

UNIVERSITAS INDONESIA

**PEMBUATAN MINYAK LUMAS DASAR DARI TANAMAN
JARAK (*Ricinus communis L.*) (*CASTOR OIL*) MENGGUNAKAN
1,4-BUTANADIOL DAN 1,6-HEKSANADIOL SERTA UJI
KOMPATIBILITASNYA TERHADAP MINYAK MINERAL**

SKRIPSI

**AYUDIANI ATMANEGARA
0606068921**

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



UNIVERSITAS INDONESIA

**PEMBUATAN MINYAK LUMAS DASAR DARI TANAMAN
JARAK (*Ricinus communis L.*) (*CASTOR OIL*) MENGGUNAKAN
1,4-BUTANADIOL DAN 1,6-HEKSANADIOL SERTA UJI
KOMPATIBILITASNYA TERHADAP MINYAK MINERAL**

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana sains

**AYUDIANI ATMANEGARA
0606068921**

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

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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

Nama : Ayudiani Atmanegara

NPM : 0606068921

Tanda Tangan :

Tanggal :

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :
Nama : Ayudiani Atmanegara
NPM : 0606068921
Program Studi : Kimia
Judul Skripsi : Pembuatan Minyak Lumas Dasar dari Tanaman
Jarak (*Ricinus communis L.*) (*Castor Oil*)
Menggunakan 1,4-Butanadiol dan 1,6-Heksanadiol
serta Uji Kompatibilitasnya Terhadap Minyak
Mineral

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

DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Ir. Rona Malam Karina, M.T ()
Pembimbing : Prof. Dr. Wahyudi Priyono Suwarso ()
Penguji : ()
Penguji : ()
Penguji : ()

Ditetapkan di :
Tanggal :

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis ucapkan kepada Allah SWT, Tuhan Penguasa Alam, yang telah memberi kesempatan kepada penulis untuk hidup di dunia dan beribadah kepada-Nya. Segala kasih sayang, anugerah, dan rahmat-Nya yang tak terkira, serta pelajaran hidup yang sangat berharga, yang membuat penulis menjadi manusia yang lebih baik.

Penulisan skripsi ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Sains Jurusan Kimia, pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.

Penulis menyadari, bahwa tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan skripsi, sangatlah sulit bagi penulis untuk menyelesaikan skripsi ini. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Ir. Rida Mulyana M.Sc, selaku Kepala PPPTMGB LEMIGAS.
2. Ir. Subiyanto, selaku Ketua Kelompok Pelumas.
3. Dr. Ridla Bakri, selaku Ketua Departemen Kimia FMIPA Universitas Indonesia.
4. Ir. Rona Malam Karina, MT, selaku pembimbing I, yang telah memberikan kesempatan kepada penulis untuk melaksanakan tugas akhir di LEMIGAS, yang memberikan penulis pengalaman yang sangat berharga. Terima kasih untuk segala bimbingan, ilmu pengetahuan, saran, dan nasehat yang menjadikan penulis tetap semangat dalam menyelesaikan tugas akhir ini.
5. Prof. Dr. Wahyudi Priyono Suwarso, selaku pembimbing II, yang dengan sabar dan ikhlas meluangkan waktu, tenaga, dan pikiran, dalam membimbing penulis. Terima kasih atas ilmu pengetahuan yang sangat berharga, yang membantu penulis dalam menyelesaikan permasalahan tugas akhir dan penulisan skripsi.
6. Prof. Dr. Soleh Kosela M.Sc, Dr. Emil Budianto, dan Ir. Widyastuti Samadi M.Si, yang telah berkenan menjadi penguji ahli pada skripsi penulis. Ditengah kesibukan beliau, penulis beruntung karena telah diberi kesempatan untuk diuji kemudian diberi masukan oleh beliau.

7. Kedua orangtua penulis (Pak Merry Saemary dan Ibu Yanti), terima kasih untuk segala kasih sayang yang sangat berlimpah untuk penulis, segala pengorbanan, saran, nasehat, dan kesempatan untuk bisa membahagiakan dan dibahagiakan.
8. Kakak penulis (Lisha Chan), untuk setiap tawa yang dibagi lewat *Yahoo Messenger* dan wisata kuliner bersama.
9. Teman seperjuangan penelitian di PPPTMGB LEMIGAS, Theresia Ansi Virda Arizona. Terima kasih untuk kebersamaan, kesabaran, kerja sama, semangat, dan pengalaman hidup yang begitu berharga. Akhirnya kita berhasil menyelesaikan perjalanan panjang ini.
10. Mba Catur, yang telah membantu penulis dalam menyelesaikan permasalahan teknis dan non teknis penelitian. Terima kasih untuk semua keceriaan, saran, nasehat, dan ilmu pengetahuan, yang diberikan kepada penulis.
11. Pak Albert, yang telah membantu proses pemindahan laboratorium.
12. Analis laboratorium pelumas (Pak Joe, Bu Ana, Mas Supri, Mba Ellin, Mba Shinta, Mba Nami, Mba Milda, Mba Endah, dan Mas Hanif), atas kesediaan dan kesabarannya membimbing penulis dalam melakukan uji-uji sampel.
13. Reka, Kharisma, Nissia, Putu, Feri, Faiza, Adi, Rindu, Kanty, Tantry, Nanik, Brit, Vania Retno, Vania Viandra, Atyka, Kartika, dan Raima yang selalu menjadi teman dan sahabat untuk berbagi kebahagiaan.
14. Seluruh teman-teman S1 Kimia angkatan 2006.
15. Seluruh staf pengajar Departemen Kimia FMIPA Universitas Indonesia.
16. Seluruh staf karyawan Kelompok Program Riset Teknologi Aplikasi PPPTMGB “LEMIGAS.
17. Semua pihak yang mustahil penulis sebutkan satu persatu, yang telah berjasa kepada penulis.

Akhir kata, penulis berharap Allah SWT berkenan membalas segala kebaikan semua pihak yang telah membantu. Semoga skripsi ini membawa manfaat bagi pengembangan ilmu dan pengetahuan.

Penulis

2010

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

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

Nama : Ayudiani Atmanegara
NPM : 0606068921
Program Studi : Kimia
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Jenis karya : Skripsi

demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty Free Right*) atas karya ilmiah saya yang berjudul :

**PEMBUATAN MINYAK LUMAS DASAR DARI TANAMAN JARAK
(*Ricinus communis L.*) (CASTOR OIL) MENGGUNAKAN 1,4-BUTANADIOL
DAN 1,6-HEKSANADIOL SERTA UJI KOMPATIBILITASNYA
TERHADAP MINYAK MINERAL**

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

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di :
Pada tanggal :
Yang menyatakan

(.....)

ABSTRAK

Nama : Ayudiani Atmanegara
Program Studi : Kimia
Judul : Pembuatan Minyak Lumas Dasar dari Tanaman Jarak (*Ricinus communis L.*) (*Castor Oil*) Menggunakan 1,4-Butanadiol dan 1,6-Heksanadiol serta Uji Kompatibilitasnya Terhadap Minyak Mineral

Perubahan kondisi alam yang semakin mengkhawatirkan, mendorong berkembangnya penelitian mengenai pelumas yang lebih ramah lingkungan yang disebut biopelumas. Biopelumas merupakan pelumas yang berbahan dasar minyak nabati yang dapat terdegradasi secara biologis dan dapat diperbaharui. Salah satu contohnya adalah pelumas berbahan dasar minyak jarak *Ricinus communis L.* (*Castor oil*). Pada penelitian ini, dilakukan reaksi modifikasi tiga tahap pada *Castor oil* untuk memperbaiki karakteristik fisiko - kimia, sehingga dapat dijadikan minyak lumas dasar yang berkualitas. Tahapan tersebut, yaitu transesterifikasi menggunakan metanol dan katalis KOH untuk menghasilkan *Castor Oil Methyl Ester* (COME), epoksidasi dengan hidrogen peroksida dan katalis asam format untuk menghasilkan *Epoxidized Castor Oil Methyl Ester* (ECOME), serta pembukaan cincin epoksida dengan senyawa diol (1,4-butanadiol dan 1,6-heksanadiol) dan katalis PTSA untuk menghasilkan *Butanediol Modified Castor Oil* (BuMCO) dan *Hexanediol Modified Castor Oil* (HeMCO). Kemudian dilakukan pencampuran produk hasil modifikasi dengan minyak mineral (HVI 160 dan Yubase), karena adanya kesamaan komposisi hidrokarbon yang dimiliki oleh keduanya, sehingga dapat dilihat tingkat kompatibilitasnya untuk menghasilkan biopelumas yang berkualitas. Dari hasil penelitian, didapat komposisi senyawa diol optimum, yaitu 70 mL (0,7900 mol) 1,4-butanadiol dan 90 g (0,7614 mol) 1,6-heksanadiol. Produk Pencampuran produk dengan Yubase lebih baik dibandingkan dengan HVI 160, hal ini dibuktikan dari pengamatan visual dan uji viskositas.

Kata Kunci : asam risinoleat, biopelumas, epoksdasi, kompatibilitas, reaksi pembukaan epoksida, transesterifikasi.
xv + 78 halaman ; 35 gambar; 13 tabel
Daftar Pustaka : 1956-2009

ABSTRACT

Name : Ayudiani Atmanegara
Program Study : Chemistry
Title : Synthesis of Lubricating Base Oil from *Jatropha* Plant (*Ricinus communis L.*) (Castor Oil) by Using 1,4-Butanediol as well as 1,6-Hexanediol and Its Compatibility Test to Mineral Base Oil

Changes in the natural condition that increasingly alarming, encouraging the development of research on the lubricant more environmentally friendly, called biolubricant. Biolubricant is vegetable oil based lubricant which biodegradable and renewable resources. For example is biolubricant from *Jatropha* plant (Castor oil). In this research, Castor oil is modified by three-step reactions to improve the physico - chemical characteristics with the good quality base lubricating oil. These steps, namely transesterification using methanol and KOH catalyst to produce Castor Oil Methyl Ester (COME), epoxidation using hydrogen peroxide and formic acid catalyst to produce Epoxidized Castor Oil Methyl Ester (ECOME), and epoxide ring opening reaction using diol compounds (1,4-butanediol and 1,6-hexanediol) and PTSA catalyst to produce *Butanediol Modified Castor Oil* (BuMCO) dan *Hexanediol Modified Castor Oil* (HeMCO). Then, modification products are mixed with mineral oil (HVI 160 and Yubase), because of the similarity of hydrocarbon compositions owned by both, so the level of compatibility to produce a quality biolubricant can be monitored. The results shows that the optimum composition of diol compounds are 70 ml (0,7900 mol) of 1,4-butanediol and 90 g (0,7614 mol) of 1,6-hexanediol. Mixing ECOME diol with Yubase is better than the HVI 160, this is evident from visual observation and viscosity test.

Key Words : ricinoleic acid, biolubricant, epoxidation, epoxide ring opening reaction, transesterification, compatibility
xv + 78 pages ; 35 pictures; 13 tables
References : 1956-2009

DAFTAR ISI

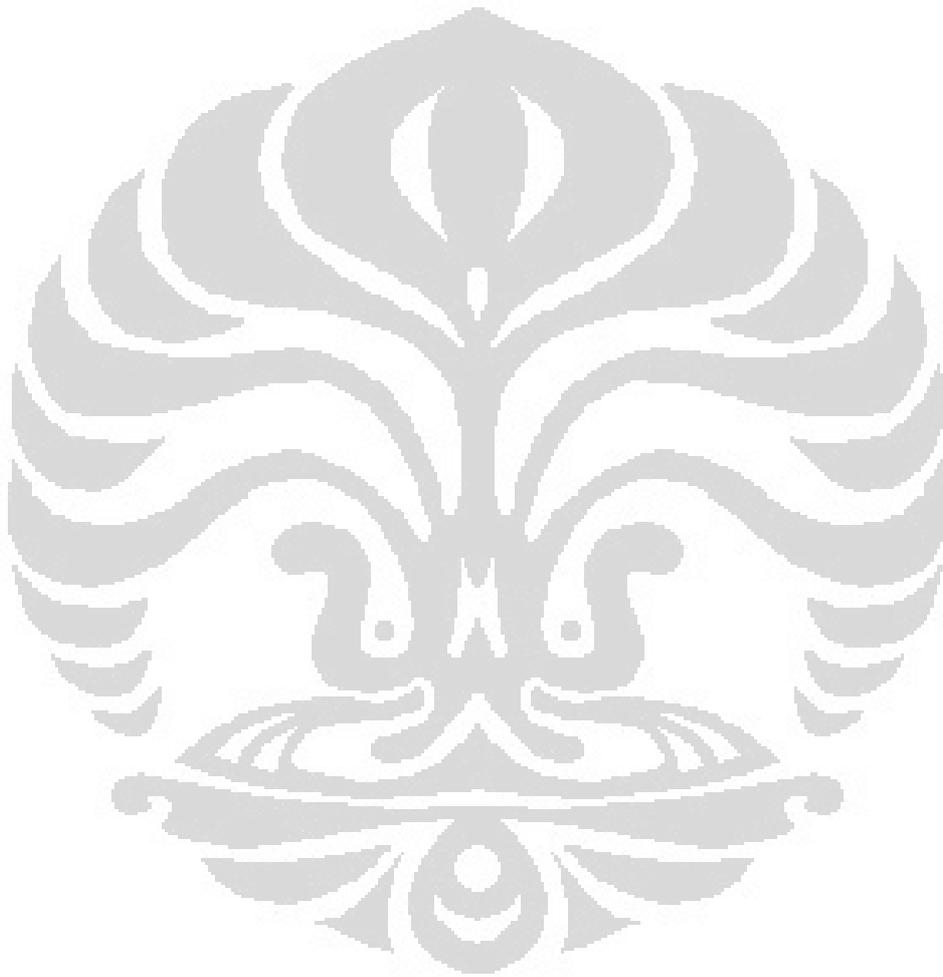
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINILITAS	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
KATA PENGANTAR.....	iv
HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI	vi
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	viii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	2
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Hipotesis	3
2. TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 Pelumas	4
2.1.1 Fungsi Pelumas	4
2.1.2 Karakteristik Fisiko - Kimia Pelumas	6
2.1.3 Minyak Lumas Dasar	7
2.1.3.1 Minyak Mineral	8
2.1.3.2 Minyak Nabati	9
2.2 Tanaman Jarak Kepyar	11
2.2.1 Minyak Jarak Kepyar (<i>Castor Oil</i>).....	13
2.2.2 Minyak Jarak Sebagai Minyak Lumas Dasar	15
2.2.3 Reaksi Modifikasi Tiga Tahap Pada Minyak Jarak	16
2.2.3.1 Transesterifikasi	16
2.2.3.2 Epoksidasi	16
2.2.3.3 Pembukaan Cincin Epoksida	17
2.3 Senyawa Diol	18
2.3.1 1,4-Butanadiol	18
2.3.2 1,6-Heksanadiol	19
2.4 Spektroskopi Infra Merah	20
3. METODE PENELITIAN	23
3.1 Lokasi Penelitian	23
3.2 Bahan dan Alat Penelitian	23
3.2.1 Bahan Penelitian	23

3.2.2	Alat Penelitian	24
3.3	Diagram Alir Penelitian	25
3.4	Cara Kerja	26
3.4.1	Reaksi Modifikasi Tiga Tahap	26
3.4.1.1	Tahap I: Transesterifikasi	26
3.4.1.2	Tahap II: Epoksidasi	27
3.4.1.3	Tahap III: Pembukaan Cincin Epoksida	27
3.4.2	Uji Karakteristik Fisika Kimia	28
3.4.2.1	Densitas	28
3.4.2.2	Viskositas Kinematik dan Indeks Viskositas	29
3.4.2.3	Titik Tuang	29
3.4.2.4	Titik Nyala	30
3.4.2.5	Bilangan Asam	30
3.4.2.6	Bilangan Iod	31
3.4.3	Uji Kompatibilitas Produk Modifikasi dengan Beberapa <i>Base oil</i>	32
3.4.3.1	Pencampuran dengan HVI 160 (8% w/w)	32
3.4.3.2	Pencampuran dengan HVI 160 dan Yubase (4, 8, 12, 16, 20% w/w).....	32
4.	HASIL DAN PEMBAHASAN.....	33
4.1	Data Hasil Uji Karakteristik Fisiko – Kimia	33
4.2	Reaksi Modifikasi Tiga Tahap	37
4.2.1	Tahap I: Transesterifikasi	37
4.2.2	Tahap II: Epoksidasi	41
4.2.3	Tahap III: Pembukaan Cincin Epoksida	44
4.2.4	Spektrum IR Reaksi Modifikasi Tiga Tahap	48
4.3	Uji Karakteristik Fisika Kimia	51
4.3.1	Densitas	51
4.3.2	Viskositas Kinematik dan Indeks Viskositas	51
4.3.3	Titik Tuang	54
4.3.4	Titik Nyala	55
4.3.5	Bilangan Asam	56
4.3.6	Bilangan Iod	57
4.4	Uji Kompatibilitas Produk Modifikasi dengan Beberapa <i>Base Oil</i>	59
4.4.1	Pencampuran dengan HVI 160 (8% w/w)	59
4.4.2	Pencampuran dengan HVI 160 dan Yubase (4, 8, 12, 16, 20% w/w)	60
5.	PENUTUP	65
	DAFTAR PUSTAKA	67
	LAMPIRAN	69

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1.	Tanaman Jarak (<i>Ricinus communis L</i>)	12
Gambar 2.2.	Biji Jarak	12
Gambar 2.3.	Struktur Asam-Asam Lemak Minyak Jarak	14
Gambar 2.4.	Reaksi Transesterifikasi Trigliserida	16
Gambar 2.5.	Reaksi Epoksidasi pada Ikatan Rangkap	17
Gambar 2.6.	Reaksi Pembukaan Cincin Epoksida Dalam Suasana Asam dan basa	18
Gambar 2.7.	Struktur Molekul 1,4-Butanadiol	18
Gambar 2.8.	Struktur Molekul 1,6-Heksanadiol	19
Gambar 3.1.	Diagram Alir Penelitian	25
Gambar 4.1.	Reaksi Saponifikasi Trigliserida <i>Castor Oil</i>	39
Gambar 4.2.	Reaksi Transesterifikasi dengan Katalis Basa	39
Gambar 4.3.	Struktur molekul <i>Castor Oil Methyl Ester</i> (COME)	40
Gambar 4.4.	Reaksi Pembentukan Asam Peroksi Format	41
Gambar 4.5.	Reaksi Adisi Elektrofilik Antara Asam Peroksi Format dengan Ikatan Rangkap pada COME	42
Gambar 4.6.	Struktur molekul <i>Epoxidized Castor Oil Methyl Ester</i> (ECOME)	43
Gambar 4.7.	Reaksi Hidrolisis Cincin Epoksida Dalam Suasana Asam	43
Gambar 4.8.	Katalis <i>Para Toluene Sulfonic Acid</i> (PTSA)	45
Gambar 4.9.	Reaksi Pembukaan Cincin Epoksida dengan Katalis Asam.....	46
Gambar 4.10.	Struktur Molekul <i>Butanediol Modified Castor Oil</i> (BuMCO) ..	46
Gambar 4.11.	Struktur Molekul <i>Hexanediol Modified Castor Oil</i> (HeMCO)..	46
Gambar 4.12.	Spektrum IR <i>Castor Oil</i>	48
Gambar 4.13.	Spektrum IR Gabungan COME dan ECOME	49
Gambar 4.14.	Spektrum IR <i>Butanediol Modified Castor Oil</i> (BuMCO).....	50
Gambar 4.15.	Spektrum IR <i>Hexanediol Modified Castor Oil</i> (HeMCO).....	50
Gambar 4.16.	Grafik Pengaruh Tahapan Reaksi Menggunakan Senyawa 1,4-Butanadiol Terhadap Nilai Viskositas Kinematik	52
Gambar 4.17.	Grafik Pengaruh Tahapan Reaksi Menggunakan Senyawa 1,6-Heksanadiol Terhadap Nilai Viskositas Kinematik	53
Gambar 4.18.	Grafik Nilai Titik Tuang Produk Reaksi Modifikasi dengan Minyak Mineral sebagai Pembanding	54
Gambar 4.19.	Grafik Nilai Titik Nyala Produk Reaksi Modifikasi dengan Minyak Mineral sebagai Pembanding	55
Gambar 4.20.	Grafik Nilai Bilangan Asam Produk Reaksi Modifikasi dengan Minyak Mineral sebagai Pembanding	57
Gambar 4.21.	Reaksi Dalam Penentuan Bilangan Iod	58
Gambar 4.22.	Grafik Nilai Bilangan Iod Produk Reaksi Modifikasi	58
Gambar 4.23.	Grafik Variasi Komposisi Pencampuran HVI 160 dengan BuMCO 70 mL Terhadap Nilai Viskositas Kinematik.....	61
Gambar 4.24.	Grafik Variasi Komposisi Pencampuran HVI 160 dengan HeMCO 90 g Terhadap Nilai Viskositas Kinematik	61

Gambar 4.25. Grafik Variasi Komposisi Pencampuran Yubase dengan BuMCO 70 mL Terhadap Nilai Viskositas kinematik.....	63
Gambar 4.26 Grafik Variasi Komposisi Pencampuran Yubase dengan HeMCO 90 g Terhadap Nilai Viskositas Kinematik	63

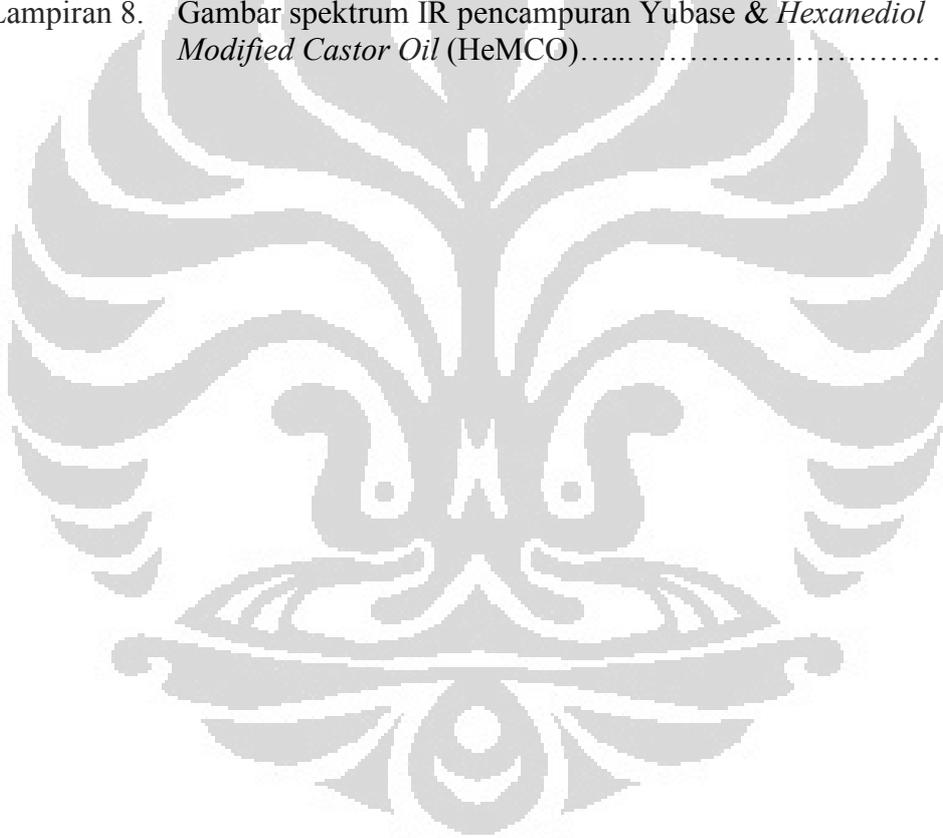


DAFTAR TABEL

Tabel 2.1.	Tingkat Biodegradasi dari Beberapa Minyak Lumas Dasar.....	10
Tabel 2.2.	Kandungan Bahan pada Biji Jarak Keyar	12
Tabel 2.3.	Kandungan Asam-Asam Lemak pada Minyak Jarak	13
Tabel 2.4.	Korelasi Gugus Fungsi pada Spektra Inframerah	22
Tabel 4.1.	Hasil Uji Karakteristik <i>Castor oil</i> , COME, dan ECOME	33
Tabel 4.2.	Hasil Uji Karakteristik Fisiko – Kimia <i>Butanediol Modified Castor Oil</i> (BuMCO)	33
Tabel 4.3.	Hasil Uji Karakteristik Fisiko – Kimia <i>Hexanediol Modified Castor Oil</i> (HeMCO)	34
Tabel 4.4.	Hasil Uji Karakteristik Fisiko – Kimia HVI 160 dan Yubase	34
Tabel 4.5.	Hasil Uji Viskositas pada Pencampuran <i>Butanediol Modified Castor Oil</i> (BuMCO) dan <i>Hexanediol Modified Castor Oil</i> (HeMCO) dengan HVI 160 (Komposisi Pencampuran: 8% w/w).....	35
Tabel 4.6.	Hasil Uji Viskositas pada Pencampuran BuMCO 70 mL dengan HVI 160 (Komposisi Pencampuran: 4, 8, 12, 16, 20 % w/w)	35
Tabel 4.7.	Hasil Uji Viskositas pada Pencampuran HeMCO 90 g dengan HVI 160 (Komposisi Pencampuran: 4, 8, 12, 16, 20 % w/w)	36
Tabel 4.8.	Hasil Uji Viskositas pada Pencampuran BuMCO 70 mL dengan Yubase (Komposisi Pencampuran: 4, 8, 12, 16, 20 % w/w)	36
Tabel 4.9.	Hasil Uji Viskositas pada Pencampuran HeMCO 90 g dengan Yubase (Komposisi Pencampuran: 4, 8, 12, 16, 20 % w/w)	36

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1.	Perhitungan secara teoritis.....	69
Lampiran 2.	Gambar prosedur	74
Lampiran 3.	Gambar spektrum IR HVI 160.....	75
Lampiran 4.	Gambar spektrum IR Yubase	76
Lampiran 5.	Gambar spektrum IR pencampuran HVI 160 & <i>Butanediol Modified Castor Oil</i> (BuMCO)	76
Lampiran 6.	Gambar spektrum IR pencampuran HVI 160 & <i>Hexanediol Modified Castor Oil</i> (HeMCO).....	77
Lampiran 7.	Gambar spektrum IR pencampuran Yubase & <i>Butanediol Modified Castor Oil</i> (BuMCO)	77
Lampiran 8.	Gambar spektrum IR pencampuran Yubase & <i>Hexanediol Modified Castor Oil</i> (HeMCO).....	78



BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Seiring dengan kemajuan teknologi dan pembangunan industri-industri besar, tidak bisa dipungkiri lagi bahwa konsumsi mineral seperti minyak bumi semakin meningkat. Salah satu nilai tambah dari hasil olah minyak bumi yang dibutuhkan industri adalah pelumas. Pelumas adalah suatu zat kimia yang diberikan di antara dua benda bergerak yang saling bersinggungan dengan tujuan untuk mengurangi gaya gesek yang terjadi antara keduanya.

