

UNIVERSITAS INDONESIA

PEMBUATAN MINYAK LUMAS DASAR DARI TANAMAN JARAK *Ricinus communis L* MENGGUNAKAN SENYAWA 1,3-PROPANADIOL DAN 1,5-PENTANADIOL SERTA UJI KOMPATIBILITASNYA TERHADAP MINYAK MINERAL

SKRIPSI

THERESIA ANSI VIRDA ARIZONA 0606029082

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM PROGRAM STUDI S1 REGULER KIMIA DEPOK JULI 2010



PEMBUATAN MINYAK LUMAS DASAR DARI TANAMAN JARAK *Ricinus communis L* MENGGUNAKAN SENYAWA 1,3-PROPANADIOL DAN 1,5-PENTANADIOL SERTA UJI KOMPATIBILITASNYA TERHADAP MINYAK MINERAL

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana sains

THERESIA ANSI VIRDA ARIZONA 0606029082

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM PROGRAM STUDI S1 REGULER 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 : Theresia Ansi Virda Arizona

NPM : 0606029082

Tanda Tangan : ...

Tanggal : ...

HALAMAN PENGESAHAN

: Theresia Ansi Virda Arizona

: 06060629082

Skripsi ini diajukan oleh

Nama

NPM

Program Studi Judul Skripsi	: S1 Reguler Kimia : Pembuatan Minyak Lum Jarak <i>Ricinus communis I</i> 1,3-Propanadiol dan 1,5-I Kompatibilitasnya tehada	L Menggunakan Senyawa Pentanadiol serta Uji
bagian persyara	lipertahankan di hadapan Dewan Pen tan yang diperlukan untuk memper tudi Kimia, Fakultas Matematika dar nesia	roleh gelar Sarjana Sains
	DEWAN PENGUJI	
Pembimbing 1	: Ir. Rona Malam Karina, MT	()
Pembimbing II	: Prof. Dr. Wahyudi Priyono Suwarso	()
Penguji	: Prof. Dr. Soleh Kosela	()
Penguji	: Dr. Widayanti Wibowo	()
Penguji	: Dr. Emil Budianto	()
Ditetapkan di Tanggal	: :	

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Kasih, karena atas berkat kasih-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi ini. Penulisan skripsi ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Sains pada Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.

Penulis menyadari bahwa tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, sangatlah sulit bagi penulis untuk dapat menyelesaikan skripsi ini. Oleh karena itu penulis secara khusus mengucapkan terima kasih kepada:

- 1. Ir. Ridha Mulyana, M.Sc, selaku kepala pusat PPPTMGB "LEMIGAS".
- 2. Drs. Mardono, MM, selaku koordinator kelompok program riset teknologi aplikasi produk.
- 3. Ir. Subianto, selaku kepala Laboratorium aplikasi unit pelumas.
- 4. Ir. Rona Malam Karina, MT, selaku Pembimbing I yang telah membimbing dan memberikan ilmu kepada penulis selama penelitian.
- Prof. Dr. Wahyudi Priyono Suwarso, selaku Pembimbing II yang telah banyak membantu dalam menjawab segala permasalahan yang dihadapi selama penelitian.
- 6. Para analis dan laboran Laboratorium Aplikasi LEMIGAS; Mbak Catur dan Pak Jo (untuk diskusi, bantuan, dan saran-sarannya), Mas Supri (terima kasih karena telah mau direpotkan), Mbak Elin, Mbak Endah, Mbak Nami, Mbak Shinta, Pak Abe, Pak Budi, serta semua staff bidang Aplikasi LEMIGAS.
- 7. Bapak Dr. Ridla Bakri, selaku Ketua Departemen Kimia FMIPA UI.
- 8. Ibu Sri Handayani, selaku pembimbing akademik yang telah banyak memberikan nasehat selama penulis menempuh pendidikan.
- 9. Seluruh staf pengajar, karyawan, dan laboran Departemen Kimia UI.
- 10. Ayah dan Ibu, untuk kasih sayang tiada henti. Mbak Tyas, Dek Widya, dan Dek Christa ; saudara dan sahabat yang seru, kompak, dan selalu kurindukan. Terima kasih telah menjadikan keluarga dan rumah kita sebagai ruang kelas pembelajaran tentang kehidupan yang tidak pernah

- berakhir. Skripsi ini, dengan segala perjuangannya, kupersembahkan untuk kalian semua.
- 11. Eko Setiyo Hadi, yang mengisi hati penulis dengan cinta dan semangat. Terima kasih telah banyak membantu dalam hal teknis dan nonteknis skripsi ini.
- 12. Ayudiani Atmanegara yang telah menjadi rekan penelitian yang kompak. Banyak hal seru yang telah kita jalani bersama lebih dari empat bulan ini. Terima kasih karena tetap bertahan menjadi teman yang baik dalam keadaan paling sulit sekalipun dalam penelitian kita.
- 13. Adi, yang karenanya penulis mantap mengambil penelitian ini; Raima, sahabat dan rekan melakukan 'kejahatan', terima kasih untuk persahabatan yang seru ini, Rindu, untuk konsultasi selama penelitian, Mima, untuk terapi aura setiap lari pagi, Kanty, untuk semangat yang selalu diberikan (*You'll do great, too*).
- 14. Deagita dan Tata, serta Adi, rekan tim PKMP yang cerdas, bersemangat, dan kompak. Terima kasih untuk pengertian dan kebersamaannya selama kegiatan penelitian Dikti ini. Sukses selalu untuk kita semua.
- 15. Seluruh teman-teman Kimia angkatan 2006, 2007, dan 2008 atas dukungan dan persahabatan yang diberikan selama penulis menempuh pendidikan. Teman-teman KMK FMIPA, yang menjadi teman bertumbuh dalam iman dan segalanya. Alta Vide Choir, tempat melepas kepenatan dari segala rutinitas akademis. *I will miss you all so much*.
- 16. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan namanya satu persatu yang telah memberikan bantuan hingga terselesaikannya skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa penyusunan skripsi ini masihlah jauh dari sempurna, oleh karena itu penulis sangat mengharapkan saran dan kritik yang membangun. Akhir kata penulis mengharapkan semoga skripsi ini dapat membawa manfaat bagi pengembangan ilmu 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 : Theresia Ansi Virda Arizona

NPM : 0606029082 Program Studi : S1 Reguler 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* Menggunakan Senyawa 1,3-Propanadiol dan 1,5-Pentanadiol serta Uji Kompatibilitasnya Terhadap Minyak Mineral

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	: Depok
Pada tanggal	

Yang menyatakan

(Theresia Ansi Virda Arizona)

ABSTRAK

Nama : Theresia Ansi Virda Arizona

Program Studi : Kimia

Judul :Pembuatan Minyak Lumas Dasar dari Tanaman Jarak

Ricinus communis L. Menggunakan 1,3-Propanadiol dan 1,5-Pentanadiol serta Uji Kompatibilitasnya terhadap

Minyak Mineral

Pelumas didefinisikan sebagai zat kimia yang diberikan di antara dua permukaan yang saling bergerak secara relatif untuk mencegah keausan pada permukaan. Pemakaian pelumas yang meliputi berbagai bidang, menuntut karakteristik pelumas yang aman bagi kesehatan dan lingkungan, selain memiliki kinerja yang baik terhadap mesin. Minyak nabati merupakan sumber terbaik untuk pengembangan minyak lumas yang ramah lingkungan. Dalam penelitian ini, minyak nabati dari tanaman Jarak (Castor Oil), yang komposisi terbesarnya asam risinoleat, dimanfaatkan sebagai bahan pembuatan minyak lumas dasar. Dalam rangka meningkatkan sifat-sifat fisiko-kimianya, dilakukan Reaksi Modifikasi Tiga Tahap pada Castor Oil, meliputi transesterifikasi menjadi COME, epoksidasi menjadi ECOME, dan pembukaan cincin epoksida menjadi ProMCO dan PeMCO. Senyawa diol, yaitu 1,3-propanadiol dan 1,5-pentanadiol, digunakan dalam reaksi pembukaan cincin epoksida dengan tujuan meningkatkan kompatibilitas produk reaksi dengan minyak mineral. Produk tiap reaksi dikarakterisasi dan diperoleh kondisi optimum pada reaksi dengan 90 mL 1,3propanadiol dan 80 mL 1,5-pentanadiol. Uji kompatibilitas dilakukan dengan mencampurkan produk terhadap HVI 160 dan Yubase Mineral Oil pada komposisi 4,8,12,16, dan 20%. Produk campuran dikarakterisasi dan diperoleh bahwa PromCO tidak meningkatkan indeks viskositas HVI 160, sebaliknya PeMCO meningkatkan indeks viskositas sampai 98 untuk komposisi 20%. Sedangkan pencampuran dengan Yubase menunjukkan peningkatan indeks viskositas sampai 134 untuk ProMCO dan 135 untuk PeMCO.

