasi surfaktan untuk EOR dipengaruhi oleh ketidakstabilan surfaktan pada suhu tinggi. Suhu yang tinggi akan mengubah sistem surfaktan dan memecah sistem tersebut (Sampath *dkk.*, 2003). Secara umum, surfaktan dari golongan sulfonat lebih tahan terhadap suhu dibandingkan dengan surfaktan dari golongan sulfat (Hu dan Tuvell, 1988; Zhao, 2007). Ziegler and Handy (1981) melaporkan bahwa penggunaan suhu 200°C pada surfaktan jensi Alfa Olefin Sulfonat menyebabkan surfaktan sudah terdegradasi dengan cepat. Secara umum kestabilan emulsi surfaktan golongan sulfonat lebih tinggi dibandingkan dari golongan sulfat.

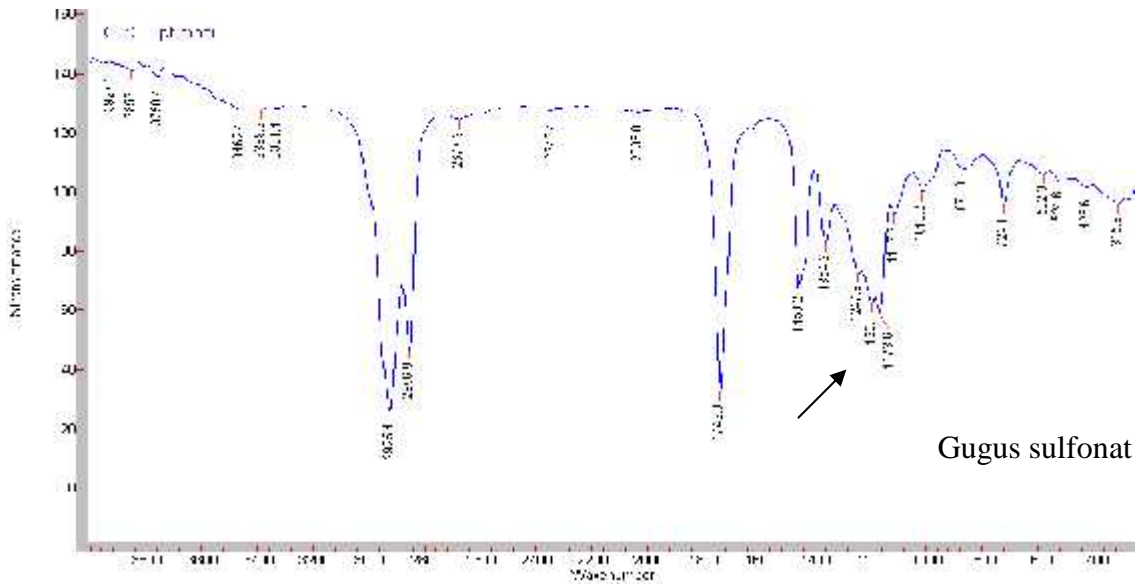
Hasil pengujian pengaruh suhu dan lama pemanasan terhadap perubahan gugus sulfonat menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu dan lama pemanasan akan berpengaruh terhadap kerusakan gugus sulfonat surfaktan ditandai dengan puncak gugus sulfonat yang mengecil. Hal ini diduga karena semakin tinggi suhu dengan lama waktu akan merusak gugus reaktif hidrofobik dan hidrofilik memisah terutama terjadi pengurangan pada gugus S=O.

Hasil penelitian Hu and Tuvell (1988), menunjukkan bahwa degradasi termal dari -olefin sulfonat pada uji hasil degradasi menggunakan HPLC terjadi penurunan puncak pada 3-hidroksitetradecan 1-sulfonat dari 9,8 dan 10,5 menjadi 0,16 dan 0,6 setelah pemanasan selama 99 jam pada suhu 287°C dan sisa zat aktif sudah tidak tersisa.

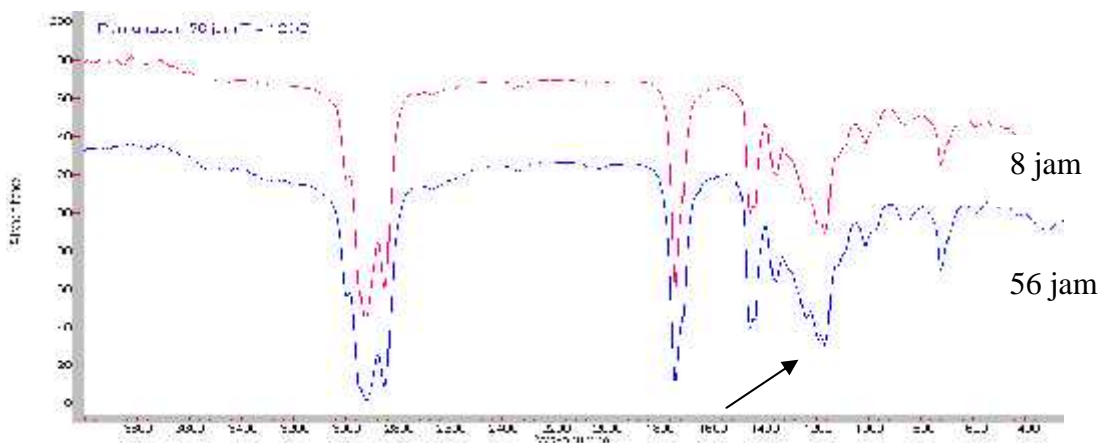
Hal ini disebabkan hasil degradasi akan memecah surfaktan menjadi senyawa-senyawa hasil degradasi seperti metil keton, asam sulfat, sulton dan senyawa-senyawa yang memiliki berat molekul yang lebih kecil terutama pada alkene sulfonat dimana ikatan C-S menjadi lemah. Penelitian yang dilakukan dengan menggunakan uji FTIR menghasilkan pola yang hampir sama yakni terjadi perubahan tinggi puncak pada spektrum gugus sulfonat. Spektrum infra merah terletak pada daerah dengan panjang gelombang berkisar 0,78 sampai 1000 nm atau bilangan gelombang dari 12800 sampai  $10^7$ . Aplikasi spektroskopi inframerah sangat luas baik untuk analisis kualitatif maupun kuantitatif. Penggunaan yang paling banyak adalah pada daerah pertengahan dengan kisaran bilangan gelombang 4000 sampai  $670\text{ cm}^{-1}$ . Kegunaan yang paling penting adalah untuk identifikasi senyawa-senyawa organik (Silverstein dan Webster, 1988).

Menurut Mukherji *dkk.*, 1985, pendeteksian gugus sulfonat dengan menggunakan spektrum infra merah dikarakterisasi oleh regangan getaran molekul O-H dan S=O. Penampakan regangan pada daerah dengan bilangan gelombang 3460-3100 ditetapkan sebagai O-H sedangkan regangan vibrasi S=O yang simetris ditampakkan pada bilangan gelombang 1342-1250  $\text{cm}^{-1}$ .

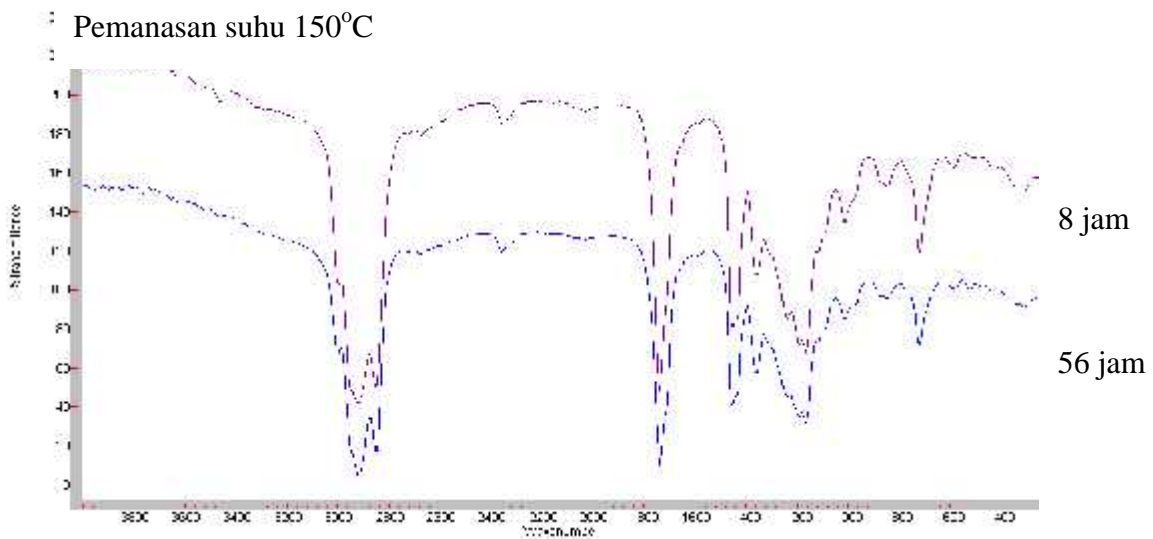
Peesok *dkk.*, 1976 menyatakan bahwa gugus sulfonat ionik dideteksi pada bilangan gelombang 1250-1150<sub>(s)</sub>  $\text{cm}^{-1}$  dan 1075-1000<sub>(m)</sub>  $\text{cm}^{-1}$ , sedang dari ASTM (2001) (D 2357-74) gugus sulfonat dihasilkan pada bilangan gelombang 1235 sampai 1176  $\text{cm}^{-1}$ . Metil Ester Sulfonat (MES) dari metil ester PKO maupun metil ester dari jarak pagar yang tidak dipanaskan, gugus sulfonat diperlihatkan pada bilangan gelombang 1235 sampai 1172  $\text{cm}^{-1}$ , S=O pada bilangan gelombang 1029,1  $\text{cm}^{-1}$  dan golongan alkohol pada bilangan gelombang 3600-3200  $\text{cm}^{-1}$ .



Gambar 2. Analisis gugus sulfonat pada Metil Ester Sulfonat dari metil ester CPO yang diuji dengan menggunakan FTIR



Gambar 3. Analisis gugus sulfonat pada hasil degradasi MES dari metil ester yang dipanaskan pada suhu 120°C selama 8 dan 56 jam yang diuji dengan menggunakan FTIR.



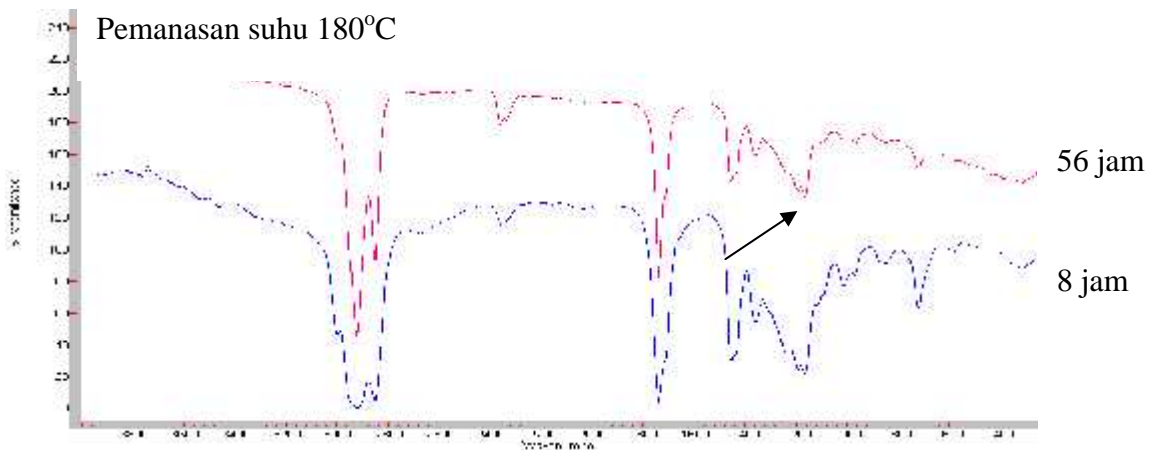
Gambar 4. Analisis gugus sulfonat pada hasil degradasi MES dari metil ester yang dipanaskan pada suhu 150°C selama 8 dan 56 jam yang diuji dengan menggunakan FTIR.

Pemanasan pada suhu 180°C selama 8 jam memiliki pola yang sama dengan pola spektrum pada pemanasan suhu 120°C selama 8 jam dan 56 jam dan pemanasan pada suhu 150°C selama 8 jam dan 56 jam tetapi pada pemanasan pada suhu 180°C selama 56 jam memiliki pola yang berbeda dengan ketiga pola diatas. Perlakuan pemanasan pada suhu 180°C menyebabkan surfaktan MES mengalami kerusakan. Hal ini ditandai dengan mulai berkurangnya tinggi puncak gugus sulfonat dan gugus lain seperti aldehid (pada bilangan gelombang 2855  $\text{cm}^{-1}$ ), gugus C=O pada bilangan gelombang 1740-1720  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan alifatik aldehid (Silverstein dan Webster, 1988) dan terjadi puncak-puncak yang lebih kecil hasil dari degradasi termal (Gambar 4).

Spektrum *cis region* pada bilangan gelombang 3017-3000  $\text{cm}^{-1}$  mulai menurun. Hal ini berhubungan dengan terbentuknya hidroperoksida dan terbentuk *trans region* pada bilangan gelombang 970  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan hasil proses oksidasi (Russin dkk., 2003). Samuelsson dan Johanssen (2003), menyatakan bahwa proses oksidasi linoleat dimulai dari terbentuknya radikal karbon pada pusat yang menyebabkan bentuk *cis* berubah menjadi *trans*, kemudian dengan adanya gugus O akan membentuk hidroperoksida yang bersifat tidak stabil.

Hasil pengukuran oksidasi termal dengan menggunakan gas kromatografi pada metil oleat dan metil linoleat dengan suhu 180°C selama 15 jam menghasilkan peningkatan

produk oksidasi 9-oxonanoat dari 0,73 mg/g sampel menjadi 1,05 mg/g sampel (Bordeaux *dkk.*, 2002). Hasil penelitian Ma and Maimi (1985) menunjukkan bahwa alkil benzen sulfonat memiliki ketahanan panas lebih baik dibandingkan alfa olefin sulfonat sedangkan hasil penelitian Ziegler and Handy (1981) menunjukkan bahwa lebih tahan terhadap panas dibandingkan alfa olefin sulfonat dan sintetik alkil aril sulfonat.



Gambar 5. Analisis gugus sulfonat pada hasil degradasi MES dari metil ester yang dipanaskan pada suhu 180°C selama 8 dan 56 jam yang diuji dengan menggunakan FTIR.

Suhu yang tinggi akan merusak sistem emulsi dari surfaktan dan memecah gugus sulfonat menjadi asam sulfat dan menurunkan kandungan aktif sulfonat sampai <20% (Hu dan Tuvell, 1988). Penurunan gugus sulfonat akan menyebabkan tidak cukup untuk membentuk lapisan interface antara minyak dan air dan diperlukan energi yang lebih tinggi untuk memperluas antar muka antara dua cairan *immisibel* persatuan luas sehingga mengakibatkan nilai tegangan antar muka menjadi lebih tinggi.

Pada proses thermal degradasi atau kerusakan panas akan mengakibatkan perubahan pada komposisi asam lemak dari MES berbasis kelapa sawit maupun jarak pagar. Hasil analisis kromatografi gas dapat dilihat pada Tabel dibawah ini

Tabel 4. Hasil analisis degraasi dan MES CPO

	Komponen	CPO	Hasil degradasi MES CPO
1	Metil oktanoat	0,02	0,134
2	Metil dekanoat	0,02	0,030
3	Metil laurat	0,21	0,174
3	Metil heptadekanoat	0,09	
4	Metil tridekanoat	-	0

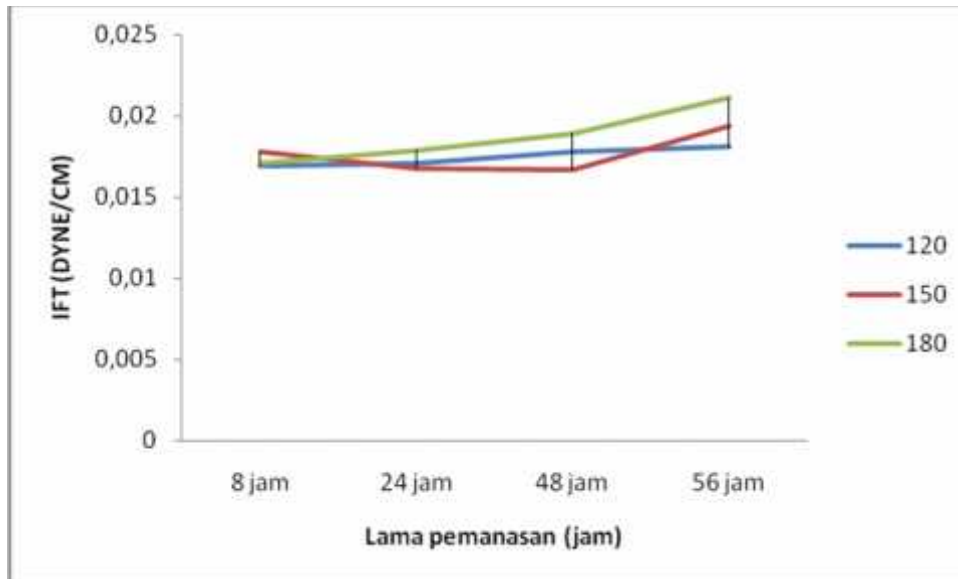


5	Metil miristat	-	0,884
6	Metil pentadekanoat	-	0,511
7	Metil palmitat	44,62	35,966
8	Metil palmitoleat	0,16	0,073
9	Metil stearat	1,72	3,215
10	Metil elaidat	4,51	

Hasil degradasi menunjukkan bahwa mulai terentuk senyawa-senyawa yang memiliki berat molekul yang rendah seperti metil oktanoat, metil dekanat, metil laurat, metil miristat, metil pentadekanoat dan metil palmitoleat yang semula tidak terdapat didalam metil ester CPO. Selain itu terjadi peningkatan pada gugus jenuh yaitu stearat, arakidat dan behenat akibat penjumlahan pada ikatan rangkap dari oleat maupun linoleat, dimana pada kedua jenis asam lemak tidak jenuh tersebut mengalami penurunan kadarnya didalam ahan ayan dipanaskan.

### **Pengaruh Suhu pemanasan Terhadap IFT pada MES CPO**

Faktor yang mempengaruhi nilai IFT antara lain adalah suhu (Ibrahim *dkk.*, 2006). Aplikasi surfaktan untuk EOR dipengaruhi oleh ketidakstabilan surfaktan pada suhu tinggi. Suhu yang tinggi akan mengubah sistem surfaktan dan memecah sistem tersebut (Sampath *dkk.*, 2003). Secara umum, surfaktan dari golongan sulfonat lebih tahan terhadap suhu dibandingkan dengan surfaktan dari golongan sulfat (Hu dan Tuvell, 1988; Zhao, 2007). Ziegler and Handy (1981) melaporkan bahwa penggunaan suhu 200<sup>0</sup>C pada surfaktan jenis Alfa Olefin Sulfonat menyebabkan surfaktan sudah terdegradasi dengan cepat. Hasil penelitian Ma and Maimi (1985) menunjukkan bahwa alkil benzen sulfonat memiliki ketahanan panas lebih baik dibandingkan alfa olefin sulfonat sedangkan hasil penelitian Ziegler and handy (1981) menunjukkan bahwa lebih tahan terhadap panas dibandingkan alfa olefin sulfonat dan sintetik alkil aril sulfonat. Hasil analisis menunjukkan bahwa peningkatan suhu dan lama pemanasan dapat meningkatkan nilai IFT (tegangan antar muka). Peningkatan ini disebabkan karena adanya kerusakan pada sebagian gugus fungsi sehingga menurunkan kinerja MES sebagai penurun tegangan antar muka (IFT).

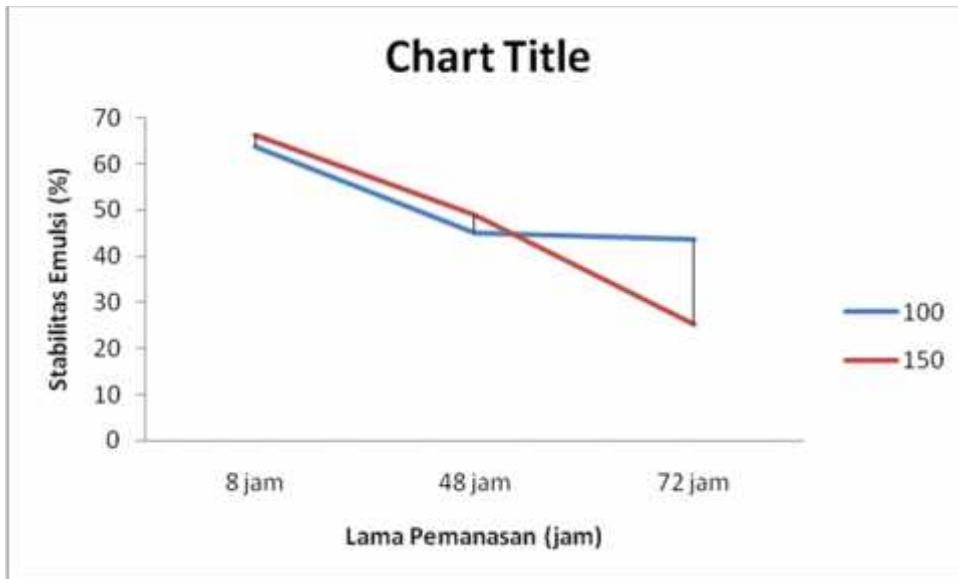


Gambar 6. Pengaruh lama pemanasan terhadap tegangan antar muka (IFT) MES

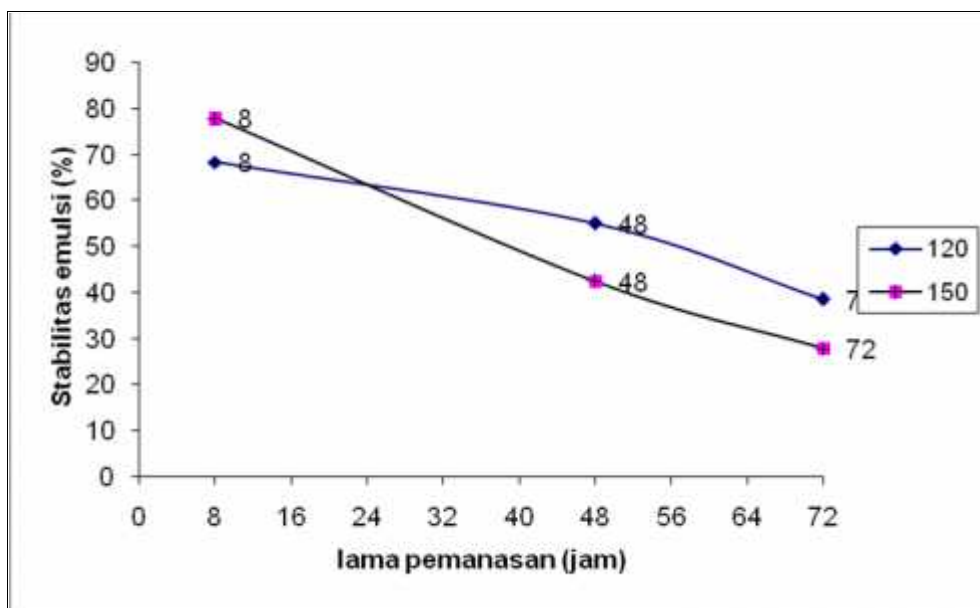
### **Pengaruh Suhu pemanasan terhadap Stabilitas Emulsi MES**

Emulsi terjadi apabila dua fluida atau lebih tercampur dan salah satu fluida terdispersi ke dalam fluida yang lainnya. Penambahan surfaktan pada suatu sistem koloid bertujuan untuk meningkatkan kestabilan dispersi fasa-fasa dengan cara mengurangi tegangan antar muka. Surfaktan yang bertindak sebagai emulsifier akan membentuk lapisan tipis yang akan menyelimuti partikel-partikel teremulsi dan mencegah partikel tersebut bergabung kembali dengan partikel sejenisnya (William dan Simons, 1992).

Hasil analisis menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu dan lama pemanasan akan menurunkan stabilitas emulsi. Hal ini diperkirakan bahwa semakin tinggi suhu dan lama reaksi akan mengakibatkan peningkatan laju degradasi metil ester menjadi hidroperoksida akan meningkatkan bilangan peroksida dan kemudian akan terpecah lagi membentuk produk sekunder yaitu asam karboksilat rantai pendek, keton, epoksi dan komponen mono dan dihidroksi (Dunn, 2002). Peningkatan pembentukan peroksida akan dipercepat oleh suhu dan lama waktu. Semakin tinggi suhu dan waktu reaksi yang lama akan meningkatkan laju degradasi metil ester.