Namun, perubahan kondisi alam yang semakin mengkhawatirkan, mendorong berkembangnya penelitian mengenai pelumas alternatif yang lebih ramah lingkungan yang disebut biopelumas. Biopelumas merupakan pelumas yang berbahan dasar minyak nabati yang dapat terdegradasi secara biologis (*biodegradable*) dan dapat diperbaharui (*renewable resources*). Salah satu contohnya adalah pelumas berbahan dasar minyak jarak.

Tanaman *Ricinus communis L.* atau yang lebih dikenal dengan nama jarak, merupakan salah satu jenis tanaman yang dimanfaatkan dalam bentuk minyak nabatinya. Secara historis telah diketahui bahwa tanaman jarak ini telah banyak digunakan sebagai minyak lumas pada berbagai mesin kendaraan tempur pada masa pendudukan Jepang di Indonesia. Dengan daya lumasnya yang tinggi serta karakteristik minyaknya yang tidak menempel pada dinding mesin membuat minyak dari tanaman jarak kepyar ini banyak diteliti lebih lanjut untuk digunakan sebagai pelumas pada mesin otomotif modern dengan daya kerja yang tinggi.

Selain tidak menimbulkan kerak pada mesin, minyak jarak kepyar atau yang dikenal juga dengan nama *Castor oil* ini, juga memiliki karakteristik unik yang tidak dimiliki oleh minyak nabati lainnya. Karakteristik tersebut, yaitu kandungan trigliseridanya yang sangat didominasi oleh asam risinoleat. Asam

risinoleat ini hanya memiliki satu ikatan rangkap yang membuatnya memiliki nilai oksidasi yang rendah dibandingkan dengan minyak nabati lainnya.

Pada penelitian ini, dilakukan reaksi modifikasi tiga tahap pada *Castor oil* dengan tujuan untuk memperbaiki karakteristik fisiko - kimia *Castor oil*, sehingga dapat dijadikan sebagai minyak lumas dasar yang berkualitas. Tahapan tersebut, yaitu transesterifikasi, epoksidasi, serta reaksi pembukaan cincin epoksida dengan senyawa diol. Senyawa diol yang digunakan adalah 1,4-butanadiol dan 1,6-heksanadiol. Gugus hidroksil yang terletak pada kedua ujung senyawa diharapkan mencegah terbentuknya produk samping dan memberikan daya pelumasan yang baik.

Kemudian dilakukan pencampuran antara produk hasil modifikasi dengan beberapa minyak mineral, karena adanya kesamaan komposisi hidrokarbon yang dimiliki oleh keduanya. Dengan demikian akan dapat dilihat tingkat kompatibilitas produk hasil modifikasi dengan minyak mineral untuk menghasilkan biopelumas yang berkualitas.

Penelitian tentang biopelumas dari bahan dasar *Castor oil* ini, diharapkan dapat membantu memberikan alternatif pelumasan yang lebih ramah lingkungan. Selain itu, dapat membantu pengembangan agroindustri dan mengurangi nilai impor pelumas mineral Indonesia.

1.2 Perumusan Masalah

Dengan melakukan variasi komposisi senyawa diol (1,4-butanadiol dan 1,6-heksanadiol) serta variasi komposisi pencampuran pada saat uji kompatibilitas, akan dipelajari:

1. Berapakah komposisi optimum 1,4-butanadiol dan 1,6-heksanadiol pada reaksi pembukaan cincin epoksida ECOME (*Epoxidized Castor Oil Methyl Ester*)?
2. Bagaimanakah kompatibilitas dari hasil modifikasi *Castor oil* ini dengan beberapa *base oil*, seperti HVI 160 *mineral oil* dan *Yubase synthetic oil*?

3. Bagaimanakah karakteristik fisiko - kimia dari *Butanediol Modified Castor Oil* (BuMCO) dan *Hexanediol Modified Castor Oil* (HeMCO) maupun dari proses pencampuran dengan minyak mineral?

1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk:

1. Mengetahui komposisi optimum 1,4-butanadiol dan 1,6-heksanadiol pada reaksi pembukaan cincin epoksida ECOME (*Epoxidized Castor Oil Methyl Ester*).
2. Mempelajari kompatibilitas dari hasil modifikasi *Castor oil* ini dengan beberapa *base oil*, seperti HVI 160 *mineral oil* maupun *Yubase synthetic oil*.
3. Mengetahui karakteristik fisiko - kimia dari *Butanediol Modified Castor Oil* (BuMCO) dan *Hexanediol Modified Castor Oil* (HeMCO) maupun dari proses pencampuran dengan minyak mineral.

1.4 Hipotesis

Hipotesis pada penelitian ini adalah:

1. Penambahan senyawa 1,4-butanadiol dan 1,6-heksanadiol akan memperbaiki karakteristik *Castor oil* sebagai minyak lumas dasar.
2. Kompatibilitas *Hexanediol Modified Castor Oil* (HeMCO) dengan minyak mineral akan lebih baik dibandingkan dengan *Butanediol Modified Castor Oil* (BuMCO).
3. Kompatibilitas *Butanediol Modified Castor Oil* (BuMCO) dan *Hexanediol Modified Castor Oil* (HeMCO) dengan *Yubase* akan lebih baik dibandingkan dengan HVI 160.

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Pelumas

Sistem gerak seperti pada mesin kendaraan, dalam fungsinya akan mengalami pergeseran dan gesekan. Gesekan yang semakin tinggi akan menimbulkan panas dan dapat merusak pergerakan bagian satu dengan bagian lainnya. Untuk itu, sistem gerak yang digunakan memerlukan perawatan. Selain membersihkan dan mengganti bagian-bagian yang rusak, perawatan yang dilakukan adalah dengan memberikan pelumas pada bagian yang bergeseran dalam sistem gerak. Adanya pelumas, menyebabkan sistem gerak pada mesin kendaraan dapat memberikan kinerja yang optimal dan awet digunakan.

Pelumas adalah suatu zat kimia yang diberikan di antara dua benda bergerak yang saling bersinggungan dengan tujuan untuk mengurangi gaya gesek yang terjadi antara keduanya. Menurut Jasin (2003), pelumas dibuat dari minyak dasar (*base oil*) ditambah aditif dengan perbandingan tertentu, sesuai spesifikasi yang diinginkan. Bahan aditif yang ditambahkan bukan berasal dari minyak bumi melainkan bahan kimia yang dapat berfungsi meningkatkan kualitas. Diharapkan pelumas yang dihasilkan dapat melayani pelumasan pada mesin atau peralatan sesuai dengan spesifikasi.

2.1.1 Fungsi Pelumas

Menurut Wartawan (1998), pelumas secara umum memiliki fungsi dasar sebagai berikut:

- a. Mengurangi gesekan
Pelumas dapat mengurangi koefisien gesekan dengan cara membentuk lapisan di antara dua permukaan logam yang bergerak dan saling bergesekan.
- b. Menurunkan suhu
Pelumas membantu menyerap panas pada daerah suhu tinggi dan memindahkannya ke bagian lain yang suhunya lebih rendah.
- c. Mengendalikan korosi
Pelumas dapat mengendalikan korosi dengan cara membentuk lapisan pelindung untuk menetralkan bahan yang korosif dan membasahi permukaan logam.
- d. Mencegah keausan
Pelumas memegang peranan penting untuk mengatasi tiga hal penyebab keausan, yaitu abrasi, korosi, dan kontak antara dua permukaan logam. Keausan abrasi oleh partikel padat dapat dihilangkan dengan dialirkan dalam filter atau didispersikan oleh kandungan aditif deterjen. Sedangkan bahan yang menimbulkan korosi dihilangkan dengan antioksidan atau anti korosi. Untuk menghindari kerusakan akibat kontak antar logam, maka di dalam pelumas perlu ditambah aditif yang disebut sebagai aditif tekanan ekstrim (*extreme pressure*).
- e. Meredam kejutan
Pelumas dapat berfungsi sebagai fluida peredam kejutan melalui dua mekanisme. Pertama dengan proses pemindahan tenaga mekanik ke tenaga fluida, seperti dalam peredam kejut otomotif (*shock absorber*), dan yang kedua dengan adanya kenaikan viskositas terhadap kenaikan tekanan.
- f. Menghilangkan kotoran
Pelumas akan membawa kotoran yang timbul pada permukaan logam ke permukaan aktif dari filter atau sentrifugasi untuk menghilangkannya. Kotoran yang tidak tertangkap oleh filter, didispersikan oleh aditif dispersan yang terdapat dalam pelumas tersebut.

2.1.2 Karakteristik Fisiko - Kimia Pelumas

Karakteristik fisiko - kimia menentukan kualitas suatu minyak lumas. Berikut karakteristik fisika kimia minyak nabati dan minyak mineral yang diuji:

a. Densitas/ kerapatan

Densitas/ kerapatan dari cairan dapat diukur seperti padatan, dengan mengukur massa dan volume dari sampel. Densitas/ kerapatan dapat digunakan untuk mengukur karakteristik suatu senyawa yang bernilai tetap. Untuk cairan, perubahan yang relatif kecil pada suhu dapat menyebabkan perubahan yang besar pada densitas, namun memerlukan perubahan tekanan yang besar untuk mengakibatkan perubahan yang sangat besar.

b. Viskositas kinematik

Viskositas kinematik adalah ukuran besarnya tahanan laju alir antara minyak dan permukaan. Makin kental minyak, maka laju aliran pada permukaan akan semakin lambat atau gaya geser/ gesek antara pelumas dan permukaan akan makin besar. Viskositas kinematik yang baik adalah penyesuaian untuk mencapai sirkulasi pelumas yang lancar, dalam arti tenaga luar yang diperlukan kecil dengan kedua permukaan yang dilumasi tetap dapat bebas bergerak.

c. Indeks viskositas

Indeks viskositas adalah ukuran yang menunjukkan kemampuan pelumas untuk dapat bertahan atau mempertahankan kekentalan terhadap perubahan suhu selama proses kerja pelumas dalam mesin. Semakin tinggi nilai dari indeks viskositas suatu pelumas, maka pelumas tersebut akan semakin baik dan stabil tingkat kekentalannya terhadap perubahan suhu lingkungan.

d. Titik nyala

Titik nyala merupakan suatu suhu terendah, dimana pelumas sudah dapat terbakar oleh adanya letupan bunga api (*flash*) (Shreve, 1956). Tujuan dari pengukuran titik nyala suatu pelumas adalah untuk mengetahui kondisi yang sesuai untuk pemakaian minyak pelumas tersebut (*safety precaution*).

e. Titik tuang

Titik tuang adalah suhu terendah, dimana pelumas masih dapat mengalir pada kondisi tersebut. Tujuan dari pengukuran ini adalah untuk mengetahui kemampuan mengalir pelumas pada suhu rendah yang berhubungan dengan daerah suhu minimum pemakaian atau kondisi kerja dari pelumas tersebut.

f. Bilangan Asam

Bilangan asam merupakan jumlah milligram KOH yang diperlukan untuk menetralkan asam lemak bebas yang terdapat dalam 1 g pelumas. Bilangan asam merupakan salah satu karakteristik kimia dari pelumas yang sangat penting, karena dengan mengetahui bilangan asam, dapat diketahui tingkat korositas pelumas tersebut terhadap mesin.

g. Bilangan iod

Bilangan iod adalah gram iodin (I_2) yang diserap oleh 100 g sampel yang akan diukur (dimana sampel mengandung ikatan karbon tidak jenuh). Pengukuran bilangan iod pada suatu pelumas bertujuan untuk mengetahui banyaknya ikatan rangkap. Semakin kecil bilangan iod yang ada dalam sampel minyak, maka semakin sedikit ikatan rangkap yang rentan terhadap oksidasi.

2.1.3 Minyak Lumas Dasar

Pada umumnya pelumas memiliki komposisi yang terdiri atas 90% minyak dasar dan 10% zat tambahan. Minyak lumas dasar dapat dibedakan menjadi tiga jenis, yaitu minyak mineral, organik, dan sintetis. Minyak mineral merupakan minyak lumas dasar yang berasal dari hasil pengilangan minyak bumi. Minyak organik berasal dari komponen lemak tumbuh-tumbuhan (nabati) dan hewan (hewani). Minyak sintetis berasal dari bahan kimia yang mengalami proses sintesis hidrokarbon (misalnya poly-olefin, golongan ester, atau golongan alkylated naphtalene) (Misriyanto, 2009).

Berikut adalah penjelasan mengenai minyak mineral dan minyak nabati yang merupakan minyak dasar dari pelumas:

2.1.3.1 Minyak Mineral

Bahan dasar pelumas adalah salah satu produk minyak bumi yang termasuk pada fraksi destilat berat, yang mempunyai kisaran titik didih di atas 300°C (572°F). Sifat minyak mineral sebagai pelumas dipengaruhi oleh ikatan hidrokarbonnya. Menurut struktur rumus molekulnya, terbagi menjadi:

a) Parafinik

Rumus molekul hidrokarbonnya berbentuk lurus dan bercabang. Struktur bercabang merupakan kandungan paling banyak pada parafinik, sedangkan yang berstruktur molekul lurus, dihilangkan melalui proses *dewaxing* karena menyebabkan suhu titik tuang yang tinggi. Minyak lumas yang kaya akan parafinik akan memiliki kerapatan atau massa jenis yang lebih rendah dibanding naftenik dan aromatik. Secara alami, parafinik sudah memiliki viskositas tinggi dan perubahan viskositas terhadap suhu relatif kecil. Penguapannya rendah sehingga titik nyalanya tinggi. Parafinik memiliki kemampuan yang buruk dalam melarutkan hasil oksidasi pelumas.

b) Naftenik

Ikatan hidrokarbonnya tertutup (siklik) dan dapat juga bercabang. Sifat minyak lumas yang dominan naftenik akan mempunyai massa jenis relatif tinggi dibanding parafinik dan aromatik pada viskositas yang sama. Perubahan viskositas terhadap suhu relatif besar, sehingga indeks viskositasnya rendah. Penguapannya cukup tinggi sehingga titik nyalanya rendah. Sifat alami naftenik adalah memiliki kemampuan yang baik dalam melarutkan hasil oksidasi, sehingga digunakan sebagai campuran minyak lumas dasar jenis parafinik.

c) Aromatik

Struktur ikatan hidrokarbonnya adalah ikatan tertutup setengah jenuh atau benzena dan derivatnya. Kerapatannya cukup tinggi, indeks viskositasnya rendah, dan kemampuan melarutkan hasil oksidasi baik.

Menurut Wartawan (1998), minyak mineral memiliki beberapa kelebihan di antaranya:

- a. Harga relatif murah dan tersedia dalam jumlah yang cukup besar.
- b. Daerah suhu operasi cukup lebar, meliputi hampir seluruh pemakaian dalam industri, mesin-mesin transportasi, alat-alat berat, dan mesin-mesin lainnya.
- c. Mudah dicampur dengan bahan aditif, sehingga dapat meningkatkan mutu dan kinerja.
- d. Tidak merusak sekat (*seal*) dan saluran (*gland*).
- e. Stabil selama penyimpanan.

Pengolahan minyak mineral dapat menghasilkan beberapa jenis minyak pelumas dengan tingkat viskositas dan sifat fisik yang berbeda satu dengan yang lainnya. Selain memiliki kelebihan, minyak mineral juga memiliki beberapa kelemahan, yaitu:

- a. Minyak mineral cenderung membentuk bola-bola kecil (*sphere*) di atas permukaan pelat.
- b. Kemampuan minyak mineral untuk melumasi permukaan logam terbatas pada suhu tertentu saja dan kemampuan melumasi akan menurun pada suhu lebih tinggi.
- c. Sulit membentuk emulsi dengan air.

2.1.3.2 Minyak Nabati

Minyak nabati adalah komponen lipid yang berasal dari tumbuh-tumbuhan. Penyusun utama minyak nabati adalah trigliserida asam lemak. Asam lemak yang membentuk trigliserida terdiri dari dua jenis yaitu asam lemak jenuh (ikatan tunggal) dan asam lemak tidak jenuh (ikatan rangkap). Asam lemak jenuh bersifat lebih stabil daripada asam lemak tidak jenuh.

Beberapa tanaman penghasil minyak nabati dapat dijadikan bahan dasar pelumas, seperti bunga matahari, rapeseed, kedelai, kelapa sawit, kelapa, kapuk, dan jarak. Selain sifat pelumasannya dapat menyamai minyak mineral, minyak nabati juga lebih mudah terurai secara biologis (*biodegradable*).

Table 2.1 Tingkat biodegradasi dari beberapa minyak lumas dasar

<i>Oil</i>	<i>Biodegradability (%)</i>	<i>Renewability (%)</i>
<i>Vegetable oil</i>	70-100	100
<i>Mineral oil</i>	20-40	0
<i>PAO</i>	20-60	0
<i>Alkyl benzene</i>	5-20	0
<i>Diesters</i>	40-80	0-80
<i>Aromatic esters</i>	5-70	0
<i>Polyol esters</i>	20-99	0-85
<i>Complex esters</i>	20-90	0-100
<i>Poly alkyl glicol</i>	10-70	0

Dalam memilih minyak nabati yang sesuai, dipengaruhi oleh beberapa faktor, di antaranya panjang rantai karbon dan jumlah ikatan rangkapnya. Panjang rantai karbon yang ideal adalah sekitar C_{16} - C_{18} , sedangkan ikatan rangkapnya berjumlah sekitar dua sampai tiga. Faktor lainnya adalah karakteristik minyak nabati, (Suhardono, 2006).

Jika berada dalam pelat logam, minyak nabati berbeda dengan minyak mineral. Minyak nabati akan mengalir ke bagian pelat logam yang paling panas, sedangkan minyak mineral tetap ditempat semula (tidak mengalir). Sifat minyak nabati tersebut disebabkan karena penurunan tegangan permukaan yang begitu cepat akibat kenaikan suhu, sehingga meningkatkan daya penetrasi dan sifat menyebar (*spreading property*) minyak pada permukaan pelat logam.

Menurut La Puppung (1986), minyak nabati mempunyai kelebihan sebagai berikut:

- 1) Minyak nabati mudah mengalir dari suhu lebih rendah ke bagian pelat bersuhu tinggi, karena kekentalan minyak bertambah kecil akibat pertambahan suhu.
- 2) Minyak nabati mudah membentuk emulsi dengan air jika dibubuhi emulsifier dan emulsi yang terbentuk relatif stabil.
- 3) Daya lumas minyak nabati lebih baik daripada minyak mineral.

La Puppung (1986) juga menyebutkan kelemahan minyak nabati, sebagai berikut:

- 1) Minyak nabati mengandung asam lemak tidak jenuh yang bersifat labil dan mudah teroksidasi sehingga membentuk senyawa-senyawa dengan bobot

molekul rendah seperti aldehida, keton, dan asam yang mengakibatkan mesin dapat berkarat.

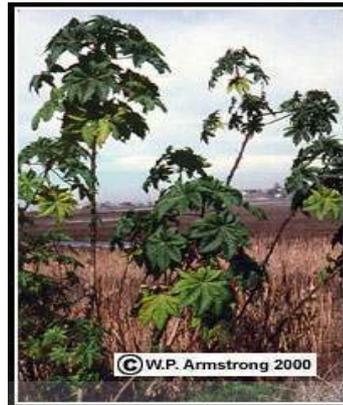
- 2) Proses oksidasi dan hidrolisis minyak nabati tidak hanya terjadi selama digunakan pada proses pelumasan, tetapi juga dapat terjadi selama penyimpanan minyak pelumas tersebut akibat pengaruh udara, cahaya, air, dan enzim.
- 3) Minyak yang kontak dengan panas pada suhu tinggi akan menghasilkan sejumlah senyawa polimer yang ditandai dengan warna minyak menjadi lebih gelap dan meningkatnya bobot jenis dan nilai kekentalan, serta daya lumasnya berkurang.
- 4) Minyak dan lemak nabati dapat dirusak oleh mikroorganisme, terutama selama penyimpanan, sehingga minyak sering dibubuhi dengan zat anti mikroorganisme atau minyak harus selalu dalam keadaan steril.

2.2 Tanaman Jarak

Tanaman jarak, yang bernama ilmiah *Ricinus communis*, L. berasal dari Ethiopia. *Ricinus* dalam bahasa latin berarti serangga, hal ini karena buah jarak berbintik-bintik dan bentuknya sekilas mirip dengan serangga. Tanaman ini pertama kali dibudidayakan oleh bangsa Portugis dan Spanyol. Mereka menyebutnya sebagai *Agno Casto*, sedangkan bangsa Inggris menyebutnya *Castor* (Widodo & Sumarsih, 2007).

Menurut Widodo & Sumarsih (2007), klasifikasi ilmiah dari tanaman jarak adalah sebagai berikut :

- Divisi : Spermatophyta (Tumbuhan Berbiji)
- Subdivisi : Angiospermae (Tumbuhan Berbiji Tertutup)
- Kelas : Dicotyledoneae (Tumbuhan Berbiji Belah Dua)
- Bangsa : Euphorbiales
- Suku : Euphorbiaceae
- Marga : *Ricinus*
- Jenis : *Ricinus communis* L.



[Sumber: Hernawati, 2009]

Gambar 2.1. Tanaman jarak *Ricinus communis L.*



[Sumber: Hernawati, 2009]

Gambar 2.2. Biji jarak

Biji jarak terutama mengandung minyak dan protein. Kandungan bahan biji jarak dapat dilihat pada tabel di bawah ini:

Tabel 2.2 Kandungan bahan dalam biji jarak

Bahan	Kadar (%)
Air	5,1 – 5,5
Protein	12,0 – 16,0
Minyak	45,0 – 50,6
Abu	2,0 – 2,2

[Sumber: Hernawati, 2009]

Selain itu, biji jarak juga mengandung alkaloid piridin dan tokoferol (Vitamin E). Biji jarak ini juga mengandung enzim lipase, endotripsin, amilase, invertase, maltase, asam glikolat, oksidase, dan ribonuklease, serta mengandung 7 ppm HCN (Widodo & Sumarsih, 2007).

2.2.1 Minyak Jarak Kepyar (*Castor Oil*)

Minyak yang diperoleh dari biji tanaman jarak kepyar ini sering disebut juga sebagai *Castor oil*. Minyak jarak tersebut mengandung trigliserida asam-asam lemak, terutama asam risinoleat dengan konsentrasi 89,5% berat kering, sehingga sering hanya disebut sebagai trigliserida risinoleat (Prihandana & Hendroko 2007).

Tabel 2.3 Komponen asam-asam lemak dari minyak jarak

Asam Lemak	Rumus Molekul	% Berat
Risinoleat	$C_{18}H_{34}O_3$	89,5
Linoleat	$C_{18}H_{32}O_2$	4,2
Oleat	$C_{18}H_{34}O_2$	3,0
Palmitat	$C_{16}H_{32}O_2$	1,0
Stearat	$C_{18}H_{36}O_2$	1,0
Dihidroksi-stearat	$C_{18}H_{36}O_4$	0,7
Linolenat	$C_{18}H_{30}O_2$	0,3
Eikosonoat	$C_{20}H_{40}O_2$	0,3

[Sumber: O'Shea Company, 2003]

Asam Lemak	Struktur
Risinoleat	
Linoleat	
Oleat	
Palmitat	
Stearat	
Dihidroksi-Stearat	
Linolenat	
Eikosanoat	

[Sumber: O'Shea Company, 2003]

Gambar 2.3. Struktur asam-asam lemak minyak jarak

Asam risinoleat (asam 12-hidroksi-cis-9-oktadekenoat) merupakan asam lemak yang tersusun atas 18 atom karbon dengan satu ikatan rangkap (tidak jenuh), dan memiliki gugus fungsional hidroksil pada atom C-12. Gugus fungsional ini menyebabkan Castor oil bersifat polar. Castor oil ini tetap bertahan dalam bentuk cair pada suhu yang tinggi maupun rendah (Widodo & Sumarsih, 2007).

Menurut Prihandana & Hendroko (2007), karakteristik umum dari Minyak jarak antara lain sebagai berikut:

- 1) Minyak jarak tidak menetes, tidak meninggalkan sisa bakar dan tidak larut dalam bensin.
- 2) Jika Minyak jarak dihidrogenasi secara keseluruhan, produk hasil hidrogenasinya memiliki titik leleh yang tinggi (86-88)°C.
- 3) Nilai titer Minyak jarak lebih rendah dari pada minyak-minyak yang telah dikenal lainnya.