Kata Kunci : asam risinoleat, Castor Oil, COME, ECOME, minyak

mineral, PeMCO, ProMCO, uji kompatibilitas

xiv + 70 halaman : 32 gambar, 11 tabel Daftar Pustaka : 27 (1986-2010)

ABSTRACT

Name : Theresia Ansi Virda Arizona

Program Study : Chemistry

Title : Synthesis of Lubricating Base Oil from Jatropa Plant

Ricinus communis L. (Castor Oil) by Using 1,3-Propanediol as well as 1,5-Pentanediol and Its

Compatibility to Mineral Base Oil

Lubricant is defined as chemical substances applied between two surfaces in order to reduce the friction between them. Lubrication are applied in many sectors of life, thus a lube oil should be environmental and health friendly. Vegetable oil is a good source to produce lube oil that meets this criterion. In this research, vegetable oil from Jatropha (Castor Oil) which is contain of ricinoleic acid at large compotition, utilized to produce base oil. In order to optimize the physical and chemical characteristics, 'Three Steps Modification Reaction' is applied. These steps include transesterification to COME, epoxidation to ECOME, and epoxy opening reaction to ProMCO and PemCO. Two kind of diol substances, which are 1,3-propanadiol and 1,5-pentanadiol, are used in the epoxy opening reaction to increase the compatibility of product with mineral oil. Product from each reactions are characterized and optimum condition resulted at 90 mL of 1,3propanediol and 80 mL of 1,5-pentanediol. Compatibility test was run by blending the each produt with HVI 160 and Yubase Mineral Oil in 4,8,12,16, and 20% of composition. Blended products are characterized. It shows ProMCO shows no tendency to increase the HVI 160's Viscosity Index while PeMCO increase the viscosity index up to 98 in 20% composition, whereas the Yubase blended products shows an increase in viscosity index up to 134 for ProMCO and 135 for PeMCO.

Key Words : Castor Oil, COME, compatibility, ECOME, mineral oil,

ProMCO, PeMCO, ricinoleic acid.

xiv + 74 pages: 32 pictures, 11 tables. Bibliography : 27 (1986-2010)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
KATA PENGANTAR	iv
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH	vi
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	viii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR GRAFIK	xii
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
1. PENDAHULUAN	
1.1.Latar Belakang	1
1.2.Perumusan Masalah	
1.3.Tujuan Penelitian	4
1.4.Hipotesis	4
2. TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Pelumas	5
2.2 Fungsi Pelumas	
2.3 Sifat Fisika Kimia pelumas	7
2.4.1 Minyak Jarak (Castor Oil)	
2.5 Senyawa Diol	
2.5.1 1,3-Propanadiol	
2.5.2 1,5-Pentanadiol	
2.6 Reaksi Modifikasi Tiga Tahap	
2.6.1 Reaksi Transesterifikasi	
2.6.2 Reaksi Epoksidasi	
2.6.3 Reaksi Pembukaan Cincin Epoksidasi	
2.7 Spektroskopi Infra Merah	16
2.7.1 Vibrasi Molekul	
2.7.2. Instrument Spektrofotometer IR	18
3. METODE PENELITIAN	
3.1 Alat dan bahan	
3.1.1 Alat	
3.1.2 Bahan	
3.2 Prosedur Kerja	
3.2.1 Tahap I : Transesterifikasi	21

3.2.2 Tahap II : Reaksi Epoksidasi	22
3.2.3 Tahap III : Reaksi Pembukaan Cincin	
3.3 Uji Karakteristik Produk	
3.3.1 Analisis Karakteristik Kimia	
3.3.2 Analisis Karakteristik Fisika	
3.4 Uji Kompatibilitas	26
J 1	
4. HASIL DAN PEMBAHASAN	. 27
4.1 Hasil	
4.2 Pembahasan	
4.2.1 Tahap I : Reaksi Transesterifikasi	
4.2.2 Tahap II : Reaksi Epoksidasi	
4.2.3 Tahap III : Reaksi Pembukaan Cincin Epoksida	
4.3 Sifat Fisiko-Kimia Produk Modifikasi	
4.3.1 Viskositas Kinematik dan Indeks Viskositas	
4.3.2 Titik Nyala	
4.3.3 Titik Tuang	
4.3.4 Bilangan Iod	47
4.3.5 Angka Asam	49
4.4 Uji Kompatibilitas	50
5. KESIMPULAN DAN SARAN	
DAFTAR REFERENSI	. 58
LAMPIRAN	

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Minyak Jarak (Castor Oil)	10
Gambar 2.2	Struktur asam-asam lemak yang terkandung dalam	
	Castor Oil	12
Gambar 2.3	Struktur kimia 1,3 – propanadiol	13
Gambar 2.4	Struktur kimia 1,5 – pentanadiol	
Gambar 2.5	Reaksi transesterifikasi	15
Gambar 2.6	Reaksi pembentukan asam peroksi	15
Gambar 2.7	Mekanisme reaksi pembentukan cincin epoksida	16
Gambar 2.8	Mekanisme reaksi pembukaan cincin epoksida	
Gambar 2.9	Tipe vibrasi molekular	17
Gambar 2.10	Skema umum spektroskopi IR	18
Gambar 4.1	Reaksi Saponifikasi	31
Gambar 4.2	Reaksi Transesterifikasi	32
Gambar 4.3	Perubahan struktur trigliserida Castor Oil	
	menjadi COME	33
Gambar 4.4	Spektrum IR perbandingan COME dan ECOME	
Gambar 4.5	Struktur kimia ECOME	35
Gambar 4.6	Pembukaan cincin epoksida melalui tahap	
A CONTRACTOR OF THE PARTY OF TH	protonasi oksigen	38
Gambar 4.7	Struktur ECOME – Propanadiol	39
Gambar 4.8	Struktur ECOME – Pentanadiol	39
Gambar 4.9	Interaksi Pelumas dengan Permukaan Mesin	40
Gambar 4.10	Spektrum IR Gabungan HVI 160 (biru) dan Produk	
	Blending(hijau)	55
Gambar 4.11	Spektrum IR Gabungan Yubase (merah) dan Produk	
1000	campuran (biru)	55

DAFTAR GRAFIK

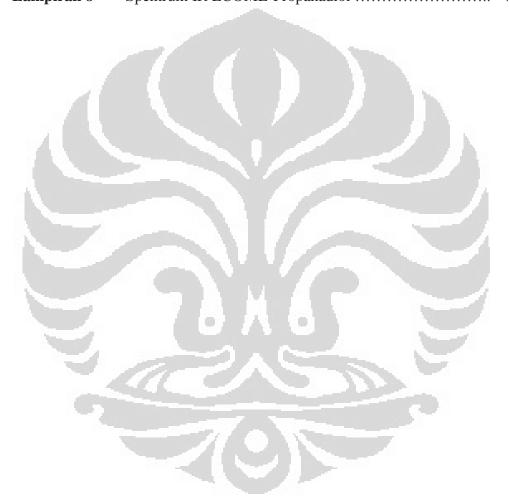
Grafik 4.1	Perubahan Viskositas pada Tiap Tahapan Reaksi	
	Modifikasi	42
Grafik 4.2	Perubahan indeks viskositas pada reaksi modifikasi	
	dengan 1,3-propanadiol	43
Grafik 4.3	Perubahan Indeks Viskositas pada reaksi modifikasi	
	dengan 1,5-pentanadiol	43
Grafik 4.4	Perubahan titik nyala pada reaksi modifikasi	
	dengan 1,3-propanadiol	45
Grafik 4.5	Perubahan titik nyala pada reaksi modifikasi	
	dengan 1,5-pentanadiol	45
Grafik 4.6	Perubahan titik tuang pada reaksi modifikasi	
97	dengan 1,3-propanadiol	46
Grafik 4.7	Perubahan titik tuang pada reaksi modifikasi	
	dengan 1,5-pentanadiol	47
Grafik 4.8	Perubahan bilangan iod pada reaksi modifikasi	
	dengan 1,3-propanadiol	48
Grafik 4.9	Perubahan bilangan iod pada reaksi modifikasi	
	dengan 1,5-pentanadiol	48
Grafik 4.10	Perubahan Angka Asam untuk Tiap Tahapan	
	Reaksi	49
Grafik 4.11	Perubahan Viskositas Produk Hasil Pencampuran	
	HVI 160 pada Berbagai Komposisi	52
Grafik 4.12	Pengaruh Komposisi Pencampuran terhadap	
	Indeks Viskositas HVI 160	.52
Grafik 4.13	Viskositas produk campuran Yubase pada berbagai	
	komposisi saat 40°C	53
Grafik 4.14	Pengaruh komposisi pencampuran terhadap indeks	
	viskositas Yubase	54

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Komposisi kimiawi biji jarak	10
Tabel 2.2	Komponen Asam-asam Lemak dari Minyak Jarak	11
Tabel 4.1	Sifat fisiko-kimia hasil reaksi Tahap I dan II	27
Tabel 4.2	Sifat fisiko-kimia hasil reaksi Tahap III dengan	
	1,3 – propanadiol	27
Tabel 4.3	Sifat fisiko-kimia hasil reaksi Tahap III dengan	
	1,5 – pentanadiol	28
Tabel 4.4	Viskositas minyak mineral	28
Tabel 4.5	Uji viskositas produk <i>blending</i> pendahuluan HVI 160	
	dan Castor Oil hasil modifikasi pada	
	komposisi 8% (w/w)	29
Tabel 4.6	Blending ProMCO 90 dengan HVI 160 2	9
Tabel 4.7	Blending PeMCO 80 dengan HVI 160	30
Tabel 4.9	Blending ProMCO 90 dengan Yubase	30
Tabel 4.10	Blending PeMCO 80 dengan Yubase	