Gambar 7. Pengaruh lama dan suhu pemanasan terhadap stabilitas emulsi MES dari CPO



Gambar 8. Pengaruh lama dan suhu pemanasan terhadap stabilitas emulsi MES dari Minyak jelantah

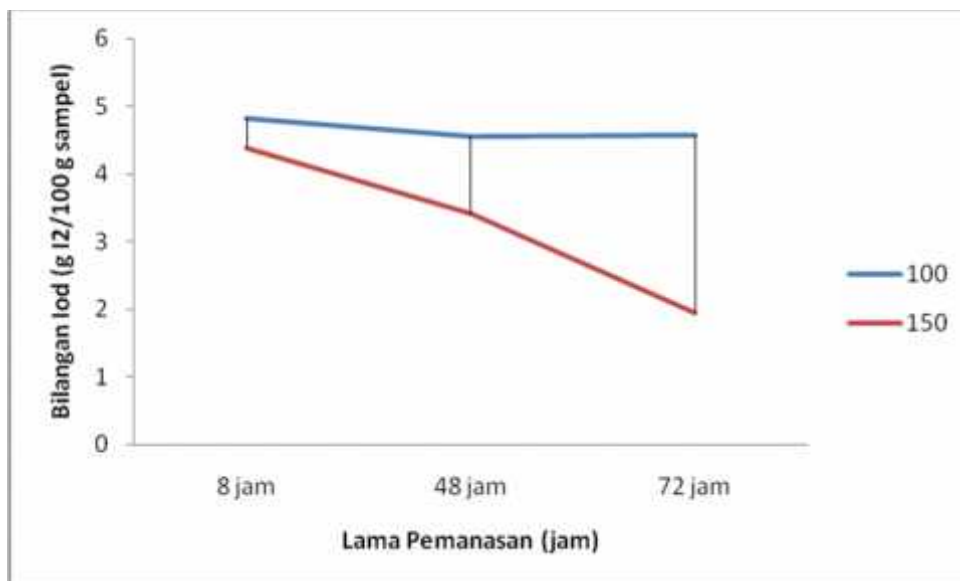
Campuran surfaktan-air faktor penting dalam pembentukan macam jenis emulsi yang dapat menurunkan tegangan antarmuka ke tingkat yang sangat rendah, hingga orde  $10^{-2}$  sampai dan dapat digunakan dalam injeksi kimia (Sugihardjo, 2002). Jenis emulsi yang paling diharapkan dalam proses EOR adalah emulsi fasa tengah

(mikroemulsi) atau paling tidak emulsi fasa bawah (Sugihardjo Menurut Swern (1979), kemampuan surfaktan untuk meningkatkan kestabilan mikroemulsi tergantung dari kontribusi gugus polar (hidrofilik) dan gugus non polar (lipofilik). Tipe emulsi dan kestabilan mikroemulsi ditentukan *Hydrophile-Lipophile Balance* adalah salah satu parameter kuantitatif untuk menyatakan hidrofilitas dan fungsi surfaktan dalam suatu larutan (Holmberg Dengan mengetahui nilai HLB, kita dapat mengetahui kecenderungan kelarutan surfaktan dalam minyak atau air.

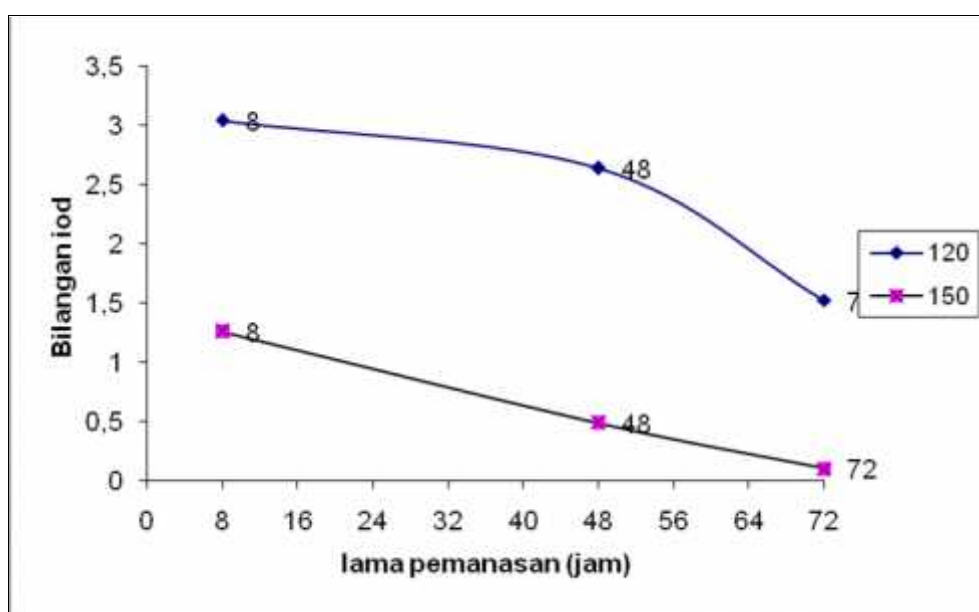
Karena tidak mengukur hidrofob dan lipofil, maka dalam penelitian ini pengujian kestabilan mikroemulsi hanya dilakukan berdasarkan waktu kestabilan mikroemulsi dengan perbandingan volume minyak-air yang sama. Surfaktan yang bersifat larut dalam air memiliki kestabilan yang tinggi pada temperature rendah, sebaliknya surfaktan yang bersifatlarut dalam minyak memiliki kestabilan yang tinggi pada temperatur tinggi (Holmberg dkk., 1998). Kenaikan temperatur akan menurunkan kestabilan emulsi untuk jenis emulsi o/w (*oil in water*). Sebaliknya untuk jenis emulsi w/o (*water in oil*), kenaikan temperatur justru

### **Pengaruh Suhu terhadap Bilangan Iod**

Bilangan Iod merupakan salah satu parameter yang dapat digunakan sebagai indikator untuk mengetahui jumlah ikatan rangkap. Minyak/lemak yang memiliki jumlah ikatan rangkap lebih banyak akan memiliki bilangan iod yang lebih tinggi dibandingkan dengan minyak/lemak yang memiliki jumlah ikatan rangkap yang lebih sedikit. Hasil analisis menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu dan lama pemanasan akan menurunkan bilangan iod. Hal ini diduga karena metil ester dari CPO memiliki kandungan karoten yang merupakan senyawa dengan 11 ikatan rangkap dua sehingga mudah teroksidasi oleh panas dan mempercepat reaksi kerusakan sehingga meningkatkan bilangan iod akibat pembentukan senyawa-senyawa hasil degradasi .



Gambar 9. Pengaruh lama dan suhu pemanasan terhadap bilangan Iod MES dari CPO



Gambar 10. Pengaruh lama dan suhu pemanasan terhadap bilangan Iod MES dari Minyak jelantah

Penurunan bilangan iod dapat disebabkan oleh terjadinya reaksi kimia pada komponen minyak di dalam biji akibat adanya pemanasan. Suhu tinggi dapat mengakibatkan terjadinya reaksi oksidasi pada ikatan rangkap asam lemak tidak jenuh, sehingga menyebabkan ketidakjenuhan minyak berkurang. Minyak yang memiliki asam lemak tidak jenuh yang rendah atau berkurang maka penyerapan iod akan berkurang (bilangan iod rendah). Menurut Ketaren (1986), kecepatan oksidasi lemak yang dibiarkan di

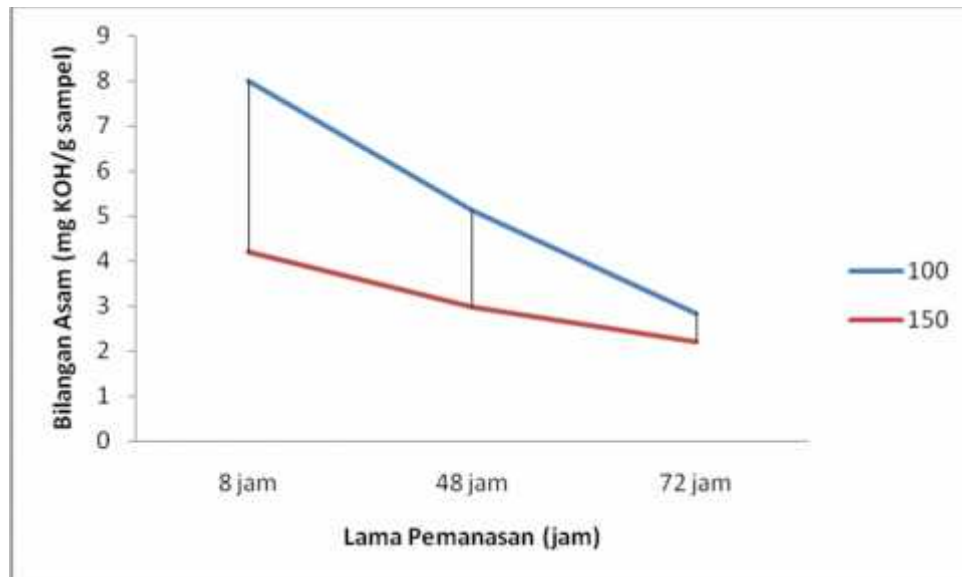
udara terbuka akan bertambah dengan kenaikan suhu. Dengan demikian semakin lama pengempaan maka semakin banyak minyak teroksidasi yang menyebabkan penurunan bilangan iod. Menurut Swern (1979) di dalam Wahyuni (2000), ikatan rangkap tersebut dapat bereaksi secara adisi dengan hydrogen, oksigen, halogen dan sulfur sehingga menyebabkan turunnya nilai bilangan iod.

Hasil analisa menunjukkan bahwa perlakuan perbedaan waktu pengeringan biji jarak dalam oven dengan interaksi perlakuan waktu sterilisasi, nilai bilangan iodnya mengalami penurunan dari 97,24023% pada temperature pengeringan 400 turun menjadi 79,03818% pada temperatur pengeringan 60 0C pada waktu sterilisasi 35 menit (P = 15 Psi) terjadi perubahan yang cukup signifikan terhadap bilangan iod dari minyak jarak hasil perlakuan biji jarak dan perlakuan sterilisasi. Bilangan iod yang dihasilkan mempunyai kecenderungan yang sama yaitu menurun dengan naiknya temperatur pengeringan dan waktu sterilisasi, hal ini menunjukkan bahwa dengan adanya pengaruh kenaikan temperatur dan lamanya waktu sterilisasi maka banyak ikatan rangkap yang putus, yang ditunjukkan oleh turunnya bilangan iod untuk semua perlakuan. Pemanasan dapat menyebabkan pemutusan pada ikatan rangkap yang terdapat pada asam lemak tidak jenuh. Pemutusan dapat menyebabkan penurunan ketidakjenuhan asam lemak dan menghasilkan berbagai jenis ikatan kimia baru seperti alkohol, aldehid, asam dan hidrokarbon, serta asam lemak jenuh dengan komposisi *cis*- dan *trans*-. Suwandil mengatakan bahwa bila suhu pemanasan lebih tinggi daripada suhu normal (168-196) akan terjadi percepatan proses degradasi dan oksidasi minyak goreng. Selama pemanasan yang tinggi akan terjadi proses oksidasi pada ikatan asam lemak tidak jenuh yang menyebabkan reaksi berantai yang akan menghasilkan alkohol, aldehid, asam dan hidrokarbon, serta asam lemak jenuh dengan komposisi *cis* dan *trans*- (9).

### **Pengaruh suhu terhadap bilangan asam**

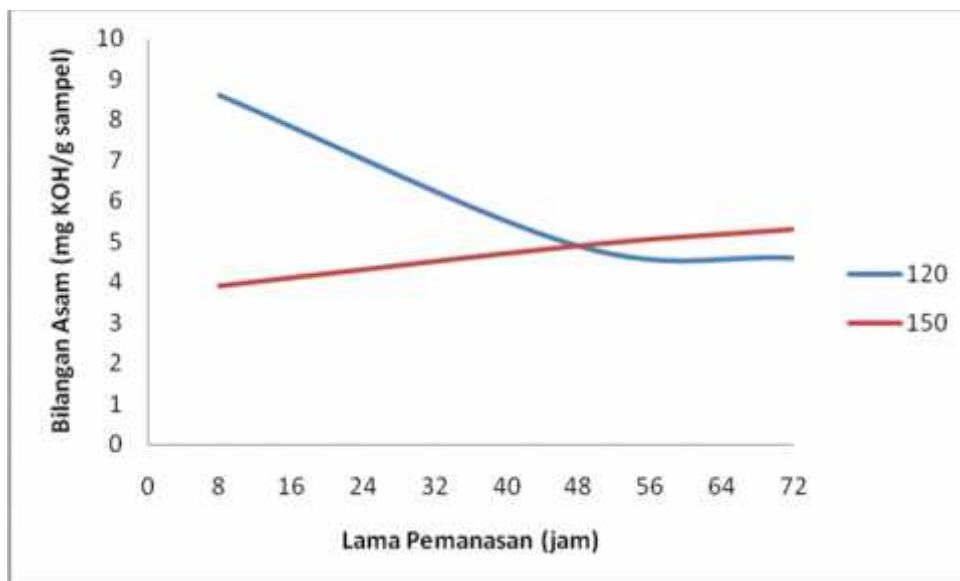
Bilangan asam adalah bilangan yang menunjukkan banyaknya miligram KOH yang diperlukan untuk menetralkan satu gram lemak atau minyak. Ketika Na-bisulfit digunakan dalam proses sulfonasi maka akan meningkatkan bilangan asam. Hasil penelitian menunjukkan bahwa peningkatan suhu dan lama pemanasan dapat menurunkan bilangan asam. Peningkatan suhu dan lama reaksi akan menyebabkan

peningkatan pembentukan sulfon dan reaksi samping seperti asam-asam berantai pendek, pada degradasi yang lebih lanjut akan menghasilkan pembentukan asam sulfur yang menyebabkan penurunan bilangan asam (Moreno, 1988; Hu dan Tuvell, 1986; Dunn, 2002).



Gambar 11. Pengaruh lama dan suhu pemanasan terhadap bilangan asam MES dari CPO

Menurut Idris (1992), pada penelitian menggunakan kulit mete, suhu panas menyebabkan penurunan bilangan asam karena CNSL yang dihasilkan dari kulit biji mete telah mengalami proses dekarboksilasi sehingga sebagian asam anakardat dikonveksi menjadi kardanol. Proses tersebut secara tidak langsung akan menurunkan nilai bilangan asam CNSL.



Gambar 12. Pengaruh lama dan suhu pemanasan terhadap bilangan asam MES dari Minyak jelantah

Kenaikan bilangan asam dapat disebabkan karena kenaikan suhu dan adanya air serta udara yang dapat menyebabkan terjadinya reaksi hidrolisis. Peristiwa tersebut akan menyebabkan penguraian minyak menjadi asam lemak sehingga kandungan asam lemak bebasnya semakin besar. Bertambahnya asam lemak bebas tersebut menyebabkan kenaikan nilai bilangan asam.

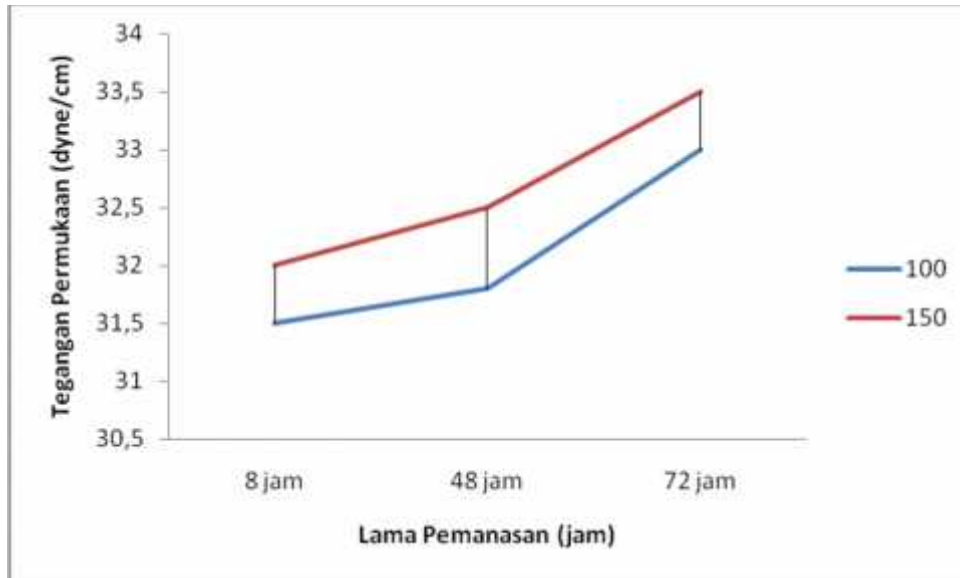
### **Pengaruh suhu terhadap tegangan permukaan**

Tegangan permukaan pada suatu cairan disebabkan adanya gaya tarik menarik antara molekul-molekul pada cairan tersebut dengan udara. Gaya tarik menarik antara molekul-molekul pada suatu cairan lebih besar dibanding pada gas. Satu molekul dibagian dalam suatu cairan mengalami gaya tarik menarik dari semua molekul yang mengelilinginya. Gaya tarik molekul di permukaan lebih besar dibanding bagian luar permukaan. Resultan gaya yang terjadi pada molekul-molekul di permukaan cenderung menggerakkan molekul-molekul tersebut menuju bagian pusat cairan sehingga menyebabkan cairan berperilaku membentuk suatu lapisan tipis yang menyelimuti seperti kulit. Gaya tersebut dikenal sebagai tegangan permukaan (Durrant, 1953).

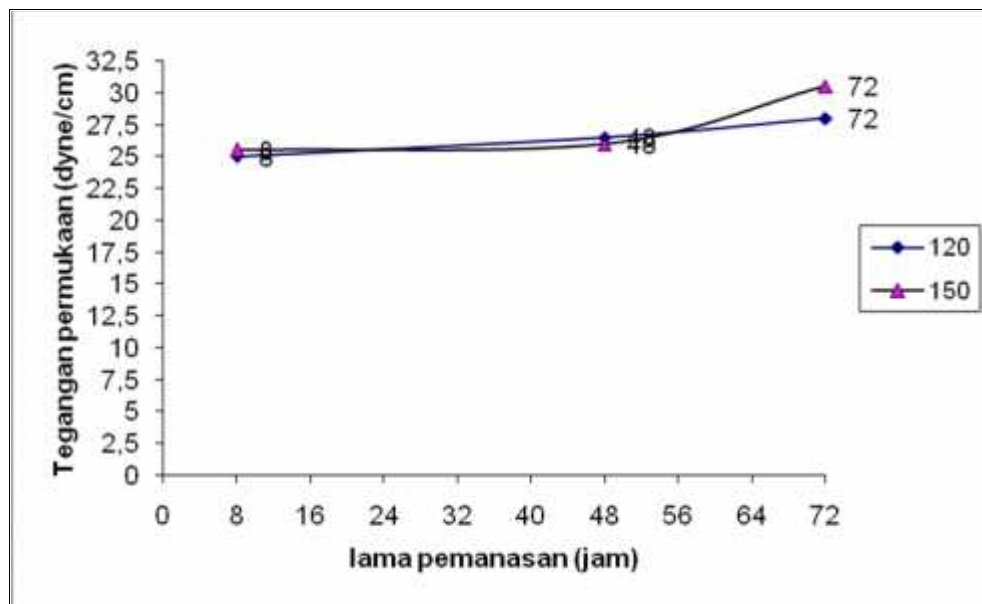
Hasil analisis menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu dan lama pemanasan akan meningkatkan nilai tegangan permukaan. Hal ini diduga karena peningkatan suhu dan lama reaksi akan meningkatkan pembentukan sulfon. Pembentukan sulfon yang tinggi



akan menyebabkan penurunan kelarutan dari surfaktan sehingga menurunkan kemampuan sebagai *surface active agent* yang mengakibatkan peningkatan nilai IFT dan tegangan permukaan.



Gambar 13. Pengaruh lama dan suhu pemanasan terhadap Tegangan Permukaan MES dari CPO



Gambar 14. Pengaruh lama dan suhu pemanasan terhadap Tegangan Permukaan MES dari Minyak jelantah

Menurut Rosen (2004), suhu dan pH larutan akan mempengaruhi degradasi surfaktan. Pada surfaktan yang mengandung gugus ester, degradasi berlangsung lebih cepat dimana surfaktan akan terurai menjadi alkohol dan asam. Kedua produk hasil degradasi ini sangat bersifat tidak aktif permukaan. Berdasarkan penelitian Hu dan Tuvell (1998) mengenai degradasi termal surfaktan *n*-olefin sulfo-nat pada suhu 287 oC, setelah pemanasan 99 jam diketahui adanya degradasi termal dari *n*-olefin sulfonat pada uji hasil degradasi menggunakan HPLC yang ditandai dengan sudah tidak tersisanya sisa zat aktif. Penelitian lain mengenai degradasi surfaktan dilakukan oleh Kawauchi (1997) terhadap surfaktan alkyl sulfat pada suhu 120°C, konsentrasi asam sulfat 2.5 N, 0.5 N, 0.25 N, dan 0,05 N serta lama pemanasan 0, 10, 30, 60, dan 180 menit. Berdasarkan hasil penelitian tersebut didapatkan bahwa surfaktan alkyl sulfat terhidrolisis menjadi alkohol dan sulfat. Proses hidrolisis surfaktan alkyl sulfat berlangsung semakin cepat dengan bertambahnya konsentrasi asam dan semakin lamanya waktu pemanasan.

Suhu pemanasan memberikan pengaruh yang berbeda terhadap nilai IFT dikarenakan suhu akan mempengaruhi kecepatan reaksi degradasi surfaktan MES. Suhu dapat mempercepat terjadinya reaksi dengan memperluas distribusi energi dan memperbanyak jumlah molekul-molekul yang memiliki energi kinetik lebih tinggi dari pada energi aktivasi-nya. Pada suhu yang lebih tinggi energi terdistribusi lebih luas sehingga semakin banyak jumlah molekul-molekul yang memiliki energi kinetik melebihi dari energi aktivasinya. Pada kondisi ini memungkinkan semakin besarnya peluang untuk terjadinya tumbukan dan dengan demikian akan mempercepat terjadinya reaksi penguraian MES. Proses hidrolisis ikatan C-S dan gugus ester yang terjadi pada surfaktan MES membentuk asam dan alkohol diduga mengurangi sifat aktif permukaannya. Walaupun demikian surfaktan MES masih dapat menurunkan tegangan antar muka hingga mencapai 10-2 dyne/cm. Ini diduga, masih adanya surfaktan MES yang tidak terhidrolisis.

### **Hasil Uji Kompatibilitas dan Kelakuan fasa Surfaktan MES dari bahan MES B dan agen pensulfonasi H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>**

Untuk mengetahui kinerja surfaktan MES sebagai *chemical* untuk EOR maka dilakukan beberapa uji kinerja, diantaranya uji kompatibilitas dan pengukuran tegangan

antarmuka (IFT=*Interfacial Tension*) sebagai parameter paling awal. Pada uji kompatibilitas diharapkan surfaktan akan larut sempurna dalam air, atau membentuk satu fasa. Sedangkan pada pengukuran IFT, diharapkan surfaktan akan menurunkan tegangan antarmuka antara minyak dan air sampai pada nilai  $10^{-3}$  Dyne/cm.

Untuk keperluan uji kinerja surfaktan, digunakan sampel reservoir minyak dari lapangan rantau yang merupakan minyak ringan (*light oil*) dan air formasi sintetik dengan kadar garam 10000 ppm.