- 4) Minyak jarak berbeda dari senyawa-senyawa trigliserida lainnya, karena memiliki nilai specific gravity yang tinggi, begitu pula dengan viskositas dan nilai keasamannya.
- 5) Minyak jarak larut di dalam etanol berkonsentrasi 95% pada suhu 25°C. Satu volume minyak jarak terlarut dalam dua volume larutan alkohol ini. Minyak ini juga larut dalam pelarut organik polar dan kurang larut dalam senyawa hidrokarbon alifatik dan pelarut-pelarut non polar organik lainnya.

Castor oil digunakan secara luas untuk berbagai penggunaan, seperti castor ester untuk kosmetik, hydrogenated Castor oil (farmasi), heptaldehyde (parfum), alkyl resin (cat dan tinta). Polyurethane (elektronik), poly ester (tekstil), dan partial dehydrate castor fatty acid (pelumas). Meskipun mengandung minyak lemak, Castor oil kurang sesuai apabila digunakan sebagai biodiesel, hal ini karena Castor oil memiliki viskositas yang tinggi (Prihandana & Hendroko 2007).

2.2.2 Minyak Jarak Sebagai Minyak Lumas Dasar

Minyak jarak merupakan trigliserida yang asam lemaknya didominasi oleh asam risinoleat. Ciri khusus dari asam risinoleat adalah memiliki ikatan rangkap dan juga gugus hidroksil, artinya minyak jarak memiliki potensi digunakan sebagai bahan dasar pelumas. Selain itu, minyak jarak memiliki sifat yang kental (viscous) pada suhu tinggi, titik tuang yang rendah, indeks ketahanan beban yang cukup tinggi, serta tetap cair pada suhu rendah.

Keunggulan minyak jarak sebagai pelumas yang bahan dasarnya berasal dari nabati antara lain (PPPTMGB Lemigas, 1998):

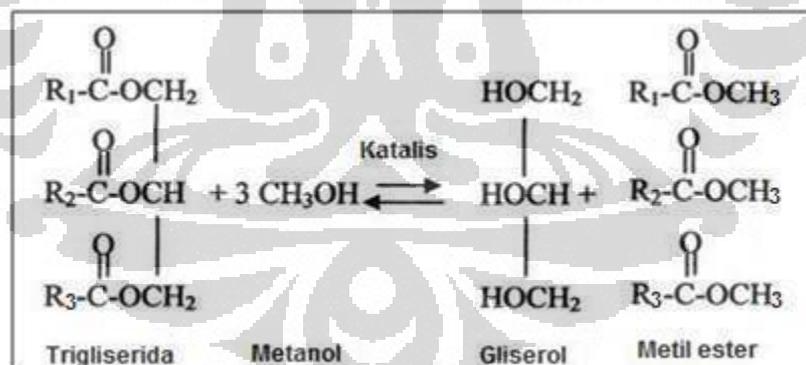
- 1) Sebagai alternatif pengganti minyak lumas yang berasal dari minyak bumi, sehingga mengurangi ketergantungan terhadap minyak bumi.
- 2) Bahan baku yang tersedia relatif mudah diperoleh, karena biji tanaman jarak (*R. communis L.*) tumbuh baik di iklim Indonesia dan bukan merupakan komoditas pangan.
- 3) Minyak jarak bersifat ramah lingkungan dalam arti limbahnya tidak mencemari lingkungan.

2.2.3 Reaksi Modifikasi Tiga Tahap Pada Minyak Jarak

Pengolahan minyak jarak untuk menghasilkan minyak lumas dasar yang berkualitas baik dapat dilakukan dengan melakukan tahapan reaksi sebagai berikut:

2.2.3.1 Transesterifikasi

Transesterifikasi adalah reaksi pembuatan ester dari bentuk ester yang lain, dengan mereaksikan molekul trigliserida minyak dengan alkohol. Reaksi transesterifikasi dengan katalis basa biasanya menggunakan NaOH, KOH, atau natrium metoksida. Alkohol yang digunakan adalah alkohol alifatik monohidrat baik primer maupun sekunder dengan atom karbon antara 1 sampai 8. Alkohol yang sering digunakan dalam reaksi transesterifikasi adalah metanol dan etanol. Reaksi terdiri dari beberapa reaksi bolak-balik, dimana trigliserida dikonversi secara bertahap menjadi digliserida, monogliserida, dan gliserol.

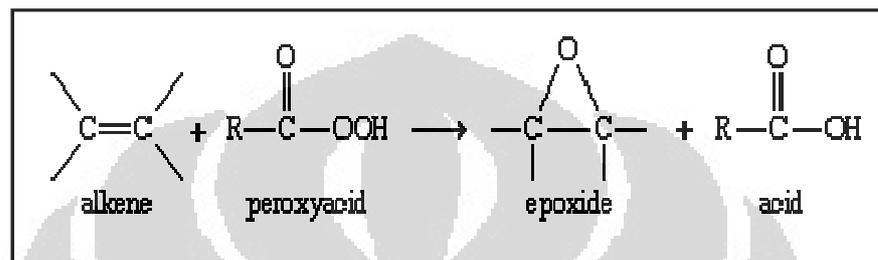


Gambar 2.4. Reaksi transesterifikasi trigliserida

2.2.3.2 Epoksidasi

Setelah trigliserida minyak nabati dikonversi menjadi ester, ikatan rangkap ester kemudian diputus melalui reaksi epoksidasi. Reaksi epoksidasi yang

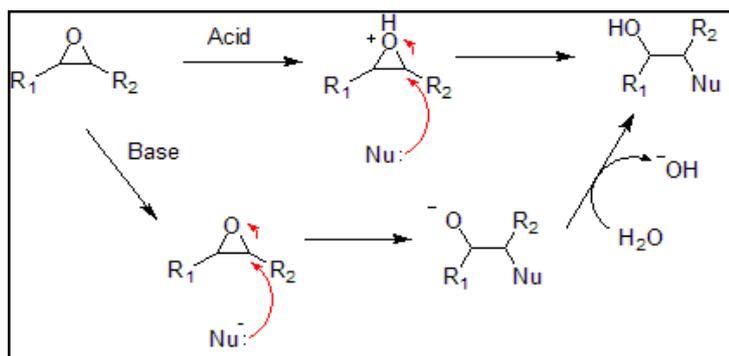
terjadi pada ester adalah reaksi oksidasi, dimana ikatan rangkap karbon diserang oleh oksidator dan diubah menjadi oksirana atau epoksida. Oksidator yang dapat digunakan adalah H_2O_2 dengan bantuan katalis asam format. Reaksinya terjadi melalui dua tahap. Pertama, oksidasi asam format menjadi asam peroksida format oleh H_2O_2 , sehingga ikatan rangkap karbon diadisi oleh oksigen dari asam peroksida format.



Gambar 2.5. Reaksi epoksidasi pada ikatan rangkap

2.2.3.3 Pembukaan Cincin Epoksida

Pembukaan cincin adalah reaksi khas epoksida, berkaitan dengan kereaktifan cincin epoksida. Suatu cincin epoksida tidak memiliki sudut ikatan sp^3 sebesar 109° , sudut inti hanya 60° , sesuai persyaratan cincin tiga anggota. Orbital yang membentuk ikatan cincin epoksida mengalami tarikan (*strained*). Polaritas ikatan C-O, bersama-sama tarikan cincin ini, mengakibatkan reaktifitas epoksida yang tinggi, dibanding reaktifitas eter lainnya. Pembukaan cincin tiga anggota tertarik menghasilkan produk yang lebih stabil dan berenergi lebih rendah. Reaksi pembukaan cincin dapat berlangsung baik dalam suasana asam maupun basa. (Fessenden & Fessenden, 1986)



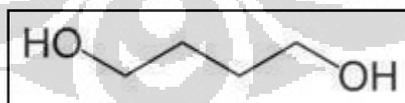
Gambar 2.6. Pembukaan cincin epoksida pada suasana asam dan basa

2.3 Senyawa Diol

Senyawa diol merupakan senyawa kimia yang memiliki dua gugus hidroksil (gugus -OH). Diol memiliki kelarutan yang tinggi di air, higroskopik, dan reaktif dengan banyak senyawa organik.

2.3.1 1,4-Butanadiol

1,4-butanadiol merupakan senyawa organik yang larut dalam air dan etanol, serta merupakan salah satu dari empat isomer butanadiol yang stabil. Nama lain dari 1,4-butanadiol antara lain 1,4-butilen glikol, 1,4-dihidroksibutana, butanadiol, 1,4-tetrametilen glikol, agrisynth B1D, diol 14B, dan sucol B.



Gambar 2.7. Struktur molekul 1,4-butanadiol

Sifat fisika dan kimia 1,4-butanadiol adalah sebagai berikut:

Wujud : Cairan kental tidak berwarna

Rumus kimia : C₄H₁₀O₂

Berat molekul : 90,121 g/ mol

Universitas Indonesia

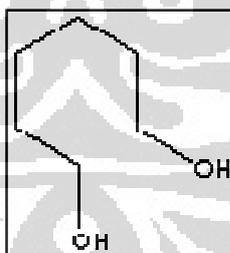
Titik leleh : 20,1⁰C
 Titik didih : 235⁰C
 Titik nyala : 121⁰C
 Berat jenis : 1,0171 g/cm³ (20⁰C)

Dalam sintesis industri, asetilena bereaksi dengan dua molekul formaldehida untuk membentuk 1,4-butinediol, juga dikenal sebagai but-2-ine-1,4-diol. Proses ini dikenal sebagai *Repe* chemistry, yang ditemukan oleh kimiawan Jerman, Walter Repe. Hidrogenasi dari 1,4-butinediol akan menghasilkan 1,4-butanadiol. 1,4-butanadiol juga dapat diproduksi pada skala industri melalui hidrogenasi fasa uap dari ester dan anhidrida maleat dan asam suksinat.

1,4-butanadiol secara industri digunakan sebagai pelarut dan pembuatan beberapa jenis plastik, serat-serat elastik, dan poliuretan. Dalam kimia organik, 1,4-butanadiol digunakan untuk sintesis γ -butirolakton (GBL).

2.3.2 1,6-Heksanadiol

1,6-heksanadiol merupakan senyawa diol linier yang memiliki dua gugus hidroksil primer di lokasi terminal.



Gambar 2.8. Struktur molekul 1,6-heksanadiol

Sifat fisika dan kimia 1,6-heksanadiol adalah sebagai berikut:

Wujud : Padatan putih
 Rumus kimia : C₆H₁₄O₂
 Berat molekul : 118,2 g/ mol
 Titik leleh : 41 - 43⁰C

Titik didih : 208°C

Berat jenis : 0,97 g/ cm³

Beberapa aplikasi dari penggunaan 1,6-heksanadiol antara lain sebagai senyawa intermediet dalam polimer sintesis (nilon, poliester, dan poliuretan), pemurnian bensin, dan di bidang farmasi.

2.4 Spektroskopi Inframerah

Spektroskopi infra merah atau infra red merupakan suatu metode yang mengamati interaksi molekul dengan radiasi elektromagnetik yang berada pada daerah panjang gelombang 0,75 – 1.000 μm atau pada bilangan gelombang 13.000 – 10 cm^{-1} . Radiasi elektromagnetik dikemukakan pertama kali oleh James Clark Maxwell, yang menyatakan bahwa cahaya secara fisis merupakan gelombang elektromagnetik, artinya merupakan vektor listrik dan vektor magnetik yang keduanya saling tegak lurus dengan arah rambatan.

Energi sinar inframerah akan berkaitan dengan energi vibrasi molekul. Bila molekul menyerap radiasi inframerah, energi yang diserap menyebabkan kenaikan dalam amplitudo getaran atom-atom yang terikat pada molekul. Sehingga molekul berada dalam keadaan tereksitasi (*excited vibration state*). Energi yang diserap akan dikeluarkan dalam bentuk panas bila molekul itu kembali ke keadaan dasar (Fessenden & Fessenden, 1986).

Keadaan vibrasi dari ikatan terjadi pada keadaan tetap, atau terkuantisasi, tingkat-tingkat energinya. Panjang gelombang eksak dari absorpsi oleh suatu tipe ikatan tertentu, bergantung pada macam getaran dari ikatan tersebut. Vibrasi ulur dan tekuk adalah cara vibrasi yang dapat dieksitasi oleh sinar dengan bilangan gelombang (jumlah gelombang per satuan panjang) dalam rentang 4000-1200 cm^{-1} . Vibrasi ulur (*stretching vibration*) merupakan vibrasi yang mengakibatkan perubahan panjang suatu ikatan, sedangkan vibrasi tekuk (*bending vibration*) mengakibatkan perubahan sudut ikatan antara dua ikatan.

Spektroskopi inframerah mempunyai sistem optik yang serupa dengan spektrofotometer ultra violet atau sinar tampak. Perbedaan utama terletak pada sumber energi dan sel. Sumber radiasi pada spektrofotometri bisa laser. Oleh

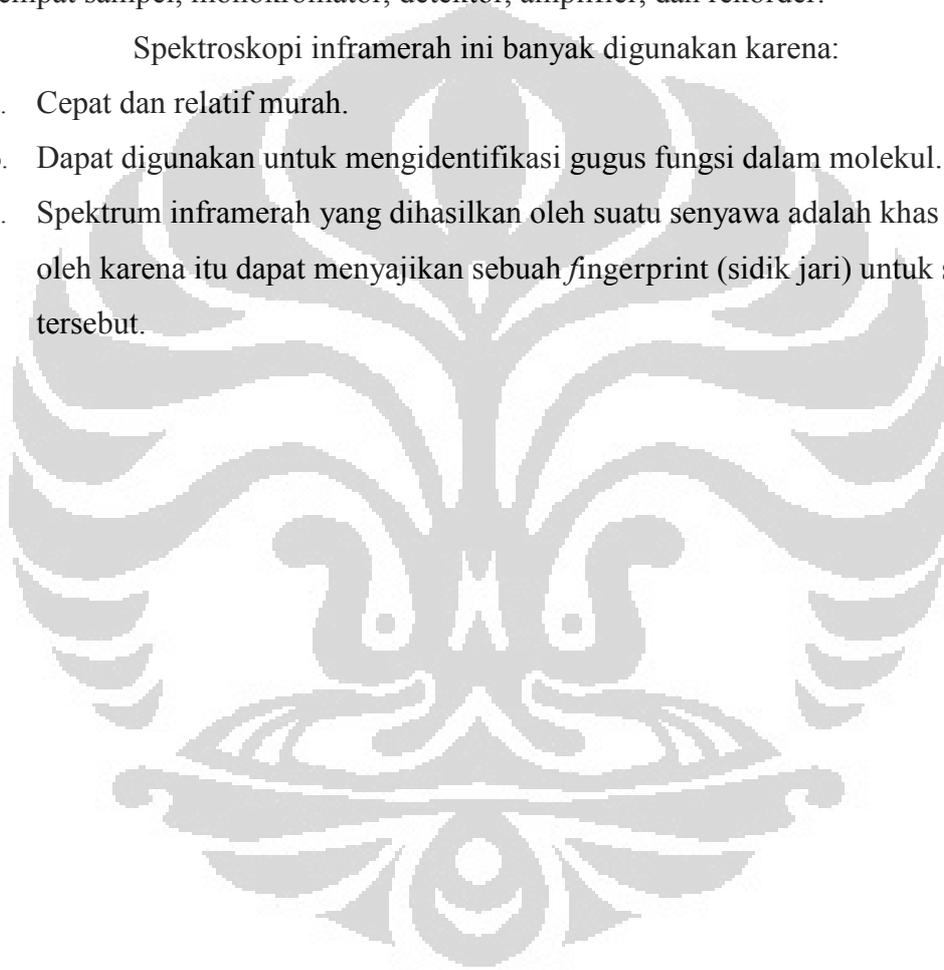
Universitas Indonesia

karena itu sinar infra merah mempunyai energi yang lebih dari sinar ultra violet atau sinar tampak, maka tebal sel yang dipakai pada spektroskopi inframerah lebih tipis daripada untuk spektrofotometer lainnya.

Oleh karena tidak ada pelarut yang sama sekali transparan terhadap sinar infra merah, maka cuplikan dapat diukur sebagai padatan atau cairan murninya. Cuplikan padat digerus dalam mortar kecil bersama kristal KBr kering dalam jumlah sedikit. Alat spektrofotometer infra merah terdiri dari sumber sinar, tempat sampel, monokromator, detektor, amplifier, dan rekorder.

Spektroskopi inframerah ini banyak digunakan karena:

- a. Cepat dan relatif murah.
- b. Dapat digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi dalam molekul.
- c. Spektrum inframerah yang dihasilkan oleh suatu senyawa adalah khas dan oleh karena itu dapat menyajikan sebuah *fingerprint* (sidik jari) untuk senyawa tersebut.



Tabel 2.4. Korelasi gugus fungsi pada spektra inframerah

No	Jenis Vibrasi	Frekuensi (cm ⁻¹)	Intensitas
1	C-H alkana (strech)	3000-2850	Tajam
	-CH ₃ (bending)	1450-1375	Sedang
	-CH ₂ (bending)	1465	Sedang
	Alkena (strech)	3100-3000	Sedang
	(kel, bidang)	1000-650	Tajam
	Alkuna (strech)	± 3300	Tajam
	Aromatik (strech)	3150-3050	Tajam
	(kel, bidang)	900-690	Tajam
Aldehida		2900-2800	Lemah
		2800-2700	Lemah
2	C=C alkena	1650-1600	Sedang-Lemah
	Aromatik	1600-1475	Sedang-Lemah
3	C=O aldehida	1740-1720	Tajam
	Keton	1725-1705	Tajam
	Asam karboksilat	1725-1700	Tajam
	Ester	1750-1730	Tajam
4	C-O alkohol, eter, ester, asam karboksilat, anhidrida	1300-1000	Tajam
	O-H alkohol, fenol		
	Bebas	3650-3600	Sedang
	Ikatan H	3500-3200	Sedang
	Asam karboksilat	3400-2400	Sedang

[Sumber: Irfani, 2006]

BAB 3

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Lokasi Penelitian

Penelitian dilaksanakan pada tanggal 8 Februari hingga 1 Juni 2010, di Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Minyak dan Gas Bumi (PPPTMGB) LEMIGAS, Kelompok Program Riset Teknologi Aplikasi Produk, Laboratorium Kimia Fisika Pelumas, Jl. Ciledug Raya Kav. 109 Cipulir Kebayoran Lama, Jakarta Selatan.

3.2 Bahan dan Alat Penelitian

3.2.1 Bahan Penelitian

Untuk modifikasi *Castor oil* menjadi suatu bentuk minyak lumas yang kompatibilitas, maka dilakukan beberapa tahap reaksi modifikasi. Pada setiap tahapan reaksi tersebut diperlukan bahan-bahan sebagai berikut:

1. Transesterifikasi
 - *Castor oil*
 - KOH
 - Metanol
2. Epoksidasi
 - *Castor Oil Methyl Ester (COME)*
 - H₂O₂
 - Asam format
3. Pembukaan cincin epoksida
 - *Epoxidized Castor Oil Methyl Ester (ECOME)*
 - 1,4-Butanadiol

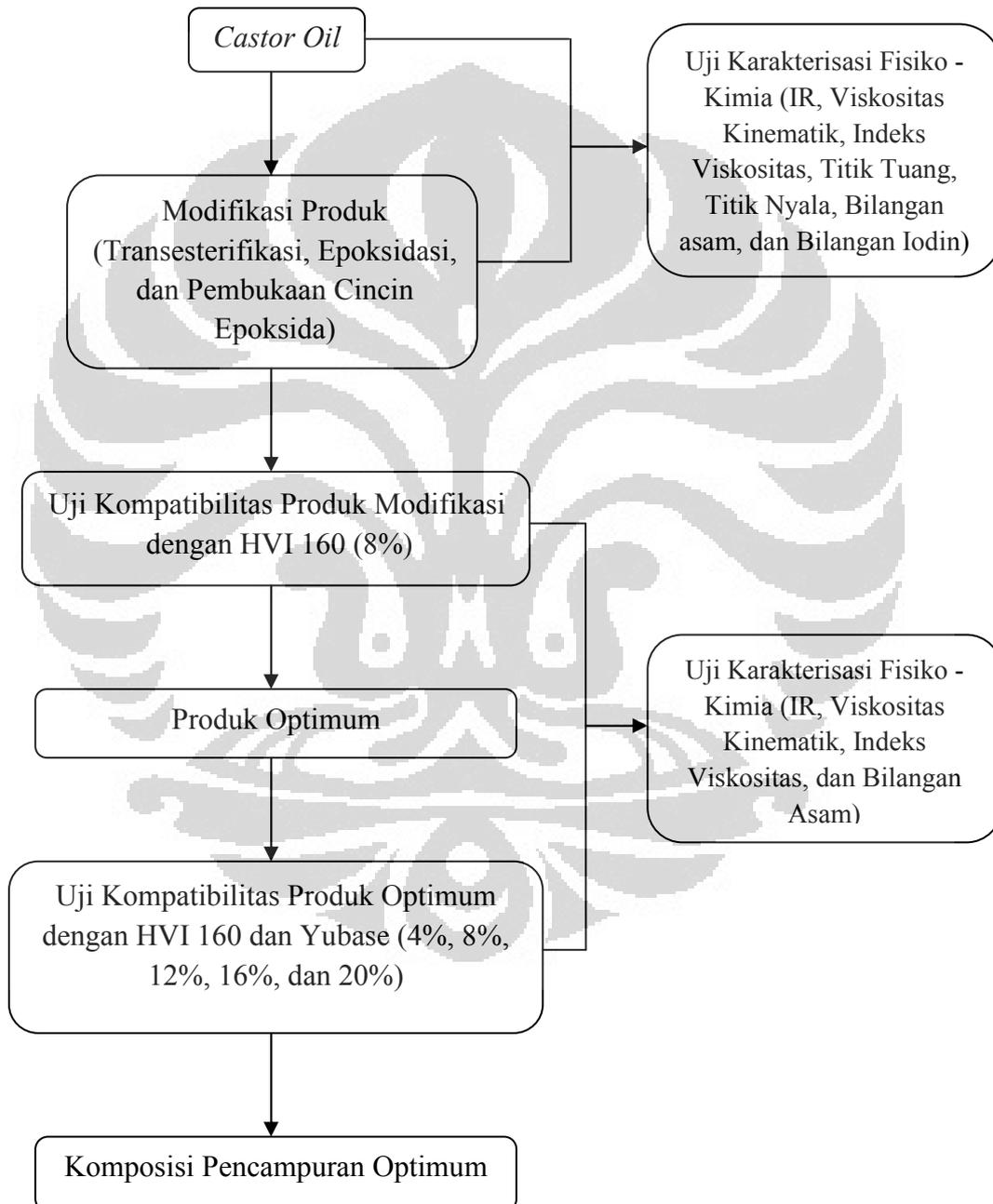
- 1,6-Heksanadiol
 - *Para Toluene Sulfonic Acid* (PTSA)
4. Uji kompatibilitas
 - *Butanediol Modified Castor Oil* (BuMCO) dan *Hexanediol Modified Castor Oil* (HeMCO)
 - *Yubase synthetic oil* dan *HVI 160 mineral base oil*
 5. Uji karakteristik *castor oil* dan produk hasil modifikasi
 - a. Uji bilangan asam
 - NaOH
 - Etanol 98%
 - Indikator Fenolftalein
 - b. Uji bilangan iod
 - Larutan Wijs
 - CCl_4
 - $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
 - KI
 - Larutan kanji

3.2.2 Alat Penelitian

1. Reaktor (wadah gelas dengan tutup berlubang empat dan memiliki jaket reaktor).
2. Pemanas dengan pengaduk
3. Peralatan evaporasi vakum
4. Pengaduk magnet
5. Neraca analitik
6. Termometer
7. Gelas ukur
8. Gelas Beaker
9. Labu Erlenmeyer
10. Corong pisah
11. Biuret

3.3 Diagram Alir Penelitian

Penelitian dilakukan dengan melakukan reaksi modifikasi 3 tahap pada *Castor oil* untuk menghasilkan produk BuMCO dan HeMCO, yang selanjutnya akan diuji kompatibilitasnya dengan beberapa *base oil*. Diagram alir penelitiannya adalah sebagai berikut:



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian

Universitas Indonesia

3.4 Cara Kerja

3.4.1 Reaksi Modifikasi Tiga Tahap

Dalam memodifikasi *Castor oil*, dilakukan tiga tahapan reaksi secara berurutan, yaitu transesterifikasi, epoksidasi, dan pembukaan cincin epoksida dengan senyawa diol.

3.4.1.1 Tahap I: Transesterifikasi

Proses transesterifikasi dilakukan untuk mendapatkan metil ester (*Castor Oil Methyl Ester*) dari *castor oil*. *Castor oil* direaksikan dengan metanol (CH_3OH) dan menggunakan katalis KOH.

a. Preparasi bahan

1. Pengukuran densitas *castor oil*.
2. Penyiapan *castor oil* sebagai reaktan dengan jumlah 2,25 L.
3. Penyiapan metanol sebanyak 0,5618 L (13,90 mol), setara dengan perbandingan mol metanol terhadap mol *Castor oil* sebesar 6 : 1.
4. Penyiapan KOH sebanyak 7,56 g, yaitu 0,35 % dari massa *Castor oil*.

b. Prosedur reaksi

1. *Castor oil* dipanaskan hingga suhu 35°C di dalam reaktor sambil terus diaduk, sedangkan katalis KOH terlebih dahulu dilarutkan dalam metanol.
2. Larutan metanol + KOH dimasukkan secara perlahan ke dalam reaktor.
3. Reaksi dilakukan pada suhu 35°C dan dijaga konstan selama 1 jam.
4. Setelah reaksi dilakukan, produk yang dihasilkan diinapkan selama semalam. Produk akan terpisah menjadi dua fasa yaitu *Castor Oil Methyl Ester* (COME) dan gliserin.
5. COME dipisahkan dari gliserin dengan cara dekantasi.
6. Dilakukan pencucian COME menggunakan aquades hangat (70°C) dengan perbandingan volume 1 : 1 dalam corong pisah.
7. COME dipanaskan dalam kondisi vakum untuk menghilangkan kandungan aquades yang tersisa.