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Skema prosedur kerja untuk setiap tahapan reaksi	60
Lampiran 2	Hasil perhitungan reaksi	61
Lampiran 3	Gambar reaktor	68
Lampiran 4	Gambar Castor Oil hasil modifikasi	68
Lampiran 5	Spektrum IR Castor Oil	69
Lampiran 6	Spektrum IR COME	. 69
Lampiran 7	Spektrum IR ECOME-Pentanadiol	70
Lampiran 8	Spektrum IR ECOME-Propanadiol	70



BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Manusia telah mengenal metode pelumasan suatu sistem yang bergerak sejak ribuan tahun lalu, dengan telah digunakannya bermacam-macam sistem gerak, seperti kereta, gerobak, kincir angin, dan kerekan. Memberi pelumas pada sistem yang bergerak bertujuan untuk menurunkan gesekan, menghilangkan suara denyit, dan menghindari kerusakan bagian-bagian yang saling bergesekan.

Pada mulanya hanya bahan-bahan yang berasal dari hewan dan tumbuhan yang digunakan sebagai bahan pelumas. Penggunaan bahan pelumas dari lemak hewan telah berlangsung ribuan tahun, sampai dengan ditemukannya bahan pelumas dari minyak bumi. Minyak bumi pertama kali ditemukan dan dikelola dalam skala industri di Amerika Serikat pada akhir abad ke-18. Hasil pengolahannya tidak saja menghasilkan bahan bakar, tetapi juga menghasilkan fraksi yang dapat digunakan sebagai pelumas.

Ternyata fraksi pelumas ini memiliki keunggulan dan keuntungan yang lebih baik untuk dijadikan pelumas, dibandingkan dengan bahan lainnya saat itu. Sejak saat itulah hasil pengolahan bahan tambang minyak bumi, yaitu fraksi pelumasnya, dijadikan pelumas dan menyebabkan penggunaan bahan dari hewan dan tumbuhan sebagai pelumas mulai ditinggalkan.

Sampai saat ini, minyak mineral yang merupakan fraksi pelumas hasil pengolahan minyak bumi merupakan bahan pembentuk pelumas yang paling dominan. Hal ini terjadi karena fraksi pelumas tersebut merupakan sumber bahan utama pelumas yang paling melimpah dan mudah diperoleh, sehingga harganya murah disamping sifat-sifat fisika dan kimianya yang cocok untuk pelumas (Wartawan, 1998).

Pelumas digunakan di berbagai bidang kehidupan secara luas, sehingga pelumas tidak seharusnya memiliki akibat yang buruk terhadap lingkungan.

Namun pada kenyataannya, pelumas berbahan dasar minyak mineral kerap menimbulkan masalah terutama pada saat pembuangan pasca pemakaian, karena pelumas mineral sulit terdegradasi secara alami di lingkungan.

Seiring perkembangan zaman, kepedulian masyarakat terhadap isu lingkungan juga semakin meningkat. Akibatnya, penelitian semakin gencar dilakukan semenjak pertengahan tahun 90-an dalam rangka mencari alternatif sumber pelumas yang lebih ramah lingkungan.

Minyak nabati merupakan kandidat yang menjanjikan sebagai minyak lumas dasar pengganti minyak mineral, karena sifatnya yang *biodegradable* dan lebih murah dibandingkan minyak lumas dasar sintetik. Minyak nabati yang umum digunakan sebagai minyak lumas dasar dan terus dikembangkan dalam penelitian adalah rapeseed, canola, minyak kacang kedelai, dan minyak jarak (Castor Oil) (Asadaukas, Perez, & Duda, 1998).

Dalam penelitian ini, minyak jarak dipilih sebagai bahan studi karena jenis minyak ini mempunyai beberapa keunggulan dibandingkan dengan minyak mineral atau minyak nabati lainnya. Keunggulan minyak ini antara lain mudah didapat di Indonesia, terdegradasi secara alami di lingkungan, merupakan bahan terbarukan, bukan merupakan komoditi pangan, melekat dengan baik di permukaan logam, dan mengurangi konsumsi minyak mineral. Minyak jarak sebagai bahan dasar minyak lumas, diharapkan mempunyai atau mendekati sifat-sifat bahan dasar dari minyak mineral.

Minyak jarak adalah trigliserida dari asam lemak. Komposisi asam lemak yang utama dalam minyak jarak adalah asam risinoleat. Asam risinoleat adalah asam lemak tidak jenuh yang mengandung gugus hidroksil asam *cis* 12 - hidroksi – 9 – oktadekenoat. Gugus ester, ikatan rangkap dan hidroksi dari minyak jarak dapat bereaksi menghasilkan bahan-bahan yang berguna (Marlina et al, 2004). Adanya ikatan rangkap pada asam lemak akan menurunkan titik leleh, tetapi sebaliknya menaikkan bilangan iod. Senyawa-senyawa tidak jenuh mudah mengalami oksidasi, sehingga menyebabkan bagian-bagian tertentu dari mesin yang dilumasi cepat mengalami perkaratan (La Puppung, 1986; Kirk & Othmer, 1964).

Peningkatan ketahanan oksidasi dari minyak jarak yang mengandung asam risinoleat sebagai komponen utama, dapat dilakukan dengan cara mengadisi gugus tidak jenuh yang terdapat pada asam risinoleat tersebut. Reaksi tersebut dilakukan dalam tiga tahap, yaitu (1) reaksi transesterifikasi, (2) reaksi pembentukan epoksida dari gugus ikatan rangkap, dan (3) pembukaan cincin epoksida (Karina, R.M, 2005).

Pada penelitian sebelumnya, gliserol digunakan dalam reaksi pembukaan cincin epoksida. Dari tahapan ini, dapat diperoleh minyak lumas dengan viskositas dan sifat-sifat yang baik, tetapi memiliki kompatibilitas yang rendah saat dicampurkan dengan minyak mineral (Hernawati, B.D, 2009). Oleh karena itu, dalam penelitian ini akan dicoba senyawa-senyawa diol untuk digunakan dalam reaksi pembukaan cincin epoksida, yaitu 1,3-propanadiol dan 1,5-pentanadiol. Diharapkan dari reaksi dengan senyawa-senyawa diol ini akan menghasilkan produk yang lebih nonpolar, karena berkurangnya gugus hidroksi (OH) dan bertambahnya rantai alkil, sehingga produk hasil reaksi lebih kompatibel dengan minyak mineral.

Penelitian tentang minyak lumas dengan bahan dasar minyak jarak ini diharapkan dapat ikut membantu menjawab permasalahan lingkungan yang ditimbulkan akibat penggunaan pelumas berbahan dasar minyak mineral. Selain itu, penelitian ini diharapkan dapat ikut membantu usaha mengembangkan agroindustri di Indonesia dan sekaligus dapat mengurangi nilai impor pelumas di Indonesia.

1.2 Perumusan Masalah

Dengan variasi volume senyawa diol (1,3-Propanadiol dan 1,5-Pentanadiol) serta variasi komposisi pencampuran produk modifikasi dengan minyak mineral, akan dipelajari:

- 1. Bagaimanakah komposisi optimum pada reaksi pembukaan cincin ECOME (*Epoxidized Castor Oil Methyl Ester*) menggunakan 1,3-propanadiol dan 1,5-pentanadiol?
- 2. Bagaimanakah kompatibilitas dari hasil modifikasi Castor Oil ini dengan minyak mineral, seperti HVI 160 dan Yubase?

3. Bagaimanakah sifat fisika kimia yang dihasilkan dari proses pencampuran modifikasi Castor Oil dengan beberapa minyak mineral?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah:

- Mencari komposisi optimum reaksi pembukaan cincin epoksida dengan menggunakan senyawa diol pada Reaksi Modifikasi Tiga Tahap Castor Oil.
- 2. Mengetahui sifat fisiko-kimia pada masing-masing tahap reaksi.
- 3. Melihat kompatibilitas antara Castor Oil hasil reaksi dengan minyak mineral.
- 4. Mengetahui sifat fisiko-kimia produk campuran.
- 5. Menentukan nilai pencampuran yang optimum untuk Castor Oil hasil reaksi dengan minyak mineral.

1.4 Hipotesis

- 1. Reaksi Modifikasi Tiga Tahap Castor Oil dengan 1,3-propanadiol dan 1,5-pentanadiol dapat menghasilkan minyak lumas dasar dengan karakteristik yang baik memiliki kompatibilitas yang baik terhadap minyak mineral.
- 2. Kompatibilitas *Pentanediol Modified Castor Oil* (PeMCO) dengan minyak mineral akan lebih baik dibandingkan dengan *Propanediol Modified Castor Oil* (ProMCO).

BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Pelumas

Pelumas merupakan salah satu kajian dari bidang ilmu tribologi. Tribologi adalah ilmu yang mempelajari tentang gesekan (*friction*) sebagai penyebab masalah, dan keausan (*wear*) sebagai permasalahannya. Pelumas adalah zat kimia (umumnya berupa cairan) yang diberikan di antara dua benda bergerak untuk mengurangi gaya gesek dan oleh karena itu dapat mengurangi keausan.

Berdasarkan bahan pembentuknya, minyak pelumas dibedakan menjadi tiga jenis, yaitu (i) pelumas mineral, (ii) pelumas organik, dan (iii) pelumas sintesis. Pelumas mineral merupakan pelumas yang berasal dari hasil pengilangan minyak bumi, berupa jenis parafinik dan naftenik. Pelumas organik merupakan pelumas yang minyak dasar penyusunnya berasal dari jenis tumbuh-tumbuhan, contohnya minyak dari tumbuhan jarak yang disebut dengan minyak jarak (Castor Oil). Pelumas sintesis adalah pelumas yang bahan dasarnya dari proses sintesa hidrokarbon (misalnya *Poly Alpha Olefin*), golongan ester atau golongan *alkhylated naphtalen*.

Berdasarkan fungsinya, pelumas dapat dikelompokkan menjadi kelompok pelumas untuk mesin (engine lubricant) dan kelompok pelumas bukan untuk mesin (nonengine lubricant). Kelompok pelumas mesin umumnya diaplikasikan untuk mesin diesel (otomotif, kereta api, kapal, stationeri), mesin gasoline, mesin gas alam, mesin pesawat terbang, pelumas mesin dua tak, dan pelumas mesin bensin lainnya. Pelumas bukan mesin antara lain diperuntukkan pada fluida transmisi, power steering, shock absorber, roda gigi (otomotif dan industri), minyak hidrolik (traktor dan industri), pelumas untuk pengerjaan logam (metal working lubricant), gemuk (grease) serta pelumas industri lainnya (Rizvi, 1992; Kirk & Othmer, 1995). Klasifikasi minyak pelumas baik untuk industri maupun untuk otomotif selain dibagi berdasarkan viskositasnya, juga dikelompokkan berdasarkan kandungan sulfur serta tingkat kejenuhannya (Wartawan, 1985).

2.2 Fungsi Pelumas

Pelumas memiliki beraneka ragam jenis fungsi yang tergantung pada kemampuan bekerja pada berbagai fungsi yang telah dirancang untuk pelumas itu sendiri. Menurut Pertamina (1996), fungsi dasar pelumasan adalah (1) mengurangi gesekan antara bagian mesin yang bergerak, (2) mendinginkan dan memindahkan panas keluar dari mesin, dan (3) mengendalikan kontaminan atau kotoran.

2.2.1 Mengurangi Gesekan dan Mencegah Keausan

Fungsi utama pelumas adalah mengurangi gesekan, yaitu dengan cara membentuk lapisan antara dua permukaan logam yang bergerak. Adanya lapisan pelumas di antara dua permukaan akan menurunkan koefisien gesekan permukaan bagian mesin yang bergerak dan saling bergesekan. Gesekan dapat menyebabkan beban menjadi lebih berat serta menimbulkan kerusakan pada permukaan logam itu sendiri, sehingga dengan mencegah timbulnya gesekan juga otomatis akan mengurangi keausan.

2.2.2 Mengendalikan Suhu

Akibat pembakaran dan gerakan dari berbagai peralatan dalam mesin, maka timbul panas yang sangat tinggi pada beberapa bagian dari mesin. Hal ini dapat mengakibatkan berkurangnya kinerja mesin. Pelumas dapat membantu menyerap energi pada bagian yang suhunya tinggi, kemudian membawanya ke bagian lain yang suhunya lebih rendah.

2.2.3 Mengendalikan Korosi

Kontaminasi hasil degradasi dari bahan bakar dapat menghasilkan zat yang bersifat asam dan menyebabkan korosi pada logam. Adanya uap air juga dapat menyebabkan korosi pada besi. Korosi pada logam ini akan menurunkan kinerja dan pada akhirnya menyebabkan kerusakan pada mesin. Pelumas berperan dalam mencegah korosi melalui dua cara. Pada saat mesin dalam kondisi bebas atau tidak terpakai, pelumas bersifat

sebagai pelindung. Jika mesin dalam keadaan bergerak, pelumas mengendalikan korosi dengan cara melapisi bagian mesin yang dilumasi dengan selaput pelindung untuk menetralisir bahan yang korosif dan untuk membasahi permukaan logam. Kemampuan pelumas untuk mengendalikan korosi langsung berhubungan dengan ketebalan selaput pelumas yang ada pada permukaan logam dan komposisi kimia pelumas. Bahan yang biasanya digunakan untuk aditif anti korosi adalah surfaktan.

2.2.4 Menghilangkan Kotoran

Pelumas dapat disebut juga sebagai pembersih atau pembilas kotoran dalam mesin. Minyak lumas yang bersikulasi pada permukaan logam yang dilumasi dapat membawa atau membilas kotoran yang timbul pada permukaan logam. Kotoran – kotoran ini kemudian dibawa ke filter khusus yang dirancang untuk menapis partikel padat yang dapat menimbulkan keausan.

2.3 Sifat Fisika Kimia Pelumas

Untuk memenuhi kriteria di atas, maka dalam pembuatan suatu pelumas tidak akan terlepas dari karakteristik sifat pelumas, seperti faktor eksternal dan internal yang dapat mempengaruhi fungsi pelumas. Faktor-faktor tersebut, yaitu:

2.3.1.1 Specific Grafity.

Specific Grafity (SG) adalah suatu nilai perbandingan berat jenis antara minyak dengan air yang mempunyai volume sama pada suhu tertentu.

2.3.1.2 Viskositas Kinematik

Viskositas kinematik (VK) 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. VK 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.

2.3.2 Indeks Viskositas

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

2.3.3 Titik Nyala

Titik Nyala (*Flash Point*/FP) merupakan suatu titik suhu terendah dimana pelumas sudah dapat terbakar oleh adanya letupan bunga api/*flash*. Tujuan dari pengukuran titik nyala suatu pelumas adalah untuk *savety precaution* atau untuk mengetahui kondisi yang sesuai untuk pemakaian minyak pelumas tersebut.

2.3.4 Titik Tuang

Titik tuang (*Pour Point*/PP) 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.

2.3.5 Angka Asam

Angka asam (*Total Acid Number*/TAN) merupakan jumlah basa yang diperlukan untuk menetralkan semua konstituen asam yang ada dalam 1 gram sample. Metode ini tidak digunakan untuk menyatakan sifat asam absolut, melainkan perubahan relatif yang terjadi di dalam minyak lumas selama penggunaan pada kondisi teroksidasi.

2.3.6 Bilangan Iod

Bilangan iod (*Iodine Value*/IV) adalah banyaknya iodine (gram) yang diserap oleh sampel yang diukur (di mana sampel mengandung ikatan karbon tidak jenuh). I₂ akan mengadisi ikatan karbon tidak jenuh (ikatan rangkap) sedangkan sisa I₂ yang idak bereaksi dengan ikatan rangkap karbon akan bereaksi dengan titrator Na₂S₂O₃ (Natrium tiosulfat).

2.4 Tanaman Jarak

Jarak (*Ricinus communis L*) termasuk dalam famili *Euphorbiaceae* yang berasal dari Afrika Timur dan Utara, namun tanaman jarak ini sudah tersebar dan tumbuh baik secara alami di berbagai wilayah geografis dan dapat tumbuh di berbagai iklim. Tanaman ini pada dasarnya adalah sebuah spesies tropis, walaupun dimungkinkan dapat tumbuh di daerah iklim sedang. Tanaman ini pertama kali dibudidayakan oleh bangsa Portugis dan Spanyol. Mereka menyebutnya sebagai *Agno Casto*, sedangkan bangsa Inggris menyebutnya *Castor*.

Tanaman Jarak dalam dunia tatanama tumbuhan memiliki sistematika sebagai berikut,

Divisi : Spermatophyta (Tumbuhan Berbiji)

Subdivisi : Angiospermae (Tumbuhan Berbiji Tertutup)

Kelas : Dicotyledoneae (Tumbuhan Berbiji Belah Dua)

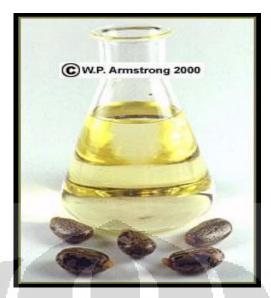
Bangsa : Euphorbiales

Suku : Euphorbiaceae

Marga : Ricinus

Jenis : *Ricinus communis* L

(Widodo & Sumarsih, 2007).