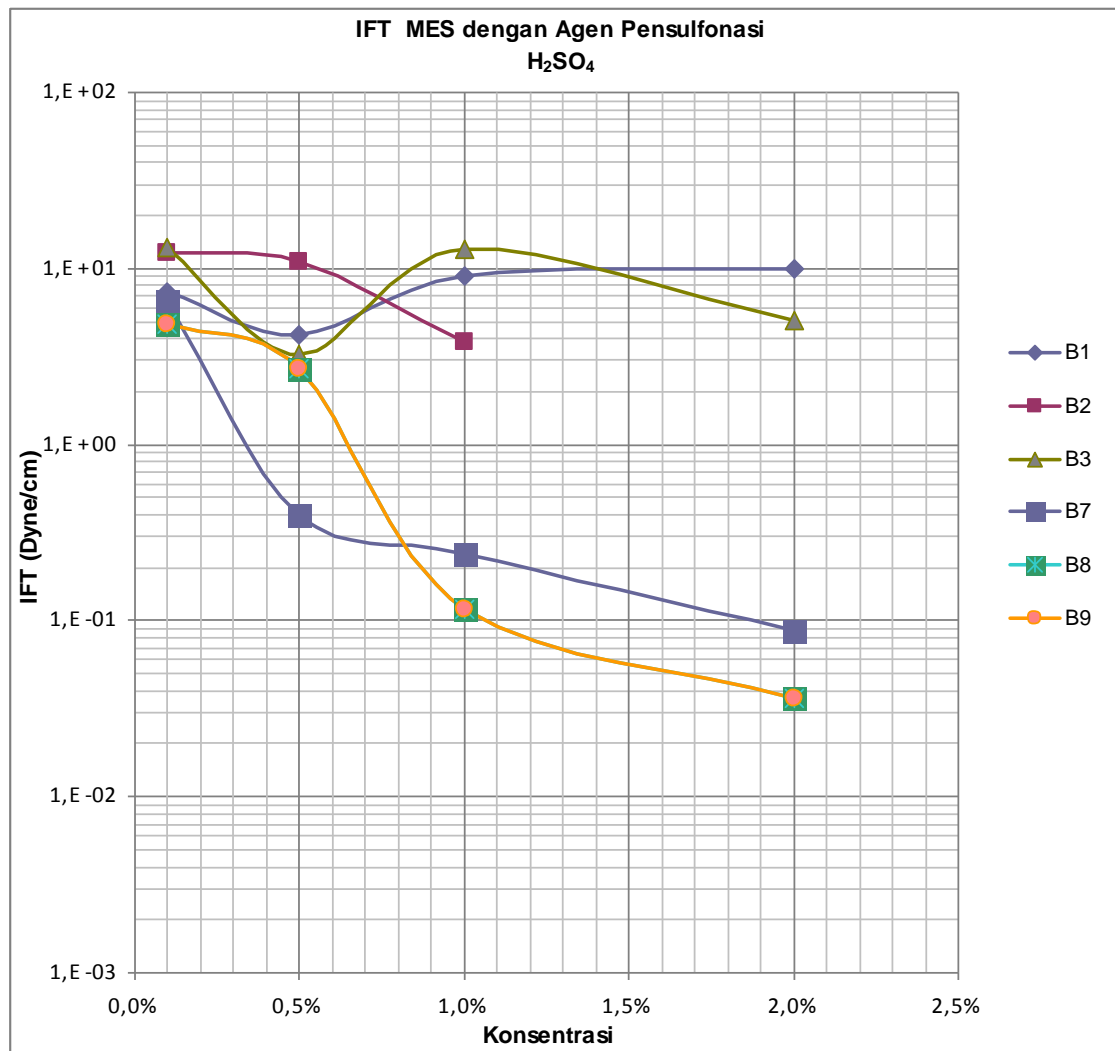
Tabel 4. Hasil uji kompatibilitas

No	Nama Surfaktan	Konsentrasi %	Pengamatan Kompatibilitas	
			Diam	Sesudah dikocok
1	B1	0,1	Jernih, lapisan minyak	light milky, berbusa
		0,5	Light milky, lapisan minyak	milky, berbusa
		1	Light milky, lapisan minyak	milky, berbusa
		2	Light milky, lapisan minyak	milky, berbusa
2	B2	0,1	Jernih, lapisan minyak	light milky, berbusa
		0,5	Light milky, lapisan minyak	milky, berbusa
		1	Light milky, lapisan minyak	milky, berbusa
		2	Light milky, lapisan minyak	milky, berbusa
3	B3	0,1	Jernih, lapisan minyak	light milky, berbusa
		0,5	Light milky, lapisan minyak	milky, berbusa
		1	Light milky, lapisan minyak	milky, berbusa
		2	Light milky, lapisan minyak	milky, berbusa
4	B4	0,1	Jernih, lapisan minyak	light milky, keruh, berbusa
		0,5	Light milky, lapisan minyak	milky, keruh, berbusa
		1	Light milky, lapisan minyak	milky, keruh, berbusa
		2	Light milky, lapisan minyak	milky, keruh, berbusa
5	B5	0,1	Jernih, lapisan minyak	light milky, keruh, berbusa
		0,5	Light milky, lapisan minyak	milky, keruh, berbusa
		1	Light milky, lapisan minyak	milky, keruh, berbusa
		2	Light milky, lapisan minyak	milky, keruh, berbusa
6	B6	0,1	Jernih, lapisan minyak	light milky, keruh, berbusa
		0,5	Light milky, lapisan minyak	milky, keruh, berbusa
		1	Light milky, lapisan minyak	milky, keruh, berbusa
		2	Light milky, lapisan minyak	milky, keruh, berbusa
7	B7	0,1	Light milky, lapisan minyak	Light milky, berbusa
		0,5	milky, lapisan minyak	milky, berbusa
		1	hard milky, lapisan minyak	hard milky, butiran minyak, berbusa
		2	hard milky, lapisan minyak	hard milky, butiran minyak, berbusa
8	B8	0,1	light milky	light milky, butiran minyak
		0,5	milky, kekuningan	milky, kekuningan
		1	milky, kekuningan, lapisan minyak	milky, kekuningan, berbusa
		2	milky, kecoklatan, lapisan minyak	milky, kecoklatan, berbusa
9	B9	0,1	Jernih, lapisan minyak	Light milky, berbusa
		0,5	milky	milky
		1	milky, lapisan minyak	milky, berbusa
		2	hard milky, kecoklatan, lapisan minyak	hard milky, kecoklatan, berbusa

### Pengaruh Konsentrasi MES terhadap IFT

Surfaktan MES dengan bahan metil ester B dan agen pensulfonasi  $H_2SO_4$  ini

menghasilkan IFT pada kisaran hampir sama dengan agen pensulfonasi  $\text{NaHSO}_3$  padatan, tapi tidak semua surfaktan bisa menurunkan IFT antara minyak dan air, nilai IFT surfaktan B4-B6 tidak teridentifikasi.

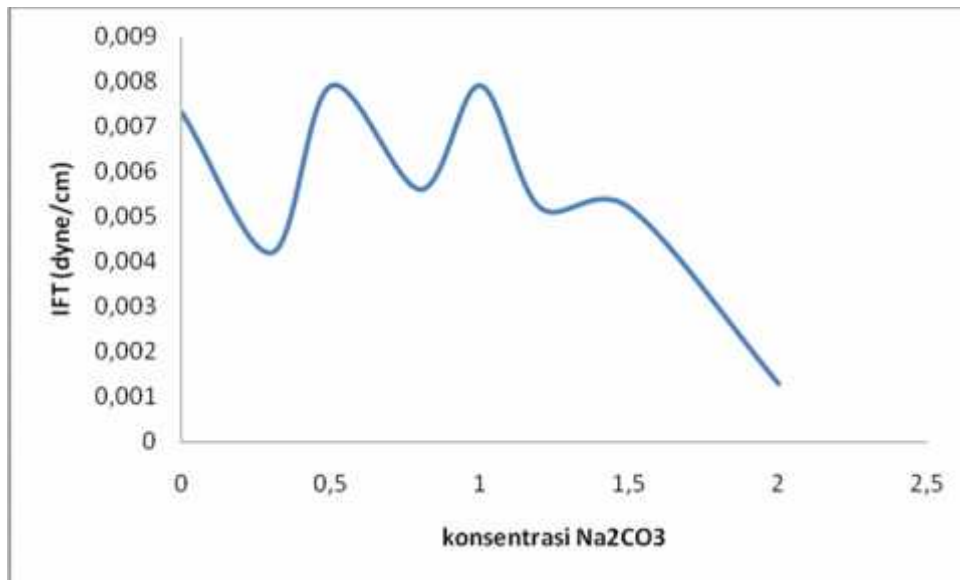


Gambar 15. Pengaruh konsentrasi MES terhadap IFT

### Pengaruh penambahan $\text{Na}_2\text{CO}_3$ terhadap IFT minyak sawit

Injeksi alkali merupakan injeksi dengan pH tinggi (kondisi basa). Tingginya pH dicirikan dengan tingginya konsentrasi anion hidroksida ( $\text{OH}^-$ ). Jenis kimia yang biasanya digunakan adalah: a. Natrium Hidroksida ( $\text{NaOH}$ ), b. Sodium Orthosilicate

( $\text{NaSiO}_6$ ), c. Natrium Carbonate ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ). Dengan enjinjeksikan alkali, diharapkan terjadi: a. penurunan tegangan permukaan (IFT), b. gejala emulsi, c. perubahan wettability.



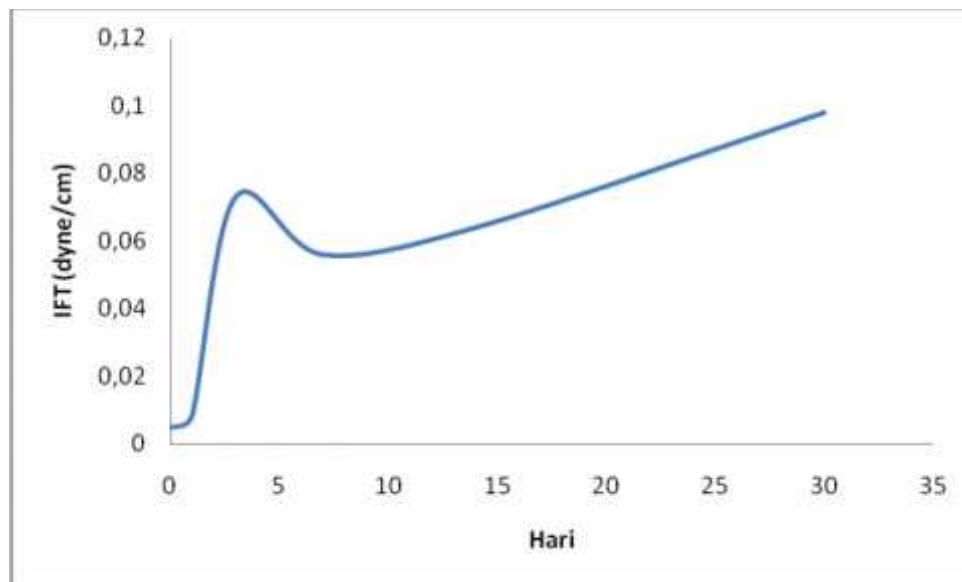
Gambar 16. Pengaruh konsentrasi alkali terhadap IFT MES

Hasil penelitian Rivai dkk (2012) menunjukkan bahwa Formula surfaktan berbasis MES terbaik untuk diaplikasikan pada industri perminyakan lapangan karbonat adalah formula dengan komposisi surfaktan MES 0,3%,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  0,3% dan salinitas 15.000 ppm. Penurunan IFT disebabkan terjadi saat alkali ditambahkan pada jumlah tertentu (Qin, 2011). Alkali menjadi bergerak ke bidang batas minyak dan air kemudian terjadi kontak antara alkali dengan konsentrasi asam pada minyak dan bereaksi menghasilkan surfaktan alami. Saat kondisi konsentrasi optimum terjadi pada bidang batas minyak dan air, nilai IFT akan mengalami penurunan (Zhao, 2005).

### **Termal stabilitas suhu 80°C penambahan 1% $\text{Na}_2\text{CO}_3$**

Uji *thermal stability* dilakukan untuk mengetahui daya tahan larutan ASP terhadap panas pada suhu reservoir. Menurut Hirasaki dkk(6) larutan ASP memadai bila kinerjanya tetap stabil oleh pengaruh panas. Uji ini dilakukan dengan cara memasukkan larutan pada kapsul kaca yang tertutup rapat kemudian diletakkan pada oven pada suhu

reservoir Pada selang waktu 0, 3, 7, 14 dan 30 hari dilakukan pengukuran IFT dan viskositas terhadap larutan ASP. Hasil uji *thermal stability* terhadap larutan ASP (1% alkali Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> + 0.1% surfaktan + 750 ppm polimer), yaitu pengukuran IFT dan viskositas ditunjukkan pada Tabel 9. Harga IFT larutan ASP mengalami kenaikan sebanyak 16 kali dari 3.77x10<sup>-3</sup> pada hari ke-0 (sebelum dipanaskan) sampai harga 6.03x10<sup>-2</sup> Dyne/cm pada hari ke-30. Meskipun demikian harga IFT sebesar 6.03x10<sup>-2</sup> masih dianggap memadai untuk β uida injeksi. Sedangkan harga viskositas larutan ASP, mengalami penurunan sebesar 2.3 kali, yaitu dari 3.318 cp sebelum dipanaskan menjadi 1.427 cp setelah pemanasan pada hari ke-30. Sebagai β uida ASP harga viskositas tersebut masih memadai.



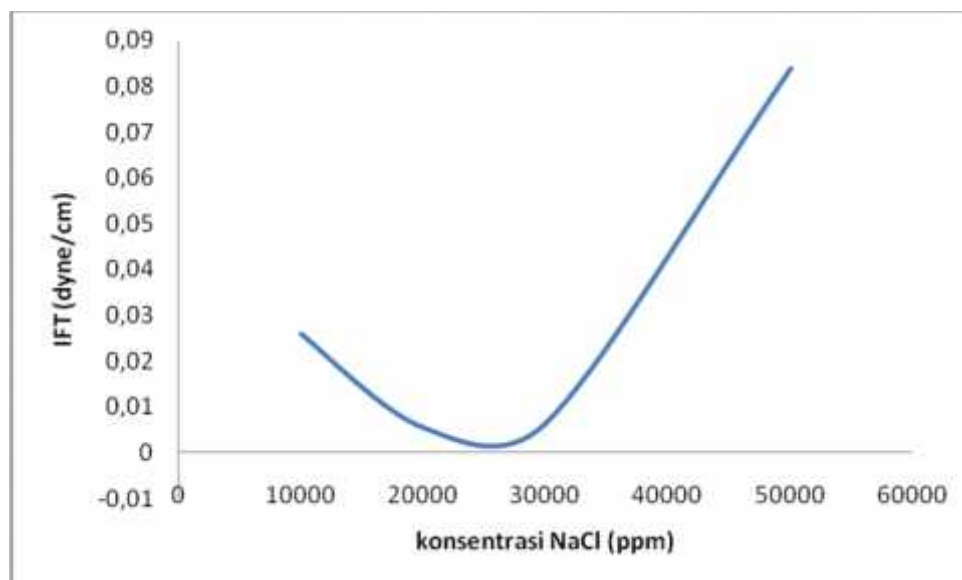
Gambar 17. Gambar 16. Pengaruh lama waktu simpan terhadap IFT MES yang dipanaskan pada suhu 80°C

Peningkatan nilai IFT terjadi diduga karena penyimpanan pada waktu yang lama akan menyebabkan konsentrasi elektrolit menjadi tinggi. Dimana micelle yang terbentuk pada fasa cair menjadi berkurang sehingga proses difusi dan adsorpsi surfaktan yang terjadi pada bidang batas menjadi berkurang sehingga menyebabkan IFT menjadi meningkat (Zhao, 2005).

### **Pengaruh konsentrasi NaCl terhadap IFT**

Tegangan antar muka (*interfacial tension*, IFT) antara minyak dan mikroemulsi merupakan salah satu parameter utama dalam EOR. Tegangan antar muka tersebut harus dikontrol dan ditentukan sebelum slug mikroemulsi digunakan untuk proses EOR. Healy dan Reed (1974) mempelajari pengaruh konsentrasi garam NaCl terhadap tegangan antar muka (mikroemulsi–minyak) dan (mikroemulsi–air), serta pengaruh terhadap parameter kelarutan (solubilization parameter)  $V_o/V_s$  dan  $V_w/V_s$ .  $V_s$  adalah volume surfaktan dalam mikroemulsi, sedangkan  $V_o$  dan  $V_w$  masing-masing adalah volume minyak dan volume air dalam fasa mikroemulsi. Campuran surfaktan/co-surfaktan, air injeksi atau larutan NaCl, dan minyak dapat membentuk fasa “mikroemulsiminyak”, “mikroemulsi-air”, atau keduanya. Penelitian sebelumnya yang dilakukan Ajith dkk.. (1994) dan Sampath (1998) menunjukkan bahwa nilai IFT meningkat seiring dengan meningkatnya salinitas atau kadar garam. Menurut Ajith dkk.. (1994) dan Sampath (1998), larutan garam (brine ) berfungsi sebagai larutan elektrolit. Keberadaan elektrolit dalam sistem yang mengandung surfaktan akan mengurangi interaksi surfaktan-air. Gugus lipofilik surfaktan ionik akan berikatan sebagian atau seluruhnya dengan elektrolit, sehingga masing-masing molekul akan berikatan dengan molekul yang sesuai. Bila surfaktan anionik yang digunakan, maka muatan negatif pada gugus aktif (lipofilik) akan berinteraksi positif dengan muatan positif pada molekul garam, misalnya molekul  $Na^+$  pada larutan NaCl. Akibatnya, surfaktan akan menurun kerjanya. Hovda (2002) dan Mac Arthur dkk. . (2002) melaporkan bahwa keberadaan garam dalam larutan yang mengandung MES akan mengakibatkan MES kehilangan sifat aktif permukaannya karena MES bereaksi membentuk senyawa dinatrium karboksi sulfonat (di-salt ). Surfaktan anionik (MES) yang semula mengikat satu molekul Na akan mengikat lagi Na yang berasal dari larutan garam NaCl sehingga dalam satu molekulnya akan terdapat dua Na. Abu-Sharkh dkk.. (2003) menyatakan bahwa penurunan nilai tegangan antarmuka yang sangat tajam dapat diperoleh melalui peningkatan konsentrasi NaCl. Salinitas 15.000 ppm merupakan salinitas optimal untuk menurunkan nilai tegangan antarmuka surfaktan MES. Pada konsentrasi 15.000 ppm, elektrolit dari NaCl yang ditambahkan mampu menstabilkan mikroemulsi sehingga tegangan antarmuka optimal dapat dicapai. Penambahan salinitas lebih tinggi dari 15.000 ppm tidak menyebabkan nilai tegangan antarmuka surfaktan MES menjadi lebih rendah daripada nilai yang dicapai pada 15.000 ppm. Peningkatan

kadar salinitas yang lebih tinggi dari kondisi salinitas optimal akan menyebabkan peningkatan nilai tegangan antarmuka. Pada penelitian ini diperoleh bahwa nilai salinity optimal terjadi pada konsentrasi NaCl antara 20.000 – 30.000 ppm



Gambar 18. Pengaruh konsentrasi NaCl terhadap IFT MES

Salinitas air formasi berpengaruh terhadap penurunan tegangan permukaan minyak-air oleh surfactant. Untuk konsentrasi garam-garam tertentu, NaCl akan menyebabkan penurunan tegangan permukaan minyak-air tidak efektif lagi. Hal ini disebabkan karena ikatan kimia yang membentuk NaCl adalah ikatan ion yang sangat mudah terurai menjadi ion  $\text{Na}^+$  dan ion  $\text{Cl}^-$ , begitu juga halnya dengan molekul-molekul surfactant. Di dalam air surfactant akan mudah terurai menjadi ion  $\text{RSO}_3^-$  dan  $\text{H}^+$ . Konsekuensinya bila pada operasi injeksi surfactant terdapat garam NaCl, maka akan membentuk HCl dan  $\text{RSO}_3\text{Na}$ , dimana HCl dan  $\text{RSO}_3\text{Na}$  bukan merupakan zat aktif permukaan dan tidak dapat menurunkan tegangan permukaan minyak-air. Selain mempengaruhi tegangan permukaan minyak-air, garam NaCl juga mengakibatkan fraksinasi surfactant yang lebih besar, sampai batuan reservoir tersebut mencapai titik jenuh.

## BAB 7. KESIMPULAN

Peningkatan suhu pemanasan akan memperkecil peak gugus sulfonat,



meningkatkan tegangan permukaan dan tegangan antar muka (IFT), menurunkan bilangan Iod, Bilangan asam dan mengurangi stabilitas emulsi. Konsentrasi MES terbaik untuk menghasilkan IFT terendah adalah 1% yaitu 1,806 dyne/cm, salinitas optimal terjadi pada 20.000 ppm NaCl dengan nilai IFT 0,0055 dyne/cm. Pemanasan pada suhu 80°C selama 30 hari dengan penambahan alkali Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 1% masih menghasilkan IFT 0,098 dyne/cm.

### Daftar Pustaka

- Ajith, S., A.C. John dan A.R. Rakshit. 1994. Physicochemical Studies Of Microemulsions. Pure & Appl. Chem. Vol. 66, No. 3. Great Britain.<http://www.iupac.org/publications/pac/1994/pdf/6603x0509.pdf> [22 Desember 2005].
- American Society for Testing and Material (ASTM). 2001. Annual Book of ASTM Standards: Soap and Other Detergents, Polishes, Leather, Resilient Floor Covering. Baltimore: ASTM
- AOAC. 1995. Official Method on Analysis of the Association of Official Analytical Chemist. AOAC, Washington.
- Ashayer-Soltani, R. 1999. Surfactant Phase Behaviour in Relation to Oil Recovery [Disertasi]. Imperial College, London.
- Ayirala S. 2002. *Surfactant-Induced Relative Permeability Modifications for Oil Recovery Enhancement*. [tesis]. Louisiana State University and Agricultural and Mechanical College..
- Baviere, M, P.Glenat, N. Plazenet dan J. Labrod. 1992. SPE Reservoir Engineering
- Edward ML Tobing dan Hestuti Eni. Peningkatan Perolehan Reservoir Minyak 'R' dengan Injeksi Alkali-Surfaktan-Polimer pada Skala Laboratorium. Lembaran Publikasi Minyak dan Gas Bumi Vol. 47 No. 2, Agustus 2013: 87 – 96.
- Gardener, J.E dan M.E Hayes. 1983. Spining Drop Interfacial Tensiometer Instruction Manual. Departement of Chemistry, University of Texas, Texas.
- Gilje, E, L Sonesson, P.E Holberg dan S. Svennberg. 1992. Norwegian Patent, 170411 and 17097.
- Gomaa, E. 2003. Enhanced Oil Recovery : Modern Management Approach Paper for IATMI. IWPL/Migas Conference, Surakarta.

- Hadisubroto, K. 2005. Strategi Pengembangan Industri Surfaktan di Indonesia. Seminar Pengembangan industri Surfaktan Berbasis Sawit di Indonesia, Jakarta, 12 Agustus 2005.
- Hidayati, S. 2006. Perancangan Proses Produksi Metil Ester Sulfonat dari Minyak Sawit dan Uji Efektivitasnya pada Pendesakan Minyak Bumi. (Disertasi). Bogor: Sekolah Pasca Sarjana, Institut Pertanian Bogor.
- Hidayati, S, A. Suryani, P. Permadi, E.Hambali, K. Syamsu dan Sukardi. 2006. Optimasi Proses Pembuatan Metil Ester Sulfonat dari Minyak Inti Sawit. Jurnal Teknik Industri, Volume 15, No. 3 (96-101).
- Hidayat, S, P. Permadi dan Illim. 2009. Kajian Proses pembuatan MES dari Minyak Jarak pagar dan CPO dari Sawit serta Uji Efektivitasnya untuk Pendesakan Minyak Bumi. Laporan Penelitian Hibah Bersaing.
- Hidayati, S. 2006. Perancangan proses produksi metil ester sulfonat dari minyak sawit dan uji efektivitasnya pada pendesakan minyak bumi. (Disertasi). Bogor: Sekolah Pasca Sarjana, Institut Pertanian Bogor.
- Healy, R.H, Reed, R.L. (1974) Immiscible Microemulsion Flooding. SPE 5817, pp 129-139.
- Hambali, E, A.Suryani, A. Pratomo, P. Permadi, H. Purnomo dan S. Mujdalipah. Kinerja Surfaktan Metil Ester Sulfonat (Mes) Sebagai Oil Well Stimulation Agent Akibat Pengaruh Suhu, Lama Pemanasan, Dan Konsentrasi Asam (HCl). J. Tek. Ind. Pert. Vol. 16(1), 9-17
- Hu, P.C and M.E. Tuvell. 1998. A Mechanistic Approach to the Thermal Degradation of Alfa Olefin Sulfonates. JAOAC, vol. 65:6 (1007 )
- Hu, P.C dan M.E. Tuvell. 1988. Effect of Water Hardness Ions on the Solution Properties of an Anionic Surfactant. JAOCS. Volume 65, No. 8.
- Holmberg, K.; Jonsson, B.; Kronberg, B.; Lindman, B., Surfactants and Polymers in Aqueous Solution; Wiley and Sons: England, 1998.
- Kumar, R dan S.G.T Bhat. 1987. Studies on Surface Activity of Linear Alkylbenzene Sulfonates II: Effect of Water Hardness. JAOCS, Vo. 64 No. 4.
- MacArthur, B.W, B Brooks, W.B Sheats dan N.C Foster. 1998. Meeting the Challenge of Methylester Sulfonation. [terhubung berkala]. <http://www.chemithon.com> [20 Agustus 2002].
- Ketaren, S. 1986. Pengantar Teknologi Minyak dan Lemak Pangan. Jakarta: UI Press.

- Mukherji, S.P, S.P Singh and R.P Kapoor. 1985. Organic Chemistry. Volume 2. New Age International. Limited Publ, New Dehli.
- Miskah, M ,E. P Wulandari dan I Adam. Pengaruh perlakuan Pendahuluan Biji Jarak pagar terhadap Persen Yield dan Mutu Minyak. Jurnal Teknik Kimia, No. 4, Vol. 16, Desember 2009
- Nugroho, R. 2010. Biodiesel. [terhubung berkala].  
<http://www.rbsindonesia.com/pdf/biodiesel.pdf> [8 Maret 2010].
- Particle Engineering Research Center. 2005. *Surfactants*. Univ of Florida.  
[www.unmc.edu/pharmacy/wwwcourse/p\\_surfactants\\_00\\_files/p\\_surfactants.ppt](http://www.unmc.edu/pharmacy/wwwcourse/p_surfactants_00_files/p_surfactants.ppt)  
 [20 November 2005]
- Paul, B.K dan S.P Moulik. 2001. Uses and Applications of Microemulsions. Current Science, Volume 80, No. 8.
- Pessok, R.L, L.D Shields, T. Courns dan I.G Mac William. 1976. Modern Method of Chemical Analysis. Edisi ke-2. New York: John Willey & Sons, Inc.
- Silverstein R.M., Bassler GC, Morrill TC. 1981. Spectrometric Identification of Organic Compound. Ed. 4<sup>th</sup> Singapore. J Wiley.
- Swern. 1982. Bailey's Industrial Oil And Fat Products. di dalam Wahyuni, Leni. 2000. Mempelajari Pengaruh Suhu, Waktu dan Tekanan Pengempaan Terhadap Rendemen dan Mutu Minyak Kulit Biji Mete. ITB. Bogor.
- Wahyuni, Leni. 2000. Mempelajari Pengaruh Suhu, Waktu dan Tekanan Pengempaan Terhadap Rendemen dan Mutu Minyak Kulit Biji Mete. ITB. Bogor.
- Wahyuningsih, Siti. 2000. Ekstraksi Minyak Kullt Biji Mete Menggunakan Metode Pengempaan Suhu Panas. ITB. Bogor.
- Idris. 1992. Mempelajari Pengaruh Suhu Temperatur Dan Penembahan Zat Anti Busa Terhadap Rendemen Dan Mutu Cairan Kulit Buah Mete. IPB. Bogor
- Ketaren, S. 1986. Pengantar Teknologi Minyak dan Lemak Pangan. UI Kempas. Jakarta.
- Pithapurwala, Y.K, A.K Sharma dan D.O Shah. 1986. Effect of Salinity and Alcohol Partitioning on Phase Behavior and Oil Displacement Efficiency in Surfactant-Polymer Flooding. JAOCS Vol. 63, No. 6.
- Prihandaka, R, R Hendroko dan M Nuramin. 2007. Menghasilkan Biodiesel Murah mengatasi Polusi dan kelangkaan BBM. Penerbit Agro Media Pustaka, Jakarta. 128 hlm.