Universitas Indonesia

3.4.1.2 Tahap II: Epoksidasi

Metil ester hasil transesterifikasi kemudian diepoksidasi dengan hidrogen peroksida dengan bantuan katalis asam format untuk menghasilkan *Epoxidized Castor Oil Methyl Ester* (ECOME).

a. Preparasi bahan

1. Pengukuran densitas COME.
2. Penyiapan 300 mL COME.
3. Penyiapan H_2O_2 sebanyak 46,512 g (1,368 mol), setara dengan perbandingan mol antara H_2O_2 terhadap mol COME sebesar 1,5 : 1.
4. Penyiapan asam format sebanyak 15 mL.

b. Prosedur reaksi

1. COME dipanaskan hingga suhu $60^\circ C$ di dalam reaktor sambil terus diaduk.
2. Di luar reaktor, larutan H_2O_2 dicampurkan secara perlahan ke dalam asam format sambil diaduk, untuk membentuk asam peroksiformat.
3. Larutan asam peroksiformat dimasukkan setetes demi setetes ke dalam reaktor.
4. Reaksi dilakukan pada suhu $65^\circ C$ dan dijaga konstan selama 1,5 jam.
5. Setelah reaksi dilakukan, ECOME yang terbentuk didekantasi dari sisa asam format dan H_2O_2 .
6. ECOME dimurnikan dengan pencucian menggunakan aquades hangat dan pemanasan dalam kondisi vakum.

3.4.1.3 Tahap III: Reaksi Pembukaan Cincin Epoksida

ECOME yang dihasilkan dari reaksi epoksidasi akan mempunyai gugus oksirana yang sangat reaktif, yang nantinya akan dibuka cincin gugus itu dengan 1,4-Butanadiol dan 1,6-Heksanadiol dan katalis PTSA.

a. Preparasi bahan

1. Pengukuran densitas ECOME.
2. Penyiapan 250 mL ECOME.

3. Penyiapan PTSA sebanyak 1,1856 g (6,893 mmol), setara dengan 0,5 % berat ECOME.
4. Penyiapan 1,4-butanadiol dengan volume 10; 40; dan 70 mL, (0,1129; 0,4514; dan 0,7900 mol) serta 1,6-heksanadiol dengan massa 60; 90; dan 120 g (0,5076; 0,7614; dan 1,0152 mol).

b. Prosedur reaksi

1. ECOME dipanaskan hingga suhu 60°C di dalam reaktor sambil diaduk. Sedangkan katalis PTSA dilarutkan terlebih dahulu dalam senyawa diol.
2. Larutan PTSA + diol dimasukkan ke dalam reaktor.
3. Reaksi dilakukan pada suhu 70°C dan dijaga konstan selama 6 jam.
4. Produk yang terbentuk dimurnikan dengan pencucian menggunakan aquades hangat dan pemanasan dalam kondisi vakum.

3.4.2 Uji Karakteristik Fisiko – Kimia

3.4.2.1 Densitas

Pengukuran alat ini bersifat otomatis dengan metode pengujian ASTM D5002 “*Test Method for Densities and Relative Densities of Crudes Oils by Densities Analyzer*”. Prosedurnya adalah sebagai berikut:

1. *Densities Analyzer* dihidupkan dan ditunggu sampai suhu menunjukkan 20°C.
2. Tombol “method” ditekan dan dipilih “lubricant”.
3. Sampel dimasukkan ke sel pengukuran dengan menggunakan syringe, dan dipastikan jangan ada gelembung (dapat dilihat dari jendela pengamat).
4. Tekan tombol “sampel” untuk memasukkan nomor sampel.
5. Nilai pengukuran akan tampak pada layar dan terlihat tulisan valid.
6. Sampel dikeluarkan dari sel dan dilakukan pencucian sel dengan menggunakan toluena dan aseton.
7. Pengeringan sel dilakukan dengan memasang “air hose” ke “filling nozzle”. Pompa vakum dinyalakan dengan menekan tombol “pump” hingga tulisan di sebelah kiri atas layar berkedip. Setelah 10 menit, pompa vakum dimatikan dan “filling nozzle” diubah ke “air hose”.

Universitas Indonesia

3.4.2.2 Viskositas Kinematik dan Indeks Viskositas

Pengukuran alat ini bersifat otomatis, pada suhu 40°C dan 100°C dengan metode pengukuran ASTM D445 "*Standard Method For Kinematic Viscosity of Transparent And Opaque Liquid*". Prosedurnya adalah sebagai berikut:

1. Alat ukur viskositas kinematik dihidupkan terlebih dahulu.
2. Pompa gas CA II dihidupkan dan dibuka jalan udaranya.
3. Tombol pengatur udara dihidupkan pada posisi "on".
4. Alat ukur dikondisikan pada keadaan "remote" dengan pengendalian dari komputer.
5. Sampel dimasukkan ke dalam dua buah vial masing-masing sejumlah 5 mL
6. Ketika tube pengukuran telah siap pada kondisi suhu yang diinginkan, yaitu 40°C dan 100°C, maka pengukuran sampel dapat dilakukan.
7. Hasil pengukuran viskositas kinematik sampel pada dua kondisi suhu akan diperoleh indeks viskositas sebagai ukuran pengaruh perubahan suhu terhadap kekentalan minyak lumas.

3.4.2.3 Titik Tuang

Pengukuran alat ini bersifat otomatis dengan metode pengujian ASTM D97 "*Pour Point of Petroleum Products*". Prosedurnya adalah sebagai berikut:

1. Alat ukur titik tuang dihidupkan terlebih dahulu.
2. Mesin pendingin dinyalakan, dan ditunggu beberapa saat hingga panel suhu pada pendingin tersebut menyatakan kondisi suhu 0°C.
3. Tutup ulir tabung uji dibuka, detektor dibersihkan dengan lap lembut.
4. Sampel dituang ke tabung uji hingga tanda batas dan diletakkan di lubang unit test, lalu tutup ulir tabung uji dikencangkan.
5. Tombol "start" ditekan dan pengukuran pun dimulai. Pengukuran akan dilakukan dengan cara memanaskan sampel terlebih dahulu hingga titik menguapnya. Setelah pemanasan, sampel kemudian didinginkan secara

bertahap hingga dicapai suhu terendah dimana permukaan lapisan minyak/ sampel tersebut telah membeku.

3.4.2.4 Titik Nyala

Pengukuran alat ini bersifat otomatis dengan metode pengujian ASTM D92 "*Standard Test Method for Flash Point and Fire Point by Cleveland Open Cup*". Prosedurnya adalah sebagai berikut:

1. Alat ukur titik nyala dihidupkan terlebih dahulu.
2. Pompa gas LPG dihidupkan dan dibuka jalan udaranya.
3. Sampel dimasukkan ke dalam wadah logam sampai tanda batas, kemudian diposisikan detektor ke dalamnya.
4. Api dihidupkan dan diatur diameternya.
5. Tombol "start" ditekan dan pengukuran pun dimulai.
6. Api dilewatkan ke permukaan wadah setiap kenaikan 2°C.
7. Pengukuran akan dilakukan dengan cara memanaskan sampel terlebih dahulu hingga titik uapnya. Uap-uap yang dihasilkan tersebut akan menempel pada kawat filamen (detektor). Apabila uap yang melewati filamen tersebut menimbulkan kejutan api, maka pada suhu tersebut adalah titik nyala dari minyak/ sampel yang diukur.

3.4.2.5 Bilangan Asam

Penentuan bilangan asam ditentukan secara manual dengan cara titrasi menggunakan NaOH. Prosedurnya adalah sebagai berikut:

1. 2,5 g sampel ditimbang ke dalam labu erlenmeyer.
2. 25 mL etanol 98% ditambahkan ke dalam sampel.
3. Larutan sampel dipanaskan selama 10 menit di atas penangas air sambil diaduk.
4. Larutan sampel didinginkan dan dititrasi dengan larutan NaOH 0,1 N menggunakan indikator fenolftalein.

- Larutan dititrasi sampai terbentuk warna merah jambu yang tidak hilang selama 10 detik.
- Bilangan asam dihitung dengan rumus:

$$\text{Bilangan asam} = \frac{\text{Volume NaOH} \times \text{N NaOH} \times 56,1}{\text{berat sampel}}$$

3.4.2.6 Bilangan Iod

Penentuan bilangan iod ditentukan secara manual dengan cara dititrasi menggunakan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Prosedurnya adalah sebagai berikut:

- 0,5 g sampel ditimbang ke dalam labu erlenmeyer.
- 10 mL CCl_4 ditambahkan dan dikocok untuk memastikan bahwa sampel telah larut sempurna.
- Dengan menggunakan pipet, 10 mL larutan Wijs ditambahkan ke dalam labu, lalu ditutup dan dikocok agar tercampur merata.
- Labu disimpan di tempat gelap selama 1 jam pada suhu kamar.
- Setelah didiamkan selama 1 jam, larutan sampel ditambahkan 10 mL larutan KI 15% dan dikocok. Kemudian ditambahkan 25 mL aquademin.
- Larutan dititrasi dengan larutan Na_2SO_3 0,1 N secara perlahan dan dengan pengocokan yang kuat, sampai warna kuning hampir hilang. Selanjutnya ditambahkan 2 mL larutan kanji (1 g kanji dalam 200 mL aquades hangat) dan lanjutkan titrasi dengan hati-hati hingga warna biru tepat hilang.
- Blanko diuji dengan jumlah pereaksi dan perlakuan yang sama seperti pada sampel.
- Bilangan iod dihitung dengan rumus:

$$\text{Bilangan iod} = \frac{(\text{Volume blanko} - \text{Volume sampel}) \times \text{N Na}_2\text{SO}_3 \times 12,69}{\text{berat sampel}}$$

3.4.3 Uji Kompatibilitas Produk Modifikasi dengan Minyak Mineral

3.4.3.1 Pencampuran dengan HVI 160 (8% w/w)

Pencampuran ini bertujuan untuk menentukan volum optimum senyawa diol yang digunakan pada reaksi pembukaan cincin epoksida. Sehingga dapat menghasilkan kompatibilitas yang baik pada proses pencampuran dengan minyak mineral. Prosedurnya adalah sebagai berikut:

1. Pencampuran variasi produk *Butanediol Modified Castor Oil* (BuMCO) dengan HVI 160 pada komposisi pencampuran 8% w/w. Hal yang sama juga dilakukan pada produk *Hexanediol Modified Castor Oil* (HeMCO).
2. Campuran diaduk pada suhu 40°C selama 1 jam.
3. Campuran didiamkan selama 1 hari, kemudian ditentukan karakteristik fisiko - kimianya (viskositas kinematik, indeks viskositas, dan bilangan asam).
4. Penentuan produk optimum, yang digunakan untuk percobaan selanjutnya dapat dilihat secara visual maupun dari hasil uji karakteristik fisika kimianya.

3.5.3.2 Pencampuran dengan HVI 160 dan Yubase (4%, 8%, 12%, 16%, dan 20%)

Pencampuran ini bertujuan untuk menentukan komposisi pencampuran yang optimum, sehingga dapat menghasilkan kompatibilitas yang baik. Prosedurnya adalah sebagai berikut:

1. Pencampuran produk BuMCO dan HeMCO optimum (produk dipilih berdasarkan hasil terbaik pada uji kompatibilitas sebelumnya) dengan HVI 160 maupun Yubase pada komposisi pencampuran 4%, 8%, 12%, 16%, dan 20%.
2. Campuran diaduk pada suhu 40°C selama 1 jam.
3. Campuran didiamkan selama 1 hari, kemudian ditentukan karakteristik fisiko - kimianya (viskositas kinematik dan indeks viskositas).
4. Penentuan komposisi pencampuran yang optimum dapat dilihat secara visual maupun dari hasil uji karakteristik fisiko - kimianya.

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Data Hasil Uji Karakteristik Fisiko – Kimia

Tabel 4.1. Hasil uji karakteristik *Castor oil*, COME, dan ECOME

No	Uji	<i>Castor oil</i>	COME	ECOME	
1	Densitas (g/ cm ³)	0,9592	0,9308	0,9568	
2	Titik Tuang	-28	-16	-16	
3	Titik Nyala	298	200	194	
4	Bilangan Asam (mg/ g sampel)	2,36	1,26	2,81	
5	Bilangan Iod (g/ 100 g sampel)	86,1	27,6	4,80	
6	Viskositas Kinematik	40°C	252,8	19,41	25,52
		100°C	19,73	3,849	4,445
	(cSt)	Indeks Viskositas	89	80	72

Tabel 4.2. Hasil uji karakteristik fisiko – kimia
Butanediol Modified Castor Oil (BuMCO)

No	Uji	BuMCO 10 mL	BuMCO 40 mL	BuMCO 70 mL	
1	Titik Tuang	-24	-25	-25	
2	Titik Nyala	192	184	182	
3	Bilangan Asam (mg/ g sampel)	2,78	2,60	2,52	
4	Bilangan Iod (g/ 100 g sampel)	4,72	4,43	4,36	
5	Viskositas Kinematik	40°C	28,58	30,03	30,08
		100°C	4,713	4,876	4,862
	(cSt)	Indeks Viskositas	71	72	73

Keterangan: BuMCO 10 mL = *Castor oil* yang dimodifikasi dengan 10 mL (0,1129 mol)

1,4-butanadiol

BuMCO 40 mL = *Castor oil* yang dimodifikasi dengan 40 mL (0,4514 mol)

1,4-butanadiol

BuMCO 70 mL = *Castor oil* yang dimodifikasi dengan 70 mL (0,7900 mol)

1,4-butanadiol

Densitas 1,4-butanadiol = 1,0171 g/ mL

Tabel 4.3. Hasil uji karakteristik fisiko – kimia

Hexanediol Modified Castor Oil (HeMCO)

No	Uji	HeMCO 60 g	HeMCO 90 g	HeMCO 120 g
1	Titik Tuang	-26	-26	-27
2	Titik Nyala	200	204	200
3	Bilangan Asam (mg/ g sampel)	2,68	2,52	2,50
4	Bilangan Iod (g/ 100 g sampel)	4,78	4,70	4,74
5	Viskositas Kinematik	40°C	60,40	101,30
		100°C	7,341	9,699
	(cSt)	Indeks Viskositas	75	64

Keterangan: HeMCO 60 g = *Castor oil* yang dimodifikasi dengan 60 g (0,5076 mol)

1,6-heksanadiol

HeMCO 90 g = *Castor oil* yang dimodifikasi dengan 90 g (0,7614 mol)

1,6-heksanadiol

HeMCO 120 g = *Castor oil* yang dimodifikasi dengan 70 mL (1,0152 mol)

1,6-heksanadiol

Tabel 4.4. Hasil uji karakteristik fisiko – kimia HVI 160 dan Yubase

No	Uji	HVI 160	Yubase
1	Titik Tuang	-16	-13
2	Titik Nyala	268	250
3	Bilangan Asam (mg/ g sampel)	1,38	0,82
4	Bilangan Iod (g/ 100 g sampel)	-	-
5	Viskositas		
	40°C	102,2	43,69

Universitas Indonesia

	Kinematik (cSt)	100°C	11,35	7,400
		Indeks Viskositas	97	134

Tabel 4.5. Hasil uji viskositas pada pencampuran *Butanediol Modified Castor Oil* (BuMCO) dan *Hexanediol Modified Castor Oil* (HeMCO) dengan HVI 160 (komposisi pencampuran: 8% w/w)

No	Sampel	Viskositas Kinematik (40°C, cSt)	Viskositas Kinematik (100°C, cSt)	Indeks Viskositas
1	HVI 160 + BuMCO 10 mL	100,4	10,51	84
2	HVI 160 + BuMCO 40 mL	97,58	10,68	91
3	HVI 160 + BuMCO 70 mL	95,73	10,75	95
4	HVI 160 + HeMCO 60 g	93,74	10,58	95
5	HVI 160 + HeMCO 90 g	95,96	10,80	96
6	HVI 160 + HeMCO 120 g	95,49	10,76	96

Tabel 4.6. Hasil uji viskositas pada pencampuran BuMCO 70 mL dengan HVI 160 (komposisi pencampuran: 4, 8, 12, 16, 20 % w/w)

No	Komposisi Pencampuran (w/w)	Viskositas Kinematik (40°C, cSt)	Viskositas Kinematik (100°C, cSt)	Indeks Viskositas
1	4%	97,89	11,03	97
2	8%	95,73	10,75	95
3	12%	93,07	10,62	96
4	16%	90,79	10,49	97
5	20%	89,52	10,40	98

Tabel 4.7. Hasil uji viskositas pada pencampuran HeMCO 90 g dengan HVI 160 (komposisi pencampuran: 4, 8, 12, 16, 20 % w/w)

No	Komposisi Pencampuran (w/w)	Viskositas Kinematik (40°C, cSt)	Viskositas Kinematik (100°C, cSt)	Indeks Viskositas
1	4%	98,13	10,96	96
2	8%	96,41	10,84	96
3	12%	93,77	10,66	96
4	16%	92,50	10,53	96
5	20%	90,11	10,39	96

Tabel 4.8. Hasil uji viskositas pada pencampuran BuMCO 70 mL dengan Yubase (komposisi pencampuran: 4, 8, 12, 16, 20 % w/w)

No	Komposisi Pencampuran (w/w)	Viskositas Kinematik (40°C, cSt)	Viskositas Kinematik (100°C, cSt)	Indeks Viskositas
1	4%	42,53	7,263	134
2	8%	41,72	7,180	135
3	12%	41,41	7,182	137
4	16%	40,94	7,086	135
5	20%	40,86	6,959	130

Tabel 4.9. Hasil uji viskositas pada pencampuran HeMCO 90 g dengan Yubase (komposisi pencampuran: 4, 8, 12, 16, 20 % w/w)

No	Komposisi Pencampuran (w/w)	Viskositas Kinematik (40°C, cSt)	Viskositas Kinematik (100°C, cSt)	Indeks Viskositas
1	4%	42,73	7,260	133
2	8%	42,03	7,194	134

Universitas Indonesia

3	12%	41,56	7,148	134
4	16%	41,17	7,104	135
5	20%	40,64	7,059	135

4.2 Reaksi Modifikasi Tiga Tahap

Dalam memodifikasi *Castor oil*, dilakukan tiga tahapan reaksi secara berurutan, yaitu transesterifikasi, epoksidasi, dan pembukaan cincin epoksida dengan senyawa diol. Reaksi ini bertujuan untuk memperbaiki karakteristik fisiko - kimia *Castor oil*, sehingga memenuhi karakteristik minyak lumas dasar dan memiliki kompatibilitas yang baik dengan minyak mineral yang diuji.

4.2.1 Tahap I: Transesterifikasi

Reaksi transesterifikasi bertujuan untuk mengurangi jumlah asam lemak bebas yang terdapat dalam *Castor oil*, dengan cara mengubahnya ke dalam bentuk metil ester, sehingga COME yang dihasilkan akan memiliki sifat yang tidak mudah teroksidasi.

Reaksi transesterifikasi pada *Castor oil* diawali dengan proses homogenisasi yang dilakukan dengan cara pengadukan selama satu jam, sehingga diharapkan *Castor oil* akan bercampur dengan sempurna menjadi suatu bahan yang homogen. Hal ini dilakukan mengingat *Castor oil* yang digunakan berasal dari sumber yang heterogen dan dengan waktu penyimpanan yang berbeda-beda.

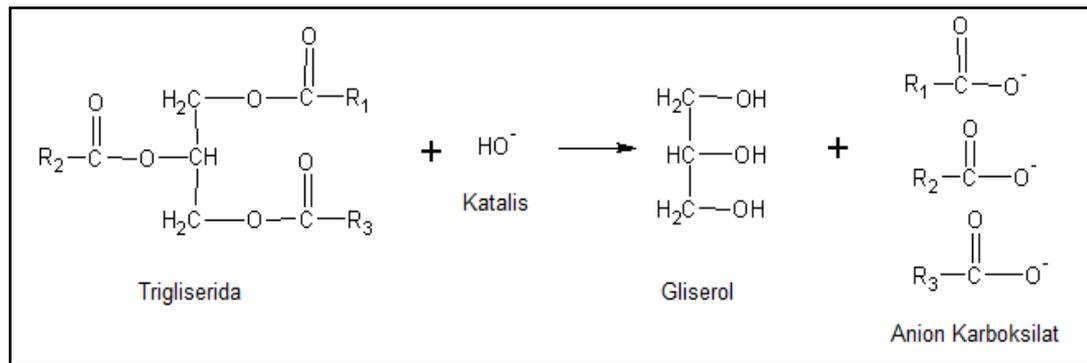
Kemudian *Castor oil* dipanaskan hingga mencapai suhu 35°C, yang menyebabkan kekentalannya sedikit berkurang. Pemanasan ini bertujuan untuk meningkatkan energi kinetik dari molekul-molekul yang bereaksi, sehingga akan memperbesar probabilitas tumbukan antar molekul dalam membentuk produk metil ester yang diinginkan. Pemanasan dilakukan pada suhu 35°C, karena diharapkan metanol yang digunakan belum menguap, sehingga dapat bereaksi sempurna dengan *Castor oil*. Setelah itu, katalis KOH yang telah dilarutkan terlebih dahulu di dalam metanol, dituang ke dalam reaktor. Pada saat penuangan,

Castor oil yang awalnya berwarna kuning berubah menjadi larutan berwarna coklat, dan semakin lama berwarna coklat kemerahan.

Reaksi transesterifikasi bersifat spontan, tetapi akan berlangsung dengan waktu reaksi yang cukup lama. Oleh karena itu, dibutuhkan suatu katalis yang dapat mempercepat waktu reaksi yang diperlukan oleh reaktan dan substrat untuk mencapai energi aktivasi. Katalis yang umum digunakan untuk reaksi transesterifikasi adalah katalis asam dan basa. Untuk katalis asam biasanya digunakan asam sulfonat dan asam sulfat, sedangkan katalis basa digunakan NaOH, KOH dan NaOCH₃.

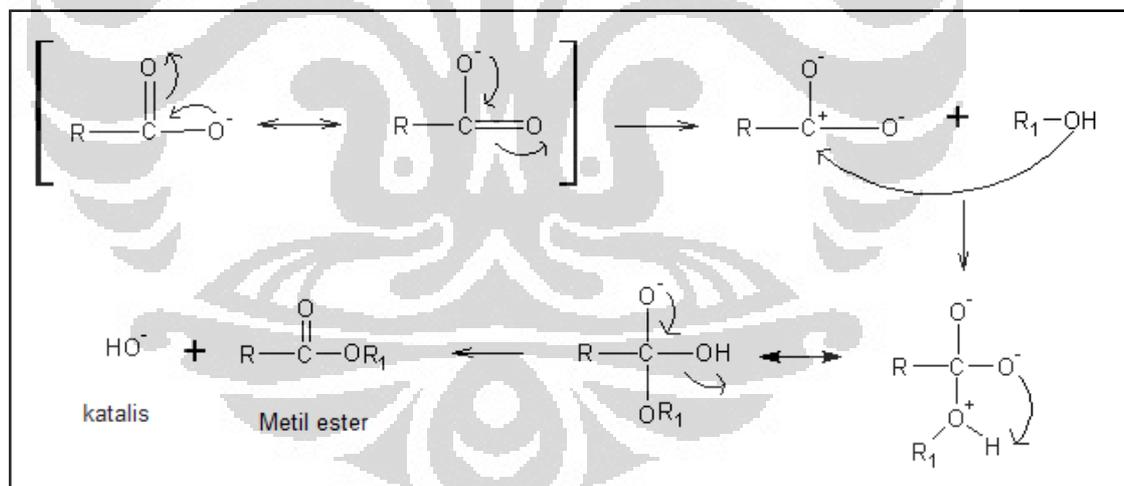
Reaksi transesterifikasi menggunakan katalis asam memiliki beberapa kelemahan, yaitu kemungkinan terbentuknya asam karboksilat dari hasil reaksi antara ion karbokation pada bentuk intermediet II dengan air, waktu yang cukup lama sampai berhari-hari untuk bereaksi, dan kondisi optimum reaksi akan tercapai pada suhu yang cukup tinggi (100°C). Sedangkan reaksi transesterifikasi menggunakan katalis basa memiliki keunggulan dibandingkan dengan katalis asam, yaitu reaksi tidak bersifat *reversible*, waktu yang dibutuhkan untuk bereaksi lebih cepat 4000 kali dibandingkan katalis asam, suhu yang diperlukan untuk bereaksi tidak terlalu tinggi, dan juga katalis alkali tidak sekorosif katalis asam

Mekanisme reaksi yang terjadi, diawali dengan reaksi saponifikasi (penyabunan), yaitu antara trigliserida *Castor oil* (asam risinoleat) dengan katalis basa kuat (KOH). Menurut Fessenden & Fessenden (1986), reaksi saponifikasi merupakan hidrolisis suatu ester dalam kondisi basa untuk membentuk alkohol dan garam dari suatu asam karboksilat. Mekanismenya mengikuti reaksi substitusi nukleofilik bimolekular (S_N2), dimana diawali dengan adisi nukleofil (OH⁻) pada atom C karbonil, membentuk senyawa intermediet, kemudian terjadi eliminasi *leaving group* (-OR). Reaksi saponifikasi bersifat *irreversible*, karena asam karboksilat dikonversi menjadi anion karboksilat yang stabil dalam kondisi reaksi (Hill, 2003). Senyawa yang dihasilkan berupa gliserol dan garam kalium karboksilat. Namun, penambahan mol alkohol (metanol) yang berlebih menyebabkan garam kalium karboksilatnya larut dan membentuk anion karboksilat, dengan reaksi sebagai berikut:



Gambar 4.1. Reaksi saponifikasi triglicerida *Castor oil*

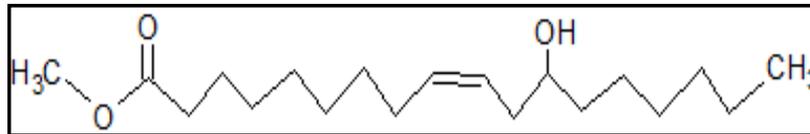
Anion karboksilat kemudian mengalami resonansi hingga akhirnya membentuk karbokation tersier, yang reaktif terhadap penyerangan nukleofil (metanol). Hasil penyerangan ini berupa senyawa intermediet yang tidak stabil. Ketidakstabilan ini dapat dihilangkan dengan serah terima elektron dan pelepasan *leaving group* yang terikat pada gugus karbonil, sehingga terbentuk metil ester.