Gambar 2.1 Minyak Jarak (Castor Oil)

Biji jarak terdiri dari 75% kemel (daging buah) dan 25% kulit. Sekitar dua pertiga dari bobot kemel terdiri dari minyak. Komposisi biji jarak dapat dilihat pada Tabel 2.1. Biji jarak sangat baik digunakan sebagai sumber minyak nabati. Biji jarak mengandung protein cukup tinggi (15 – 18%), yang terdiri dari globulin dan albumin. 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 & Sri Sumarsih, 2007).

Tabel 2.1 Komposisi kimiawi biji jarak

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

2.4.1 Minyak Jarak (Castor Oil)

Minyak jarak (Castor Oil) dihasilkan dari biji tanaman jarak. Minyak jarak adalah trigliserida dari asam lemak. Komposisi asam-asam lemak senyawa trigliserida minyak jarak terdiri dari palmitat, stearat, oleat, linoleat, risinoleat, dan dihidroksistearat. Minyak jarak termasuk salah satu dari jenis gliserida yang tinggi kemurniannya, hal ini disebabkan persentase asam lemak (*ricinoleic*) yang mendekati 90%. Komponen asam-asam lemak dan bentuk struktur dari minyak jarak dapat dilihat pada Tabel 2.2 berikut ini:

Tabel 2.2 Komponen Asam-asam Lemak dari Minyak Jarak

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

Komponen utama minyak jarak adalah asam risinoleat. Asam risinoleat adalah asam lemak tidak jenuh yang mengandung gugus hidroksil (*unsaturated hydroxyl fatty acid*) asam *cis* 12 – hidroksi – 9 - oktadekenoat. Trigliserida yang memiliki gugus fungsi hidroksil pada asam lemak berkonsentrasi tinggi, seperti pada minyak jarak ini jarang sekali dijumpai di alam.

Minyak jarak mentah berwarna pucat jerami tetapi akan berwarna kekuningan setelah proses pemurnian dan pencucian. Minyak mentah memiliki bau khas, tetapi ini dapat dihilangkan pada proses pemurnian.

Asam	Struktur
Lemak	
Risinoleat	OH OH CH ₃
Linoleat	HO CH ₃
Oleat	HO CH ₃
Palmitat	HO CH ₃
Stearat	но Сн₃
Dihidroksi- Stearat	HO CH ₃
Linolenat	HO CH ₃
Eikosanoat	HO CH ₃

Gambar 2.2 Struktur asam-asam lemak yang terkandung dalam Castor Oil

Karakteristik umum dari Castor Oil antara lain sebagai berikut,

- Castor Oil tidak menetes, tidak meninggalkan sisa bakar dan tidak larut dalam bensin.
- 2. Jika Castor Oil ini dihidrogenasi secara keseluruhan, produk hasil hidrogenasinya memiliki titik leleh yang tinggi (86-88)°C.
- 3. Nilai titer Castor Oil lebih rendah dari pada minyak-minyak yang telah dikenal lainnya.
- Castor Oil berbeda dari senyawa-senyawa trigliserida lainnya karena memiliki nilai densitas yang tinggi, begitu pula dengan viskositas dan nilai keasamannya.
- 5. Castor Oil larut di dalam etil alkohol 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.

2.5 Senyawa Diol

Senyawa diol yang digunakan dalam penelitian ini berperan dalam tahap pembukaan cincin epoksida dalam Reaksi Modifikasi Tiga Tahap minyak jarak menjadi minyak lumas. Diol adalah senyawa dengan rantai karbon lurus yang memiliki dua gugus hidoksi. Dalam penelitian ini digunakan senyawa dengan dua gugus hidroksi yang masing-masing terdapat di bagian ujung rantai karbon. Dengan demikian, diharapkan hasil reaksi yang diperoleh seragam.

Senyawa diol dipilih berdasarkan sifatnya yang agak polar dengan adanya dua gugus OH, namun kurang polar dibandingkan gliserol yang memiliki tiga gugus OH, sehingga penggunaan senyawa diol dipilih sebagai alternatif gliserol yang digunakan dalam penelitian sebelumnya dalam rangka menurunkan kepolaran produk reaksi sehingga lebih kompatibel dengan minyak mineral yang nonpolar.

2.5.1 1,3 – **Propanadiol**

1,3 – Propanadiol merupakan nama IUPAC untuk senyawa organik dengan rumus kimia CH₂(CH₂OH₂)₂. Nama lain untuk senyawa ini adalah trimetilen glikol, 1,3-dihidroksipropana, atau propana-1,3-diol. Struktur kimia senyawa ini adalah sebagai berikut :



Gambar 2.3 Struktur kimia 1,3 – propanadiol

Senyawa yang mempunyai rumus molekul $C_3H_8O_2$ ini mempunyai berat molekul sebesar 76.09 g/mol, densitas 1.0597 g/cm³. Senyawa ini meleleh pada suhu -28°C dan mendidih pada kisaran suhu 210-212 °C.

1,3 – Propanadiol ini umum digunakan di industri sebagai bahan pembentuk polimer. Senyawa ini bisa diformulasikan menjadi berbagai macam material seperti komposit, perekat, polyester alifatik, serta sebagai pelarut dan digunakan sebagai antibeku pada cat kayu.

1,3 – Propanadiol dapat disintesis melalui hidrasi akrolein, atau melalui hidroformilasi dari etilen oksida untuk membentuk 3-hidroksipropionaldehida. Aldehida ini kemudian dihidrogenasi untuk menghasilkan 1,3 – propanadiol.

2.5.2 1,5 – Pentanadiol

1,5 – Pentanadiol adalah nama IUPAC untuk senyawa dengan rumus molekul $C_5H_{11}O_2$. Nama lain untuk senyawa ini adalah pentilen glikol, pentametilen glikol, dan 1,5 – dihidroksipentana. Struktur kimia untuk senyawa ini adalah sebagai berikut:



Gambar 2.4 Struktur kimia 1,5 – pentanadiol

1,5 – Pentanadiol memiliki karakteristik tidak larut dalam air. Senyawa ini mempunyai berat molekul sebesar 104.15 g/mol, densitas 0.994 g/cm³ pada suhu 25°C, titik leleh pada -18°C, dan mendidih pada suhu 242°C.

Senyawa ini umumnya digunakan sebagai *plasticizer*, serta sebagai bahan untuk membuat poliester yang digunakan sebagai agen pengelmusi dan resin intermediet. Senyawa ini umumnya disintesis dari hidrogenasi asam glutarat dan turunannya.

2.6 Reaksi Modifikasi Tiga Tahap

Reaksi Modifikasi Tiga Tahap merupakan cara yang dilakukan untuk memperbaiki karakteristik Castor Oil terutama untuk menurunkan viskositas serta meningkatkan ketahanan oksidasinya (Karina,R.M, 2005). Modifikasi ini meliputi tiga tahap, yaitu reaksi transesterifikasi, epoksidasi, dan pembukaan cincin epoksida.

2.6.1 Reaksi Transesterifikasi

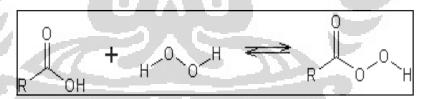
Reaksi transesterifikasi adalah konversi sebuah ester menjadi ester lain melalui pemanasan dengan menggunakan alkohol atau asam karboksilat berlebih.

Reaksi ini dapat berlangsung dalam larutan asam atau basa oleh suatu reaksi reversibel antara ester dan alkohol. Karena reaksi ini reversibel, maka biasanya digunakan alkohol berlebih untuk menggeser kesetimbangan reaksi ke arah produk (Fessenden,1986). Dalam reaksi kesetimbangan yang terjadi, baik alkohol maupun bagian asam dari ester semula dibebaskan (Ege,1989).

Gambar 2.5 Reaksi transesterifikasi

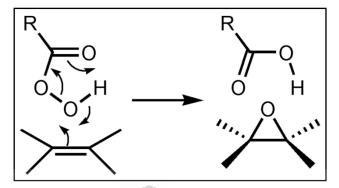
2.6.2 Reaksi Epoksidasi

Sebuah alkena dapat dioksidasi menjadi epoksida melalui reaksi epoksidasi. Reaksi ini melibatkan asam peroksida (H₂O₂) dan katalis asam organik. Campuran asam peroksida dan katalis asam akan membentuk asam peroksi yang sangat reaktif dan akan menyerang ikatan rangkap membentuk eter siklis yang dikenal dengan epoksida atau oksirana. Gugus oksirana ini cukup reaktif, cincinnya mudah mengalami reaksi pembukaan terutama dalam keadaan asam.



Gambar 2.6 Reaksi pembentukan asam peroksi

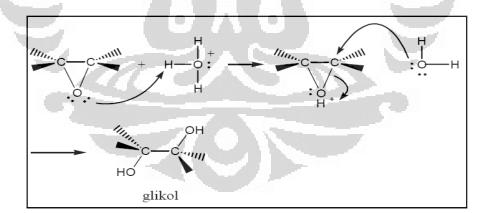
Atom oksigen ditansfer dari asam peroksi kepada ikatan rangkap membentuk eter siklik. Asam peroksi bertindak sebagai elektrofil dalam reaksi ini. Karakter elektrofilik tampak dalam selektivitas di mana asam alkil peroksida yang bereaksi dengan ikatan rangkap memiliki derajat substitusi yang berbeda. Semakin banyak substituen alkil pada ikatan rangkap, semakin mudah diserang oleh asam alkil peroksida. Hal ini terjadi karena semakin tinggi rapatan elektron pada ikatan π semakin disukai dalam reaksi dengan asam alkil peroksida (Ege, 1989).