- Rosen, J. Milton. 2004. *Surfactant and Interfacial Phenomena*. Third edition. John Wiley & Sons, Inc.
- Rivai, M, Tun Tedja Irawadi, Ani Suryani, Dwi Setyaningsih. 2012. Perbaikan proses produksi surfaktan metil ester sulfonat dan formulasinya untuk aplikasi enhanced oil recovery (EOR). *J. Tek. Ind. Pert.* Vol. 21 (1), 41-49
- Ruckenstein, E dan C.J Chi. 1975. *Journal Chem. Soc. Faraday Trans 2*(2): 1690-1707.
- Salager, J.L. 2002. *Surfactants types and uses*. Los Andes: Laboratory of Formulation, Interfaces Rheology and Processes.
- Sampath, R, L.T. Moeti, M.J. Pitts dan D.H Smith. 2003. *Characterization of Surfactant for Enhanced Oil Recovery*. Departement of Engineering, Clark Atlanta University, Atlanta.
- Schramm, L.L., E.N. Stasiuk, H. Yarranton, B.B. Maini. dan B. Shelfantook. 2002. *Temperature Effects in the Conditioning and Flotation of Bitumen from Oil Sands in Terms of Oil Recovery and Physical Properties*. Petroleum Society-Canadian Institute Of Mining, Metallurgy & Petroleum. Paper 2002-074. [www.ucalgary.ca/~schramm/CIPC\\_2002\\_074.pdf](http://www.ucalgary.ca/~schramm/CIPC_2002_074.pdf) [15 Maret 2006]
- Sheats, W.B dan B.W Mac Arthur. 2002. Methyl Ester Sulfonate Products. [terhubung berkala]. <http://www.chemithon.com> [26 Februari 2003].
- Sidjabat, O. 2003. Pembuatan Biodiesel dari Minyak CPO parit. *Buletin lemigas*.
- Suwandi M, Sugianto B, Rahman A. *Kimia organik karbohidrat, lipid dan protein* [Disertasi]. Jakarta: Program Pascasarjana Universitas Indonesia; 1989.
- Siregar, S, P. Mardisewojo, dan H.B Sulistyarso. 1999. Pengamatan Laboratorium Tentang Pengaruh Mikroorganisme terhadap Viskositas Minyak dan Tegangan Antarmuka Minyak-air sebagai Prospek Pemakaian dalam Enhanced Oil Recovery. *Journal of Mineral Technology*, Vol. VI, No. 4.
- Sugiyono, A. 2010. Peluang Pemanfaatan Biodiesel dari Kelapa sawit Sebagai Bahan bakar Alternatif pengganti Minyak Solar di Indonesia. [terhubung berkala]. <http://www.geocities.com/market-bppt/publish/biofbbm/bisugi.pdf>. [23 April 2010].
- Suarna, E. 2010. Analisis Pemanfaatan Biodiesel terhadap Sistem Penyediaan Energi. [terhubung berkala]. <http://www.geocities.org/market-bppt/publish/plthd/plsuar.pdf> [23 April 2010].
- Suryani, A, E. Hambali, K. Syamsu, M. Rivai dan P Suryadarma. 2005. Penelitian Pengembangan Produk Surfaktan Berbasis Sawit di Indonesia. Di dalam: *Seminar Peluang Pengembangan Industri Surfaktan Berbasis Sawit di Indonesia*, Jakarta 21 Agustus 2005.

- Sugihardjo, Formulasi optimum campuran surfaktan, air dan minyak, Lembaran Publikasi Lemigas, 2002, 36(3), 37-42.
- Watkins, C. 2001. All Eyes are on Texas. *INFORM 12* : 1152-1159. [terhubung berkala]. Diakses 18 Agustus 2010. <http://www.chemithon.com>
- Widyastuti, L. 2007. Reaksi Metanolisis Minyak Jarak Pagar menjadi Metil Ester sebagai Bahan Bakar Pengganti Minyak Diesel dengan menggunakan Katalis KOH. (Skripsi). Universitas Negeri Semarang. Semarang.
- Unisource Canada. 2005. *GLOSSARY*. Unisource Canada, Inc. [http://www.unisource.ca/upload/tools/facility\\_supply\\_glossary\\_en\\_g.pdf](http://www.unisource.ca/upload/tools/facility_supply_glossary_en_g.pdf) [30 November 2006]
- www. Kompas.com
- Zhao, Z, Li, Z, Qiao, W, Cheng, L. 2005. Dynamic Interfacial Behaviour Between crude Oil and Octyl Methyl Naphtalena Sulfonate Surfactant Flooding System. *Colloids and Surfaces*. Pp. 71-80

## BAB 6. RENCANA TAHAP BERIKUTNYA

Pelaksanaan penelitian selanjutnya yaitu melanjutkan analisis kinerja MES dari CPO parit dan uji kinerjanya. Tujuan penelitian Tahun uji adsorpsi batuan dan pengujian terhadap pendesakan minyak bumi. Hasil penelitian pada Tahun 2 menunjukkan bahwa MES dengan perlakuan suhu menunjukkan bahwa MES memiliki ketahanan pada Pemanasan pada suhu 120-180°C selama 8 jam belum mampu merusak gugus sulfonat tetapi pemanasan pada suhu 180°C selama 56 jam mampu merusak gugus sulfonat ditandai dengan penurunan peak mencapai setengah pada gugus sulfonat pada MES dari minyak sawit, perlakuan penambahan Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> pada konsentrasi 2% masih mampu menurunkan tegangan antar muka sebesar 0,0013 dyne/cm, pada salinitas sampai 30.000 ppm masih menghasilkan IFT pada kisaran 0,0065 dyne/cm.

Berdasarkan hasil penelitian Tahun II, MES yang dihasilkan memiliki potensi untuk dimanfaatkan sebagai surfaktan flooding sehingga perlu dikaji untuk penggunaan MES terhadap pendesakan minyak bumi. Parameter yang diamati untuk mengetahui kinerja MES pada proses pendesakan minyak bumi, parameter yang diamati adalah ketahanan MES terhadap salinitas, kesadahan, suhu, adsorpsi batuan dan perolehan minyak pada uji *core displacement*.

## **Lampiran. Instrumen**

### **1. Sarana**

Sarana yang akan digunakan dalam penelitian ini terdiri dari:

- a. Laboratorium Analisis Hasil Pertanian jurusan Teknologi Hasil Pertanian yang dilengkapi dengan alat pembuatan metil ester sulfonat berupa digester pemasak, alat gelas serta alat-alat pendukung analisis kimia.
- b. Laboratorium EOR Institut Teknologi Bandung dengan sarana dapat mengukur pendesakan minyak bumi (oil displacement)
- c. Laboratorium Miscellar Lemigas, Jakarta dilengkapi alat untuk pengukuran tegangan antarmuka, densitas dan UV-Visible.
- d. Laboratorium Biomass Universitas Lampung dilengkapi dengan alat Fourier Transform Infra Red dan Gas Kromatografi
- e. Keterangan Tambahan: Laboratorium Miscellar di lemigas menerima mahasiswa penelitian dengan lingkungan kerja yang kondusif dan sarana yang sangat memadai dan ahli-ahli yang berkecimpung dibidang surfaktan untuk EOR.

## Lampiran 2. Personalia tenaga peneliti berserta kualifikasinya

No	Nama	NIDN	Bidang Ilmu	Alokasi waktu(jam/minggu)	Uraian tugas
1	Dr. Sri Hidayati	0030097102	Kimia Hasil Pertanian	20	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Mengontrol pekerjaan produksi MES</li> <li>- Memberi pengarahan pekerjaan teknisi dan mahasiswa</li> <li>- Membuat laporan</li> <li>- Analisis data</li> </ul>
3	Dr. Muh Sarkowi	0010127102	Ekspolrasi minyak	20	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Mengontrol pekerjaan sehubungan dengan uji displacement</li> <li>- Mengontrol pekerjaan sehubungan dengan uji kinerja MES pada EOR</li> </ul>
4	Joko Sugiyanto		Analisi Kimia	5	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Membantu analisis sifat kimia MES</li> <li>- Membantu menyediakan bahan kimia</li> </ul>



## Lampiran 4. Biodata peneliti

### A. Identitas Diri Ketua peneliti

1	Nama Lengkap (dengan gelar)	Dr. Sri Hidayati, S.T.P, M.P.	P
2	Jabatan Fungsional	Lektor Kepala	
3	Jabatan Struktural		
4	NIP/ NIK/ Identitas lainnya	132143345	
5	NIDN	0030097102	
6	Tempat dan Tanggal Lahir	Bandar Jaya, 30 September 1971	
7	Alamat Rumah	Gg. Rajawali No.3 Polri Rajabasa Bandar Lampung	
8	Nomor Telepon/ Faks/ HP		
9	Alamat Kantor	Jl. Soemantri Brojonegoro no. 1, Bandar Lampung 35145	
10	Nomor Telepon/ Faks		
11	Alamat e-mail	srihidayati_sarkowi@yahoo.com	
12	Lulusan yang Telah Dihasilkan	S-1= Orang; S-2= Orang; S-3= Orang	
13	Mata Kuliah yang Diampu		
		1. Teknologi Bioenergi	
		2. Sistem Penunjang Keputusan	
		3. Metode Ilmiah	
		4. Teknologi Hasil Perkebunan Lanjut	
		5. Manajemen Agroindustri	
		6. Pemodelan dan Analisis Sistem dalam Lingkungan	
		7. Rancangan Percobaan	

### B. Riwayat Pendidikan

	S-1	S-2	S-3
Nama Perguruan Tinggi	Universitas Lampung	Universitas Gadjah Mada	Institute Pertanian Bogor
Bidang Ilmu	Teknologi Hasil Pertanian	Ilmu dan Teknologi Pangan	
Tahun Masuk-Lulus	1990-1995	1995-1997	2002-2006

Judul Skripsi/ Thesis/ Disertasi	Produksi Makanan Ekstrui dari Ubi Kayu dan Jagung	Pemutihan Pulp dari Ampas Tebu untuk Pembuatan CMC	Perancangan Proses Produksi MES dari Sawit dan Uji Efektivitasnya untuk Pendesakan Minyak Bumi
Nama Pembimbing/ Promotor	Dr. Siti Nurdjanah	Prof. Kapti Rahayu	Prof. Ani Suryani, DEA

### Pengalaman Penelitian Dalam 5 Tahun Terakhir

No	Tahun	Judul Penelitian	Pendanaan	
			Sumber	Jml (Juta Rp)
1	2008	Kajian Proses pembuatan MES dari Minyak Jarak pagar dan CPO dari Sawit serta Uji Efektivitasnya untuk Pendesakan Minyak Bumi	Hibah Bersaing Th 1	45
2	2009	Kajian Proses pembuatan MES dari Minyak Jarak pagar dan CPO dari Sawit serta Uji Efektivitasnya untuk Pendesakan Minyak Bumi	Hibah Bersaing Th 2	45
3	2009	Optimasi Produksi Biobutanol dari Biomassa Limbah Agroindustri sebagai Pengganti Bahan Bakar Minyak (anggota)	Hibah Strategis Nasional (Unila) 2009	90
4	2009	Pemanfaatan Senyawa Aktif dari Buah Makasar dan Bungkil Jarak Pagar sebagai Insektisida Alami Tanaman Kambu Mete dan Lada (anggota)	KKP3T-Deptan 2009	85
5	2010	Karakteristik Gugus Sulfonat dan perubahan Komposisi Metil Ester akibat Kerusakan Panas pada MES dari Sawit dan Jarak pagar	Fundamental thn 1	30
6	2010	Potensi Brucein-C Dari Buah Makasar ( <i>Brucea javanica</i> ) Sebagai Insektisida Alami Hama Walang Sangit Dan Wereng Coklat (anggota)	Hibah Bersaing Nasional (Unila)	45
7	2010	Hidrolisis Enzimatis Biomasa Limbah Agroindustri Menjadi Gula Reduksi Sebagai Bahan Baku Produksi Bioetanol Pengganti Bahan Bakar Minyak (anggota)	DIPA PNB Unila	10
8	2011	Karakteristik Gugus Sulfonat dan perubahan Komposisi Metil Ester akibat Kerusakan Panas pada MES dari Sawit dan Jarak pagar	Fundamental thn 2	35
9	2011	Optimasi Produksi Pulp Non Kayu Secara Organosolve Dengan Katalisator Asam (anggota)	Hibah Bersaing Dikti	35
10	2012	Optimasi produksi pulp Non kayu Secara Organosolve dengan katalisator	HB	40

11	2013	Optimasi Produksi Surfaktan dari CPO parit dan Minyak jelantah dari Sawit dan Uji Efektivitasnya pada pendesakan Minyak	HB	
12	2013	Pengembangan produksi Emulsifier dan Surfaktan dari Minyak Inti sawit Berbasiskan reaksi Alkoholisis (Anggota)	Strategis nasional	

#### D. Pengalaman Pengabdian Kepada Masyarakat Dalam 5 Tahun Terakhir

No	Tahun	Judul Pengabdian Kepada Masyarakat	Jabatan	Sumber Dana (juta)
1	2013	IbM kelompok tani kakao di Kecamatan Katibung lampung selatan	Ketua	50
2	2012	Pelatihan diversifikasi produk olahan dari jamur tiram dan manajemen produksi dalam upaya meningkatkan pendapatan petani jamur di kemiling bandar lampung	Ketua	5
3	2012	Penyuluhan dan pelatihan pasca panen buah kakao dan pembuatan kompos dari limbah kakao di kecamatan sukoharjo kabupaten pringsewu	anggota	5
4	2012	Pelatihan manajemen produksi industri pengolahan makanan tradisional rengginang rasa ikan di desa sukajaya, kecamatan Lempasing, kabupaten Pesawaran	anggota	5
5	2011	Penyuluhan Peningkatan Nilai Tambah Produk Pangan Non Beras di Kabupaten Pesawaran	Ketua	5
6	2010	Penyuluhan Produksi Kecap ikan di Kelurahan Sukajaya	Anggota	4
7	2009	Pelatihan Pembuatan Krem santan bagi petani kelapa, pedagang kelapa dan calon wirausahawan	Anggota	4

**E. Pengalaman Penulisan Artikel Ilmiah Dalam Jurnal Dalam 5 Tahun Terakhir**

No	Tahun	Judul Artikel Ilmiah	Volume / Nomor	Nama Jurnal
1.	2009	Pengaruh Rasio Mol, Suhu dan lama reaksi terhadap Bilangan Iod, Bilangan Asam d, Bilangan peroksida dan kandungan Sulfonat Surfaktan dari CPO.	Vol 2 No. 2.	Jurnal Riset Kimia
2.	2007	Pengaruh kesadahan dan salinitas terhadap Kinerja surfaktan berbasis kelapa sawit.	Vol 15, NO. 5	Agritek
3.	2007	Pengaruh suhu dan lama pemanasan terhadap kerusakan gugus sulfonat	Vol 15, NO. 6.	Agritek
4.	2006	Penentuan Gugus Sulfonat Hasil degradasi Panas pada metil Ester Sulfonat menggunakan Fourier Transform Infrared Spectroscopy.	Vol. 2, No 2 (78-82).	Jurnal Lamina Media Publikasi ilmiah
5.	2006	Optimasi Proses Pembuatan Metil Ester Sulfonat dari Minyak Inti Sawit.	Volume 15, No. 3 (96-101).	Jurnal Teknologi Industri Pertanian
6.	2010	Proses pembuatan Pulp berbasis Ampas tebu:bamboo dengan metode Acetosolve.	Volume 3 No. 2	Jurnal riset Kimia
7	2010	Studi Analisis Finansial Kelayakan Industri Biokerosen Pada Kapasitas Yang Berbeda Di Lampung.	Vol 3, No.2	Jurnal Agribisnis Terpadu
8	2010	Kajian Penggunaan Asam Perasetat untuk pemutihan Pulp Bagase hasil Organosolve	Vol 2, No 1	Jurnal Agroekoteknologi

Semua data yang saya isikan dan tercantum dalam biodata ini adalah benar dan dapat

dipertanggungjawabkan secara hukum. Apabila di kemudian hari ternyata dijumpai ketidaksesuaian dengan kenyataan, saya sanggup menerima risikonya.

Demikian biodata ini saya buat dengan sebenarnya.

Bandar Lampung, 21 oktober 2013



Dr. Sri Hidayati, S.T.P, M.P  
NIP19710930 1995122001

#### Lampiran 4. Biodata Anggota Pengusul Hibah Bersaing

##### I. IDENTITAS DIRI

1.1	Nama Lengkap	Pudji Permadi, M.Sc., Ph. D.
1.2	Jabatan Fungsional	Guru Besar
1.3	NIP	130889801
1.4	Tempat dan Tanggal Lahir	Jakarta, 04 Maret 1953
1.5	Alamat Rumah	Jalan Bojong Kaler 1/4, Bandung
1.6	Nomor Telepon / Faks	022-2512571
1.7	Nomor HP	08156011200
1.8	Alamat Kantor	Jalan Ganesa 10, Bandung
1.9	Nomor Telepon / Faks	022-2504955
1.10	Alamat e-mail	pujdi@tm.itb.ac.id
1.11	Lulusan yang telah dihasilkan	S1, S2 & S3 Bidang Teknik Perminyakan
1.12	Mata Kuliah yang diampu	1. Petrofisika
		2. Petrofisika Lanjut
		3. Metoda Penelitian
		4.
		5.
		6.
		7.
		8.

##### II. RIWAYAT PENDIDIKAN

	S - 1	S - 2	S - 3
Nama PT	ITB	USC	NMIMT
Bidang Ilmu	Tek. Perminyakan	Tek. Perminyakan	Tek. Perminyakan
Tahun Masuk - Lulus	1972 - 1978	1983 - 1985	1986 - 1990
Judul Tugas Akhir	Efektivitas Injeksi Uap	Displacement of oil by water	Wettability of core-oil-brine
Nama Pembimbing/ Promotor	Ir. Bambang T.	Dr. Y. Yortsos	Dr. N. Morrow

### III. PENGALAMAN PENELITIAN

No	Tahun	Judul Penelitian	Penda naan	
			Sumber	Jml (Juta Rp)
1.	2000	Water coning pada sumur horizontal	DIKTI	90
2.	2004	Interrelationship among rock properties	CPI	220
3.	2010	Reistivity of intra-formation shale	Chevron	170
4.				
5.				

### IV. PENGALAMAN PENGABDIAN MASYARAKAT

*Urutkan judul pengabdian kepada masyarakat yang pernah dilakukan (sebagai ketua) selama 5 tahun terakhir dimulai dari yang paling diunggulkan menurut Saudara sampai pengabdian kepada masyarakat yang tidak diunggulkan.*

No	Tahun	Judul Pengabdian Kepada Masyarakat	Penda naan	
			Sumber	Jml (Juta Rp)
1.	2006	Simulasi Reservoir Talang Jimar	Pertamina	300
2.	2010	Preliminary study of CO2 Injection	Petrochina	170
3.				

### V. PENGALAMAN PENULISAN ARTIKEL ILMIAH DALAM JURNAL (Tidak termasuk Makalah Seminar/Proceedings, Artikel di Surat Kabar)

Urutkan judul artikel ilmiah yang pernah diterbitkan selama 5 tahun terakhir dimulai dari artikel yang paling diunggulkan menurut Saudara sampai penelitian yang tidak diunggulkan.

No	Tahun	Judul Artikel Ilmiah	Volume / Nomor	Nama Jurnal
1.	2000	Studi perbandingan Kehilangan Produksi Sumur-Sumur Horizontal dan Vertikal Akibat Kerusakan Formasi produktif	Vol VII, No. 3	Jurnal Teknologi Mineral
2.	1996	Usulan Metoda Prediksi Kinerja Sumur Horizontal	Vol II, No. 1	Jurnal Teknologi Mineral
3.	1995	Kajian Beberapa Metode Penentuan Proeuktivitas Sumur Horizontal	Vol. 3 No. 4	Jurnal Teknologi Minyak dan gas Bumi
4.	1992	Produksi Minyak Bumi dengan Menitikberatkan Sifat Antar permukaan	No. 1-2	Jurnal Teknologi Minyak dan gas Bumi
5.	1984	Efisiensi Aliran Sumur dengan Perforated Completion.	No. 7	Jurnal Teknologi Minyak dan gas Bumi

#### VI. PENGALAMAN PENULISAN BUKU

Urutkan judul buku yang pernah diterbitkan selama 5 tahun terakhir dimulai dari buku yang paling diunggulkan menurut Saudara sampai buku yang tidak diunggulkan.

No	Tahun	Judul Buku	Jumlah Halaman	Penerbit
1.	-	-	-	-
2.				
3.				
4.				
5.				

#### VII. PENGALAMAN PEROLEHAN HKI

Urutkan judul HKI yang pernah diterbitkan 5-10 tahun terakhir.

No	Tahun	Judul Tema/HAKI	Jenis	No P/ID
1.	-	-	-	-
2.				
3.				

**VIII. PENGALAMAN MERUMUSKAN KEBIJAKAN PUBLIK/REKAYASA SOSIAL LAINNYA**

*Urutkan judul rumusan kebijakan/rekayasa sosial lainnya yang pernah dbuat/ditemukan selama 5 tahun terakhir.*

No	Tahun	Judul/Tema/Jenis Rekayasa Sosial Lainnya yang Telah Diterapkan	Tempat Penerapan	Respon Masyarakat
1.	-	-	-	-
2.				
3.				

**IX PENGHARGAAN YANG PERNAH DIRAIH**

*Urutkan penghargaan (award) dari pemerintah atau dari asosiasi yang pernah diraih dalam 10 tahun terakhir; lampirkan fotokopi sertifikatnya.*

Semua data yang saya isikan dan tercantum dalam biodata ini adalah benar dan dapat dipertanggungjawabkan secara hukum. Apabila di kemudian hari ternyata dijumpai ketidak-sesuaian dengan kenyataan, saya sanggup menerima risikonya. Demikian biodata ini saya buat dengan sebenarnya untuk memenuhi salah satu persyaratan dalam pengajuan Hibah Penelitian Kompetensi.

Bandung, 20 April 2013

Anggota Pengusul



Prof. Dr. Pudji Permadi, M.Sc



## PRODUKSI METIL ESTER SULFONAT DARI METIL ESTER METIL ESTER MINYAK SAWIT

### (Methyl Ester Production From Methyl Ester of Palm Oil)

Sri Hidayati<sup>1\*</sup>, Pudji Permadi<sup>2</sup> dan Hestuti Eni<sup>3</sup>

1. Jurusan Teknologi Hasil Pertanian, Unila

Jl Sumantri Brojonegoro No. 1 Bandar Lampung 35145

\* Korespondensi : [hidayati\\_thp@unila.ac.id](mailto:hidayati_thp@unila.ac.id)

2. Jurusan Teknik Perminyakan, Institut Teknologi Bandung

3. Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Minyak dan Gas Bumi

Lembaga Penelitian Minyak dan Gas

Jl Ciledug Raya, kavling 109 Cipulir, kebayoran Lama, Jakarta Selatan 12230

### ABSTRAK

*Sebuah penelitian tentang proses produksi metil ester sulfonat menggunakan minyak kelapa sawit dilakukan dengan menggunakan NaHSO<sub>3</sub> sebagai agen pensulfonasi dengan variasi rasio mol NaHSO<sub>3</sub> 1:1,25, 1:1,5, 1:1,75 dan 1:2 dan lama sulfonasi dengan variasi 3, 4,5, dan 6 jam. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kondisi proses sulfonasi terbaik terdapat pada rasio mol 1:1,5 dan lama reaksi 4,5 jam dan suhu reaksi 100°C yang menghasilkan nilai stabilitas emulsi 68,25%, bilangan asam 2,57 mg KOH/g sampel, bilangan iod 10,91 g Iod/100 g sampel. Konsentrasi MES terbaik untuk menghasilkan IFT terendah adalah 1% yaitu 1,806 dyne/cm, salinitas optimal terjadi pada 20.000 ppm NaCl dengan nilai IFT 0,0055 dyne/cm. Pemanasan pada suhu 80°C selama 30 hari dengan penambahan alkali Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 1% masih menghasilkan IFT 0,098 dyne/cm.*

**Kata Kunci:** MES, proses sulfonasi, NaHSO<sub>3</sub>

### ABSTRACT

*An experiment of sulfonation process of methyl ester to produce methyl ester sulfonates (MES) was carried out using oil palm methyl ester and NaHSO<sub>3</sub> as sulfonating agent with variation of ratio mol NaHSO<sub>3</sub> : methyl ester (1:1,25, 1:1,5, 1:1,75 and 1:2 ) and sulfonation time (3 hour (L1), 4,5 hour (L2) and 6 hour (L3). The experiment result showed the best sulfonation condition present in 1:1,5 mol ratio and sulfonation time of 4,5 hour. The best characteristic of MES is produced emulsion stability of 68,25%, acid value of 2,57 mg KOH/g, iod value 10,91 g Iod/100 g sample, interfacial tension of 1,806 dyne/cm at MES concentration of 1%. The optimal salinity occurred at concentration of 20.000 ppm which IFT value of 0,0055 dyne/cm . Heating at a temperature of 80° C for 30 days with the addition of 1% Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> alkali still produce IFT 0,098 dyne / cm.*

**Keyword:** MES, sulfonation, NaHSO<sub>3</sub>

### PENDAHULUAN

Kelapa sawit merupakan salah satu komoditas perkebunan yang sangat penting di Indonesia.. Untuk meningkatkan nilai tambah kelapa sawit, diperlukan upaya untuk meningkatkan produk sawit dari CPO sawit ke industri hilir kelapa sawit seperti industri oleokimia. Surfaktan yang dapat disintesa dari minyak sawit antara lain metil ester sulfonat (MES). MES memiliki kelebihan dibanding surfaktan yang berbasis petrokimia yaitu *renewable*, mudah didegradasi (*good biodegradability*), sifat deterjensi yang baik walaupun berada pada air dengan tingkat kesadahan yang tinggi (*hard water*), dapat mempertahankan aktivitas enzim yang lebih baik, toleransi yang lebih baik terhadap keberadaan kalsium, dan kandungan garam (*disalt*) lebih rendah (Matheson, 1996; Satsuki, 1992; Drozd, 1990; Aparicio dkk., 2012).