Gambar 4.2. Reaksi transesterifikasi dengan katalis basa

Reaksi transesterifikasi dilakukan selama satu jam pada suhu 35°C, disertai dengan pengadukan. Selain pengadukan pada bagian bawah, diperlukan juga pengadukan pada bagian atas larutan. Produk kemudian diinapkan selama hingga terbentuk dua lapisan yang saling memisah. Lapisan atas adalah

Castor Oil Methyl Ester (COME) yang berwarna kuning kecoklatan dan berbau harum seperti pisang, serta lapisan bawah adalah gliserol yang berwarna coklat kemerahan. COME kemudian dipisahkan dari gliserol dengan cara dekantasi.



Gambar 4.3. Struktur molekul *Castor Oil Methyl Ester* (COME)

Selanjutnya dilakukan pemurnian COME dengan pencucian dan pemanasan dalam kondisi vakum. Pencucian berfungsi untuk menghilangkan sisa-sisa reaktan, seperti KOH, metanol, dan gliserol. Prinsipnya berdasarkan perbedaan kelarutan di antara dua cairan yang saling memisah, dimana sisa-sisa reaktan yang cenderung bersifat polar akan lebih larut di dalam air (polar) dibandingkan di dalam minyak (non polar). Pencucian menggunakan aquades hangat ($70^{\circ}\text{C} - 85^{\circ}\text{C}$) dengan perbandingan volum COME dan aquades sebesar 1 : 1, dan dilakukan sampai aquades yang didapat berwarna bening dan tidak membirukan lakmus merah. Kemudian, sisa aquades dihilangkan dengan pemanasan dalam kondisi vakum pada suhu 60°C . Prinsipnya mengikuti hukum Gas Ideal, dimana tekanan dan suhu berbanding terbalik. Pada pemberian tekanan tinggi dengan volume yang sama akan menurunkan suhu. Dengan adanya tekanan yang tinggi, akan membuat air pada suhu yang cukup rendah telah dapat menguap. Sehingga tidak akan merusak karakteristik dari COME. Pemanasan dilakukan sampai larutan yang berwarna kuning keruh menjadi bening dan tidak terdapat buih dalam larutan. COME yang didapat berwarna kuning keemasan.

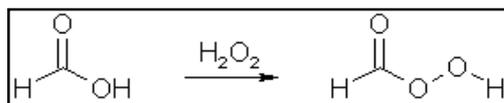
4.2.2 Tahap II: Epoksidasi

Sebagai bentuk metil ester dari *Castor oil*, COME masih mengandung ikatan rangkap yang memiliki sifat elektrofilitas yang sangat besar. Sifat elektrofilitas ini menyebabkan COME dengan mudah menarik dan berikatan dengan oksigen bebas ataupun senyawa elektrofil lainnya. Hal ini akan menyebabkan COME yang dihasilkan mudah teroksidasi dan memiliki umur penyimpanan yang relatif pendek. Oleh karena itu, reaksi epoksidasi dilakukan pada COME untuk mengurangi tingkat oksidasi tersebut dengan cara membuka ikatan rangkap pada COME dan mengubahnya menjadi bentuk COME terepoksidasi atau disebut sebagai ECOME (*Epoxidized Castor Oil Methyl Ester*).

Pada reaksi epoksidasi, pertama-tama COME dipanaskan di dalam reaktor hingga mencapai suhu 55°C. Sementara itu, H₂O₂ dituang ke dalam larutan asam format perlahan-lahan dan diaduk. Larutan asam peroksi format yang terbentuk kemudian dituang ke dalam reaktor perlahan-lahan. COME yang awalnya berwarna kuning bening berubah menjadi kuning keruh dan reaksi bersifat sangat eksoterm, sehingga perlu dilakukan pengaturan suhu dengan mengalirkan air ke dalam jaket reaktor.

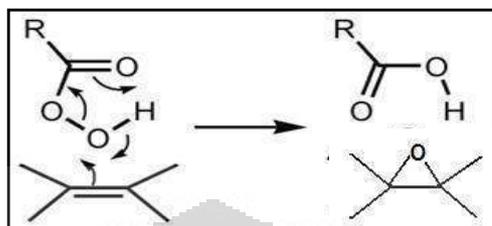
H₂O₂ merupakan peroksida yang dapat mengepoksidasi ikatan rangkap pada COME. Namun, sifat peroksidanya tidak terlalu reaktif, sehingga dibutuhkan suatu katalis asam. Katalis asam yang digunakan berupa asam-asam organik, seperti asam format. Jika katalis yang digunakan bukan merupakan asam organik, maka kemungkinan tidak terbentuk siklis epoksi (oksirana), melainkan pemutusan ikatan rangkap dari COME.

Asam format memiliki sifat keasaman yang kuat dan akan bereaksi dengan H₂O₂ membentuk asam peroksi format (asam performat) dengan reaksi sebagai berikut:



Gambar 4.4. Reaksi pembentukan asam peroksi format

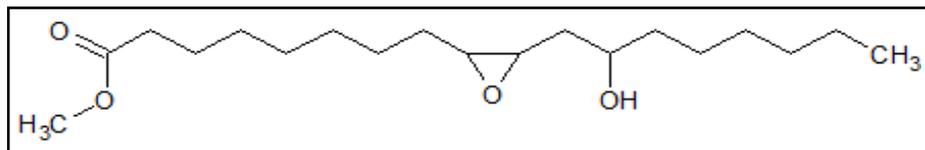
Asam peroksi format yang terbentuk berfungsi sebagai oksidator yang akan melakukan reaksi adisi elektrofilik dengan ikatan rangkap yang terdapat pada COME. Reaksi yang terjadi, yaitu:



Gambar 4.5. Reaksi adisi elektrofilik antara asam peroksi format dengan ikatan rangkap pada COME

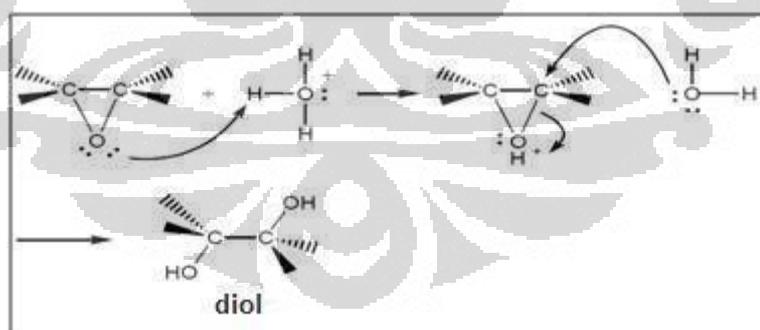
Pada reaksi adisi elektrofilik ini, pertama-tama ikatan rangkap yang terdapat pada alkena akan berperan sebagai nukleofilik yang akan membentuk ikatan dengan atom O yang bersifat elektrofilik. Pembentukan ikatan ini akan mengakibatkan ikatan yang terdapat pada atom O (O – O) terputus. Atom O lain yang tidak membentuk ikatan dengan rangkap alkena akan membentuk ikatan karbonil dengan atom C tetangganya, sedangkan atom O pada gugus karbonil akan menarik atom H dan membentuk ikatan O – H. Produk dari reaksi ini, yaitu suatu COME yang teroksidasi (ECOME) dan juga asam format. Terlihat pada reaksi ini, asam format yang diberikan hanya bersifat sebagai katalis.

Reaksi berlangsung selama satu jam 30 menit pada suhu 65°C. Setelah itu, produk didiamkan beberapa saat hingga terbentuk dua lapisan yang saling memisah. Lapisan bawah berwarna bening yang merupakan sisa-sisa asam format dan H₂O₂, sedangkan lapisan atas yang berwarna kuning keruh kecoklatan merupakan *Epoxidized Castor Oil Methyl Ester (ECOME)*. Kemudian kedua lapisan dipisahkan dengan cara dekantasi. ECOME yang didapat kemudian dimurnikan dengan pencucian dan pemanasan dalam kondisi vakum.



Gambar 4.6. Struktur molekul *Epoxidized Castor Oil Methyl Ester* (ECOME)

Penambahan asam format hendaknya dilakukan bersamaan dengan penambahan H_2O_2 . Oleh karena itu, sebaiknya pembentukan asam peroksi format dilakukan di luar reaktor. Hal ini karena jika H_2O_2 dicampurkan terlebih dahulu dan terpisah dengan asam format, maka terdapat kemungkinan epoksidasi yang terjadi tidak berjalan dengan sempurna. Hal ini dikarenakan, H_2O_2 sendiri telah mampu untuk membuat ikatan rangkap menjadi bentuk terepoksidasinya. Gugus epoksida yang terbentuk ini sangatlah reaktif. Selain itu, dikarenakan bentuk epoksida yang siklis tiga atom ini, membuat ikatan yang ada antar ketiga atom tersebut memiliki ketegangan yang cukup tinggi sehingga akan rentan untuk terbuka kembali. Kondisi asam yang diberikan oleh asam formiat pada sistem ini akan cukup mampu untuk memutuskan ikatan siklis epoksida tersebut. Dengan begitu, epoksida dari COME akan gagal terbentuk. Epoksida yang terhidrolisis dalam kondisi asam ini akan terbuka cincinnya, dan akan membentuk suatu diol.



Gambar 4.7. Reaksi hidrolisis cincin epoksida dalam suasana asam

Melihat kemungkinan reaksi sampingan yang terjadi pada tahap epoksidasi COME ini, maka sebaiknya perlu diperhatikan kondisi yang terdapat pada sistem selama reaksi berlangsung. Penjagaan dari kondisi reaksi ini akan

meminimalkan kesalahan relatif yang dapat mengurangi rendemen yang terbentuk.

Salah satu kondisi yang perlu diperhatikan dalam reaksi epoksidasi COME ini, yaitu perlu adanya kondisi reaksi yang bebas dari air dan asam. Karena kedua faktor tersebut dapat menggagalkan epoksi yang telah terbentuk. Reaksi pembentukan ECOME ini merupakan reaksi yang paling menentukan dalam beberapa tahap pembuatan minyak lumas dasar dari *Castor oil*. Dengan terbentuknya cincin epoksida yang sangat reaktif, maka dapat mempermudah tahapan reaksi berikutnya, yaitu reaksi adisi molekul atau senyawa lain.

4.2.3 Tahap III: Pembukaan Cincin Epoksida

Pada reaksi pembukaan cincin epoksida ini, pertama-tama PTSA dilarutkan terlebih dahulu dalam senyawa diol. Senyawa diol sebagai senyawa polar dapat berperan sebagai pelarut organik yang dapat melarutkan PTSA dan mengubahnya ke dalam bentuk ion yang berperan lebih efektif sebagai katalis. Pelarutan PTSA ini akan menghasilkan ion para toluen sulfonat dan H^+ .

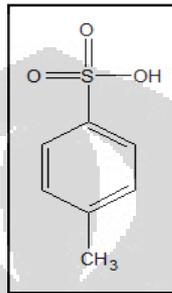
Setelah PTSA larut dalam senyawa diol, kemudian ditambahkan ke dalam reaktor berisi ECOME yang telah dipanaskan terlebih dahulu hingga suhu $75^{\circ}C$. Dengan adanya panas pada sistem akan membuat katalis PTSA ini reaktif terhadap cincin epoksida yang ada pada ECOME.

PTSA memiliki karakteristik sebagai katalis yang sering digunakan dalam reaksi esterifikasi, epoksidasi, transesterifikasi, dan juga reaksi alkilasi suatu senyawaan kimia. Pada reaksi pembukaan cincin epoksida, PTSA yang digunakan berfungsi sebagai katalis dalam proses alkilasi. Penggunaan katalis ini karena beberapa alasan berikut, yaitu:

1. Katalis ini bersifat asam, sehingga kondisi asam yang diberikan akan mendestabilkan tegangan ikatan pada cincin epoksida. Dengan begitu, cincin epoksida akan terbuka.
2. Walaupun bersifat sebagai oksidator, PTSA tidak mengoksidasi ECOME yang ada.

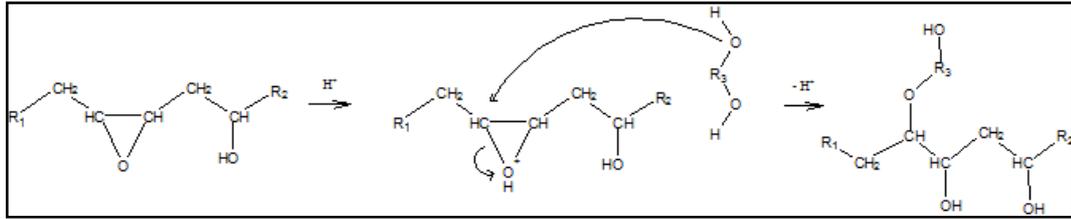
- PTSA yang digunakan bersifat anhidrat untuk mengurangi kesalahan relatif yang disebabkan oleh molekul air. Dengan begitu cincin epoksida yang telah terbuka tidak akan bereaksi dengan molekul air, melainkan akan berikatan seluruhnya dengan senyawa diol.

PTSA merupakan suatu katalis yang berbentuk serbuk putih, dengan rumus molekul:



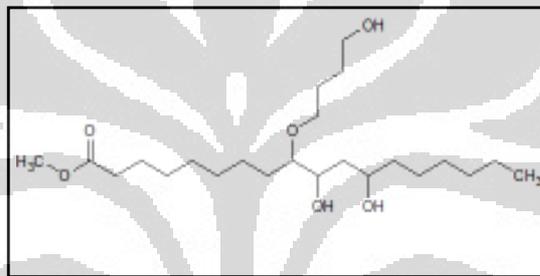
Gambar 4.8. Katalis *Para Toluene Sulfonic Acid* (PTSA)

Mekanisme reaksinya yaitu atom O pada cincin epoksida yang bersifat nukleofilik dan sangat reaktif akan menarik ion H^+ yang dihasilkan dari ionisasi PTSA. Adanya tiga atom yang berlainan yang diikat oleh atom O pada cincin epoksida menyebabkan akan terputusnya salah satu ikatannya dari atom C yang terikat pada ECOME, sehingga terbentuk suatu karbokation yang bersifat elektrofilik. Dengan adanya senyawa diol yang memiliki dua gugus OH yang kaya elektron, akan membuat terjadinya pembentukan ikatan antara karbokation dengan salah satu gugus OH pada senyawa diol. Tahap akhir mekanisme reaksi pembukaan cincin epoksidasi ini, yaitu deprotonasi ion H^+ , dimana ion H^+ akan kembali membentuk ikatan ionik dengan ion para toluen sulfonat dalam larutan. Reaksi pembukaan cincin ini berlangsung selama 6 jam pada suhu $70^{\circ}C$.

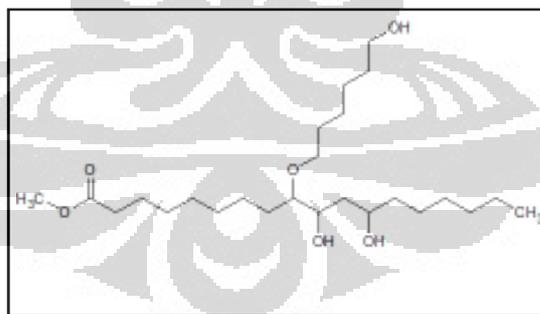


Gambar 4.9. Reaksi pembukaan cincin epoksida dengan katalis asam

Produk yang dihasilkan berupa *Butanediol Modified Castor Oil* (BuMCO) dan *Hexanediol Modified Castor Oil* (HeMCO) (Gambar 4.10 dan 4.11), yang kemudian dimurnikan dengan pencucian dan pemanasan dalam kondisi vakum.



Gambar 4.10. Struktur molekul *Butanediol Modified Castor Oil* (BuMCO)



Gambar 4.11. Struktur molekul *Hexanediol Modified Castor Oil* (HeMCO)

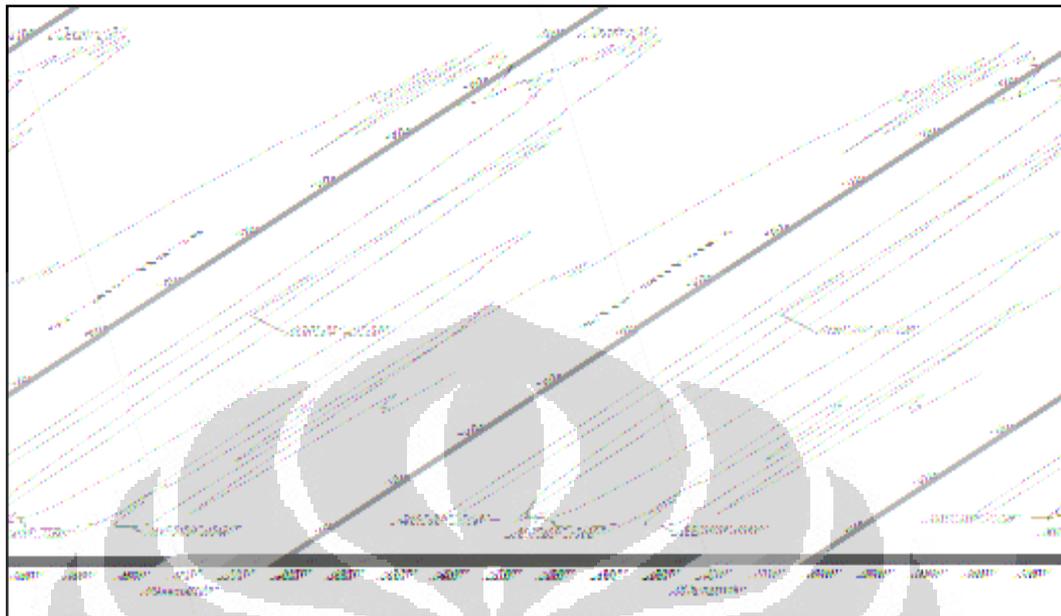
Senyawa diol yang digunakan dalam reaksi pembukaan cincin ini adalah 1,4-butanadiol yang berupa cairan bening agak kental dan 1,6-heksanadiol yang berupa padatan putih. Pada reaksi tahap tiga menggunakan 1,4-butanadiol

dilakukan dengan variasi komposisi 10; 40; dan 70 mL (0,1129; 0,4514; dan 0,7900 mol). Produk yang dihasilkan berwarna coklat kemerahan, dimana warnanya semakin pekat dan larutan semakin kental dengan semakin meningkatnya konsentrasi. Dari perhitungan mol dalam persamaan reaksi modifikasi tahap tiga, didapat reaksi optimum akan terjadi pada penambahan volum 1,4-butanadiol sebesar 70 mL (0,7900 mol), hal ini juga dibuktikan dengan hasil uji karakteristik fisika dan kimia yang menunjukkan hasil yang cukup bagus.

Sedangkan reaksi menggunakan 1,6-heksanadiol dilakukan dengan variasi massa 60; 90; dan 120 g (0,5076; 0,7614; dan 1,0152 mol). Dimana berdasarkan perhitungan mol dari persamaan reaksi didapat reaksi optimum akan terjadi pada penambahan massa 1,6-heksanadiol sebesar 90 g (0,7614 mol), yang juga dibuktikan dengan hasil uji karakteristik fisika dan kimia yang semakin membaik. Produk yang dihasilkan berwarna kuning kecoklatan. Namun, untuk penambahan 120 g menyebabkan terbentuknya kembali kristal putih berbentuk jarum, setelah produk didiamkan selama sehari.

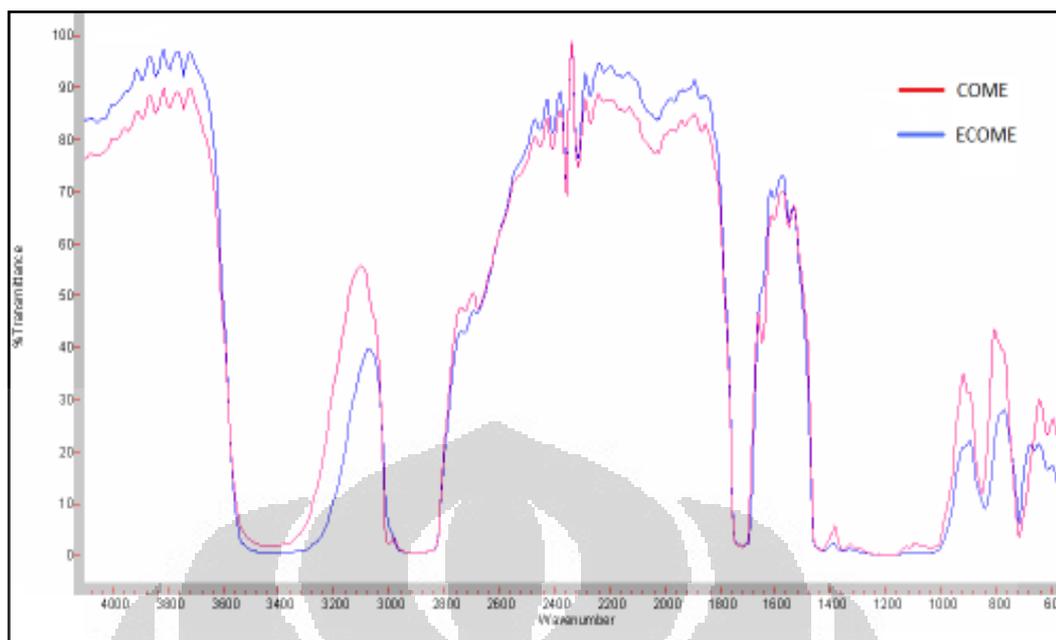
Perlakuan variasi ini bertujuan untuk melihat apakah terdapat perubahan karakteristik fisika dan kimia dari produk yang dihasilkan, sehingga bisa menghasilkan kompatibilitas yang baik dengan minyak mineral yang diuji.

4.2.4 Spektrum IR Reaksi Modifikasi Tiga Tahap



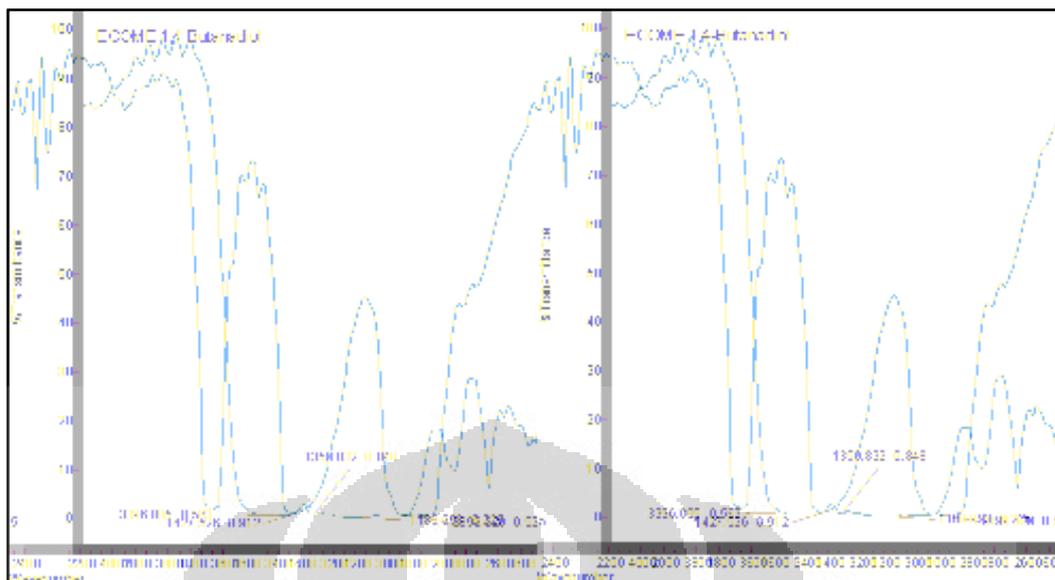
Gambar 4.12. Spektrum IR *Castor oil*

Pada Gambar 4.12 terlihat adanya pita serapan yang melebar dengan intensitas tinggi pada bilangan gelombang, $\bar{\nu} = 2800 - 2980 \text{ cm}^{-1}$, yang menunjukkan adanya vibrasi ulur C-H dari gugus $-\text{CH}_2$ dan $-\text{CH}_3$, serta pada bilangan gelombang, $\bar{\nu} = 3300 - 3500 \text{ cm}^{-1}$, yang menunjukkan adanya beberapa gugus hidroksi $-\text{OH}$. Satu pita serapan kecil (*small band*) pada bilangan gelombang, $\bar{\nu} = 2998 \text{ cm}^{-1}$, merupakan ciri khas untuk gugus tidak jenuh alkena $-\text{CH}=\text{CH}-$, dan diperkuat dengan adanya pita serapan yang lemah pada bilangan gelombang, $\bar{\nu} = 1650 \text{ cm}^{-1}$. Pita serapan yang tajam pada bilangan gelombang, $\bar{\nu} = 1720 \text{ cm}^{-1}$, mengindikasikan adanya gugus karbonil $>\text{C}=\text{O}$ dari ester.