Gambar 2.7 Mekanisme reaksi pembentukan cincin epoksida

2.6.3 Reaksi Pembukaan Cincin Epoksida

Pembukaan cincin gugus oksirana mudah terjadi dalam suasana asam. Reaksi ini diawali oleh protonasi atom oksigen pada gugus oksirana. Atom oksigen yang terprotonasi adalah gugus pergi yang baik. Ikatan C-O ini bahkan mulai terputus sebelum nukleofil mendekat. Pada gugus oksirana dengan jumlah gugus alkil asimetris, intermediet karbokation terjadi, dan karbokation tersier lebih disukai daripada karbokation sekunder (Ege, 1989).



Gambar 2.8 Mekanisme pembukaan cincin epoksida membentuk glikol

2.7 Spektroskopi Infra Merah

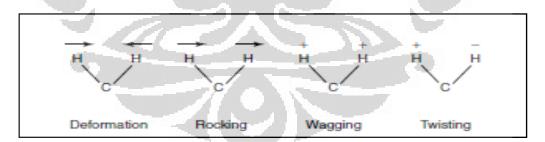
Daerah radiasi spektroskopi infra merah atau *infrared spectroscopy* (IR) berkisar pada bilangan gelombang 12000 – 10 cm⁻¹, atau panjang gelombang 0,78 – 1000 μm. Umumnya daerah radiasi IR terbagi dalam daerah radiasi IR dekat,

daerah IR tengah, dan daerah IR jauh. Daerah bilangan gelombang yang paling banyak digunakan untuk berbagai keperluan praktis adalah 4000 – 690 cm⁻¹ (West, S, 1996). Daerah ini biasa disebut sebagai daerah IR tengah. Spektroskopi IR digunakan untuk penentuan strukur, khususnya senyawa organik, dan juga untuk analisis kuantitatif. Spektrum IR dibuat sebagai bilangan gelombang pada sumbu X dan persentase transmitan (T) pada sumbu Y.

Radiasi IR terbatas hanya untuk perubahan energi setingkat molekul. Untuk tingkat molekul, perbedaan dalam keadaan vibrasi dan rotasi digunakan untuk mengabsorpsi sinar infra merah. Jadi untuk dapat mengabsorpsi, molekul harus memiliki perubahan momen dipol sebagai akibat dari vibrasi. Radiasi medan listrik yang berubah-ubah akan berinteraksi dengan molekul dan akan menyebabkan perubahan amplitude salah satu gerakan molekul.

2.7.1 Vibrasi Molekul

Posisi relatif atom dalam molekul tidak pasti, tetapi berubah-ubah terus menerus karena bervibrasi. Vibrasi diklasifikasikan sebagai vibrasi ulur dan vibrasi tekuk. Vibrasi ulur menyangkut konstanta vibrasi antara dua atom sepanjang sumbu ikatan, sedangkan vibrasi tekuk karena berubahnya sudut antara dua ikatan dan ada empat tipe, yaitu scissoring, rocking, wagging, dan twisting.



Gambar 2.9 Tipe vibrasi molekular

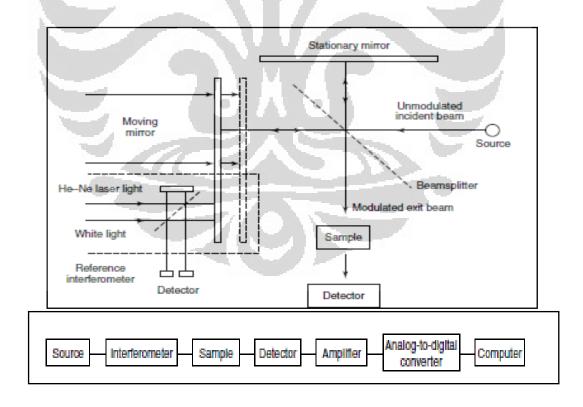
Bentuk *wagging*, atom-atomnya bergerak bolak-balik keluar bidang atau molekul, sedangkan dalam *rocking* atom-atomnya bergerak bolak-balik dalam bidang. Untuk *twisting*, atom-atom yang terikat pada molekul yang diam, berotasi di sekitar ikatannya. Dan akhirnya *scissoring* (*deformation*), di mana atom-atom

yang terikat pada atom pusat begerak saling mendekat dan menjauh satu sama lain sehingga sudutnya berubah-ubah (Khopkar, 2007).

2.7.2 Instrumen Spektrofotometer IR

Komponen dasar spektrofotometer IR secara garis besar sama dengan spektrofotometer lainnya. Mula-mula sinar infra merah dilewatkan melalui sampel dan larutan pembanding, kemudian dilewatkan pada monokromator untuk menghilangkan sinar yang tidak diinginkan (*stray radiation*). Berkas ini kemudian didispersikan melalui prisma atau grating. Dengan melewatkannya melalui *slit*, sinar tersebut dapat difokuskan pada detektor.

Alat IR umumnya dapat merekam sendiri absorbansinya secara tepat. Suhu dan kelembapan ruangan harus dikontrol. Kelembapan maksimum yang diperbolehkan adalah 50%. Jika kelembapan melebihi batas tersebut, permukaan prisma dan sel alkali halida akan menjadi suram. Perubahan suhu akan berpengaruh pada ketepatan dan kalibrasi panjang gelombang.



Gambar 2.10 Skema umum spektrofotometer IR

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Pada tahap homogenisasi *Castor Oil* awal, digunakan wadah pencampur, *electric stirrer* berbentuk pengaduk besi berulir. Pada tahap reaksi modifikasi secara transesterifikasi, diperlukan *beaker glass*, *magnetic stirrer*, *hot plate*, dan termometer.

Pada tahap reaksi epoksidasi dan pembukaan cincin digunakan berbagai alat, yaitu reaktor bermantel, *magnetic stirrer*, *hot plate*, *beaker glass*, dan corong pisah untuk ekstraksi.

Pada tahap akhir untuk uji kompatibilitas, peralatan yang digunakan untuk homogenisasi dengan minyak mineral (HVI 160 dan Yubase) berupa *magnetic* stirrer, beaker glass, hot plate, serta termometer.

Pada uji karakteristik hasil setiap tahap reaksi, digunakan beberapa instrument pengujian untuk Titik Nyala (*Flash Point*) dengan instrument Automatic Cleveland Open Cup (COC) Flash Poit ACO-7, Titik Tuang (*Pour Point*) dengan instrument Mini Pour/Cloud Point Tester MPC-102L, *Viscosity Kinematics*, dan *Auto Titration Meter*.

3.1.2 Bahan

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

- a. Reaksi Transesterifikasi *Castor Oil* menjadi *Castor Oil Methyl Ricinoleat* (COME)
 - Castor Oil
 - KOH
 - Metanol

- b. Reaksi modifikasi *Castor Oil Methyl Ester* (COME) menjadi *Epoxidized Castor Oil Methyl Ester* (ECOME)
 - COME
 - H₂O₂
 - Asam format
- c. Reaksi modifikasi pembukaan cincin menghasilkan *Propanediol Modified*Castor Oil (ProMCO) dan *Pentanediol Modified Castor Oil* (PeMCO)
 - PTSA
 - ECOME
 - Senyawa Diol: 1,3 propanadiol dan 1,5 pentanadiol.
- d. Kompatibilitas dengan minyak mineral
 - ProMCO dan PeMCO
 - Yubase
 - HVI 160
- e. Uji karakteristik Castor Oil ataupun hasil modifikasi produk
 - Uji Angka Asam (Total Acid Number/TAN):
 - 1. Pelarut TAN yang terdiri dari 50% Toluen (v/v) dan 50% (v/v) Isopropanol.
 - 2. KOH 0,1 N sebagai titran
 - 3. Toluen
 - 4. Alkohol
 - Uji Bilangan Iod
 - 1. Larutan kanji

Terbuat dari 1 g kanji dengan sedikit akuades. Sambil diaduk, ditambahkan 200 mL akuades panas.

2. Na₂S₂O₃ 0,1 N

 $Na_2S_2O_3$ sebanyak 24,9 g dilarutkan dalam akuades dan diencerkan hingga volume larutan 1 L.

- 3. Larutan KI 15 %
- 4. CCl₄
- Uji Titik Nyala, Titik Tuang, serta Viskositas
 - 1. Produk dari setiap tahap

3.2 Prosedur Kerja

Metode yang digunakan pada penelitian ini, yaitu metode eksperimental di laboratorium. Penelitian diawali dengan proses homogenisasi Castor Oil awal, kemudian dilanjutkan dengan tahap modifikasi, yaitu reaksi transesterifikasi, epoksidasi, serta reaksi pembukaan cincin dengan senyawa diol, sehingga membentuk produk akhir ProMCO dan PeMCO. Tahap selanjutnya, yaitu uji karakteristik fisiko-kimia dari masing-masing produk hasil tahapan reaksi. Proses selanjutnya, yaitu uji kompatibilitas antara Castor Oil hasil modifikasi (ProMCO dan PeMCO) dengan minyak mineral, yaitu Yubase dan HVI 160.