Sheats dan Arthur (2002) melaporkan bahwa metil ester sulfonat dapat disintesis dari beberapa tanaman seperti kelapa, kelapa sawit (CPO dan PKO), tallow dan kedelai. Menurut Foster (1997), beberapa faktor yang sangat mempengaruhi kualitas MES adalah rasio mol, suhu reaksi, konsentrasi reaktan (gas  $\text{SO}_3$ ), pH netralisasi, lama penetralan, dan suhu selama penetralan. Proses sulfonasi dapat dilakukan dengan mereaksikan asam sulfat, sulfit,  $\text{NaHSO}_3$ , atau gas  $\text{SO}_3$  dengan ester asam lemak (Bernardini, 1983; Watkins 2001).

Pada industri besar proses sulfonasi dilakukan dengan menggunakan gas  $\text{SO}_3$  sebagai reaktan. Kelebihan gas  $\text{SO}_3$  sebagai *agent* pensulfonasi antara lain bersifat reaktif, menghasilkan konversi yang lebih sempurna, dan tidak terdapat limbah pada prosesnya (Mujdalifah dkk., 2012). Tetapi proses ini membutuhkan peralatan yang mahal dan kontrol yang sangat ketat karena gas  $\text{SO}_3$  memiliki sifat

reaktifitas yang tinggi dan menghasilkan produk yang berwarna hitam. Untuk aplikasi lebih lanjut, warna produk yang hitam tersebut memerlukan proses pemucatan. Untuk mengurangi laju reaksi dari gas  $\text{SO}_3$  yang sangat cepat dan reaktif dalam proses sulfonasi dapat digunakan asam sulfamat, asam klorosulfat, oleum dan Na-bisulfit. Na-bisulfit ( $\text{NaHSO}_3$ ) dapat digunakan karena memiliki keunggulan yaitu produk yang dihasilkan berwarna lebih cerah dan mudah diaplikasikan pada skala produk kecil. Penelitian penggunaan Nabisulfit sebagai reaktan pada proses pembuatan MES telah dilakukan oleh Hidayati dkk. (2006), Mansur dkk. (2007) Edison dkk. (2009) , Helianty dan Zulfansyah (2011).

Kinerja yang paling utama surfaktan adalah kemampuan menurunkan tegangan antarmuka (IFT) dan stabilitas emulsi. Surfaktan yang mampu membentuk mikroemulsi memiliki sifat karakteristik seperti memiliki harga IFT yang rendah dan memiliki kapasitas untuk melarutkan antara minyak dan air. Drelich dkk. (2002) pada *surfactant flooding* dengan menggunakan surfaktan sangat dipengaruhi oleh kemampuan surfaktan dalam menurunkan tegangan antarmuka (IFT). Dengan menurunnya tegangan antarmuka minyak-air, maka tekanan kapiler yang bekerja pada daerah penyempitan pori-pori akan berkurang, sehingga sisa minyak yang terperangkap dalam pori-pori batuan mudah didesak dan diproduksi (Nuraini dkk., 2004).

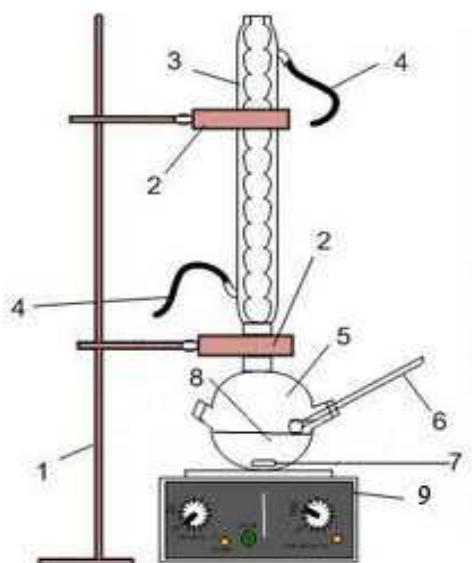
Sugihardjo dkk. (2002) menyatakan bahwa faktor yang mempengaruhi efektifitas surfaktan dalam menurunkan tegangan antar muka minyak-air adalah jenis surfaktan yang digunakan, konsentrasi surfaktan dan *co*-surfaktan yang digunakan, kadar garam larutan dan adsorpsi larutan *co*-surfaktan sedangkan

menurut Gomma (2003), kestabilan mikroemulsi dipengaruhi oleh salinitas, zat aditif, kesadahan, suhu dan tekanan. Hasil penelitian Hidayati (2006) menunjukkan bahwa penggunaan MES dari metil ester inti sawit pada konsentrasi 1% pada salinitas 20.000 ppm menghasilkan IFT  $2,3^{-3}$  dyne/cm. Tujuan penelitian ini adalah mendapatkan rasio mol dan lama sulfonasi yang menghasilkan MES dengan kinerja yang sesuai dengan kriteria untuk *surfactant flooding* dalam EOR.

## METODE PENELITIAN

### Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam proses pembuatan Metil Ester Sulfonat adalah seperangkat reaktor sulfonasi, sentrifius, rotor penggerak, alat timbang dan alat analisis seperti kromatografi gas, *Fourier Transform Infra red* (FTIR), dan alat analisis uji kimia. Bahan yang digunakan untuk penelitian adalah: Metil ester dari metil ester minyak sawit,  $\text{NaHSO}_3$ , metanol, KOH, NaOH, KI, Phenolptelin, KI, Na-thiosianat,  $\text{CHCl}_3$ , pereaksi Wijs,  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , alkohol netral 95%, NaCl,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  dan Xylene. Alat yang digunakan sebagai rangkaian seperti gambar 1.

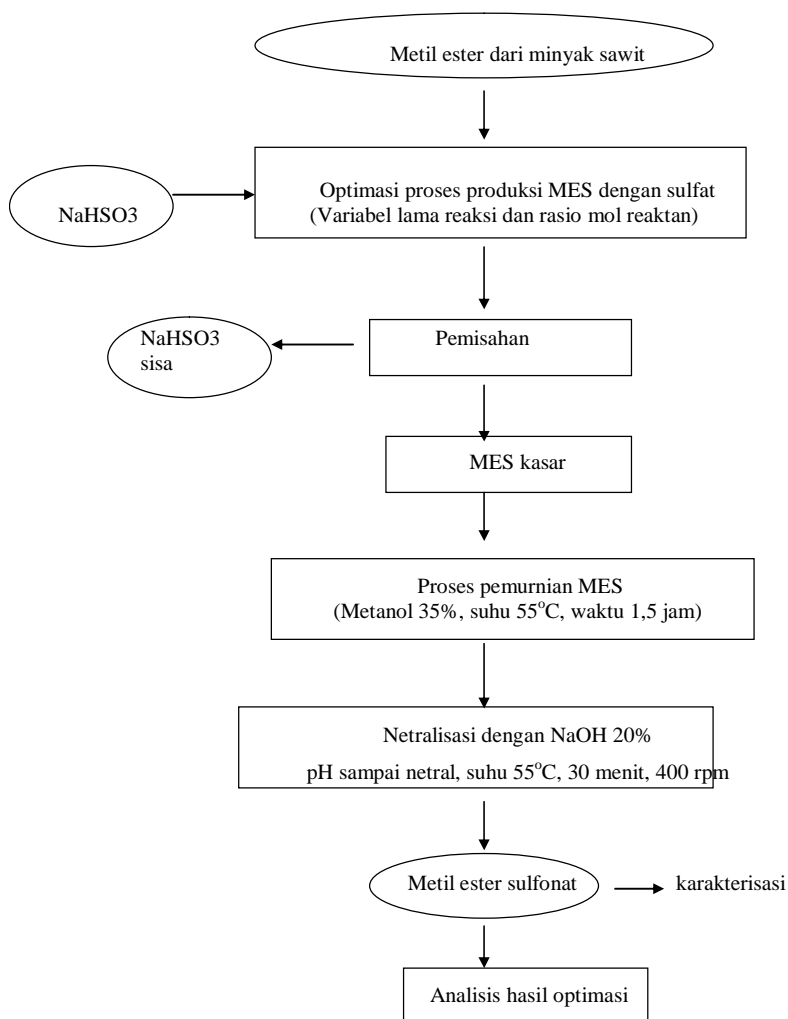


Gambar 1. Peralatan pembuatan metil ester sulfonat

Keterangan Gambar: (1). Statip, (2) Klep statip, (3) Kondensor, (4) Selang inlet dan outlet air, (5) Labu leher tiga, (6) Thermometer, (7) Magnetic stirer, (8) Metil ester, (9) Hotplate stirer

### **Pembuatan MES dari Metil Ester Minyak Sawit**

Pada penelitian ini dilakukan uji pengaruh lama reaksi dan rasio mol reaktan dengan menggunakan  $\text{NaHSO}_3$  sebagai bahan pensulfonasi. MES dibuat dengan bahan baku metil ester dari metil ester Minyak Sawit, perlakuan yang digunakan adalah rasio mol 1:1,25, 1:1,5, 1:1,75 dan 1:2, dan lama reaksi adalah 3, 4,5, dan 6 jam, setelah itu dilakukan proses pemurnian dengan menggunakan metanol 35% pada suhu  $55^\circ\text{C}$  selama 1,5 jam (Sherry, 1995) dan dilakukan netralisasi dengan  $\text{NaOH}$  20% dengan suhu  $55^\circ\text{C}$  selama 0,5 jam. Diagram alir dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Diagram alir pembuatan MES dari metil ester metil ester minyak sawit

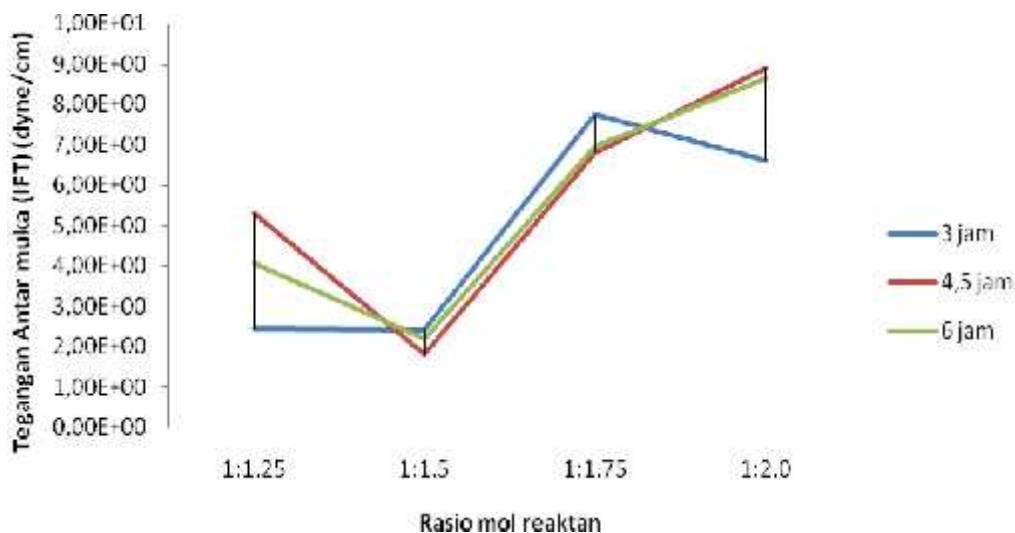
### Analisa Sifat Fisiko Kimia MES

Analisa ini untuk mengetahui sifat fisiko kimia MES yang dihasilkan dari proses sulfonasi. Analisis yang dilakukan meliputi bilangan iod dan bilangan asam (AOAC, 1995), analisis tegangan antarmuka (IFT) dengan metode Gardener dan Hayes (1983) dan uji stabilitas emulsi (ASTM, 2001).

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Pengaruh Rasio Mol Dan Lama Reaksi Terhadap Tegangan Antar Muka (IFT) Pada MES dari Metil Ester Minyak Sawit

Tegangan antar muka adalah gaya persatuan panjang yang terdapat pada antarmuka dua fase cair yang tidak bercampur. Tegangan antar muka selalu lebih kecil dari pada tegangan permukaan karena gaya adhesi antara dua cairan tidak bercampur lebih besar dari pada adhesi antara cairan dan udara. Tegangan antarmuka menggunakan dua cairan yang berbeda tingkat kepolarannya, yaitu larutan surfaktan dengan beragam konsentrasi dan xilen (Adisalamun dkk., 2012). Pengujian dilakukan dengan menggunakan MES dengan konsentrasi 0,1%. Hasil penelitian memperlihatkan bahwa peningkatan rasio mol reaktan dapat meningkatkan nilai tegangan antar muka (Gambar 3)



Gambar 3. Pengaruh rasio mol dan lama sulfonasi terhadap IFT pada MES dari metil ester minyak sawit

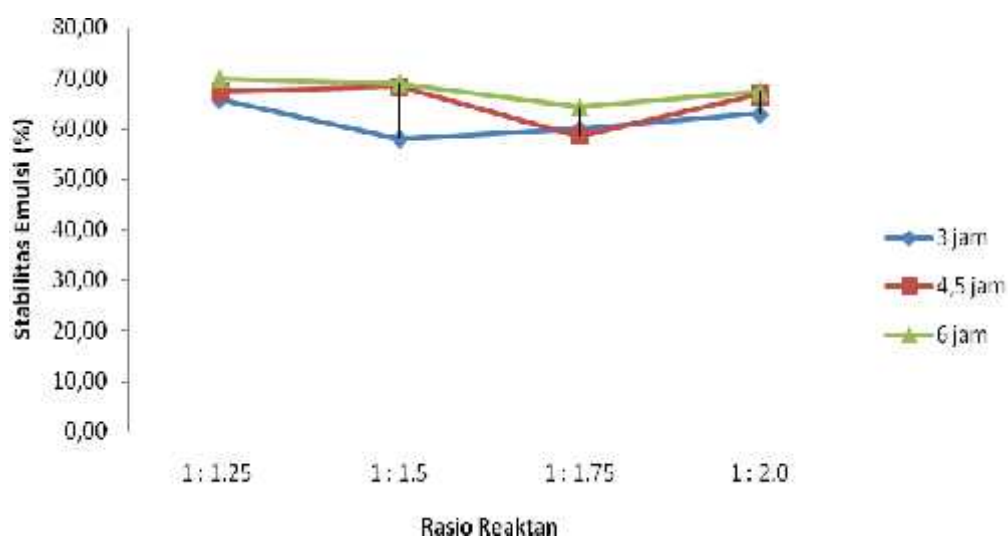
Peningkatan rasio mol reaktan dan lama sulfonasi dapat meningkatkan nilai tegangan antar muka. Hal ini disebabkan semakin besar rasio mol dan lama sulfonasi akan mengakibatkan proses oksidasi yang menghasilkan produk samping meningkat dan menghasilkan produk samping. Sheats dan Arthur (2002) menyatakan bahwa rasio mol reaktan yang digunakan untuk sulfonasi menggunakan gas  $\text{SO}_3$  pada kisaran 1:1,2 -1:1,3. Rasio mol yang berlebihan akan menghasilkan produk samping berupa olefin, asam sulfat dan hidrolisis ester yang menghasilkan disalt. Hasil produk samping tersebut akan mengurangi pembentukan senyawa sulfonat sehingga efek kinerja dari MES menjadi berkurang termasuk kemampuan MES untuk menurunkan tegangan permukaan. Xie dkk. (2013) melaporkan kondisi sulfonasi terbaik diperoleh pada rasio mol reaktan 1:1,2 dengan menggunakan reaktan dari gas  $\text{SO}_3$  dengan konsentrasi - MES 86.3% dan disalt yang dihasilkan hanya 1.2% dan peningkatan rasio mol reaktan dapat meningkatkan pembentukan disalt. Elraies dkk. (2010) melaporkan bahwa penggunaan sodium methyl ester sulfonate (SMES) dari jarak pagar dapat menurunkan IFT larutan surfaktan dengan crude oil dari 18,4 menjadi 3,92 dyne/cm.

### **Pengaruh Rasio Mol Dan Lama Reaksi Terhadap Nilai Stabilitas Emulsi Pada MES dari Metil Ester Berbasis Metil Ester Minyak Sawit**

Emulsi terjadi apabila dua fluida atau lebih tercampur dan salah satu fluida terdispersi ke dalam fluida yang lainnya. Penambahan surfaktan pada suatu sistem koloid bertujuan untuk meningkatkan kestabilan dispersi fasa-fasa dengan



cara mengurangi tegangan antar muka. Surfaktan yang bertindak sebagai emulsifier akan membentuk lapisan tipis yang akan menyelimuti partikel-partikel teremulsi dan mencegah partikel tersebut bergabung kembali dengan partikel sejenisnya (William dan Simons, 1992). Hasil penelitian stabilitas emulsi yang dihasilkan oleh proses sulfonasi pada penelitian ini berkisar 58-70% (Gambar 4).



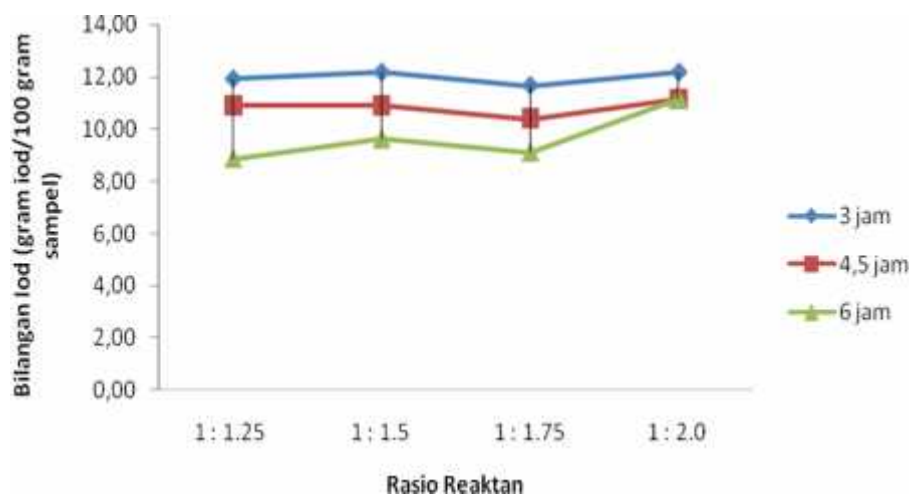
Gambar 4. Pengaruh rasio mol dan lama sulfonasi terhadap stabilitas emulsi pada MES dari metil ester minyak sawit

Banyaknya jumlah gugus sulfonat yang terbentuk hal ini juga ditandai dengan penurunan bilangan iod yang menunjukkan adanya reaksi adisi oleh gugus sulfonat. Gugus sulfonat merupakan senyawa aktif penurun tegangan antar muka (IFT) dan tegangan permukaan dimana tegangan muka yang semakin kecil memungkinkan terbentuknya sebuah emulsi dan meningkatkan stabilitas emulsi (Hasenhuetti, 2000).

### **Pengaruh Rasio Mol Dan Lama Reaksi Terhadap Bilangan Iod Pada MES dari Metil Ester Berbasis Metil Ester Minyak Sawit**

Bilangan Iod merupakan salah satu parameter yang dapat digunakan sebagai indikator untuk mengetahui jumlah ikatan rangkap. Minyak/lemak yang memiliki jumlah ikatan rangkap lebih banyak akan memiliki bilangan iod yang lebih tinggi dibandingkan dengan minyak/lemak yang memiliki jumlah ikatan rangkap yang lebih sedikit. Penetapan bilangan iod dilakukan untuk mengetahui keberhasilan adisi gugus sulfonat ke dalam rantai minyak untuk membentuk gugus sulfonat. MES yang sempurna proses sulfonasinya akan menghasilkan bilangan iod yang rendah karena semua ikatan rangkap sudah diadisi secara sempurna (Rivai dkk., 2011).

Hasil pada penelitian menunjukkan respon bilangan iod yang dihasilkan oleh proses sulfonasi pada penelitian ini berkisar antara 8,88–11,93 gram iod/100 gram sampel. Menurut Rivai dkk. (2011), bilangan iod pada metil ester dari olein minyak sawit adalah 63 g Iod/100 g sampel. Peningkatan lama reaksi dan rasio mol sampai 1:1,75 akan menyebabkan penurunan bilangan iod pada MES dari metil ester metil ester minyak sawit (Gambar 5). Hal ini diduga karena metil ester dari metil ester minyak sawit memiliki kandungan karoten yang merupakan senyawa dengan 11 ikatan rangkap dua sehingga mudah teroksidasi oleh panas dan ikut teradisi oleh Na-bisulfit. Proses ini memerlukan lama reaksi yang lebih besar untuk menurunkan bilangan iod.



Gambar 5. Pengaruh rasio mol dan lama sulfonasi terhadap bilangan iod pada MES dari metil ester minyak sawit

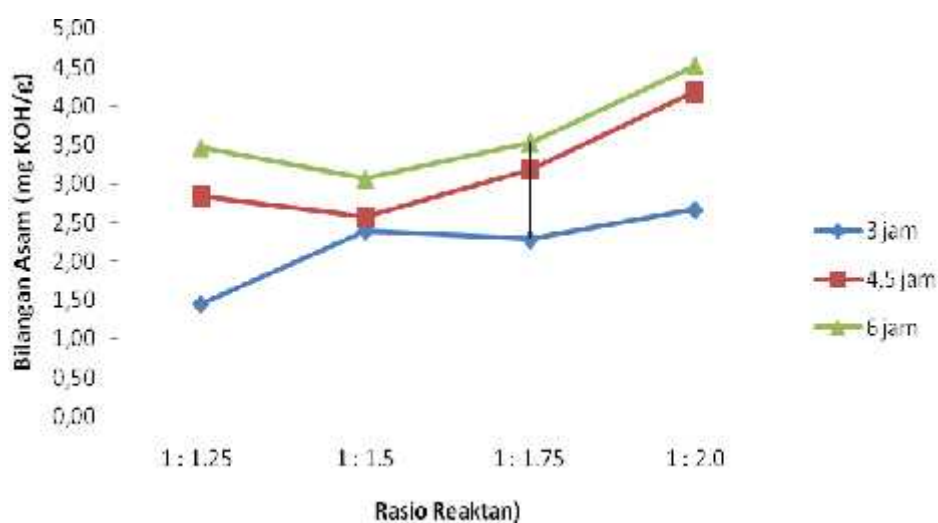
Pore (1976) menyatakan bahwa untuk proses sulfonasi dengan menggunakan Na-bisulfit memerlukan suhu 60-100°C dan lama waktu 3-6 jam bahkan berlebih bila tidak menggunakan katalis. Mujdalipah dkk. (2012) melaporkan bahwa interaksi lama proses sulfonasi sedangkan lama proses sulfonasi 60 dan 90 menit tidak memberikan pengaruh berbeda berpengaruh terhadap bilangan iod MES dari metil ester minyak goreng olein sawit dengan menggunakan reaktan gas SO<sub>3</sub>.

#### **Pengaruh Rasio Mol Dan Lama Reaksi Terhadap Bilangan Asam Pada MES dari Metil Ester Minyak Sawit**

Bilangan asam adalah bilangan yang menunjukkan banyaknya miligram KOH yang diperlukan untuk menetralkan satu gram lemak atau minyak. Ketika Na-bisulfit digunakan dalam proses sulfonasi maka akan meningkatkan bilangan asam. Bilangan asam yang dihasilkan oleh proses sulfonasi metil ester pada

penelitian ini berkisar 1,45-6,34 mg KOH/g sampe (Gambar 6). Lama reaksi diatas 4 jam dan peningkatan rasio mol akan mengakibatkan reaksi tumbukan antar partikel Na-bisulfit dengan metil ester akan semakin cepat dan semakin tinggi gugus sulfonat yang dihasilkan sehingga meningkatkan bilangan asam dari MES dari metil metil ester minyak sawit.

Peningkatan lama reaksi dan rasio mol akan menyebabkan peningkatan pembentukan sulfon dan reaksi samping seperti asam-asam berantai pendek, pada degradasi yang lebih lanjut akan menghasilkan pembentukan asam sulfur yang menyebabkan peningkatan bilangan asam bilangan asam (Moreno, 1988; Hu dan Tuvell, 1986; Dunn, 2002).



Gambar 6. Pengaruh rasio mol dan lama sulfonasi terhadap bilangan asam pada MES dari metil ester minyak sawit

Hasil percobaan menunjukkan bahwa semakin tinggi rasio mol dan lama sulfonasi akan meningkatkan bilangan asam. Hal itu disebabkan terjadi pembentukan asam-asam oleh sulfat yang bersifat sebagai oksidator. Hasil penelitian Mujdalifah dkk. (2012) menunjukkan bahwa semakin lama proses

sulfonasi akan meningkatkan bilangan asam pada MES dari minyak goreng olein sawit.

### Uji Kinerja Surfaktan

Pengujian kompatibilitas dan pengukuran tegangan antar muka (IFT) diperlukan untuk mengetahui kinerja surfaktan MES sebagai *chemical* untuk EOR. Diharapkan pada uji kompatibilitas surfaktan akan larut sempurna dalam air, atau membentuk satu fasa. Dalam uji kinerja surfaktan maka digunakan sampel reservoir minyak dari lapangan rantau yang merupakan minyak ringan (*light oil*) dan air formasi sintetik dengan kadar garam 10000 ppm.

#### a. Uji Kompatibilitas

Hasil pengujian menunjukkan bahwa hampir semua larutan belum kompatibel dengan air formasi (brine). Adanya butiran dan lapisan minyak menunjukkan bahwa surfaktan tidak terlarut sempurna pada air formasi dan menghasilkan larutan dari jernih, milky (seperti susu), light milky (susu agak encer), keruh dan berbusa (Tabel 1).