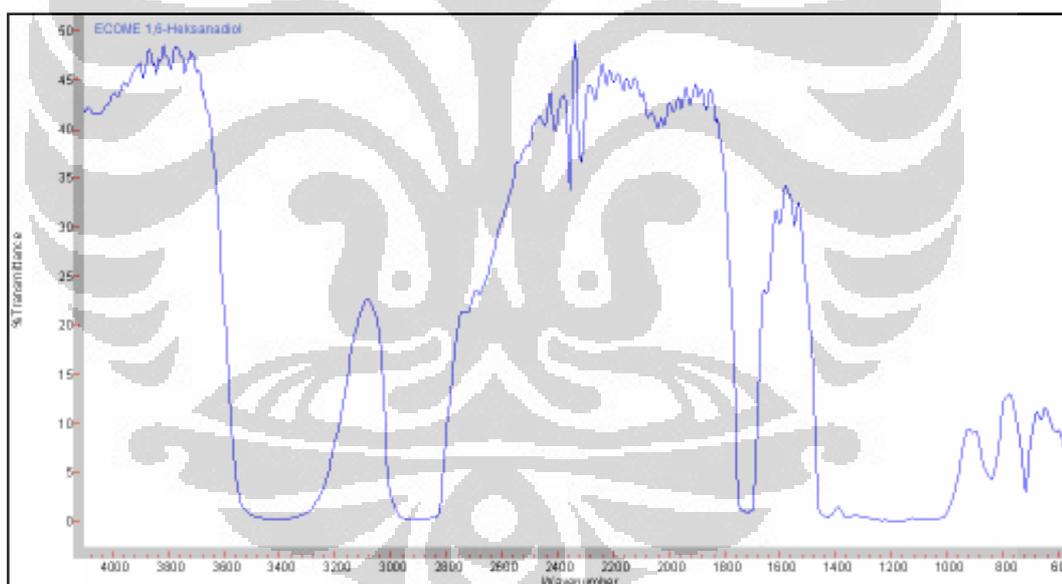


Gambar 4.13. Spektrum IR gabungan COME dan ECOME

COME merupakan produk transesterifikasi *Castor oil*, yang masih memiliki ikatan rangkap, hal ini dibuktikan dengan terdapatnya beberapa pita serapan pada daerah gugus ikatan rangkap alkena. Pada Gambar 4.13 terlihat, bahwa terdapat pita serapan yang lemah pada bilangan gelombang, $\bar{\nu} = 2998 \text{ cm}^{-1}$, yang merupakan vibrasi ulur C-H dari alkena. Pita serapan yang kuat pada bilangan gelombang, $\bar{\nu} = 1650 \text{ cm}^{-1}$, yang merupakan vibrasi ulur C-C ikatan rangkap, dan beberapa pita serapan pada bilangan gelombang, $\bar{\nu} = 1000 - 650 \text{ cm}^{-1}$, yang merupakan vibrasi tekuk C-H dari alkena. Setelah dilakukan reaksi epoksidasi, ECOME yang dihasilkan mengalami pengurangan atau penghilangan ikatan rangkap, dimana tidak terdapatnya pita serapan pada daerah gugus ikatan rangkap alkena.



Gambar 4.14. Spektrum IR *Butanediol Modified Castor Oil* (BuMCO)



Gambar 4.15. Spektrum IR *Hexanediol Modified Castor Oil* (HeMCO)

Spektrum IR BuMCO dan HeMCO yang dapat dilihat pada Gambar 4.14. dan 4.15. tidak menunjukkan adanya perbedaan pita serapan, karena kedua senyawa hanya berbeda dalam komposisi atom karbonnya. Namun, terlihat

adanya perbedaan persentase transmitansi yang menyatakan perbedaan jumlah frekuensi yang dilewatkan dan jenis ikatan dalam kedua senyawa tersebut.

4.3 Uji Karakteristik Fisiko – Kimia

Uji karakteristik sifat fisika kimia bertujuan untuk mengetahui perubahan sifat yang terjadi pada *Castor oil* setelah melalui beberapa tahapan reaksi modifikasi, sehingga dapat diketahui sifat-sifat apa saja yang perlu diperbaiki agar sesuai dengan kriteria minyak lumas dasar yang diinginkan. Uji karakteristik ini, dilakukan pada *Castor oil* maupun produk dari setiap tahapan reaksi (transesterifikasi, epoksidasi, dan reaksi pembukaan cincin epoksida).

4.3.1 Densitas

Pengukuran densitas diperlukan untuk mengetahui jumlah reaktan yang dibutuhkan dalam reaksi. Dari hasil pengukuran, didapat densitas *Castor oil*; COME; dan ECOME secara berurutan sebesar 0,9592; 0,9308; dan 0,9568 g/cm³.

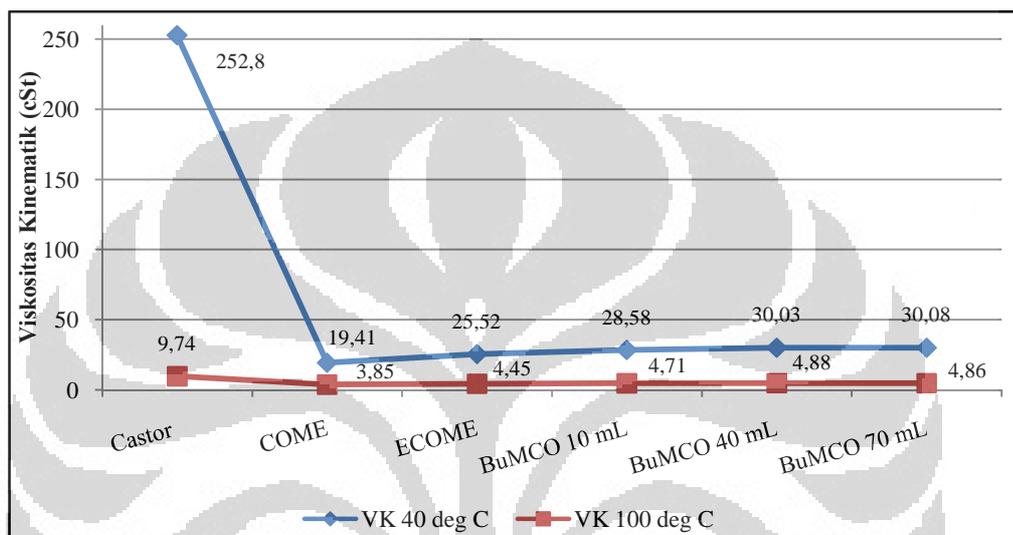
4.3.2 Viskositas Kinematik dan Indeks Viskositas

Viskositas merupakan ukuran dari besar tahanan yang diberikan oleh suatu fluida untuk mengalir, atau disebut juga ukuran kekentalan dari fluida tersebut. Makin besar viskositas (makin kental) berarti makin besar pula tahanannya untuk mengalir. Karakteristik ini ditentukan dengan metoda ASTM D445 yang prinsipnya sama dengan prinsip pengukuran viskositas cairan pada metode *Ostwald*. Pengukuran dilakukan dengan cara mengalirkan minyak lumas pada sebuah *tube*, kemudian diukur waktu yang diperlukan oleh minyak lumas tersebut untuk mengalir di antara dua batas dalam *tube* tersebut.

Viskositas dipengaruhi oleh suhu, tekanan, kohesi, dan laju perpindahan momentum molekular dalam suatu senyawa. Viskositas biasanya

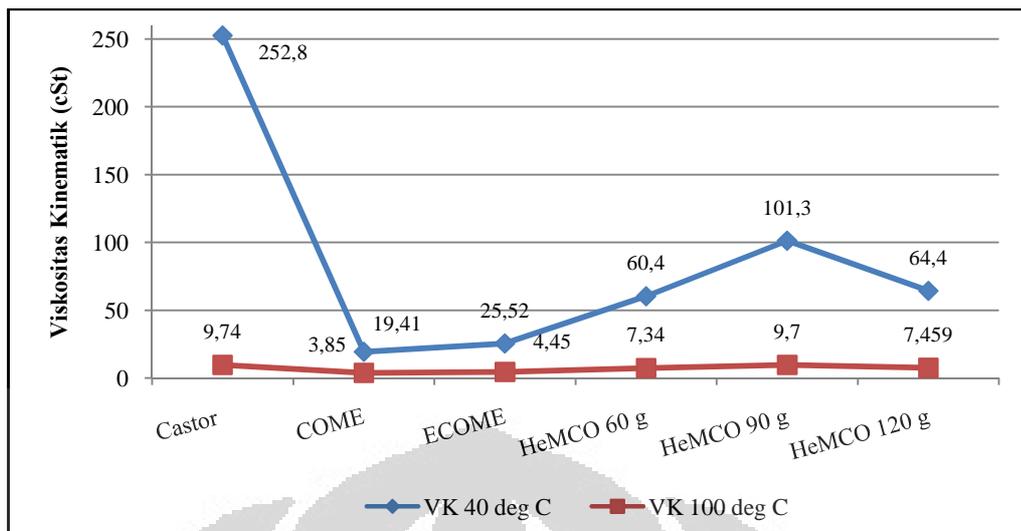
mempunyai hubungan langsung non-linier terhadap konsentrasi. Semakin besar konsentrasi suatu bahan, maka semakin besar viskositasnya.

Pelumas diharapkan mempunyai viskositas yang cukup rendah pada suhu yang sangat rendah, sehingga masih dapat mengalir dengan mudah pada waktu mesin dihidupkan. Sebaliknya pada suhu tinggi, viskositas harus cukup tinggi agar tetap dapat melapisi permukaan logam.



Gambar 4.16. Grafik pengaruh tahapan reaksi menggunakan senyawa 1,4-butanadiol terhadap nilai viskositas kinematik

Pada Gambar 4.16. terlihat adanya penurunan nilai viskositas yang sangat signifikan dari *Castor oil* setelah melalui reaksi transesterifikasi, yaitu dari 252,8 cSt menjadi 19,41 cSt pada 40°C, dan 9,74 cSt menjadi 3,85 cSt pada 100°C. Penurunan ini disebabkan karena adanya pemotongan rantai trigliserida asam lemak risinoleat menjadi monogliserida, kemudian menjadi metil ester. Peningkatan nilai viskositas pada ECOME disebabkan karena adanya adisi gugus O pada ikatan rangkap COME. Kemudian secara umum terjadi kenaikan viskositas pada produk BuMCO, seiring dengan kenaikan konsentrasi 1,4-butanadiol yang ditambahkan. Hal ini disebabkan akibat adanya penambahan rantai karbon pada senyawa.



Gambar 4.17. Grafik pengaruh tahapan reaksi menggunakan senyawa 1,6-heksanadiol terhadap nilai viskositas kinematik

Pada Gambar 4.17. terlihat adanya kenaikan viskositas dari produk HeMCO, seiring dengan kenaikan konsentrasi 1,6-heksanadiol yang ditambahkan. Namun, terjadi penurunan pada penambahan 1,6-heksanadiol sebanyak 120 g, yang disebabkan karena kelebihan mol (1,0152 mol) 1,6-heksanadiol yang diberikan memicu terbentuknya kristal-kristal 1,6-heksanadiol setelah didiamkan beberapa saat. Hal ini menunjukkan bahwa reaksi bergeser ke arah pembentukan reaktan (ke arah kiri), sehingga reaksi pembukaan cincin epoksida tidak berlangsung sempurna dan terbentuk ikatan rangkap kembali.

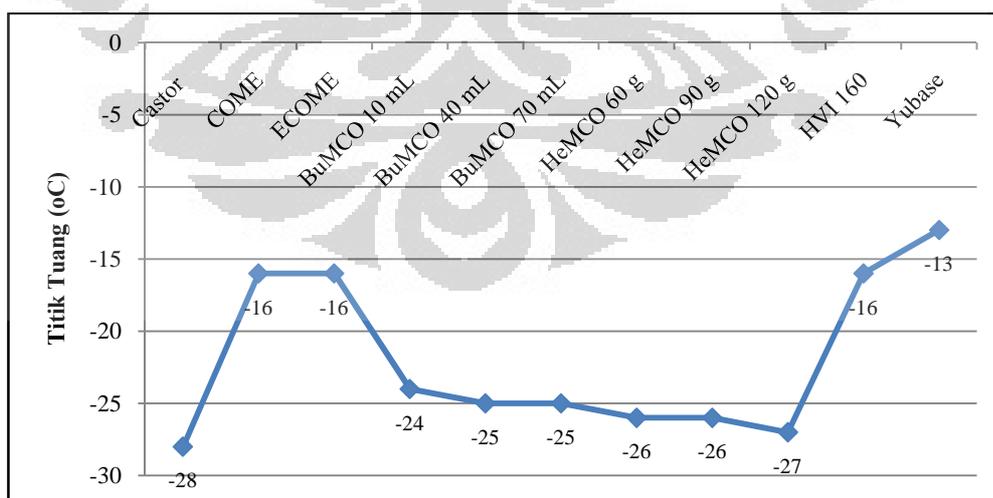
Pada pelumas, viskositas dilihat dari sudut pandang yang lebih empiris, yaitu indeks viskositas. Indeks viskositas merupakan suatu ukuran dari perubahan viskositas terhadap suhu. Perubahan ini timbul akibat adanya perubahan ikatan molekul yang menyusun pelumas tersebut. Viskositas pelumas akan turun jika suhu naik, sebaliknya viskositas akan naik jika suhu turun. Perubahan ini tidak akan sama untuk semua pelumas, dan tergantung dari sifat fisika dan kimia pelumas tersebut. Untuk menunjukkan perubahan ini dengan suatu bilangan, maka digunakan indeks viskositas yang dapat diukur melalui perbandingan angka viskositas yang ditentukan pada dua suhu, yaitu 40°C dan 100°C.

Rendahnya nilai indeks viskositas yang didapat (Tabel 4.1. dan 4.2), disebabkan karena kurang sempurnanya tahapan akhir pada reaksi modifikasi dan masih terdapat kandungan air pada produk akhir. Adanya kandungan air ini akan mengganggu proses alir dari minyak lumas dalam *tube*. Hal ini terlihat dari masih adanya gelembung air ketika proses pengukuran pada suhu 100°C.

4.3.3 Titik Tuang

Titik tuang (*Pour Point*) merupakan suhu terendah, dimana mulai terbentuk kristal-kristal parafin, dimana minyak lumas masih dapat mengalir atau dalam bentuk cairnya. Titik tuang dipengaruhi oleh derajat ketidakjenuhan, dimana semakin tinggi ketidakjenuhan, maka titik tuang semakin rendah. Titik tuang juga dipengaruhi oleh panjang rantai karbon, dimana semakin panjang rantai karbon maka semakin tinggi titik tuang. Karakteristik ini ditentukan dengan menggunakan metoda ASTM D97.

Pengukuran nilai titik tuang ini dilakukan dengan cara pemanasan terlebih dahulu dari suatu minyak lumas, kemudian suhu minyak lumas tersebut diturunkan dalam rentang 3°C hingga suhu dimana terdeteksi permukaan minyak lumas tersebut telah membeku atau tidak dapat lagi mengalir.



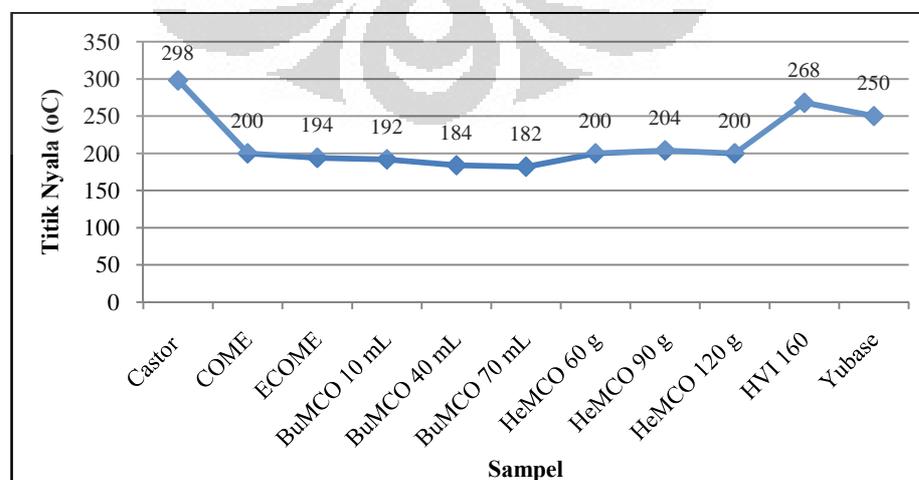
Gambar 4.18. Grafik nilai titik tuang produk reaksi modifikasi dengan minyak mineral sebagai pembandingan

Universitas Indonesia

Pada Gambar 4.18. terlihat, bahwa *Castor oil* memiliki nilai titik tuang paling rendah, yaitu -28°C akibat masih banyaknya ikatan rangkap yang terdapat dalam trigliserida asam lemaknya. Kemudian terjadi kenaikan titik tuang pada COME dan ECOME sebesar -16°C karena adanya pengurangan jumlah ikatan rangkap. Setelah itu, titik tuang turun hingga mencapai -24°C untuk produk BuMCO dan -26°C untuk produk HeMCO. Kenaikan konsentrasi produk akhir tidak menyebabkan kenaikan titik tuang, hal ini disebabkan karena penambahan konsentrasi tidak menyebabkan perpanjangan rantai karbon, tetapi penambahan cabang dari senyawa. Nilai titik tuang yang rendah ini merupakan keunggulan yang dimiliki oleh produk hasil modifikasi, jika dibandingkan dengan HVI 160 dan Yubase yang hanya memiliki titik tuang sebesar -16°C dan -13°C .

4.3.4 Titik Nyala

Titik nyala (*Flash Point*) merupakan titik terendah, dimana uap dari minyak lumas tersebut dapat menimbulkan nyala api. Nyala api ini hanya bersifat sementara, sehingga api tidak akan tetap menyala hingga mengakibatkan minyak lumas habis terbakar. Titik nyala ini diperlukan sehubungan dengan keamanan dalam penyimpanan dan pengangkutan minyak, serta sebagai salah satu indikasi bila minyak lumas tercampur dengan fraksi-fraksi ringan dari suatu hidrokarbon. Titik nyala cenderung meningkat dengan peningkatan massa molekul relatif.



Universitas Indonesia

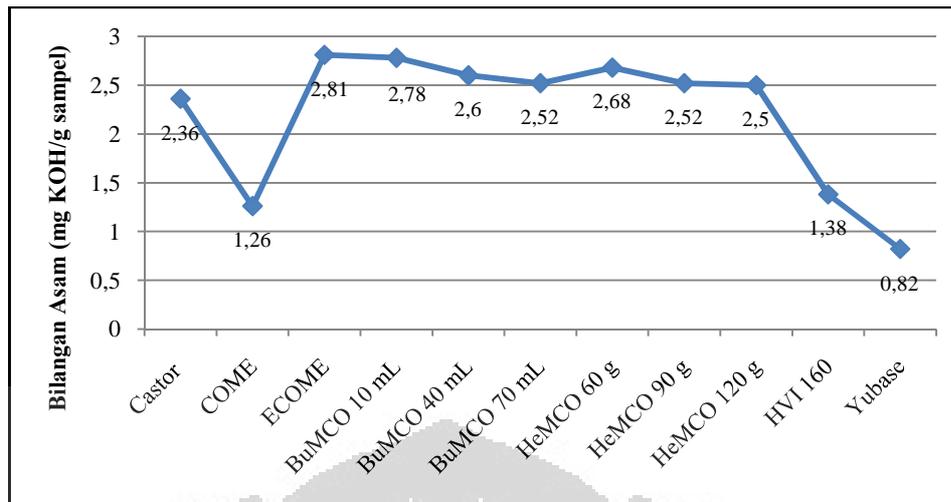
Gambar 4.19. Grafik nilai titik nyala produk reaksi modifikasi dengan minyak mineral sebagai pembanding

Pada Gambar 4.19. terlihat bahwa pada *Castor oil* memiliki nilai titik nyala yang paling tinggi dibandingkan dengan produk dari setiap tahapan modifikasi. Hal ini karena reaksi modifikasi merupakan suatu cara untuk menurunkan dan memperbaiki nilai dari titik nyala suatu minyak lumas. Apabila nilai titik nyala suatu minyak lumas terlalu tinggi, maka akan bersifat buruk pada mesin. Ketika mesin tersebut bekerja, maka diperlukan suhu yang tinggi agar pelumas tersebut dapat melumasi mesin. Pada keadaan demikian akan membuat mesin memerlukan energi yang sangat besar untuk dapat bekerja, dengan demikian akan membuat mesin menjadi berat untuk bekerja dan cepat rusak.

Nilai titik nyala untuk suatu mesin bensin biasanya berkisar kurang lebih 200°C. Dalam rentang suhu ini, maka mesin tidak akan terbebani dalam pelumasannya, dan untuk kerja mesin tidak begitu diperlukan usaha yang cukup besar. Pada produk BuMCO, nilai titik nyalanya masih di bawah 200°C, sedangkan produk HeMCO, nilai titik nyalanya sudah mencapai 200°C. Namun, nilai ini masih kecil jika dibandingkan dengan nilai titik nyala yang dimiliki HVI 160 dan Yubase.

4.3.5 Bilangan Asam

Bilangan asam (*Total Acid Number*) merupakan jumlah milligram KOH yang diperlukan untuk menetralkan asam lemak bebas yang terdapat dalam 1 gram minyak lumas. Bilangan asam merupakan salah satu karakteristik kimia dari minyak lumas yang sangat penting, karena dengan mengetahui nilai bilangan asam, kita dapat mengetahui tingkat korositas minyak lumas tersebut terhadap mesin. Pengukuran bilangan asam pada masing-masing produk tahapan reaksi modifikasi dilakukan dengan cara titrasi asam basa.



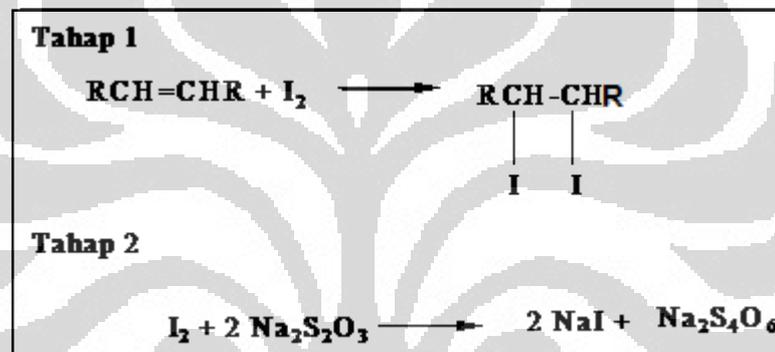
Gambar 4.20. Grafik nilai bilangan asam produk reaksi modifikasi dengan minyak mineral sebagai pembanding

Pada Gambar 4.20. dapat dilihat bahwa nilai bilangan asam *Castor oil* menurun setelah melalui reaksi transesterifikasi, hal ini disebabkan karena adanya pengurangan jumlah asam lemak bebas menjadi bentuk metil ester. Pada produk hasil reaksi modifikasi tahap tiga, nilai bilangan asamnya masih cukup tinggi, jika dibandingkan dengan nilai bilangan HVI 160 dan Yubase. Hal ini mungkin disebabkan karena proses pemurnian yang belum sempurna, mengingat katalis yang digunakan pada reaksi tahap dua dan tiga adalah katalis asam.

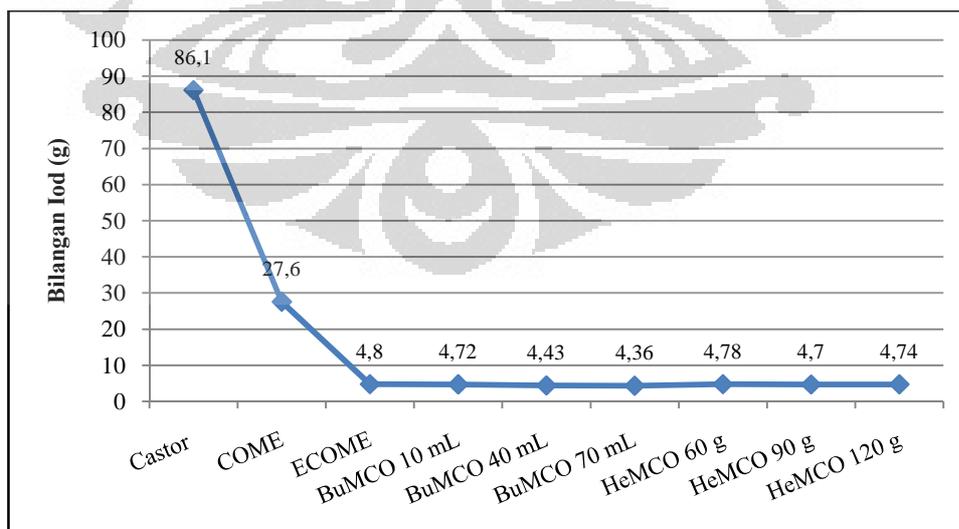
4.3.6 Bilangan Iod

Suatu minyak lumas nabati, seperti *Castor oil*, pada awalnya terdiri dari banyak trigliserida. Trigliserida tersebut memiliki ikatan rangkap pada strukturnya. Adanya ikatan rangkap yang bersifat tidak stabil ini akan membuat minyak lumas menjadi lebih mudah untuk teroksidasi. Tingginya probabilitas suatu minyak lumas teroksidasi akan mengakibatkan minyak lumas menjadi tengik dan memiliki nilai bilangan asam yang cukup tinggi. Keadaan ini akan membuat mesin menjadi mudah terkorosi.