Hasil dari kompatibilitas dengan minyak mineral tersebut diuji kembali sifat fisiko-kimianya yang terdiri dari titik nyala, titik tuang, viskositas, angka asam, serta bilangan iod. Secara ringkasnya, dapat dilihat pada prosedur Tahap I, Tahap II dan Tahap III berikut:

3.2.1 Proses tahap I: transesterifikasi

Proses transesterifikasi dilakukan untuk mendapatkan metil ester (Castor Oil metil ester) dari Castor Oil. Castor Oil direaksikan dengan metanol (CH₃OH) dan menggunakan katalis KOH.

Preparasi Bahan

- 1. Castor Oil disiapkan sebagai reaktan dengan jumlah 2,25 L.
- 2. Volume metanol yang digunakan sebanyak 0,5618 L (13,90 mol), yakni sesuai dengan perbandingan mol metanol 6 : 1 terhadap mol Castor Oil.
- 3. KOH yang digunakan sebanyak 7,56 g, yaitu 0,35 % dari massa Castor Oil.

Prosedur Reaksi Transesterifikasi:

- Castor Oil terlebih dahulu dipanaskan hingga suhu 35°C dengan menggunakan pemanas dan dilakukan pengadukan secara konstan. Katalis KOH terlebih dahulu dilarutkan dalam metanol untuk memudahkan reaksi karena KOH yang digunakan berbentuk padatan.
- 2. Larutan Metanol + KOH dimasukkan secara perlahan dan pengadukan terus dilakukan agar larutan tersebut terdispersi merata dalam Castor Oil.

- Reaksi dilakukan pada suhu 35°C dan dijaga konstan selama reaksi dilakukan.
 Waktu reaksi adalah 1 jam.
- 4. Produk yang dihasilkan dari reaksi diinapkan semalam. Produk akan terpisah menjadi dua fasa yaitu Castor Oil Methyl Ester (COME) dan gliserol.
- 5. COME dipisahkan dari gliserol dengan menggunakan corong pisah.
- 6. COME dicuci dengan menggunakan akuades hangat dengan perbandingan volume 1:1 dan diaduk merata. Setelah pengadukan dilakukan, campuran didiamkan dan COME akan terpisah kembali. Pisahkan akuades tersebut dari COME dengan corong pisah. Pencucian dilakukan lagi sampai akuades yang didapat bening dan tidak membirukan lakmus.
- 7. COME dipanaskan dalam kondisi vakum untuk menghilangkan kandungan akuades yang tersisa.

3.2.2 Proses Tahap II: Epoksidasi

Castor Oil Methyl Ester (COME) hasil transesterifikasi kemudian diepoksidasi dengan hidrogen peroksida dengan bantuan katalis asam formiat untuk menghasilkan Epoxidized Castor Oil Methyl Ester (ECOME).

a. Preparasi Bahan

- 1. COME disiapkan sebanyak 300 mL.
- 2. H_2O_2 ditimbang sebanyak 46,512 g (1,368 mol), hal ini setara dengan perbandingan mol antara H_2O_2 terhadap COME sebesar 1,5 : 1.
- 3. Asam format yang digunakan sebanyak 15 mL.

b. Prosedur Reaksi Epoksidasi

- 1. COME dipanaskan sampai suhu 60^{0} C, sementara itu $H_{2}O_{2}$ dan asam format dicampurkan perlahan-lahan pada suatu wadah.
- 2. Setelah COME mencapai suhu 60° C, H₂O₂ dan asam format yang telah dicampurkan dimasukkan secara perlahan ke dalam reaktor sambil diaduk.
- 3. Suhu dijaga pada 65^oC dengan menaikkan skala *hot plate* untuk memanaskan atau mengalirkan air ke dalam jaket reaktor untuk menurunkan suhu reaktor.
- 4. Reaksi dijalankan selama 1,5 jam.

3.2.3 Proses Tahap III: Reaksi Pembukaan cincin

ECOME yang dihasilkan dari tahapan diatas akan mempunyai gugus oksirana yang sangat reaktif yang nantinya gugus oksirana itu akan dibuka dengan senyawa diol dengan bantuan katalis PTSA (*p - Toluensulfonic acid*).

a. Preparasi Bahan

- 1. ECOME disiapkan sebanyak 250 mL.
- 2. Katalis PTSA disiapkan sebanyak 1,1856 g (6,893 mmol), setara dengan 0,5% berat ECOME yang digunakan dan merupakan nilai perbandingan berat yang didapat dari hasil variasi jumlah katalis untuk mendapatkan hasil reaksi yang optimal.
- 3. Menyiapkan 1,3–propanadiol dan 1,5–pentanadiol untuk reaksi dengan volume variasi yang telah ditentukan.

Senyawa diol	Volume (mL)
1,3-Propanadiol	30 (0,42 mol)
11	60 (0.84 mol)
	90 (1,25 mol)
1,5-Pentanadiol	30 (0,29 mol)
A A	50 (0,48 mol)
	80 (0,76 mol)

b. Tahapan Reaksi Pembukaan Cincin

- 1. Katalis PTSA dilarutkan dalam diol terlebih dahulu untuk memudahkan reaksi karena PTSA berupa padatan.
- 2. ECOME dipanaskan sampai suhu 55⁰C
- 3. Larutan PTSA dalam diol dimasukkan perlahan-lahan sambil dilakukan pengadukan.
- 4. Suhu reaksi dijaga pada kisaran 60°C, sebagai suhu optimum reaksi hasil variasi suhu dengan menaikkan skala hot plate untuk memanaskan atau mengalirkan ke dalam jaket reaktor untuk mendinginkan.
- 5. Reaksi dijalankan selama 6 jam.

3.3 Uji Karakteristik Produk

3.3.1 Analisis Karakterisitik Kimia

a. Penentuan Bilangan Iod

- 1. 0,5 g sample ditimbang ke dalam labu erlenmeyer yang kering.
- 2. CCl₄ sebanyak 10 mL ditambahkan dan dikocok untuk memastikan bahwa sample telah larut sempurna.
- 3. Dengan menggunakan pipet, 10 mL larutan Wijs ditambahkan ke dalam labu. Labu ditutup dan dikocok agar tercampur merata.
- 4. Labu disimpan di tempat gelap 30 menit pada suhu kamar.
- 5. Untuk pengujian pada setiap sampel, hendaknya dilakukan pula uji pada larutan blanko dengan cara perlakuan yang sama seperti sample.
- Labu yang telah didiamkan selama 30 menit dikeluarkan dan ditambahkan 10 mL larutan KI. Campuran dikocok dan ditambahkan 25 mL akuades.
- 7. Larutan dititrasi dengan larutan Na₂SO₃ 0,1 N secara perlahan dan dengan pengocokan yang kuat. Titrasi dilanjutkan sampai warna kuning hampir hilang. 2 mL larutan kanji ditambahkan dan titrasi dilanjutkan dengan hati-hati hingga warna biru tepat hilang.

b. Penentuan Angka Asam

- 1. 3 g sample ditimbang ke dalam gelas timbang TAN yang kering.
- 2. 60 mL pelarut TAN ditambahkan.
- 3. Larutan dititrasi dengan KOH 0,1 N secara perlahan dan dengan pengocokan yang kuat.

3.3. 2 Analisis Karakteristik Fisika

a. Analisis *Pour Point* (Titik Tuang)

- 1. Sampel yang akan diukur disiapkan pada tabung vial bertara, volume sampel harus mencapai batas tara pada tabung.
- 2. Alat ukur *Pour Point* dinyalakan terlebih dahulu.
- 3. Mesin pendingin dinyalakan, dan ditunggu beberapa saat hingga panel suhu pada pendingin tersebut menyatakan kondisi 0°C.
- 4. Sampel yang berada pada tabung vial dimasukkan ke dalam wadah pengukuran, kemudian detektor diposisikan ke dalamnya.
- 5. Tombol START ditekan dan pengukuran dimulai. Pengukuran 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.

b. Analisis *Kinematic Viscosity* (Viskositas Kinematik) pada suhu 40°C dan 100°C

- 1. Sampel yang akan diukur disiapkan di dalam dua buah tabung vial dengan masing-masing sejumlah 5 mL.
- 2. Alat ukur *Kinematic Viscosity* dihidupkan terlebih dahulu.
- 3. Pompa gas CA II dihidupkan dan jalan udara dibuka.
- 4. Tombol pengatur udara dihidupkan (pada posisi ON).
- 5. Ketika alat telah siap, maka alat dikondisikan pada keadaan remote dengan pengendalian dari komputer.
- Ketika tabung pengukuran telah siap pada kondisi suhu yang diinginkan, yaitu 40°C dan 100°C, maka pengukuran sampel dapat dilakukan.
- 7. Hasil pengukuran *Kinematic Viscosity* sampel pada dua kondisi suhu akan diperoleh *Viscosity Index* (VI) sebagai ukuran pengaruh perubahan suhu terhadap kekentalan minyak lumas.

c. Analisis Flash Point (Titik Nyala)

- Sampel yang akan diukur disiapkan pada wadah logam bertara, volume sampel haruslah mencapai batas tara pada wadah.
- 2. Alat ukur *Flash Point* dihidupkan terlebih dahulu.
- 3. Pompa gas LPG dihidupkan dan jalan udara dibuka.
- 4. Sampel yang berada pada wadah logam dinasukkan ke tempat wadah pengukuran, kemudian detektor diposisikan ke dalamnya.
- 5. Tombol START ditekan dan pengukuran pun dimulai. Pengukuran akan dilakukan dengan cara memanaskan sampel terlebih dahulu hingga titik uapnya. Uap yang dihasilkan tersebut akan menempel pada kawat filamen. Apabila api pendeteksi yang melewati filamen tersebut menimbulkan kejut api, maka pada suhu tersebutlah *Flash Point* dari minyak/ sampel yang diukur.