Tabel 1. Pengaruh konsentrasi surfaktan terhadap hasil uji kompatibilitas MES

No	Nama Surfaktan	Konsentrasi	Pengamatan kompatibilitas Diam	Sesudah dikocok
1	Surfaktan Perlakuan A1	0,1	Milky	Milky, keruh

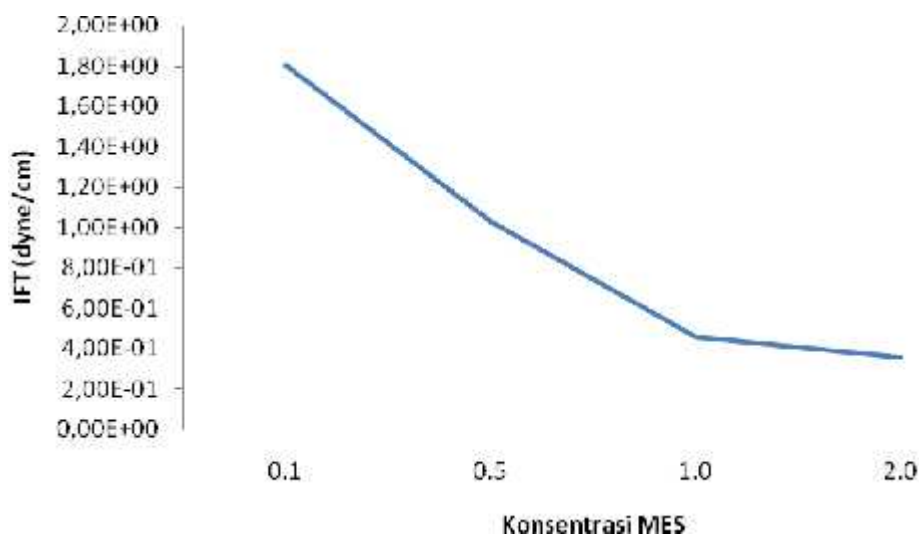
		2	Milky, minyak	lapisan	Milky
2	Surfaktan Perlakuan A2	0,1	Milky		Milky
		2	Milky, lapisan minyak	berbusa,	Milky, berbusa
3	Surfaktan Perlakuan A3	0,1	Milky		Milky, berbusa
		2	Milky, minyak	lapisan	Milky, berbusa
4	Surfaktan Perlakuan A4	0,1	Jernih		Milky
		2	Milky, minyak	lapisan	Milky, butiran minyak
5	Surfaktan Perlakuan A5	0,1	Milky, minyak	lapisan	Milky, butiran minyak
		2	Milky, lapisan minyak	berbusa,	Milky, berbusa
6	Surfaktan Perlakuan A6	0,1	Milky		Milky
		2	Milky, lapisan minyak	berbusa,	Milky, berbusa, lapisan minyak
7	Surfaktan Perlakuan A7	0,1	Milky		Milky
		2	Milky, minyak	lapisan	Milky, berbusa
8	Surfaktan Perlakuan A8	0,1	Milky, minyak	lapisan	Milky
		2	Milky, minyak	lapisan	Milky, kekuningan
9	Surfaktan Perlakuan A9	0,1	Milky		Milky, butiran minyak
		2	Milky, minyak, kekuningan	lapisan	Milky, butiran minyak, berbusa
10	Surfaktan Perlakuan A10	0,1	Milky, minyak	lapisan	Milky, berbusa

		2	Milky, minyak	lapisan	Milky, berbusa
11	Surfaktan Perlakuan A11	0,1	Jernih		Milky
		2	Milky, minyak, kekuningan	lapisan	Milky, berbusa
12	Surfaktan Perlakuan A12	0,1	Jernih, minyak	lapisan	Milky
		2	Milky, minyak, kekuningan	lapisan	Milky, berbusa

---

#### **b. Pengaruh Konsentrasi MES terhadap Tegangan Antar Muka (Interfacial Tension/ IFT)**

Salah satu faktor yang berpengaruh terhadap nilai IFT adalah konsentrasi surfaktan. Efektifitas surfaktan dalam menurunkan tegangan antar muka minyak-air dipengaruhi oleh beberapa faktor, diantaranya jenis surfaktan yang digunakan, konsentrasi surfaktan dan *co*-surfaktan yang digunakan, kadar garam larutan dan adsorpsi larutan *co*-surfaktan (Sugihardjo dkk. (2002); Drelich dkk. (2002). Menurut Purnomo dkk. (2004), jika IFT diturunkan menjadi  $10^{-3}$  dyne/cm maka fraksi minyak dalam residual oil yang terdapat pada porous media yang terjebak dapat dimobilisasi. Hasil pengujian menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi surfaktan dapat menurunkan tegangan antarmuka (IFT) (Gambar 7). Menurut Sheng (2011), penurunan IFT akan mencapai nilai minimum pada konsentrasi tertentu setelah itu akan mengalami kenaikan setelah melebihi nilai CMC (Critical Micelle Concentration).



Gambar 7. Pengaruh konsentrasi MES terhadap nilai IFT

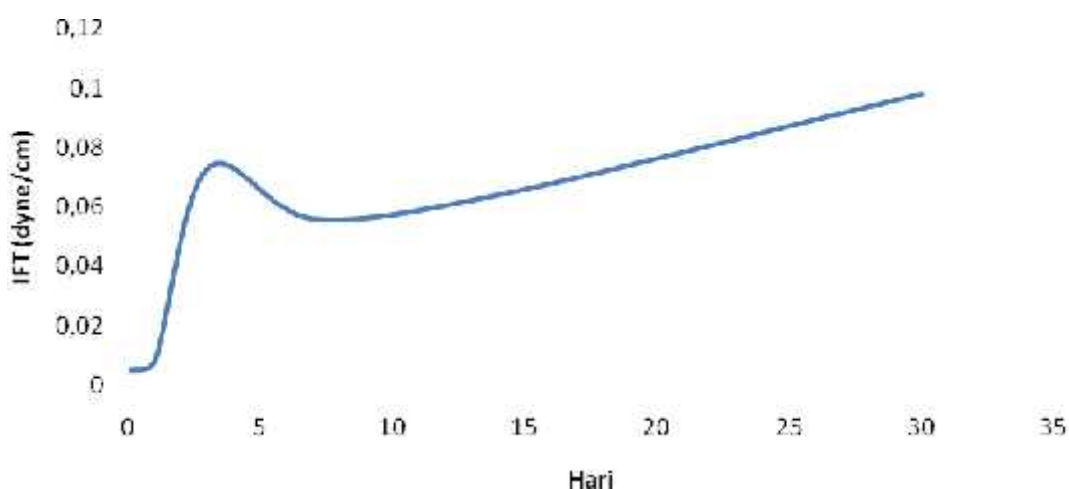
### c. Termal stabilitas suhu 80°C penambahan 1% Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>

Untuk meningkatkan kinerja surfaktan dapat dilakukan penambahan alkali pada formulasi surfaktan seperti KOH, NaOH 0 - 1,6 % (w/w) (Nedjhioui dkk., 2005), dan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 0 - 0,6 % (Carrero dkk., 2006). Menurut Jackson (2006), penambahan natrium karbonat/*sodium carbonate* digunakan karena dapat menurunkan adsorpsi surfaktan anionik pada batuan reservoir dan membantu menjaga kestabilan beberapa surfaktan dan dapat pula digunakan dalam memperbaiki hidrasi polimer. Sugihardjo dkk. (2002) menyatakan bahwa alkali/aditif yang boleh dipergunakan adalah dengan batas maksimal penggunaan 1% untuk memaksimalkan kinerja surfaktan dalam menurunkan tegangan antarmuka. Sheng (2011) melaporkan terdapat 6 alkali yang dapat digunakan untuk menurunkan IFT adalah Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, NaHCO<sub>3</sub>, NaOH, Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>, Na<sub>4</sub>SiO<sub>4</sub>, dan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>. Alkali dalam terkait injeksi



kimia, penambahan alkali seperti natrium karbonat meningkatkan kekuatan ion (salinitas).

Sugihardjo dkk. (2001) menyatakan bahwa salah satu faktor yang mempengaruhi efektifitas formula surfaktan selama mengalir dalam media berpori adalah adanya degradasi molekul surfaktan yang disebabkan oleh suhu yang tinggi karena menurut Ayirala (2002) agar surfaktan berpindah melewati pori batuan reservoir dan mengubah *wettability* permukaan pori batuan perlu waktu yang cukup lama dan harus dilakukan uji *thermal stability* untuk mengetahui daya tahan larutan surfaktan terhadap panas pada suhu reservoir. Hasil pengujian menunjukkan bahwa semakin lama waktu simpan dapat meningkatkan nilai IFT pada surfakatan yang telah dipanaskan pada suhu 80°C (Gambar 8).



Gambar 8. Pengaruh lama waktu simpan terhadap IFT MES yang dipanaskan pada suhu 80°C

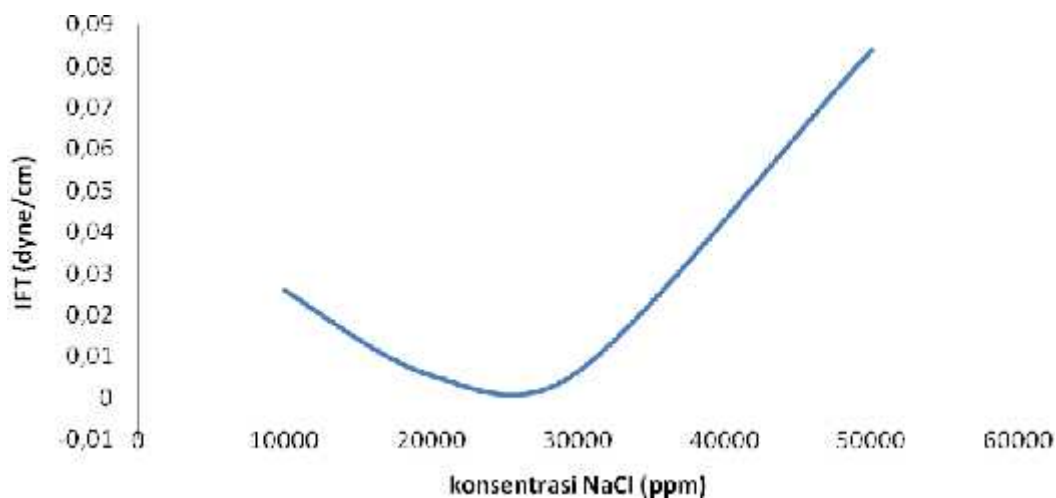
Peningkatan nilai IFT terjadi diduga karena penyimpanan pada waktu yang lama akan menyebabkan konsentrasi elektrolit menjadi tinggi. Dimana micelle yang terbentuk pada fasa cair menjadi berkurang sehingga proses difusi dan

adsorpsi surfaktan yang terjadi pada bidang batas menjadi berkurang sehingga menyebabkan IFT menjadi meningkat (Zhao, 2005). Tobing dan Eni (2013) melaporkan hasil uji *thermal stability* terhadap larutan ASP (1% alkali Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> + 0.1% surfaktan + 750 ppm polimer). Harga IFT larutan ASP mengalami kenaikan sebanyak 16 kali dari  $3.77 \times 10^{-3}$  pada hari ke-0 (sebelum dipanaskan) sampai harga  $6.03 \times 10^{-2}$  dyne/cm pada hari ke-30.

#### **d. Pengaruh konsentrasi NaCl terhadap IFT**

Menurut Sugihardjo dkk. (2002), efektivitas surfaktan untuk menurunkan IFT dipengaruhi oleh diantaranya jenis surfaktan yang digunakan, konsentrasi surfaktan dan *co*-surfaktan yang digunakan, kadar garam larutan dan adsorpsi larutan *co*-surfaktan. Healy dan Reed (1974) mempelajari pengaruh konsentrasi garam NaCl terhadap tegangan antar muka. Tingkat salinitas yang menghasilkan IFT paling rendah disebut sebagai optimal salinity. Sampath (1998), menyatakan bahwa larutan garam (brine ) berfungsi sebagai larutan elektrolit yang diperlukan untuk menurunkan IFT.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa optimal salinity terjadi pada konsentrasi NaCl 20.000 ppm setelah terjadi kenaikan IFT akibat peningkatan konsentrasi NaCl (Gambar 8).



Gambar 9. Pengaruh konsentrasi NaCl terhadap IFT MES

Hasil penelitian yang dilakukan Sampath (1998) menunjukkan bahwa nilai IFT meningkat seiring dengan meningkatnya salinitas atau kadar garam. Hal ini disebabkan karena ikatan kimia yang membentuk NaCl adalah ikatan ion yang sangat mudah terurai menjadi ion  $\text{Na}^+$  dan ion  $\text{Cl}^-$ , begitu juga halnya dengan molekul-molekul surfactant. Di dalam air surfactant akan mudah terurai menjadi ion  $\text{RSO}_3^-$  dan  $\text{H}^+$ . Jika pada operasi injeksi surfaktan terdapat garam NaCl, maka akan membentuk HCl dan  $\text{RSO}_3\text{Na}$ , dimana Ca dan  $\text{RSO}_3\text{Na}$  bukan merupakan zat aktif permukaan dan tidak dapat menurunkan tegangan permukaan. Hasil uji kelakuan fasa menunjukkan bahwa semakin tinggi salinitas akan membentuk fraksi oil wet sehingga terjadi peningkatan IFT (Ashayer-Soltani dkk., 1999).

## KESIMPULAN

Hasil optimasi proses pembuatan MES berbahan baku metil ester dari metil ester minyak sawit menunjukkan bahwa kondisi kombinasi perlakuan optimum

dengan menggunakan rasio mol 1:1,5 dan lama reaksi 4,5 jam dan suhu reaksi 100°C yang stabilitas emulsi 68,25%, bilangan asam 2,57 mg KOH/g sampel, bilangan iod 10,91 g Iod/100 g sampel. Konsentrasi MES terbaik untuk menghasilkan IFT terendah adalah 1% yaitu 1,806 dyne/cm, salinitas optimal terjadi pada 20.000 ppm NaCl dengan nilai IFT 0,0055 dyne/cm. Pemanasan pada suhu 80°C selama 30 hari dengan penambahan alkali Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 1% masih menghasilkan IFT 0,098 dyne/cm.

## DAFTAR PUSTAKA

- Adisalamun, I., Mangunwidjaja, D., Suryani, A., Sunarti, T.C. dan Arkeman, Y. (2012). Adsorpsi surfaktan nonionik alkil poliglikosida pada antarmuka fluida-fluida. *Jurnal Rekayasa Kimia dan Lingkungan* **9** (1): 1 – 5.
- American Society for Testing and Material (ASTM). (2001). *Annual Book of ASTM Standards: Soap and Other Detergents, Polishes, Leather, Resilient Floor Covering*. ASTM, Baltimore.
- AOAC. (1995). *Official Method of Analysis of the Association of Official Analytical Chemist*, AOAC, Washington.
- Aparicio, J., MacArthur, B.W., Sheats, W.B dan Brooks, B.J. (2012). MES – Myths, Mysteries and Perspectives on Properties and Use. International Conference of Surfactant and Detergent 2012, Shanghai, PRC – April 2012.
- Ashayer-Soltani, R. (1999). *Surfactant Phase Behaviour in relation to Oil Recovery*. Disertasi. Imperial College, London.
- Ayirala, S. (2002). *Surfactant-Induced Relative Permeability Modifications for Oil Recovery Enhancement*. Tesis. Louisiana State University and Agricultural and Mechanical College.
- Bernardini, E. (1983). *Vegetable Oils and Fats Processing*. Volume II. Interstampa, Rome.

- Carrero E., Queipo, N.V., Pintos, S dan Zerpa, L.E. (2006). Global sensitivity analysis of alkali-surfactant-polymer enhanced oil recovery processes. *Journal of Petroleum Science and Engineering* **58** : 30 – 42.
- Dunn, R. (2002). Effect of oxidation under accelerated conditions on fuel properties of methyl soya (biodiesel). *Journal America Oil Chemistry Society* **79** (9): 915-919.
- Drelich J., Fang, C.H., White, C.L. (2002). *Measurement of Interfacial Tension in Fluid-Fluid Systems*. Marcel Dekker, Inc.
- Drozd, J.C. (1990). Use of Sulfonated Methyl Esters in Household Cleaning Products, Proceedings of World Conference on Oleochemicals into the 21st Century, AOCS: 256-268.
- Edison, R. and Hidayati, S., (2009), Production Surfactant Methyl Ester Sulfonate (MES) of *Jatropha* Oil (*Jatropha Curcas* L.) with Temperature and Time Sulfonation, Temperature Purification, and Concentration Methanol Settings, Proceeding International Seminar on Sustainable Biomass Production and Utilization Challenges and Oppurtunities (ISOMASS) August.
- Elraies, K.A., Tan, I. M., M. Awang , M. dan Saaid, I. (2010). The synthesis and performance of sodium methyl ester sulfonate for enhanced oil recovery. *Petroleum Science and Technology* **28** (17): 1799-1806.
- Foster, N.C. (1997). Sulfonation and Sulfation Processes. *In : Soap and Detergents : A Theoretical and Practical Review*. Spitz, L. (Ed). AOCS Press, Champaign, Illinois.
- Gardener, J.E dan Hayes, M.E. (1983). *Spining Drop Interfacial Tensiometer Instruction Manual*. Departement of Chemistry, University of Texas, Texas.
- Hassenhuetti, G.H. (2000). Design and Application of Fat-based Surfactant. Dalam: O'Brien, R.D., Farr, W.E dan Wan, P.J. (ed). *Introduction To Fat And Oil Technology*. AOAC Press, Illinois USA.
- Healy, R.H, Reed, R.L. (1974). Immiscible microemulsion flooding. *Society of Petroleum Engineer* **5817**: 129-139.
- Helianty, S dan Zulfansyah. (2011). Pembuatan ester metil sulfonat dari ester metil palm stearin. *Jurnal Teknobiologi*, **II(1)**: 37 – 39.

- Hidayati, S., Suryani, A., Permadi, P., Hambali, H., Syamsu, K dan Sukardi. (2006). Optimasi proses pembuatan metil ester sulfonat dari minyak inti sawit. *Jurnal Teknik Industri* **15** (3): 96-101.
- Hidayati, S. (2006). *Perancangan Proses Produksi Metil Ester Sulfonat dari Minyak Sawit Inti Sawit dan Uji Efektivitasnya untuk Pendesakan Minyak Bumi*. Disertasi. Institut Pertanian Bogor, Bogor, Indonesia.
- Hovda, K. (2004). The Challenge of methyl ester sulfonates. (terhubung berkala). <http://www.chemithon.com> (18 Mei 2013).
- Hu, P.C dan Tuvell, M.E. (1988). A mechanistic approach to the thermal degradation of olefin sulfonates. *Journal America Oil Chemistry Society* **65** (6): 1007-1012.
- Jackson, A.C. (2006). *Experimental Study of the Benefits of Sodium Carbonate on Surfactants for Enhanced Oil Recovery*. Thesis. University of Texas at Austin, Austin Texas.
- Mansur, D., Astrini, N dan Tasrif. (2007). Sodium Bisulfite as SO<sub>3</sub> Source for Synthesis of Methyl Ester Sulfonate Using RBD Stearin as Raw Material. *The Journal for Technology and Science* **18** (4): 116-122.
- Matheson, K.L. (1996). Surfactant raw materials : classification, synthesis, and uses. In : *Soap and Detergents : A Theoretical and Practical Review*. Spitz, L. (Ed). AOCS Press, Champaign, Illinois.
- Moreno, J.B., Bravo, J dan Berna, L.J. (1988). Influence of sulfonated material and its sulfone content on the physical of linier alkyl benzene sulfonates. *Journal America Oil Chemistry Society* **65** (6): 1000-1006.
- Mujdalipah, Hambali, E., Suryani, A dan Zulchaidir, E. (2012). Pengaruh suhu dan lama proses sulfonasi dalam proses produksi methyl ester sulfonic acid (MESA) menggunakan Single Tube Falling Film Reactor (STFR). *AGRITECH* **32** (3): 275-283.
- Nedjhioui, M., Mostefa, M. N., Morsli, A dan Bensmaili, A. (2005). Combined effects of polymer/surfactant/oil/alkali on physical chemical properties. *Desalination* **185** : 543 – 550.
- Nuraini, Sugihardjo, Makmur, T. (2004). Uji kelakuan fase dan tegangan antarmuka minyak-surfaktan-kosurfaktan-air injeksi. *Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Minyak dan Gas Bumi* **38** (1): 20-25.
- Pore, J. (1993). *Oil and Fat Manual*. Intercept Ltd, Andover, UK, Paris, New York.

- Purnomo, H., Nuraini dan Tjuwati, M. (2004). The influence of alcohol type and concentration of the phase behaviour and interfacial tension in oil surfactant-cosurfactant-brine mixture system. *Lemigas Scientief Contributions* **27** (2): 43-49.
- Rivai, M., Irawadi, T.T., Suryani, A., Setyaningsih, D dan Hambali, E. (2011). Penentuan lama sulfonasi pada proses produksi surfaktan MES untuk aplikasi EOR. *Jurnal Ilmu Pertanian Indonesia* **16** (1) : 28-34.
- Sampath, R., Moeti, L.T., Pitts, M.J dan Smith, D.H. (2003). *Characterization of Surfactant for Enhanced Oil Recovery*. Departement of Engineering, Clarck Atlanta University, Atlanta.
- Samuelsson, J. dan Johansson, M. (2003), Oxidation of FA with Alkana or Alkyl Functionalities Studied with Chemiluminescence and real Time IR Spectroscopy, *Journal America Oil Chemistry Society*, **80** (5): 491-496.
- Satsuki, T. (1992). Applications of MES in detergents. *INFORM* **3** (10): 1099.
- Sheats, W.B dan Arthur, B.W. (2002). Methyl ester sulfonate products. W. Brad Sheats, Dr. Brian W. MacArthur. "Methyl Ester Sulfonate Products" [http://www.chemithon.com/Resources/pdfs/Technical\\_papers/Methyl%20Ester%20Sulfonate%20Products%205th%20Cesio%20v19,R1.pdf](http://www.chemithon.com/Resources/pdfs/Technical_papers/Methyl%20Ester%20Sulfonate%20Products%205th%20Cesio%20v19,R1.pdf)
- Sherry, A.E., Chapman, B.E., Creedon, M.T., Jordan, J.M dan Moese, R.L. (1995). Nonbleach process for the purification of palm C16-18 methyl ester sulfonates. *Journal America Oil Chemistry Society* **72** (7) : 835-841.
- Sheng , J.J. (2011). *Modern Chemical Enhanced Oil Recovery : Theory and Practice*. Gulf Professional Publishing is An Imprint of Elsevier. 30 Corporate Drive, Suite 400. Burlington, MA 01803, USA.
- Sugiharjdo, Tobing, E, Pratomo, S.W. (2001). Kelakuan Fasa Campuran Antara "Reservoir-Injeksi-Surfaktan" Untuk Implementasi Enhanced Water Flooding. Prosiding Simposium Nasional IATMI. Yogyakarta 3-5 Oktober 2001.
- Sugihardjo. (2002). Formulasi optimum campuran surfaktan, air dan minyak. *Lembaran Publikasi Lemigas* **36** (3): 37-42.
- Tobing , E.M.L dan Eni, H. (2013). Peningkatan perolehan reservoir minyak 'R' dengan injeksi alkali-surfaktan-polimer pada skala laboratorium. *Lembaran Publikasi Minyak dan Gas Bumi* **47** (2): 87 – 96.
- Watkins, C. (2001). All eyes are on Texas. *INFORM* **12** : 1152-1159.