Bilangan iod (*Iodine Number*), didefinisikan sebagai jumlah gram iodin yang diserap oleh 100 g minyak. Pengukuran bilangan iod bertujuan untuk mengetahui tingkat ketahanan dari minyak lumas tersebut dari oksidasi. Penentuan bilangan iod dilakukan dengan metode Wijs. Prinsip dasar dari metode ini adalah trigliserida tidak jenuh mempunyai kemampuan mengabsorpsi sejumlah iod, khususnya apabila dibantu dengan suatu *carrier* seperti iodin klorida, membentuk suatu senyawa jenuh. Jumlah iod yang diabsorpsi menunjukkan ketidakjenuhan minyak. Pada sejumlah sampel minyak ditambahkan iod berlebih, dan kelebihan iod dititrasi dengan natrium tiosulfat, sehingga iod yang diabsorpsi oleh minyak dapat diketahui jumlahnya



Gambar 4.21. Reaksi dalam penentuan bilangan iod



Gambar 4.22. Grafik nilai bilangan iod produk reaksi modifikasi

Pada Gambar 4.22. dapat dilihat bahwa nilai bilangan iod tertinggi terdapat pada *Castor oil*, yaitu sebesar 86,1 g, hal ini disebabkan karena kandungan ikatan tidak jenuh (rangkap) yang sangat tinggi. Kemudian terjadi penurunan nilai bilangan iod yang sangat signifikan pada ECOME. Hal ini membuktikan bahwa ikatan rangkap yang terdapat pada minyak lumas telah dikurangi dengan cara pembukaan ikatan rangkap menjadi bentuk epoksidanya. Adanya penurunan nilai bilangan iod dari masing-masing tahap modifikasi menunjukkan bahwa reaksi modifikasi ini dapat meminimalisir jumlah ikatan rangkap dan menambah ketahanan minyak lumas untuk teroksidasi.

Pada produk BuMCO dan HeMCO, nilai bilangan iodinnya cenderung menurun seiring dengan bertambahnya konsentrasi, namun nilainya tidak begitu berbeda dibandingkan dengan ECOME. Hal ini disebabkan karena cincin epoksida tidak seluruhnya diadisi oleh senyawa diol, sehingga terdapat juga pembukaan cincin yang disertai dengan terbentuknya kembali ikatan rangkap pada minyak lumas.

4.4 Uji Kompatibilitas Produk Modifikasi dengan Minyak Mineral

4.4.1 Pencampuran dengan HVI 160 (8% w/w)

High Viscosity Index 160 (HVI 160) merupakan minyak mineral berbahan dasar minyak bumi, dengan indeks viskositas sekitar 80-100. HVI 160 yang digunakan pada uji kompatibilitas ini memiliki indeks viskositas sebesar 97 dan berwarna kuning bening.

Pada tahap awal, dilakukan pencampuran (*blending*) dari produk BuMCO (*Castor oil* yang dimodifikasi dengan 0,1129; 0,4514; dan 0,7900 mol 1,4-butanadiol) dengan HVI 160 pada komposisi 8% w/w. Hal yang sama juga dilakukan pada Produk HeMCO (*Castor oil* yang dimodifikasi dengan 0,5076; 0,7614; dan 1,0152 mol 1,6-heksanadiol). Pencampuran ini bertujuan untuk menentukan komposisi optimum senyawa diol yang digunakan pada reaksi modifikasi tahap tiga (pembukaan cincin epoksida), sehingga memiliki kompatibilitas yang baik dengan minyak mineral yang diuji.

Universitas Indonesia

Pencampuran dilakukan dengan pengadukan selama satu jam pada suhu ruang. Pada saat awal pencampuran, produk BuMCO dan HeMCO terlihat bercampur dengan baik dalam HVI 160, tetapi setelah didiamkan beberapa saat terjadi pemisahan, dimana lapisan atas berwarna kuning keruh dan lapisan bawah berwarna coklat. Hal ini kemungkinan disebabkan karena produk yang dihasilkan masih cenderung bersifat polar akibat gugus OH yang cukup banyak dan masih terdapatnya pengotor berupa air. Selain itu, rantai karbon yang terbentuk akibat penambahan senyawa 1,4-butanadiol dan 1,6-heksanadiol pada reaksi modifikasi tahap tiga ternyata belum dapat menyamai sifat minyak mineral yang non polar.

Pengamatan secara visual terlihat bahwa pencampuran paling optimum terjadi pada campuran HVI 160 dengan produk BuMCO 70 mL (*Castor oil* yang dimodifikasi dengan 0,7900 mol 1,4-butanadiol) dan produk HeMCO 90 g (*Castor oil* yang dimodifikasi dengan 0,7614 mol 1,6-heksanadiol). Hal ini juga terlihat dari pengujian viskositas kinematik (Tabel 4.5.), dimana didapat nilai indeks viskositas yang paling tinggi, yaitu sebesar 95 dan 96.

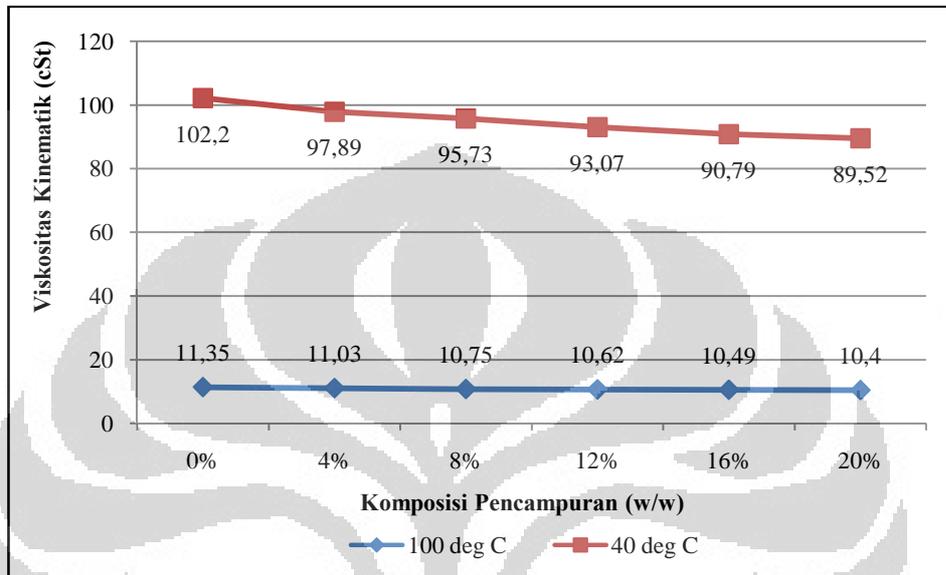
4.4.2 Pencampuran dengan HVI 160 dan Yubase pada Berbagai Komposisi (4%, 8%, 12%, 16%, dan 20%)

Pada uji kompatibilitas ini, produk yang digunakan, yaitu BuMCO 70 mL dan HeMCO 90 g, yang telah ditentukan dari uji kompatibilitas sebelumnya. Pencampuran dilakukan dengan HVI 160 dan Yubase pada komposisi pencampuran 4; 8; 12; 16; dan 20% w/w. Yubase merupakan minyak mineral yang berbahan dasar minyak bumi yang telah mengalami proses *hydrocracking* dan *wax isomerization*, sehingga memiliki kualitas yang lebih bagus sebagai minyak lumas dasar atau disebut juga *Very High Viscosity Index (VHVI) base oil*.

Uji kompatibilitas ini bertujuan untuk melihat komposisi optimum pencampuran. Dari hasil pengamatan secara visual, terlihat bahwa campuran masih tetap memisah, namun pemisahan yang terjadi tidak sempurna, sekitar sepertiga volum produk BuMCO dan HeMCO tetap bercampur dalam minyak mineral. Hal ini juga dibuktikan dengan hasil pengujian viskositas kinematik yang menunjukkan adanya perubahan viskositas dari minyak mineral tersebut.

Universitas Indonesia

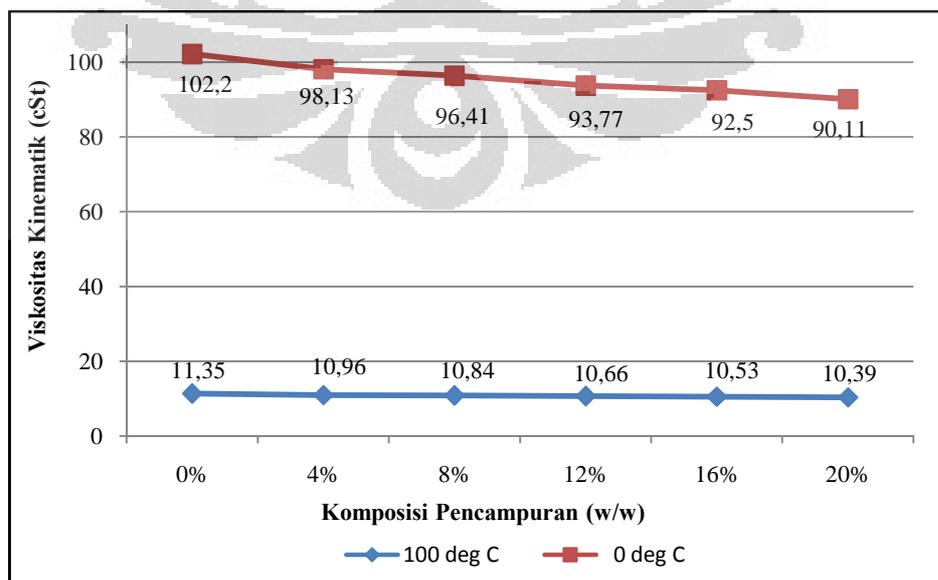
Pemisahan pada HVI 160 membutuhkan waktu yang lebih lama dibandingkan dengan Yubase. Namun, produk bercampur dengan lebih baik dalam Yubase, hal ini terlihat dari lapisan atas Yubase yang lebih bening dibandingkan dengan HVI 160.



Keterangan: Komposisi pencampuran 0% = HVI 160 murni

Komposisi pencampuran 4; 8; 12; 16; 20 % w/w = HVI 160 + BuMCO 70 mL

Gambar 4.23. Grafik variasi komposisi pencampuran HVI 160 dengan BuMCO 70 mL terhadap nilai viskositas kinematik



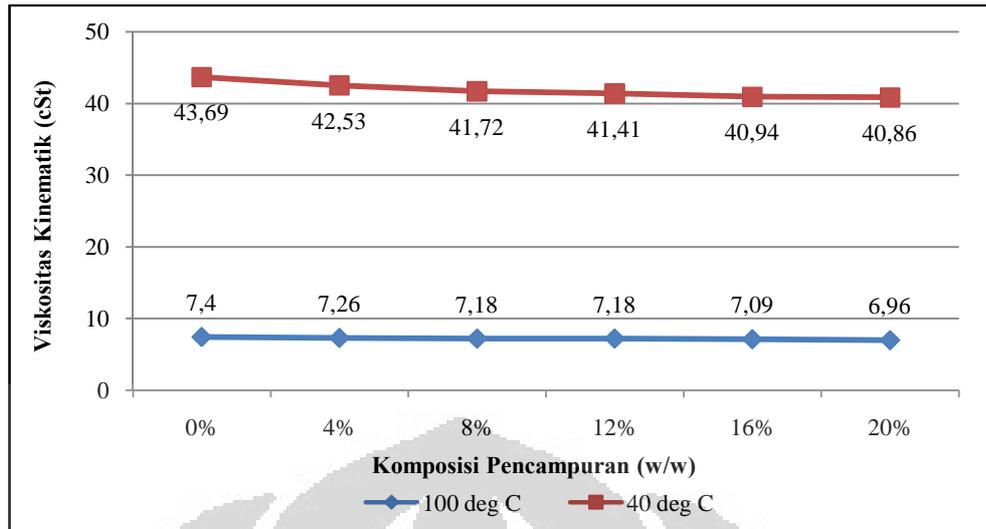
Universitas Indonesia

Keterangan: Komposisi pencampuran 0% w/w = HVI 160 murni

Komposisi pencampuran 4; 8; 12; 16; 20 % w/w = HVI 160 + HeMCO 90 g

Gambar 4.24. Grafik variasi komposisi pencampuran HVI 160 dengan HeMCO 90 g terhadap nilai viskositas kinematik

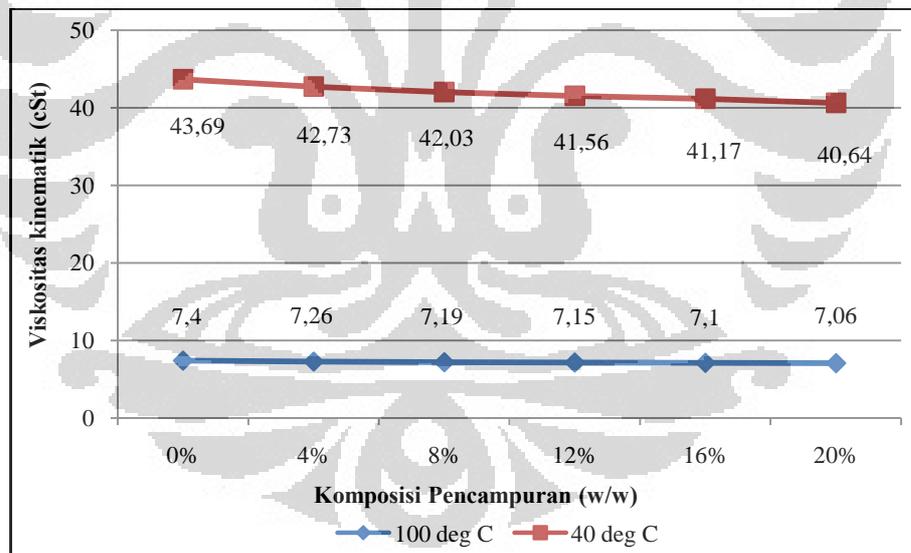
Pada Gambar 4.23. dan 4.24. terlihat, bahwa nilai viskositas kinematik HVI 160 semakin menurun seiring dengan meningkatnya komposisi produk BuMCO dan HeMCO yang ditambahkan. Pada suhu 40°C, terjadi penurunan viskositas dengan interval yang cukup besar (sekitar 4 cSt), dan penambahan pada komposisi 20% w/w, bisa menurunkan viskositas hingga sekitar 12 cSt. Namun, pada suhu 100°C, interval penurunan viskositas tidak terlalu besar, dan penambahan produk BuMCO dan HeMCO hingga komposisi 20% w/w hanya bisa menurunkan viskositas sekitar 1 cSt. Hal ini membuktikan bahwa penambahan produk tidak begitu mempengaruhi viskositas minyak mineral (HVI 160) pada suhu yang tinggi, sehingga minyak lumas masih memiliki kekentalan yang cukup untuk melumasi mesin. Selain itu, adanya gugus OH yang berasal dari produk diharapkan dapat menambah kepolaran dari minyak lumas yang sangat membantu dalam sifat pelumasan pada mesin. Gugus polar tersebut akan cenderung berinteraksi dengan logam yang terdapat pada mesin dan membentuk lapisan tipis yang kuat dalam melindungi permukaan logam mesin. Di sisi lain, bagian non polar dari minyak lumas, yaitu berupa rantai karbonnya akan melindungi dari gesekan dan panas yang terjadi selama pergerakan.



Keterangan: Komposisi pencampuran 0% w/w = Yubase murni

Komposisi pencampuran 4; 8; 12; 16; 20 % w/w = Yubase + BuMCO 70 mL

Gambar 4.25. Grafik variasi komposisi pencampuran Yubase dengan BuMCO 70 mL terhadap nilai viskositas kinematik



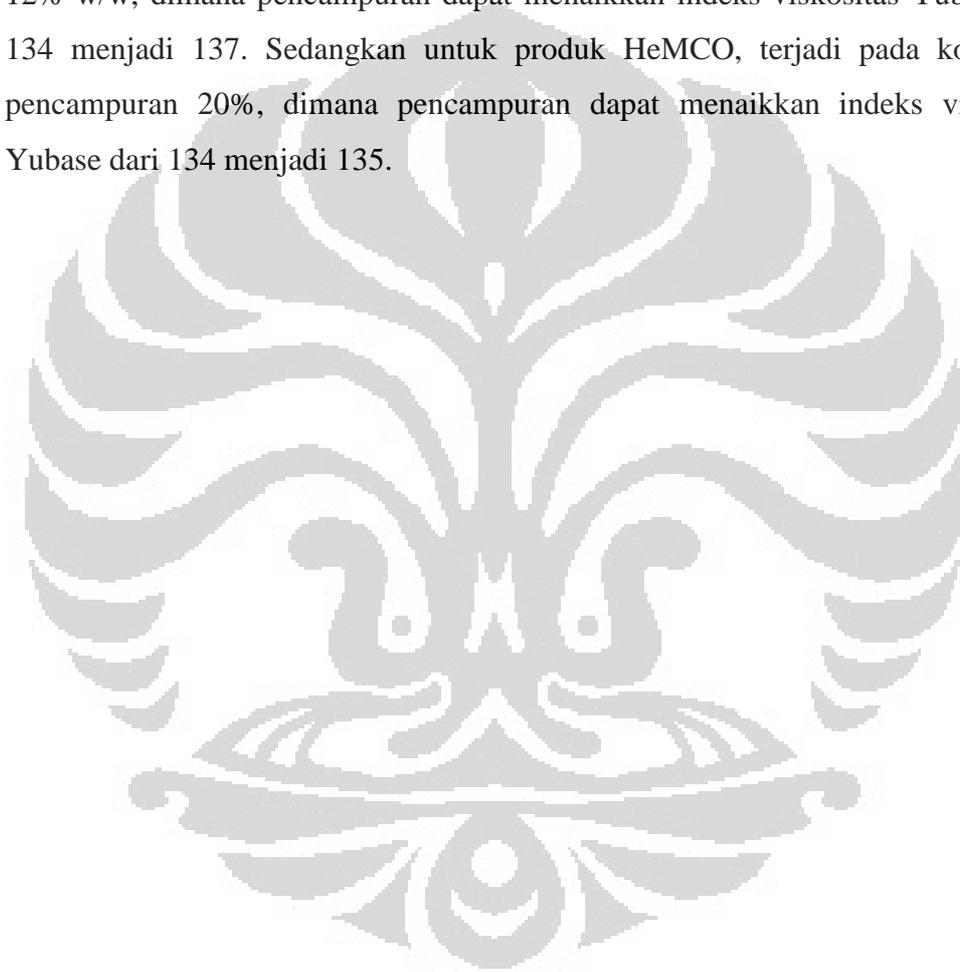
Keterangan: Komposisi pencampuran 0% w/w = Yubase murni

Komposisi pencampuran 4; 8; 12; 16; 20 % w/w = Yubase + HeMCO 90 g

Gambar 4.26. Grafik variasi komposisi pencampuran Yubase dengan HeMCO 90 g terhadap nilai viskositas kinematik

Pada Gambar 4.25. dan 4.26. dapat dilihat bahwa penambahan produk BuMCO dan HeMCO tidak begitu mempengaruhi viskositas kinematik Yubase pada suhu 40°C dan 100°C. Penurunan nilai viskositas kinematik ini disebabkan karena kurang kuatnya interaksi intermolekuler yang terjadi antara produk dengan Yubase, hal ini terlihat dari tidak terjadinya pencampuran yang sempurna.

Pada Tabel 4.8. dan 4.9., dapat disimpulkan bahwa komposisi optimum pencampuran produk BuMCO dengan Yubase terjadi pada komposisi 12% w/w, dimana pencampuran dapat menaikkan indeks viskositas Yubase dari 134 menjadi 137. Sedangkan untuk produk HeMCO, terjadi pada komposisi pencampuran 20%, dimana pencampuran dapat menaikkan indeks viskositas Yubase dari 134 menjadi 135.



BAB 5

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

1. Kondisi optimum reaksi pembukaan cincin epoksida ECOME didapat pada penambahan 1,4-butanadiol sebanyak 70 mL (0,7900 mol) dan 1,6-heksanadiol sebanyak 90 g (0,7614 mol).
2. *Butanediol Modified Castor Oil* (BuMCO) dan *Hexanediol Modified Castor Oil* (HeMCO) belum memiliki karakteristik minyak lumas dasar yang baik, namun memiliki nilai titik tuang yang rendah dan nilai titik nyala yang tinggi.
3. Kompatibilitas *Butanediol Modified Castor Oil* (BuMCO) dengan minyak mineral yang diuji lebih baik bila dibandingkan dengan *Hexanediol Modified Castor Oil* (HeMCO). Hal ini disebabkan karena adanya faktor sterik dari HeMCO yang melemahkan interaksi intermolekuler dengan minyak mineral.
4. Kompatibilitas *Butanediol Modified Castor Oil* (BuMCO) dan *Hexanediol Modified Castor Oil* (HeMCO) dengan Yubase, lebih baik dibandingkan dengan HVI 160, yang teramati secara visual maupun uji viskositas.
5. Penambahan *Butanediol Modified Castor Oil* (BuMCO) dan *Hexanediol Modified Castor Oil* (HeMCO) tidak menurunkan viskositas minyak mineral yang diuji secara signifikan, bahkan bisa menaikkan nilai indeks viskositasnya.

5.2 Saran

1. Pemurnian produk hasil modifikasi merupakan proses yang penting, karena adanya pengotor berupa air, sisa reaktan, maupun katalis, dapat mempengaruhi karakteristik fisiko - kimia dari produk. Oleh karena itu, pencucian harus dilakukan sampai sisa katalis dan reaktan benar-benar hilang,

yaitu dengan menggunakan kertas lakmus. Sedangkan pemanasan pada kondisi vakum untuk penghilangan sisa-sisa aquades, perlu diperhatikan suhu dan tekanan yang diberikan, sehingga aquades benar-benar hilang dan tidak merusak struktur minyak nabati. Selain itu, penghilangan air dapat juga dilakukan dengan penambahan garam Na_2SO_4 anhidrat.

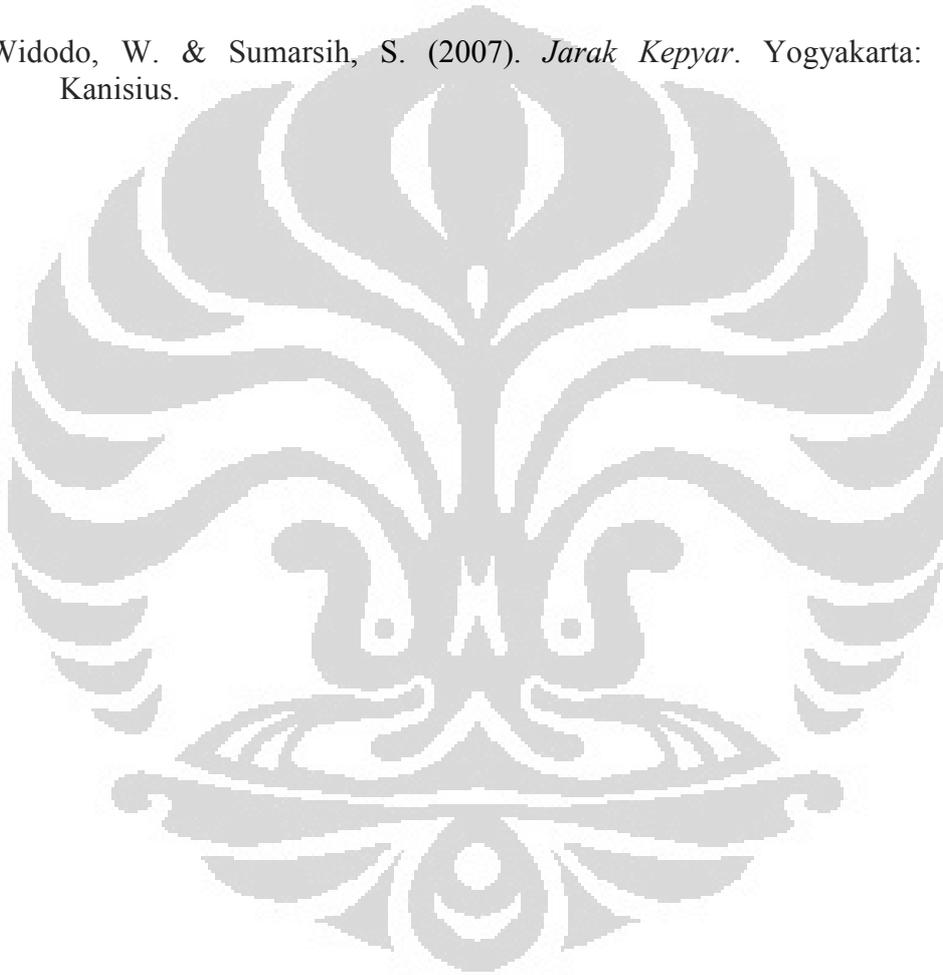
2. Perlu ditentukan kondisi optimum reaksi pembukaan cincin epoksida ECOME dengan menggunakan senyawa 1,4-butanadiol dan 1,6-heksanadiol, sehingga rendemen yang didapat lebih optimum dan reaksi dapat berlangsung dengan sempurna
3. Penggunaan senyawa lain, misalnya alkohol rantai panjang, yang menghasilkan produk modifikasi yang lebih kompatibel dengan base oil yang diuji, yaitu HVI 160 dan Yubase.