- Xie, T, Zeng, C., Wang, C, dan Zhang, L. ( 2013). Preparation of methyl ester sulfonates based on sulfonation in a falling film microreactor from hydrogenated palm oil methyl esters with gaseous SO<sub>3</sub>. *Industrial & Engineering Chemistry Research* **52** (10): 3714–3722.
- Zhao, Z, Li, Z, Qiao, W, Cheng, L. (2005). Dynamic interfacial behaviour between crude oil and octyl methyl naphthalena sulfonate surfactant flooding system. *Colloids and Surfaces*: 71-80



## PRODUKSI METIL ESTER SULFONAT DARI METIL ESTER METIL ESTER MINYAK SAWIT

### (Methyl Ester Production From Methyl Ester of Palm Oil)

Sri Hidayati<sup>1\*</sup>, Pudji Permadi<sup>2</sup> dan Hestuti Eni<sup>3</sup>

2. Jurusan Teknologi Hasil Pertanian, Unila

Jl Sumantri Brojonegoro No. 1 Bandar Lampung 35145

\* Korespondensi : [hidayati\\_thp@unila.ac.id](mailto:hidayati_thp@unila.ac.id)

2. Jurusan Teknik Perminyakan, Institut Teknologi Bandung

4. Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Minyak dan Gas Bumi

Lembaga Penelitian Minyak dan Gas

Jl Ciledug Raya, kavling 109 Cipulir, kebayoran Lama, Jakarta Selatan 12230

### ABSTRAK

*Sebuah penelitian tentang proses produksi metil ester sulfonat menggunakan minyak kelapa sawit dilakukan dengan menggunakan NaHSO<sub>3</sub> sebagai agen pensulfonasi dengan variasi rasio mol NaHSO<sub>3</sub> 1:1,25, 1:1,5, 1:1,75 dan 1:2 dan lama sulfonasi dengan variasi 3, 4,5, dan 6 jam. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kondisi proses sulfonasi terbaik terdapat pada rasio mol 1:1,5 dan lama reaksi 4,5 jam dan suhu reaksi 100°C yang menghasilkan nilai stabilitas emulsi 68,25%, bilangan asam 2,57 mg KOH/g sampel, bilangan iod 10,91 g Iod/100 g sampel. Konsentrasi MES terbaik untuk menghasilkan IFT terendah adalah 1% yaitu 1,806 dyne/cm, salinitas optimal terjadi pada 20.000 ppm NaCl dengan nilai IFT 0,0055 dyne/cm. Pemanasan pada suhu 80°C selama 30 hari dengan penambahan alkali Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 1% masih menghasilkan IFT 0,098 dyne/cm.*

**Kata Kunci:** MES, proses sulfonasi, NaHSO<sub>3</sub>

### ABSTRACT

*An experiment of sulfonation process of methyl ester to produce methyl ester sulfonates (MES) was carried out using oil palm methyl ester and NaHSO<sub>3</sub> as sulfonating agent with variation of ratio mol NaHSO<sub>3</sub> : methyl ester (1:1,25, 1:1,5, 1:1,75 and 1:2 ) and sulfonation time (3 hour (L1), 4,5 hour (L2) and 6 hour (L3). The experiment result showed the best sulfonation condition present in 1:1,5 mol ratio and sulfonation time of 4,5 hour. The best characteristic of MES is produced emulsion stability of 68,25%, acid value of 2,57 mg KOH/g, iod value 10,91 g Iod/100 g sample, interfacial tension of 1,806 dyne/cm at MES concentration of 1%. The optimal salinity occurred at concentration of 20.000 ppm which IFT value of 0,0055 dyne/cm . Heating at a temperature of 80° C for 30 days with the addition of 1% Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> alkali still produce IFT 0,098 dyne / cm.*

**Keyword:** MES, sulfonation, NaHSO<sub>3</sub>

## PENDAHULUAN

Kelapa sawit merupakan salah satu komoditas perkebunan yang sangat penting di Indonesia.. Untuk meningkatkan nilai tambah kelapa sawit, diperlukan upaya untuk meningkatkan produk sawit dari CPO sawit ke industri hilir kelapa sawit seperti industri oleokimia. Surfaktan yang dapat disintesa dari minyak sawit antara lain metil ester sulfonat (MES). MES memiliki kelebihan dibanding surfaktan yang berbasis petrokimia yaitu *renewable*, mudah didegradasi (*good biodegradability*), sifat deterjensi yang baik walaupun berada pada air dengan tingkat kesadahan yang tinggi (*hard water*), dapat mempertahankan aktivitas enzim yang lebih baik, toleransi yang lebih baik terhadap keberadaan kalsium, dan kandungan garam (*disalt*) lebih rendah (Matheson, 1996; Satsuki, 1992; Drozd, 1990; Aparicio dkk., 2012).

Sheats dan Arthur (2002) melaporkan bahwa metil ester sulfonat dapat disintesis dari beberapa tanaman seperti kelapa, kelapa sawit (CPO dan PKO), tallow dan kedelai. Menurut Foster (1997), beberapa faktor yang sangat mempengaruhi kualitas MES adalah rasio mol, suhu reaksi, konsentrasi reaktan (gas  $\text{SO}_3$ ), pH netralisasi, lama penetralan, dan suhu selama penetralan. Proses sulfonasi dapat dilakukan dengan mereaksikan asam sulfat, sulfit,  $\text{NaHSO}_3$ , atau gas  $\text{SO}_3$  dengan ester asam lemak (Bernardini, 1983; Watkins 2001).

Pada industri besar proses sulfonasi dilakukan dengan menggunakan gas  $\text{SO}_3$  sebagai reaktan. Kelebihan gas  $\text{SO}_3$  sebagai *agent* pensulfonasi antara lain bersifat reaktif, menghasilkan konversi yang lebih sempurna, dan tidak terdapat limbah pada prosesnya (Mujdalifah dkk., 2012). Tetapi proses ini membutuhkan peralatan yang mahal dan kontrol yang sangat ketat karena gas  $\text{SO}_3$  memiliki sifat reaktifitas yang tinggi dan menghasilkan produk yang berwarna hitam. Untuk aplikasi lebih lanjut, warna produk yang hitam tersebut memerlukan proses pemucatan. Untuk mengurangi laju reaksi dari gas  $\text{SO}_3$  yang sangat cepat dan reaktif dalam proses sulfonasi dapat digunakan asam sulfamat, asam klorosulfat, oleum dan Na-bisulfit. Na-bisulfit ( $\text{NaHSO}_3$ ) dapat digunakan karena memiliki keunggulan yaitu produk yang dihasilkan berwarna lebih cerah dan mudah diaplikasikan pada skala produk kecil. Penelitian penggunaan Nabisulfit sebagai reaktan pada proses pembuatan MES telah dilakukan oleh Hidayati dkk. (2006), Mansur dkk. (2007) Edison dkk. (2009) , Helianty dan Zulfansyah (2011).

Kinerja yang paling utama surfaktan adalah kemampuan menurunkan tegangan antarmuka (IFT) dan stabilitas emulsi. Surfaktan yang mampu membentuk mikroemulsi memiliki sifat karakteristik seperti memiliki harga IFT yang rendah dan memiliki kapasitas untuk melarutkan antara minyak dan air. Drelich dkk. (2002) pada *surfactant flooding* dengan menggunakan surfaktan sangat dipengaruhi oleh kemampuan surfaktan dalam menurunkan tegangan antarmuka (IFT). Dengan menurunnya tegangan antarmuka minyak-air, maka tekanan kapiler yang bekerja pada daerah penyempitan pori-pori akan

berkurang, sehingga sisa minyak yang terperangkap dalam pori-pori batuan mudah didesak dan diproduksi (Nuraini dkk., 2004).

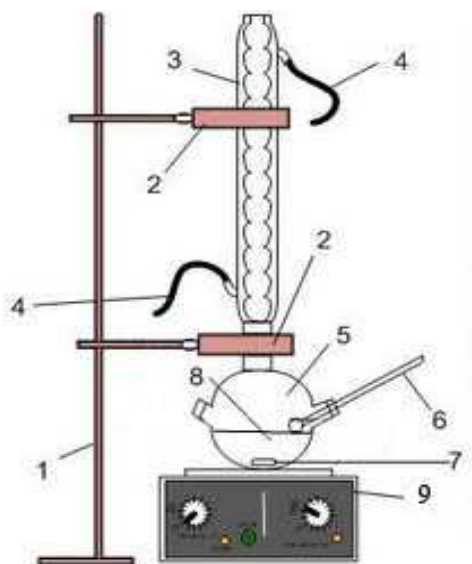
Sugihardjo dkk. (2002) menyatakan bahwa faktor yang mempengaruhi efektifitas surfaktan dalam menurunkan tegangan antar muka minyak-air adalah jenis surfaktan yang digunakan, konsentrasi surfaktan dan *co*-surfaktan yang digunakan, kadar garam larutan dan adsorpsi larutan *co*-surfaktan sedangkan menurut Gomma (2003), kestabilan mikroemulsi dipengaruhi oleh salinitas, zat aditif, kesadahan, suhu dan tekanan. Hasil penelitian Hidayati (2006) menunjukkan bahwa penggunaan MES dari metil ester inti sawit pada konsentrasi 1% pada salinitas 20.000 ppm menghasilkan IFT  $2,3^{-3}$  dyne/cm. Tujuan penelitian ini adalah mendapatkan rasio mol dan lama sulfonasi yang menghasilkan MES dengan kinerja yang sesuai dengan kriteria untuk *surfactant flooding* dalam EOR.

## METODE PENELITIAN

### Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam proses pembuatan Metil Ester Sulfonat adalah seperangkat reaktor sulfonasi, sentrifius, rotor penggerak, alat timbang dan alat analisis seperti kromatografi gas, *Fourier Transform Infra red* (FTIR), dan alat analisis uji kimia. Bahan yang digunakan untuk penelitian adalah: Metil ester dari metil ester minyak sawit, NaHSO<sub>3</sub>, metanol, KOH, NaOH, KI, Phenolptelin, KI, Na-thiosianat, CHCl<sub>3</sub>, pereaksi Wijs, Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, alkohol netral

95%, NaCl, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> dan Xylene. Alat yang digunakan sebagai rangkaian seperti gambar 1.

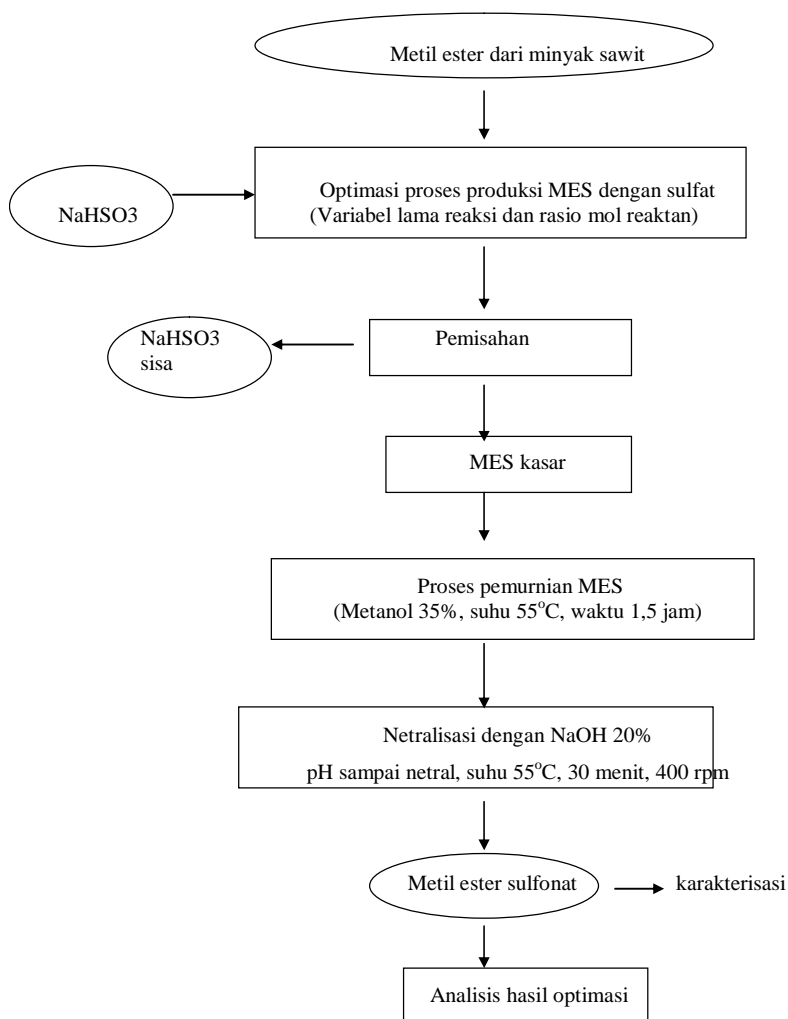


Gambar 1. Peralatan pembuatan metil ester sulfonat

Keterangan Gambar: (1). Statip, (2) Klep statip, (3) Kondensor, (4) Selang inlet dan outlet air, (5) Labu leher tiga, (6) Thermometer, (7) Magnetic stirrer, (8) Metil ester, (9) Hotplate stirer

### Pembuatan MES dari Metil Ester Minyak Sawit

Pada penelitian ini dilakukan uji pengaruh lama reaksi dan rasio mol reaktan dengan menggunakan NaHSO<sub>3</sub> sebagai bahan pensulfonasi. MES dibuat dengan bahan baku metil ester dari metil ester Minyak Sawit, perlakuan yang digunakan adalah rasio mol 1:1,25, 1:1,5, 1:1,75 dan 1:2, dan lama reaksi adalah 3, 4,5, dan 6 jam, setelah itu dilakukan proses pemurnian dengan menggunakan metanol 35% pada suhu 55°C selama 1,5 jam (Sherry, 1995) dan dilakukan netralisasi dengan NaOH 20% dengan suhu 55°C selama 0,5 jam. Diagram alir dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Diagram alir pembuatan MES dari metil ester metil ester minyak sawit

### Analisa Sifat Fisiko Kimia MES

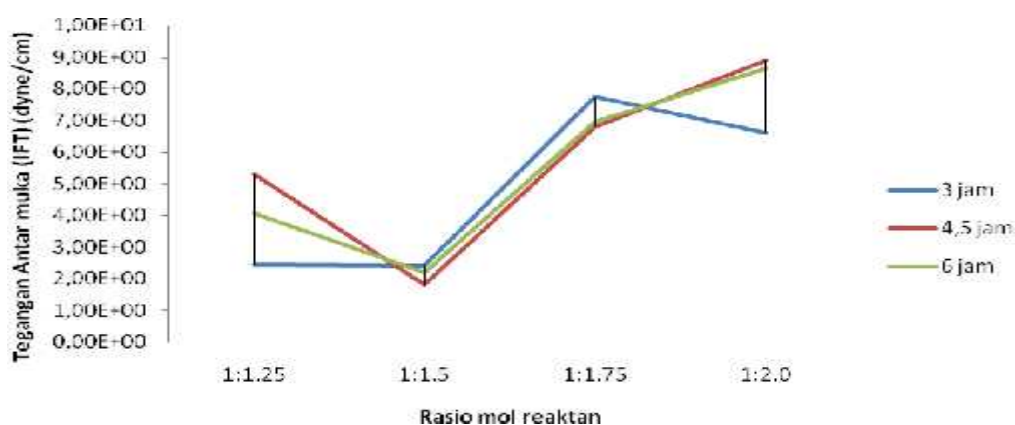
Analisa ini untuk mengetahui sifat fisiko kimia MES yang dihasilkan dari proses sulfonasi. Analisis yang dilakukan meliputi bilangan iod dan bilangan

asam (AOAC, 1995), analisis tegangan antarmuka (IFT) dengan metode Gardener dan Hayes (1983) dan uji stabilitas emulsi (ASTM, 2001).

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Pengaruh Rasio Mol Dan Lama Reaksi Terhadap Tegangan Antar Muka (IFT) Pada MES dari Metil Ester Minyak Sawit

Tegangan antar muka adalah gaya persatuan panjang yang terdapat pada antarmuka dua fase cair yang tidak bercampur. Tegangan antar muka selalu lebih kecil dari pada tegangan permukaan karena gaya adhesi antara dua cairan tidak bercampur lebih besar dari pada adhesi antara cairan dan udara. Tegangan antarmuka menggunakan dua cairan yang berbeda tingkat kepolaran-nya, yaitu larutan surfaktan dengan beragam konsentrasi dan xilen (Adisalamun dkk., 2012). Pengujian dilakukan dengan menggunakan MES dengan konsentrasi 0,1%. Hasil penelitian memperlihatkan bahwa peningkatan rasio mol reaktan dapat meningkatkan nilai tegangan antar muka (Gambar 3)



Gambar 3. Pengaruh rasio mol dan lama sulfonasi terhadap IFT pada MES dari metil ester minyak sawit

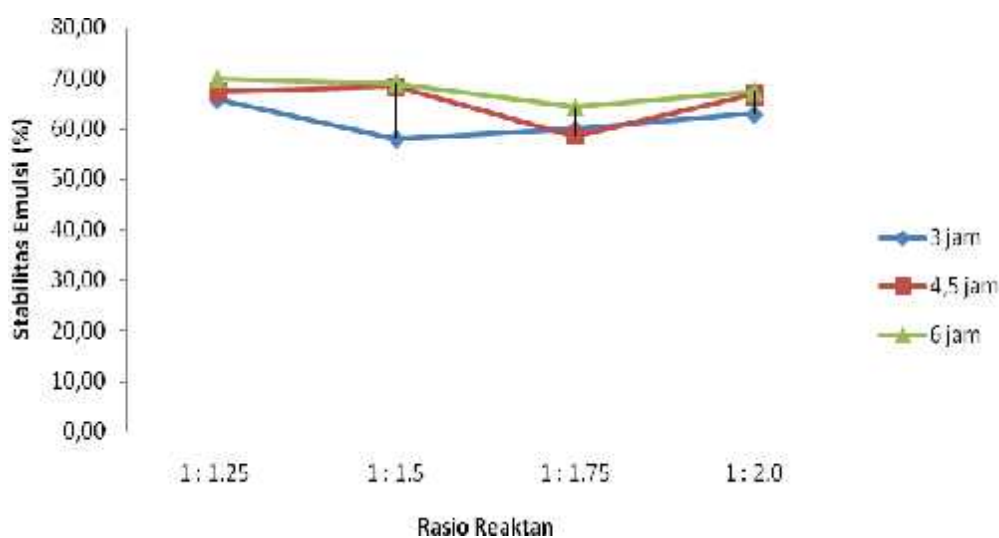
Peningkatan rasio mol reaktan dan lama sulfonasi dapat meningkatkan nilai tegangan antar muka. Hal ini disebabkan semakin besar rasio mol dan lama sulfonasi akan mengakibatkan proses oksidasi yang menghasilkan produk samping meningkat dan menghasilkan produk samping. Sheats dan Arthur (2002) menyatakan bahwa rasio mol reaktan yang digunakan untuk sulfonasi menggunakan gas  $\text{SO}_3$  pada kisaran 1:1,2 -1:1,3. Rasio mol yang berlebihan akan menghasilkan produk samping berupa olefin, asam sulfat dan hidrolisis ester yang menghasilkan disalt. Hasil produk samping tersebut akan mengurangi pembentukan senyawa sulfonat sehingga efek kinerja dari MES menjadi berkurang termasuk kemampuan MES untuk menurunkan tegangan permukaan. Xie dkk. (2013) melaporkan kondisi sulfonasi terbaik diperoleh pada rasio mol reaktan 1:1,2 dengan menggunakan reaktan dari gas  $\text{SO}_3$  dengan konsentrasi - MES 86.3% dan disalt yang dihasilkan hanya 1.2% dan peningkatan rasio mol reaktan dapat meningkatkan pembentukan disalt. Elraies dkk. (2010) melaporkan bahwa penggunaan sodium methyl ester sulfonate (SMES) dari jarak pagar dapat menurunkan IFT larutan surfaktan dengan crude oil dari 18,4 menjadi 3,92 dyne/cm.

### **Pengaruh Rasio Mol Dan Lama Reaksi Terhadap Nilai Stabilitas Emulsi Pada MES dari Metil Ester Berbasis Metil Ester Minyak Sawit**

Emulsi terjadi apabila dua fluida atau lebih tercampur dan salah satu fluida terdispersi ke dalam fluida yang lainnya. Penambahan surfaktan pada suatu sistem koloid bertujuan untuk meningkatkan kestabilan dispersi fasa-fasa dengan



cara mengurangi tegangan antar muka. Surfaktan yang bertindak sebagai emulsifier akan membentuk lapisan tipis yang akan menyelimuti partikel-partikel teremulsi dan mencegah partikel tersebut bergabung kembali dengan partikel sejenisnya (William dan Simons, 1992). Hasil penelitian stabilitas emulsi yang dihasilkan oleh proses sulfonasi pada penelitian ini berkisar 58-70% (Gambar 4).



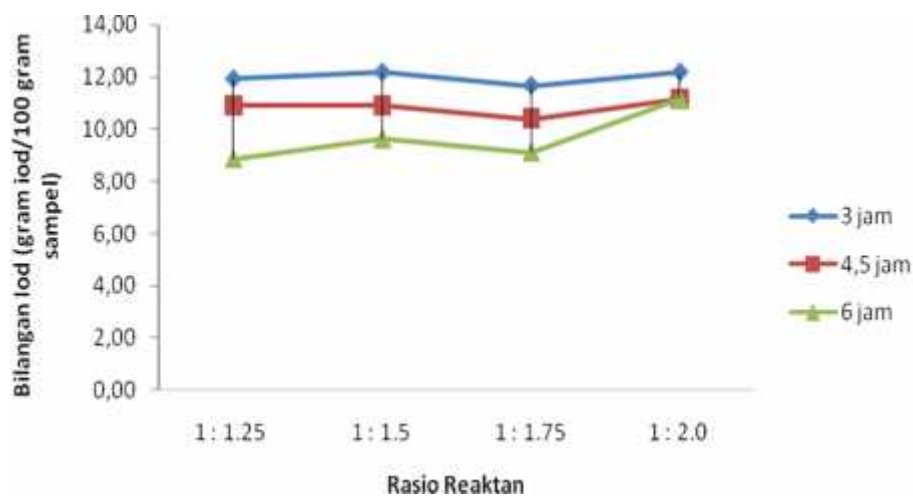
Gambar 4. Pengaruh rasio mol dan lama sulfonasi terhadap stabilitas emulsi pada MES dari metil ester minyak sawit

Banyaknya jumlah gugus sulfonat yang terbentuk hal ini juga ditandai dengan penurunan bilangan iod yang menunjukkan adanya reaksi adisi oleh gugus sulfonat. Gugus sulfonat merupakan senyawa aktif penurun tegangan antar muka (IFT) dan tegangan permukaan dimana tegangan muka yang semakin kecil memungkinkan terbentuknya sebuah emulsi dan meningkatkan stabilitas emulsi (Hasenhuetti, 2000).

#### **Pengaruh Rasio Mol Dan Lama Reaksi Terhadap Bilangan Iod Pada MES dari Metil Ester Berbasis Metil Ester Minyak Sawit**

Bilangan Iod merupakan salah satu parameter yang dapat digunakan sebagai indikator untuk mengetahui jumlah ikatan rangkap. Minyak/lemak yang memiliki jumlah ikatan rangkap lebih banyak akan memiliki bilangan iod yang lebih tinggi dibandingkan dengan minyak/lemak yang memiliki jumlah ikatan rangkap yang lebih sedikit. Penetapan bilangan iod dilakukan untuk mengetahui keberhasilan adisi gugus sulfonat ke dalam rantai minyak untuk membentuk gugus sulfonat. MES yang sempurna proses sulfonasinya akan menghasilkan bilangan iod yang rendah karena semua ikatan rangkap sudah diadisi secara sempurna (Rivai dkk., 2011).

Hasil pada penelitian menunjukkan respon bilangan iod yang dihasilkan oleh proses sulfonasi pada penelitian ini berkisar antara 8,88–11,93 gram iod/100 gram sampel. Menurut Rivai dkk. (2011), bilangan iod pada metil ester dari olein minyak sawit adalah 63 g Iod/100 g sampel. Peningkatan lama reaksi dan rasio mol sampai 1:1,75 akan menyebabkan penurunan bilangan iod pada MES dari metil ester metil ester minyak sawit (Gambar 5). Hal ini diduga karena metil ester dari metil ester minyak sawit memiliki kandungan karoten yang merupakan senyawa dengan 11 ikatan rangkap dua sehingga mudah teroksidasi oleh panas dan ikut teradisi oleh Na-bisulfit. Proses ini memerlukan lama reaksi yang lebih besar untuk menurunkan bilangan iod.



Gambar 5. Pengaruh rasio mol dan lama sulfonasi terhadap bilangan iod pada MES dari metil ester minyak sawit

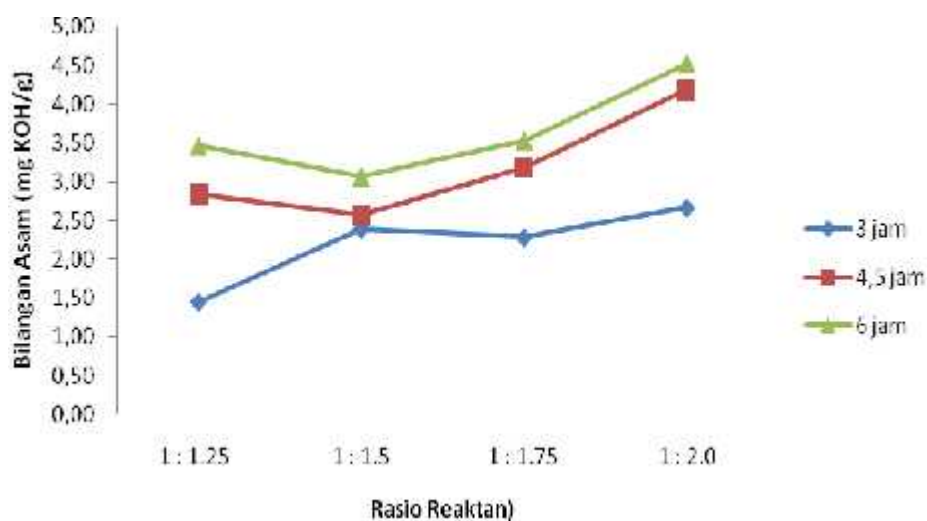
Pore (1976) menyatakan bahwa untuk proses sulfonasi dengan menggunakan Na-bisulfit memerlukan suhu 60-100°C dan lama waktu 3-6 jam bahkan berlebih bila tidak menggunakan katalis. Mujdalipah dkk. (2012) melaporkan bahwa interaksi lama proses sulfonasi sedangkan lama proses sulfonasi 60 dan 90 menit tidak memberikan pengaruh berbeda berpengaruh terhadap bilangan iod MES dari metil ester minyak goreng olein sawit dengan menggunakan reaktan gas SO<sub>3</sub>.

#### **Pengaruh Rasio Mol Dan Lama Reaksi Terhadap Bilangan Asam Pada MES dari Metil Ester Minyak Sawit**

Bilangan asam adalah bilangan yang menunjukkan banyaknya miligram KOH yang diperlukan untuk menetralkan satu gram lemak atau minyak. Ketika Na-bisulfit digunakan dalam proses sulfonasi maka akan meningkatkan bilangan asam. Bilangan asam yang dihasilkan oleh proses sulfonasi metil ester pada

penelitian ini berkisar 1,45-6,34 mg KOH/g sampe (Gambar 6). Lama reaksi diatas 4 jam dan peningkatan rasio mol akan mengakibatkan reaksi tumbukan antar partikel Na-bisulfit dengan metil ester akan semakin cepat dan semakin tinggi gugus sulfonat yang dihasilkan sehingga meningkatkan bilangan asam dari MES dari metil metil ester minyak sawit.