DAFTAR PUSTAKA

- Anggoro, M.A. (2009). *Pembuatan Biopelumas Melalui Reaksi Modifikasi Tiga Tahap pada Minyak Tanaman Jarak Ricinus communis L. (Castor Oil) serta Uji Kompatibilitasnya Terhadap Beberapa Base Oil* (Laporan PKL). Depok: Departemen Kimia FMIPA Universitas Indonesia,.
- Fessenden, & Fessenden. (1986). *Kimia Organik* (edisi ketiga jilid 2 dan 3). (Aloysius Hadyana Pudjaatmaka, Penerjemah). Jakarta: Erlangga.
- Hernawati, B.D. (2009). *Pembuatan Biopelumas Melalui Reaksi Modifikasi Tiga Tahap pada Minyak Tanaman Jarak Ricinus communis L. (Castor Oil) serta Uji Kompatibilitasnya Terhadap Beberapa Base Oil* (Laporan PKL). Depok: Departemen Kimia FMIPA Universitas Indonesia.
- Hill, M.G. (2003). *International Edition Organic Chemistry* (5th ed.). America: Mc Graw Hill Companies, Inc.
- Irfani, M. (2006). *Reaksi α -pinena dengan Hidrogen Peroksida (H_2O_2)-Asetonitril Dalam Suasana Asam*. Semarang: Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang.
- Jasin, M.D. (2003). *Perkembangan Teknologi Mesin Otomotif vs Kebutuhan Teknologi Bahan Bakar*. Jakarta: Lembaran Publikasi Lemigas.
- Karina, R.M. (2005). *Stabilitas Oksidasi Castor Oil sebagai Minyak Lumas Dasar* (Tesis). Depok: Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Indonesia.
- La Puppung, P. (1986). *Minyak Jarak Memiliki Potensi Sebagai Bahan Dasar Minyak Lumas*. Jakarta: Lembaran Publikasi Lemigas No. 4/1986.
- Misriyanto, E. (2009). *Alternatif Penggunaan Minyak Pelumas Kendaraan Tempur Dalam Rangka Menuju Kesiapan Operasi Pertahanan*. Jakarta: Litbang Pertahanan Indonesia. 12 Januari 2010. <http://www.buletinlitbang.dephan.go.id/index>
- O'Shea Company, G.R. (2005). *Castor Oil and Its Chemistry*. 30 Maret 2010. <http://www.groshea.com>
- Prihandana, R. & Hendroko, R. (2007). *Energi Hijau*. Jakarta: Penebar Swadaya.
- Rudnick, L.R. (2006). *Synthetics, Mineral Oil, and Bio-Based Lubricants: Chemistry and Technology*. New York: Taylor & Francis Group.

- Saputra, A.H. *Sekilas Tentang Minyak Pelumas*. Shvoong. <http://id.shvoong.com/tags/sekilas-tentang-minyak-pelumas/>. 31 Mei 2009.
- Shreve, R.N. (1956). *Chemical Engineering Series, The Chemical Process Industry 2nd eds*. New York, Toronto, London.
- Suhardono, E. (2006). *Etil Ester Sebagai Biodiesel Masa Datang*. Jakarta: Lembaran Publikasi Lemigas.
- Wartawan, A.L. (1998). *Pelumas Otomotif dan Industri*. Jakarta: Balai Pustaka.
- Widodo, W. & Sumarsih, S. (2007). *Jarak Kepyar*. Yogyakarta: Penerbit Kanisius.



Lampiran 1. Perhitungan secara teoritis

Tahap I: Transesterifikasi

Trigliserida	+	3 Metanol	→	3 COME	+	Gliserol
$C_{57}H_{104}O_9$	+	3 CH_4O	→	3 $C_{19}H_{36}O_3$	+	$C_3H_8O_3$
2,3158 mol		13,8744 mol		-		-
2,3158 mol		6,9474 mol		6,9474 mol		2,3158 mol
-		6,9270 mol		6,9474 mol		2,3158 mol

Castor Oil awal

$$\begin{aligned} \rho &= 0,9592 \text{ g/ mL} \\ \text{massa} &= \rho \times \text{volume} \\ &= 0,9592 \text{ g/ mL} \times 2250 \text{ mL} \\ &= 2158,20 \text{ g} \\ \text{mol} &= \text{massa/ Mr} \\ &= \frac{2158,2 \text{ g}}{932 \text{ g/mol}} = 2,3157 \text{ mol} \end{aligned}$$

Metanol

$$\begin{aligned} \rho &= 0,79 \text{ g/mol} \\ \text{massa} &= \rho \times \text{volume} = 0,79 \text{ g/ mL} \times 562 \text{ mL} = 443,98 \text{ g} \\ \text{mol} &= \frac{\text{massa}}{\text{Mr}} = \frac{443,98 \text{ g}}{32 \text{ g/mol}} = 13,8744 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{COME yang terbentuk} &= 6,9474 \text{ mol} \times 312 \text{ g/mol} \\ &= 2167,58 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Gliserol} &= 2,3158 \text{ mol} \times 92 \text{ g/mol} \\ &= 213,05 \text{ g} \end{aligned}$$

(lanjutan)

Tahap I : Transesterifikasi

2250 mL Castor Oil + 562 mL Metanol + 7,56 g KOH



2650 mL COME + 100 mL Gliserol



Dicuci dan divakum menjadi 2491 mL COME

Menggunakan Corong Pisah

$$\text{Efisiensi pencucian} = \frac{\text{volume akhir pencucian}}{\text{volume awal pencucian}} \times 100\% = \frac{2491 \text{ mL}}{2650 \text{ mL}} \times 100\% = 94,00\%$$

$$\rho \text{ COME} = 0,9308 \text{ g/ mL}$$

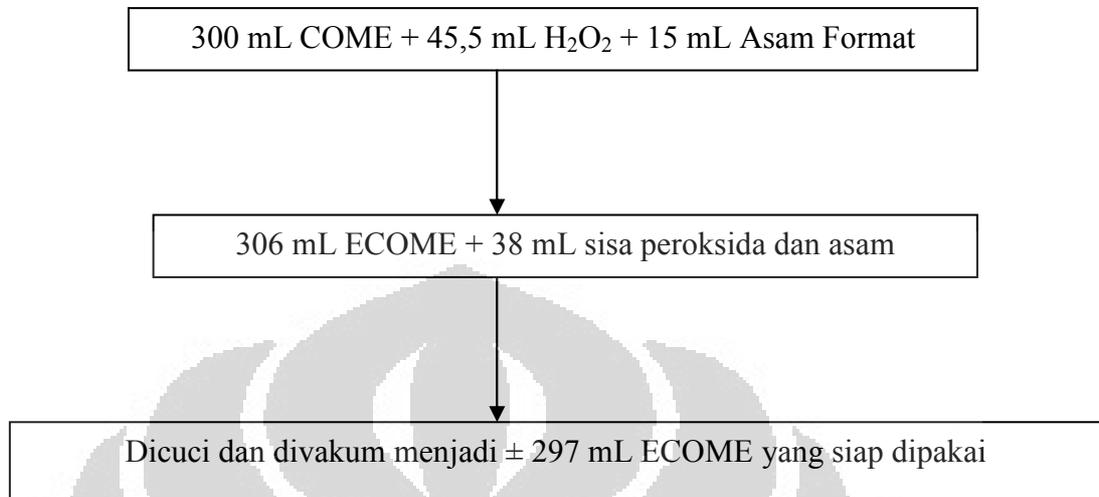
$$\begin{aligned} \text{COME yang diperoleh} &= \rho \text{ COME} \times \text{Volume COME yang diperoleh} \\ &= 0,9308 \text{ g/ mL} \times 2491 \text{ mL} \\ &= 2318,62 \text{ g} \end{aligned}$$

Kesalahan relatif COME yang terbentuk (dibandingkan dengan nilai teoritis) =

$$\frac{\text{nilai sebenarnya} - \text{nilai teoritis}}{\text{nilai teoritis}} \times 100\% = \frac{2318,62 - 2167,58}{2318,62} \times 100\% = 6,5 \%$$

(lanjutan)

Tahap II: Epoksidasi

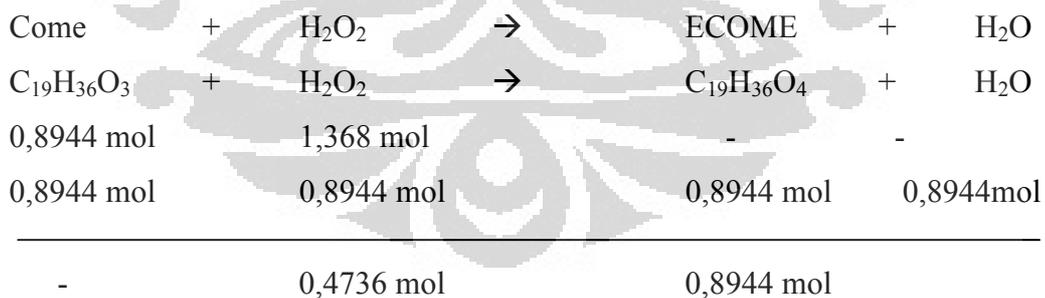


Setelah pencucian dan vakum :

Menggunakan Corong Pisah

$$\begin{aligned} \text{Efisiensi pencucian} &= \frac{\text{volume akhir pencucian}}{\text{volume awal pencucian}} \times 100\% = \frac{297 \text{ mL}}{306 \text{ mL}} \times 100\% \\ &= 97.05 \% \end{aligned}$$

Tahap II: Epoksidasi



ECOME yang terbentuk secara teoritis

$$\begin{aligned} \text{massa} &= 0,8944 \text{ mol} \times 328 \text{ g/ mol} \\ &= 293,36 \text{ g} \end{aligned}$$

(lanjutan)

ECOME yang terbentuk dari reaksi

$$\rho \text{ ECOME} = 0,9568 \text{ g/ mL}$$

massa = ρ COME x volume ECOME yang diperoleh

$$= 0,9568 \text{ g/ mL} \times 297 \text{ mL}$$

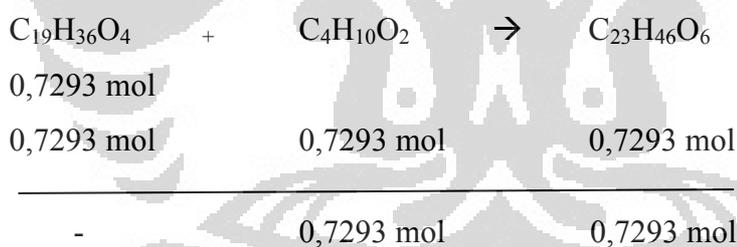
$$= 284,17 \text{ gram}$$

Kesalahan Relatif :

$$\frac{\text{nilai sebenarnya} - \text{nilai teoritis}}{\text{nilai teoritis}} \times 100\% = \frac{284,17 - 293,36}{293,36} \times 100\% = 3,13 \%$$

Tahap III: Pembukaan Cincin Epoksida

Reaksi Pembukaan Epoksida dengan 1,4-Butanadiol (reaksi sempurna) :



$$\begin{aligned} \text{massa ECOME} &= \rho \times \text{volume ECOME} \\ &= 0,9568 \text{ g/ mL} \times 250 \text{ mL} \\ &= 239,2 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\text{mol ECOME} = \text{massa} / \text{Mr}$$

$$= \frac{239,2 \text{ g}}{328 \text{ g/ mol}} = 0,7293 \text{ mol}$$

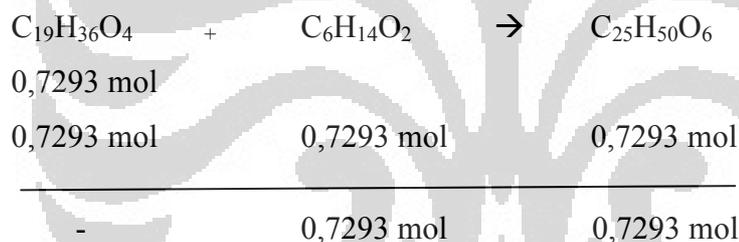
(lanjutan)

$$\begin{aligned} \text{Massa 1,4-Butanadiol yang dibutuhkan} &= \text{mol} \times \text{Mr} \\ &= 0,7293 \text{ mol} \times 90,121 \text{ g/mol} \\ &= 65,73 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Volume 1,4-Butanadiol yang dibutuhkan} &= \text{massa} / \rho \\ &= \frac{65,73 \text{ g}}{1,0171 \text{ g/mL}} = 64,62 \text{ mL} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{BuMCO yang terbentuk} &= \text{mol} \times \text{Mr} \\ &= 0,7293 \text{ mol} \times 418,61 \text{ g/mol} \\ &= 305,29 \text{ g} \end{aligned}$$

Reaksi Pembukaan Epoksida dengan 1,6-Heksanadiol (reaksi sempurna):



$$\begin{aligned} \text{Massa 1,6-Heksanadiol yang dibutuhkan} &= \text{mol} \times \text{Mr} \\ &= 0,7293 \text{ mol} \times 118,20 \text{ g/mol} \\ &= 86,20 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Volume 1,6-Heksanadiol yang dibutuhkan} &= \text{massa} / \rho \\ &= \frac{86,20 \text{ g}}{0,97 \text{ g/mL}} = 88,87 \text{ mL} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{HeMCO yang terbentuk} &= \text{mol} \times \text{Mr} \\ &= 0,7293 \text{ mol} \times 446,66 \text{ g/mol} \\ &= 325,74 \text{ g} \end{aligned}$$

(lanjutan)

Lampiran 2. Gambar prosedur

Tahap I: Transesterifikasi



Tahap II: Epoksidasi



Tahap III: Pembukaan Cincin Epoksida



(lanjutan)

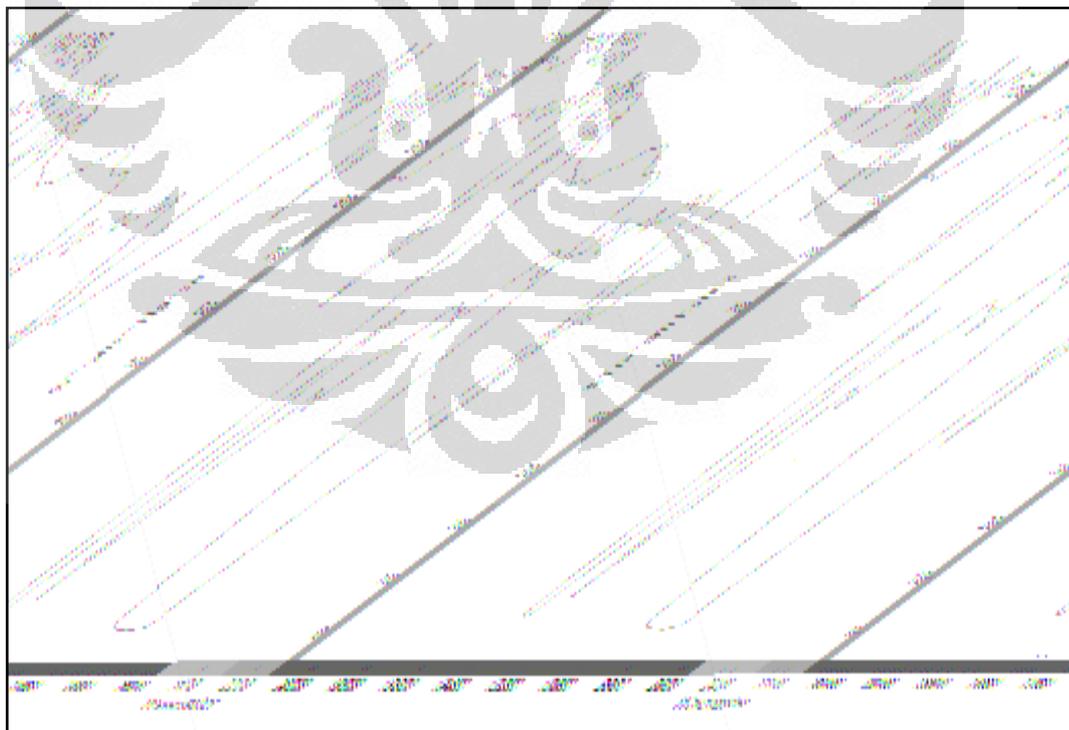
Pencucian dan Pemanasan pada Kondisi Vakum



Pencucian dengan corong pisah

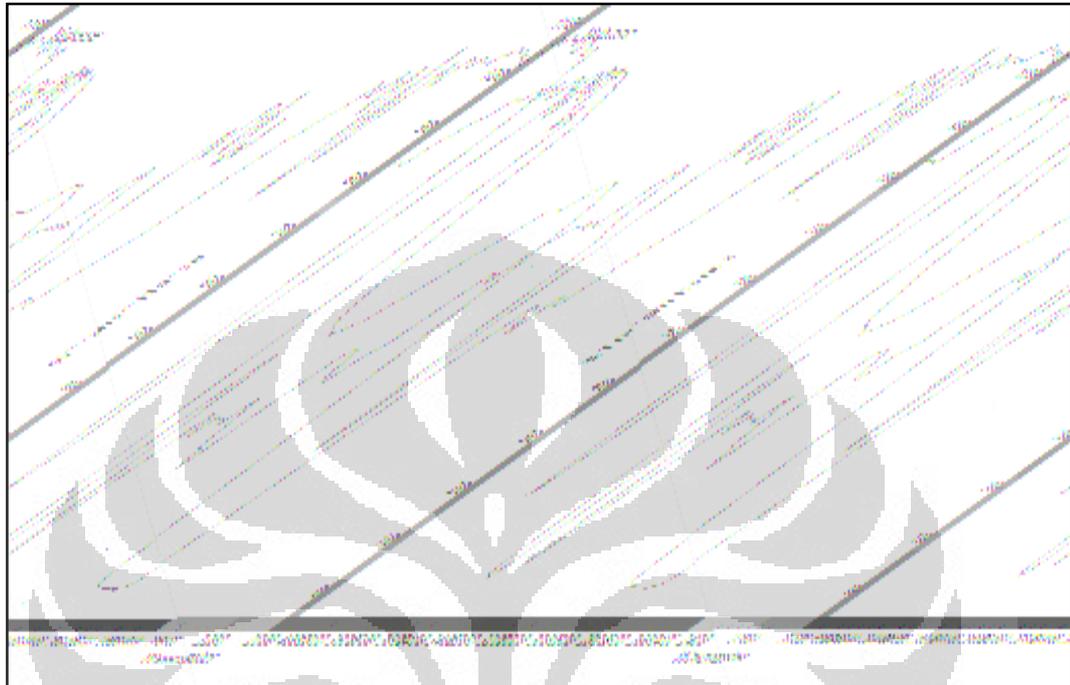
Pemanasan pada kondisi vakum

Lampiran 3. Gambar spektrum IR HVI 160

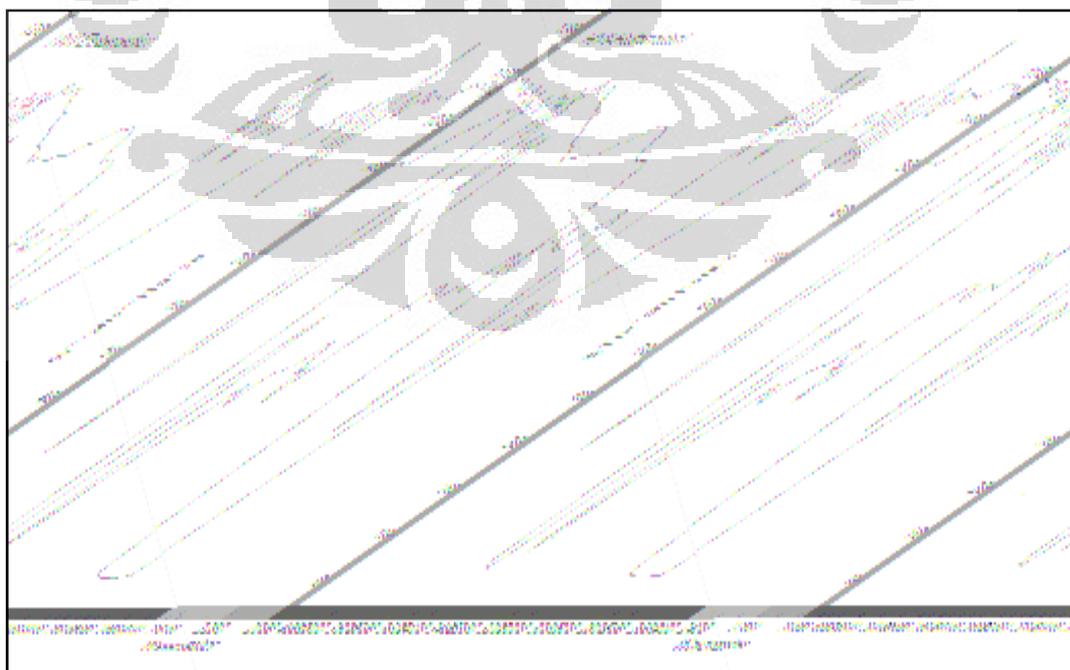


(lanjutan)

Lampiran 4. Gambar spektrum IR Yubase

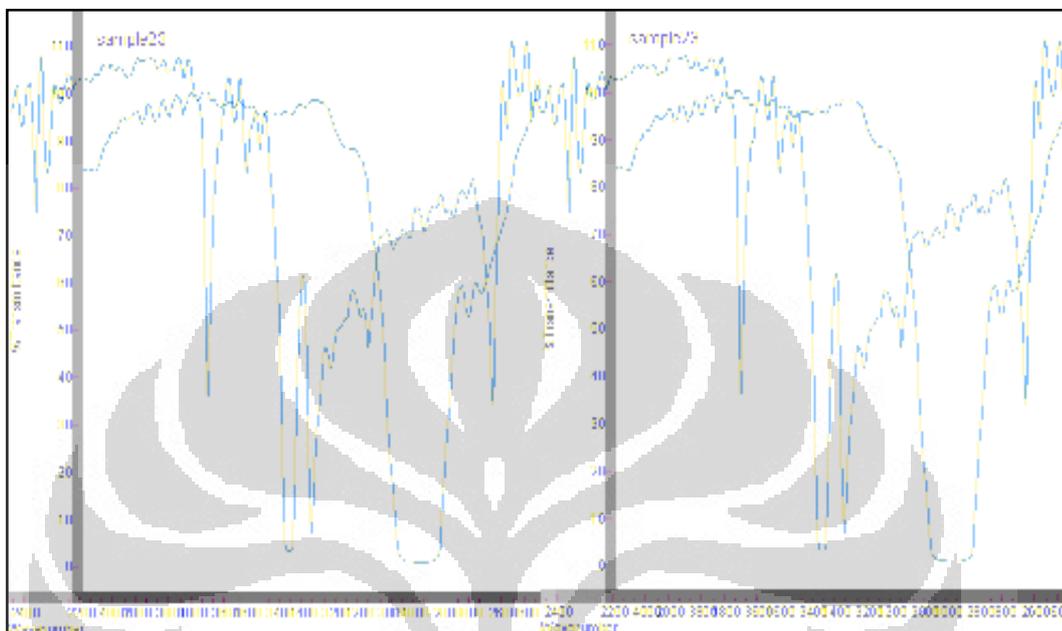


Lampiran 5. Gambar spektrum IR pencampuran HVI 160 & *Butanediol Modified Castor Oil (BuMCO)*

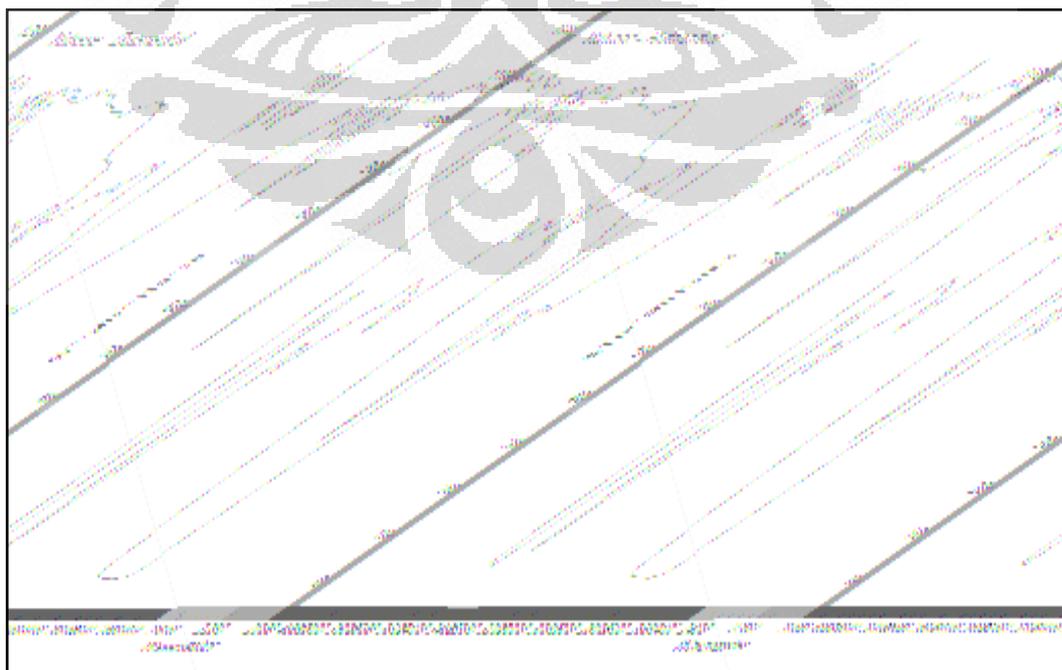


(lanjutan)

Lampiran 6. Gambar spektrum IR pencampuran HVI 160 & *Hexanediol Modified Castor Oil* (HeMCO)



Lampiran 7. Gambar spektrum IR pencampuran Yubase & *Butanediol Modified Castor Oil* (BuMCO)



(lanjutan)

Lampiran 8. Gambar spektrum IR pencampuran Yubase & *Hexanediol Modified Castor Oil* (HeMCO)