Peningkatan lama reaksi dan rasio mol akan menyebabkan peningkatan pembentukan sulfon dan reaksi samping seperti asam-asam berantai pendek, pada degradasi yang lebih lanjut akan menghasilkan pembentukan asam sulfur yang menyebabkan peningkatan bilangan asam bilangan asam (Moreno, 1988; Hu dan Tuvell, 1986; Dunn, 2002).



Gambar 6. Pengaruh rasio mol dan lama sulfonasi terhadap bilangan asam pada MES dari metil ester minyak sawit

Hasil percobaan menunjukkan bahwa semakin tinggi rasio mol dan lama sulfonasi akan meningkatkan bilangan asam. Hal itu disebabkan terjadi pembentukan asam-asam oleh sulfat yang bersifat sebagai oksidator. Hasil penelitian Mujdalifah dkk. (2012) menunjukkan bahwa semakin lama proses

sulfonasi akan meningkatkan bilangan asam pada MES dari minyak goreng olein sawit.

### Uji Kinerja Surfaktan

Pengujian kompatibilitas dan pengukuran tegangan antar muka (IFT) diperlukan untuk mengetahui kinerja surfaktan MES sebagai *chemical* untuk EOR. Diharapkan pada uji kompatibilitas surfaktan akan larut sempurna dalam air, atau membentuk satu fasa. Dalam uji kinerja surfaktan maka digunakan sampel reservoir minyak dari lapangan rantau yang merupakan minyak ringan (*ligh oil*) dan air formasi sintetik dengan kadar garam 10000 ppm.

#### a. Uji Kompatibilitas

Hasil pengujian menunjukkan bahwa hampir semua larutan belum kompatibel dengan air formasi (brine). Adanya butiran dan lapisan minyak menunjukkan bahwa surfaktan tidak terlarut sempurna pada air formasi dan menghasilkan larutan dari jernih, milky (seperti susu), light milky (susu agak encer), keruh dan berbusa (Tabel 1).

Tabel 1. Pengaruh konsentrasi surfaktan terhadap hasil uji kompatibilitas MES

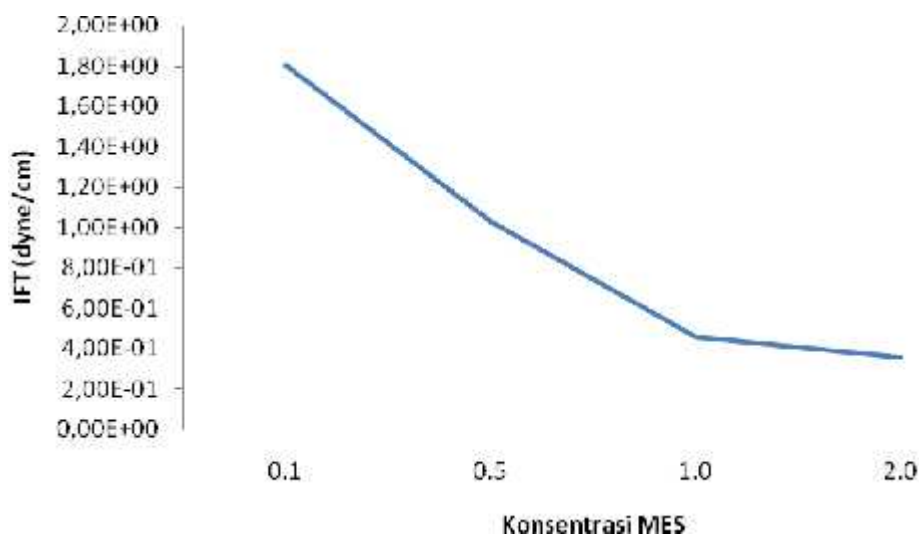
No	Nama Surfaktan	Konsentrasi	Pengamatan kompatibilitas	
			Diam	Sesudah dikocok
1	Surfaktan Perlakuan A1	0,1	Milky	Milky, keruh
		2	Milky, minyak	lapisan Milky

2	Surfaktan Perlakuan A2	0,1	Milky	Milky
		2	Milky, berbusa, lapisan minyak	Milky, berbusa
3	Surfaktan Perlakuan A3	0,1	Milky	Milky, berbusa
		2	Milky, lapisan minyak	Milky, berbusa
4	Surfaktan Perlakuan A4	0,1	Jernih	Milky
		2	Milky, lapisan minyak	Milky, butiran minyak
5	Surfaktan Perlakuan A5	0,1	Milky, lapisan minyak	Milky, butiran minyak
		2	Milky, berbusa, lapisan minyak	Milky, berbusa
6	Surfaktan Perlakuan A6	0,1	Milky	Milky
		2	Milky, berbusa, lapisan minyak	Milky, berbusa, lapisan minyak
7	Surfaktan Perlakuan A7	0,1	Milky	Milky
		2	Milky, lapisan minyak	Milky, berbusa
8	Surfaktan Perlakuan A8	0,1	Milky, lapisan minyak	Milky
		2	Milky, lapisan minyak	Milky, kekuningan
9	Surfaktan Perlakuan A9	0,1	Milky	Milky, butiran minyak
		2	Milky, lapisan minyak, kekuningan	Milky, butiran minyak, berbusa
10	Surfaktan Perlakuan A10	0,1	Milky, lapisan minyak	Milky, berbusa
		2	Milky, lapisan minyak	Milky, berbusa
11	Surfaktan Perlakuan A11	0,1	Jernih	Milky
		2	Milky, lapisan minyak, kekuningan	Milky, berbusa
12	Surfaktan Perlakuan A12	0,1	Jernih, lapisan minyak	Milky
		2	Milky, lapisan	Milky, berbusa

---

**b. Pengaruh Konsentrasi MES terhadap Tegangan Antar Muka (Interfacial Tension/ IFT)**

Salah satu faktor yang berpengaruh terhadap nilai IFT adalah konsentrasi surfaktan. Efektifitas surfaktan dalam menurunkan tegangan antar muka minyak-air dipengaruhi oleh beberapa faktor, diantaranya jenis surfaktan yang digunakan, konsentrasi surfaktan dan *co*-surfaktan yang digunakan, kadar garam larutan dan adsorpsi larutan *co*-surfaktan (Sugihardjo dkk. (2002); Drelich dkk. (2002). Menurut Purnomo dkk. (2004), jika IFT diturunkan menjadi  $10^{-3}$  dyne/cm maka fraksi minyak dalam residual oil yang terdapat pada porous media yang terjebak dapat dimobilisasi. Hasil pengujian menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi surfaktan dapat menurunkan tegangan antarmuka (IFT) (Gambar 7). Menurut Sheng (2011), penurunan IFT akan mencapai nilai minimum pada konsentrasi tertentu setelah itu akan mengalami kenaikan setelah melebihi nilai CMC (Critical Micelle Concentration).



Gambar 7. Pengaruh konsentrasi MES terhadap nilai IFT

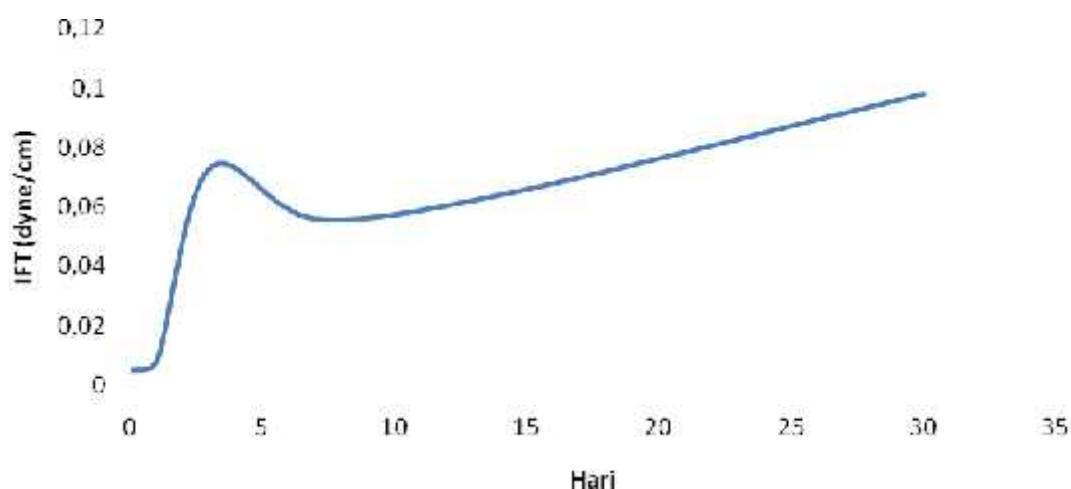
### c. Termal stabilitas suhu 80°C penambahan 1% Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>

Untuk meningkatkan kinerja surfaktan dapat dilakukan penambahan alkali pada formulasi surfaktan seperti KOH, NaOH 0 - 1,6 % (w/w) (Nedjhioui dkk., 2005), dan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 0 - 0,6 % (Carrero dkk., 2006). Menurut Jackson (2006), penambahan natrium karbonat/*sodium carbonate* digunakan karena dapat menurunkan adsorpsi surfaktan anionik pada batuan reservoir dan membantu menjaga kestabilan beberapa surfaktan dan dapat pula digunakan dalam memperbaiki hidrasi polimer. Sugihardjo dkk. (2002) menyatakan bahwa alkali/aditif yang boleh dipergunakan adalah dengan batas maksimal penggunaan 1% untuk memaksimalkan kinerja surfaktan dalam menurunkan tegangan antarmuka. Sheng (2011) melaporkan terdapat 6 alkali yang dapat digunakan untuk menurunkan IFT adalah Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, NaHCO<sub>3</sub>, NaOH, Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>, Na<sub>4</sub>SiO<sub>4</sub>, dan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>. Alkali dalam terkait injeksi



kimia, penambahan alkali seperti natrium karbonat meningkatkan kekuatan ion (salinitas).

Sugihardjo dkk. (2001) menyatakan bahwa salah satu faktor yang mempengaruhi efektifitas formula surfaktan selama mengalir dalam media berpori adalah adanya degradasi molekul surfaktan yang disebabkan oleh suhu yang tinggi karena menurut Ayirala (2002) agar surfaktan berpindah melewati pori batuan reservoir dan mengubah *wettability* permukaan pori batuan perlu waktu yang cukup lama dan harus dilakukan uji *thermal stability* untuk mengetahui daya tahan larutan surfaktan terhadap panas pada suhu reservoir. Hasil pengujian menunjukkan bahwa semakin lama waktu simpan dapat meningkatkan nilai IFT pada surfakatan yang telah dipanaskan pada suhu 80°C (Gambar 8).



Gambar 8. Pengaruh lama waktu simpan terhadap IFT MES yang dipanaskan pada suhu 80°C

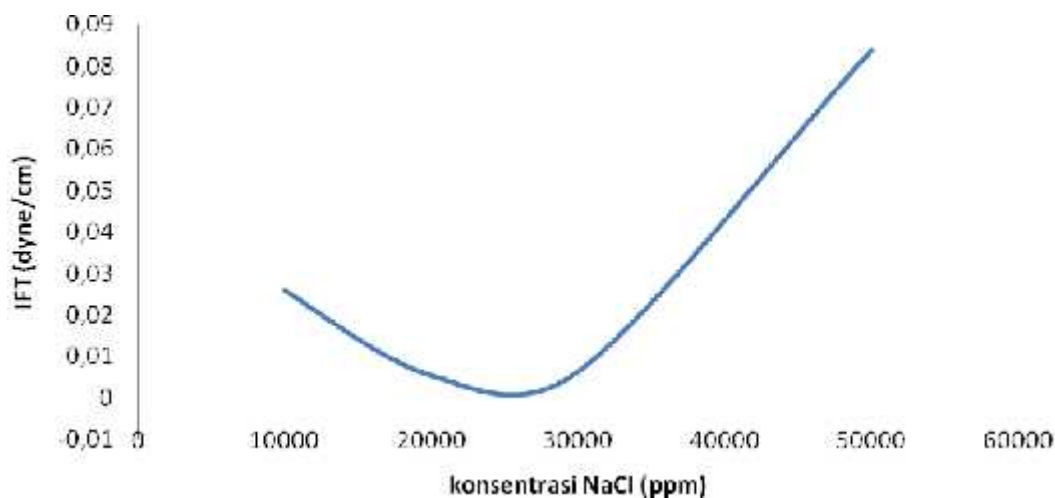
Peningkatan nilai IFT terjadi diduga karena penyimpanan pada waktu yang lama akan menyebabkan konsentrasi elektrolit menjadi tinggi. Dimana micelle yang terbentuk pada fasa cair menjadi berkurang sehingga proses difusi dan

adsorpsi surfaktan yang terjadi pada bidang batas menjadi berkurang sehingga menyebabkan IFT menjadi meningkat (Zhao, 2005). Tobing dan Eni (2013) melaporkan hasil uji *thermal stability* terhadap larutan ASP (1% alkali Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> + 0.1% surfaktan + 750 ppm polimer). Harga IFT larutan ASP mengalami kenaikan sebanyak 16 kali dari  $3.77 \times 10^{-3}$  pada hari ke-0 (sebelum dipanaskan) sampai harga  $6.03 \times 10^{-2}$  dyne/cm pada hari ke-30.

#### **d. Pengaruh konsentrasi NaCl terhadap IFT**

Menurut Sugihardjo dkk. (2002), efektivitas surfaktan untuk menurunkan IFT dipengaruhi oleh diantaranya jenis surfaktan yang digunakan, konsentrasi surfaktan dan *co*-surfaktan yang digunakan, kadar garam larutan dan adsorpsi larutan *co*-surfaktan. Healy dan Reed (1974) mempelajari pengaruh konsentrasi garam NaCl terhadap tegangan antar muka. Tingkat salinitas yang menghasilkan IFT paling rendah disebut sebagai optimal salinity. Sampath (1998), menyatakan bahwa larutan garam (brine ) berfungsi sebagai larutan elektrolit yang diperlukan untuk menurunkan IFT.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa optimal salinity terjadi pada konsentrasi NaCl 20.000 ppm setelah terjadi kenaikan IFT akibat peningkatan konsentrasi NaCl (Gambar 8).



Gambar 9. Pengaruh konsentrasi NaCl terhadap IFT MES

Hasil penelitian yang dilakukan Sampath (1998) menunjukkan bahwa nilai IFT meningkat seiring dengan meningkatnya salinitas atau kadar garam. Hal ini disebabkan karena ikatan kimia yang membentuk NaCl adalah ikatan ion yang sangat mudah terurai menjadi ion  $\text{Na}^+$  dan ion  $\text{Cl}^-$ , begitu juga halnya dengan molekul-molekul surfactant. Di dalam air surfactant akan mudah terurai menjadi ion  $\text{RSO}_3^-$  dan  $\text{H}^+$ . Jika pada operasi injeksi surfaktan terdapat garam NaCl, maka akan membentuk HCl dan  $\text{RSO}_3\text{Na}$ , dimana Ca dan  $\text{RSO}_3\text{Na}$  bukan merupakan zat aktif permukaan dan tidak dapat menurunkan tegangan permukaan. Hasil uji kelakuan fasa menunjukkan bahwa semakin tinggi salinitas akan membentuk fraksi oil wet sehingga terjadi peningkatan IFT (Ashayer-Soltani dkk., 1999).

## KESIMPULAN

Hasil optimasi proses pembuatan MES berbahan baku metil ester dari metil ester minyak sawit menunjukkan bahwa kondisi kombinasi perlakuan optimum dengan menggunakan rasio mol 1:1,5 dan lama reaksi 4,5 jam dan suhu reaksi

100°C yang stabilitas emulsi 68,25%, bilangan asam 2,57 mg KOH/g sampel, bilangan iod 10,91 g Iod/100 g sampel. Konsentrasi MES terbaik untuk menghasilkan IFT terendah adalah 1% yaitu 1,806 dyne/cm, salinitas optimal terjadi pada 20.000 ppm NaCl dengan nilai IFT 0,0055 dyne/cm. Pemanasan pada suhu 80°C selama 30 hari dengan penambahan alkali Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 1% masih menghasilkan IFT 0,098 dyne/cm.

## DAFTAR PUSTAKA

- Adisalamun, I., Mangunwidjaja, D., Suryani, A., Sunarti, T.C. dan Arkeman, Y. (2012). Adsorpsi surfaktan nonionik alkil poliglikosida pada antarmuka fluida-fluida. *Jurnal Rekayasa Kimia dan Lingkungan* **9** (1): 1 – 5.
- American Society for Testing and Material (ASTM). (2001). *Annual Book of ASTM Standards: Soap and Other Detergents, Polishes, Leather, Resilient Floor Covering*. ASTM, Baltimore.
- AOAC. (1995). *Official Method of Analysis of the Association of Official Analytical Chemist*, AOAC, Washington.
- Aparicio, J., MacArthur, B.W., Sheats, W.B dan Brooks, B.J. (2012). MES – Myths, Mysteries and Perspectives on Properties and Use. International Conference of Surfactant and Detergent 2012, Shanghai, PRC – April 2012.
- Ashayer-Soltani, R. (1999). *Surfactant Phase Behaviour in relation to Oil Recovery*. Disertasi. Imperial College, London.
- Ayirala, S. (2002). *Surfactant-Induced Relative Permeability Modifications for Oil Recovery Enhancement*. Tesis. Louisiana State University and Agricultural and Mechanical College.
- Bernardini, E. (1983). *Vegetable Oils and Fats Processing*. Volume II. Interstampa, Rome.

- Carrero E., Queipo, N.V., Pintos, S dan Zerpa, L.E. (2006). Global sensitivity analysis of alkali-surfactant-polymer enhanced oil recovery processes. *Journal of Petroleum Science and Engineering* **58** : 30 – 42.
- Dunn, R. (2002). Effect of oxidation under accelerated conditions on fuel properties of methyl soya (biodiesel). *Journal America Oil Chemistry Society* **79** (9): 915-919.
- Drelich J., Fang, C.H., White, C.L. (2002). *Measurement of Interfacial Tension in Fluid-Fluid Systems*. Marcel Dekker, Inc.
- Drozd, J.C. (1990). Use of Sulfonated Methyl Esters in Household Cleaning Products, Proceedings of World Conference on Oleochemicals into the 21st Century, AOCS: 256-268.
- Edison, R. and Hidayati, S., (2009), Production Surfactant Methyl Ester Sulfonate (MES) of *Jatropha* Oil (*Jatropha Curcas* L.) with Temperature and Time Sulfonation, Temperature Purification, and Concentration Methanol Settings, Proceeding International Seminar on Sustainable Biomass Production and Utilization Challenges and Oppurtunities (ISOMASS) August.
- Elraies, K.A., Tan, I. M., M. Awang , M. dan Saaid, I. (2010). The synthesis and performance of sodium methyl ester sulfonate for enhanced oil recovery. *Petroleum Science and Technology* **28** (17): 1799-1806.
- Foster, N.C. (1997). Sulfonation and Sulfation Processes. *In : Soap and Detergents : A Theoretical and Practical Review*. Spitz, L. (Ed). AOCS Press, Champaign, Illinois.
- Gardener, J.E dan Hayes, M.E. (1983). *Spining Drop Interfacial Tensiometer Instruction Manual*. Departement of Chemistry, University of Texas, Texas.
- Hassenhuetti, G.H. (2000). Design and Application of Fat-based Surfactant. Dalam: O'Brien, R.D., Farr, W.E dan Wan, P.J. (ed). *Introduction To Fat And Oil Technology*. AOAC Press, Illinois USA.
- Healy, R.H, Reed, R.L. (1974). Immiscible microemulsion flooding. *Society of Petroleum Engineer* **5817**: 129-139.
- Helianty, S dan Zulfansyah. (2011). Pembuatan ester metil sulfonat dari ester metil palm stearin. *Jurnal Teknobiologi*, **II(1)**: 37 – 39.

- Hidayati, S., Suryani, A., Permadi, P., Hambali, H., Syamsu, K dan Sukardi. (2006).. Optimasi proses pembuatan metil ester sulfonat dari minyak inti sawit. *Jurnal Teknik Industri* **15** (3): 96-101.
- Hidayati, S. (2006). *Perancangan Proses Produksi Metil Ester Sulfonat dari Minyak Sawit Inti Sawit dan Uji Efektivitasnya untuk Pendesakan Minyak Bumi*. Disertasi. Institut Pertanian Bogor, Bogor, Indonesia.
- Hovda, K. (2004). The Challenge of methyl ester sulfonates. (terhubung berkala). <http://www.chemithon.com> (18 Mei 2013).
- Hu, P.C dan Tuvell, M.E. (1988). A mechanistic approach to the thermal degradation of olefin sulfonates. *Journal America Oil Chemistry Society* **65** (6): 1007-1012.
- Jackson, A.C. (2006). *Experimental Study of the Benefits of Sodium Carbonate on Surfactants for Enhanced Oil Recovery*. Thesis. University of Texas at Austin, Austin Texas.
- Mansur, D., Astrini, N dan Tasrif. (2007). Sodium Bisulfite as SO<sub>3</sub> Source for Synthesis of Methyl Ester Sulfonate Using RBD Stearin as Raw Material. *The Journal for Technology and Science* **18** (4): 116-122.
- Matheson , K.L. (1996). Surfactant raw materials : classification, synthesis, and uses. In : *Soap and Detergents : A Theoretical and Practical Review*. Spitz, L. (Ed). AOCS Press, Champaign, Illinois.
- Moreno, J.B., Bravo, J dan Berna, L.J. (1988). Influence of sulfonated material and its sulfone content on the physical of linier alkyl benzene sulfonates. *Journal America Oil Chemistry Society* **65** (6): 1000-1006.
- Mujdalipah, Hambali, E., Suryani, A dan Zulchaidir, E. (2012). Pengaruh suhu dan lama proses sulfonasi dalam proses produksi methyl ester sulfonic acid (MESA) menggunakan Single Tube Falling Film Reactor (STFR). *AGRITECH* **32** (3): 275-283.
- Nedjhioui, M., Mostefa, M. N., Morsli, A dan Bensmaili, A. (2005). Combined effects of polymer/surfactant/oil/alkali on physical chemical properties. *Desalination* **185** : 543 – 550.
- Nuraini, Sugihardjo, Makmur, T. (2004). Uji kelakuan fase dan tegangan antarmuka minyak-surfaktan-kosurfaktan-air injeksi. *Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Minyak dan Gas Bumi* **38** (1): 20-25.
- Pore, J. (1993). *Oil and Fat Manual*. Intercept Ltd, Andover, UK, Paris, New

York.

- Purnomo, H., Nuraini dan Tjuwati, M. (2004). The influence of alcohol type and concentration of the phase behaviour and interfacial tension in oil surfactant-cosurfactant-brine mixture system. *Lemigas Scientief Contributions* **27** (2): 43-49.
- Rivai, M., Irawadi, T.T., Suryani, A., Setyaningsih, D dan Hambali, E. (2011). Penentuan lama sulfonasi pada proses produksi surfaktan MES untuk aplikasi EOR. *Jurnal Ilmu Pertanian Indonesia* **16** (1) : 28-34.
- Sampath, R., Moeti, L.T., Pitts, M.J dan Smith, D.H. (2003). *Characterization of Surfactant for Enhanced Oil Recovery*. Departement of Engineering, Clark Atlanta University, Atlanta.
- Samuelsson, J. dan Johansson, M. (2003), Oxidation of FA with Alkana or Alkyl Functionalities Studied with Chemiluminescence and real Time IR Spectroscopy, *Journal America Oil Chemistry Society*, **80** (5): 491-496.
- Satsuki, T. (1992). Applications of MES in detergents. *INFORM* **3** (10): 1099.
- Sheats, W.B dan Arthur, B.W. (2002). Methyl ester sulfonate products. W. Brad Sheats, Dr. Brian W. MacArthur. "Methyl Ester Sulfonate Products" [http://www.chemithon.com/Resources/pdfs/Technical\\_papers/Methyl%20Ester%20Sulfonate%20Products%205th%20Cesio%20v19,R1.pdf](http://www.chemithon.com/Resources/pdfs/Technical_papers/Methyl%20Ester%20Sulfonate%20Products%205th%20Cesio%20v19,R1.pdf)
- Sherry, A.E., Chapman, B.E., Creedon, M.T., Jordan, J.M dan Moese, R.L. (1995). Nonbleach process for the purification of palm C16-18 methyl ester sulfonates. *Journal America Oil Chemistry Society* **72** (7) : 835-841.
- Sheng , J.J. (2011). *Modern Chemical Enhanced Oil Recovery : Theory and Practice*. Gulf Professional Publishing is An Imprint of Elsevier. 30 Corporate Drive, Suite 400. Burlington, MA 01803, USA.
- Sugiharjdo, Tobing, E, Pratomo, S.W. (2001). Kelakuan Fasa Campuran Antara “Reservoir-Injeksi-Surfaktan” Untuk Implementasi Enhanced Water Flooding. Prosiding Simposium Nasional IATMI. Yogyakarta 3-5 Oktober 2001.
- Sugihardjo. (2002). Formulasi optimum campuran surfaktan, air dan minyak. *Lembaran Publikasi Lemigas* **36** (3): 37-42.
- Tobing , E.M.L dan Eni, H. (2013). Peningkatan perolehan reservoir minyak 'R' dengan injeksi alkali-surfaktan-polimer pada skala laboratorium. *Lembaran Publikasi Minyak dan Gas Bumi* **47** (2): 87 – 96.
- Watkins, C. (2001). All eyes are on Texas. *INFORM* **12** : 1152-1159.

- Xie, T, Zeng, C., Wang, C, dan Zhang, L. ( 2013). Preparation of methyl ester sulfonates based on sulfonation in a falling film microreactor from hydrogenated palm oil methyl esters with gaseous  $\text{SO}_3$ . *Industrial & Engineering Chemistry Research* **52** (10): 3714–3722.
- Zhao, Z, Li, Z, Qiao, W, Cheng, L. (2005). Dynamic interfacial behaviour between crude oil and octyl methyl naphthalena sulfonate surfactant flooding system. *Colloids and Surfaces*: 71-80