3.4 Uji Kompatibilitas Antara ECOME-Diol dengan Beberapa Base Oil

Pada tahapan ini dilakukan pengujian kompatibilitas antara ECOME-Diol dengan minyak mineral, yaitu HVI 160 dan Yubase Oil. Uji kompatibilitas ini bertujuan untuk mengkolaborasikan karakteristik dari ECOME-Diol dengan minyak mineral agar diperoleh minyak lumas dengan karakteristik fisika kimia yang semakin baik.

Adapun prosedur dari uji kompatibilitas ini, yaitu :

- 1. Dilakukan pencampuran dengan komposisi 8% (w/w) antara ProMCO dan PeMCO dari semua variasi volume dengan HVI 160 dan Yubase.
- 2. Pencampuran dilakukan pada suhu 40° C selama 1 jam dengan pengadukan cepat.
- 3. Hasil pencampuran tersebut diukur karakteristik fisiko-kimianya dan ditentukan nilai volume terbaik senyawa diol yang akan digunakan.
- 4. ProMCO dan PeMCO dengan nilai terbaik dicampur sekali lagi dengan variasi komposisi pencampuran 0,4,8,12,16, dan 20 % (w/w).
- 5. Hasil pencampuran kemudian dianalisa karakteristik fisiko-kimianya dan ditentukan nilai pencampuran optimumnya.

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil

Tabel 4.1 Sifat fisiko-kimia hasil reaksi Tahap I dan II

Uji Karakterisasi		Castor Oil	Tahap I	Tahap II
		0	COME	ECOME
Viskositas	40°C	252,8	22,07	26,12
Kinematik (cSt)	100°C	19,73	4,172	4,45
Indeks Viskositas	(IV)	89	83	76
Titik Nyala (°C)		238	200	194
Titik Tuang (°C)		-28	-16	-16
Bilangan Iod (g I ₂ /10	0 g sampel)	86,1	27,60	4,801
Angka Asam Total		2,36	1,26	2,81
(mg KOH/g sampel)				

Tabel 4.2 Sifat fisiko-kimia hasil reaksi Tahap III dengan 1,3 – propanadiol

Uji Karakter	isasi	ProMCO 30	ProMCO 60	ProMCO 90
Viskositas	40°C	94,26	96,39	156,9
Kinematik (cSt)	100°C	9,299	9,441	12,39
Indeks Viskositas	(IV)	65	65	56
Titik Nyala (°C)		172	176	184
Titik Tuang (°C)		-22	-24	-25
Bilangan Iod(g I ₂ /10	00 g sampel)	4,92	4,63	4,46
Bilangan Asam T	otal	2,52	2,52	1,96

Tabel 4.3 Sifat fisiko-kimia hasil reaksi Tahap III dengan 1,5 - pentanadiol

Uji Karak	terisasi	PeMCO 30	PeMCO 50	PeMCO 80
Viskositas	40°C	31,14	32,47	33,58
Kinematik (cSt)	100°C	5,101	5,110	4,903
Indeks Viskos	itas (IV)	77	77	80
Titik Nyala (°C	C)	180	182	182
Titik Tuang (°	C)	-23	-23	-24
Bilangan Iod (g I ₂ /100 g sampel)		4,52	4,58	4,51
Bilangan Asar (mg KOH/g sampel)		2,52	2,52	1,96

Keterangan:

ProMCO 30: Hasil reaksi ECOME dengan 30 mL 1,3-propanadiol

ProMCO 60: Hasil reaksi ECOME dengan 60 mL 1,3-propanadiol

ProMCO 90: Hasil reaksi ECOME dengan 90 mL 1,3-propanadiol

PeMCO 30: Hasil reaksi ECOME dengan 30 mL 1,5-pentanadiol

PeMCO 50: Hasil reaksi ECOME dengan 50 mL 1,5-pentanadiol

PeMCO 80: Hasil reaksi ECOME dengan 80 mL 1,5-pentanadiol

Tabel 4.4 Viskositas minyak mineral

Minyak Mineral	VK 40 °C (cSt)	VK 100 °C (cSt)	Indeks Viskositas
HVI 160	102,2	11,35	97
Yubase	43,69	7,4	134

Tabel 4.5 Uji viskositas produk *blending* pendahuluan HVI 160 dan Castor Oil hasil modifikasi pada komposisi 8% (w/w)

Produk	VK 40 °C (cSt)	VK 100 °C (cSt)	Indeks Viskositas
HVI+Prop30	103,9	10,69	83
HVI+Prop60	103,2	10,79	86
HVI+Prop90	106,6	11,16	88
HVI+Pent30	86,57	10,15	98
HVI+Pent50	85,28	10,2	100
HVI+Pent80	93,62	10,62	96

Keterangan:

HVI+Prop30/60/90 = Pencampuran HVI 160 dengan ECOME-Propanadiol 30/60/90 HVI+Pent30/50/80 = Pencampuran HVI 160 dengan ECOME-Pentanadiol 30/50/80 Warna merah merupakan hasil optimum yang digunakan untuk uji kompatibilitas.

Uji Viskositas Produk *Blending* Minyak Mineral dan Castor Oil Hasil Reaksi Modifikasi

Tabel 4.6 Blending ECOME-Propana 90 dengan HVI 160

Produk	VK 40 °C	VK 100 °C	Indeks Viskositas
HProp 4%	98,44	11,09	97
HProp 8%	96,73	10,93	97
HProp 12%	95,25	10,80	97
HProp 16%	93,63	10,72	97
HProp 20%	92,66	10,63	97

Tabel 4.7 Blending ECOME-Pentana 80 dengan HVI 160

Produk	VK 40 °C	VK 100 °C	Indeks Viskositas
HPent 4%	96,12	10,91	97
HPent 8%	93,62	10,62	96
HPent 12%	90,84	10,48	97
HPent 16%	88,60	10,31	97
HPent 20%	86,55	10,21	98

Blending dengan Yubase

Tabel 4.8 Blending ECOME-Propanadiol 90 dengan Yubase

Produk	VK 40 °C	VK 100 °C	Indeks Viskositas
YProp 4%	42,91	7,285	133
YProp 8%	42,42	7,224	133
YProp 12%	41,96	7,180	134
YProp 16%	41,59	7,143	134
YProp 20%	41,26	7,106	134

Tabel 4.9 Blending ECOME-Pentanadiol 80 dengan Yubase

Produk	VK 40 °C	VK 100 °C	Indeks Viskositas
YPent 4%	42,37	7,224	134
YPent 8%	41,56	7,137	134
YPent 12%	40,74	7,061	135
YPent 16%	40,41	7,008	134
YPent 20%	39,95	6,959	135

Keterangan:

HProp = HVI 160 + ProMCO HPent = HVI 160 + PeMCO YProp = Yubase + ProMCO YPent = Yubase + PeMCO

4.2 Pembahasan

4.2.1 Tahap I : Reaksi Transesterifikasi

Pada tahap ini, dilakukan reaksi transesterifikasi pada Castor Oil untuk mengubah trigliserida risinoleat menjadi ester risinoleatnya. Pada reaksi ini digunakan KOH sebagai katalis basa. Katalis basa digunakan karena reaksi transesterifikasi berlangsung 4000 kali lebih cepat daripada menggunakan katalis asam. Penggunaan katalis asam akan memerlukan suhu yang lebih tinggi dan waktu reaksi yang lebih lama (Ege,1989). KOH yang digunakan sebanyak 0,35% mol Castor Oil. Jumlah ini berdasarkan beberapa penelitian sebelumnya, di mana jumlah katalis KOH optimum untuk reaksi transesterifikasi Castor Oil adalah sebanyak 0,35% (Karina, R.M, 2005).

KOH yang berbentuk padatan dilarutkan terlebih dahulu di dalam metanol. Selain bertindak sebagai pereaksi, metanol juga bertindak sebagai pelarut. Dalam hal ini, metanol menjadi jembatan kepolaran antara KOH yang polar dan minyak yang nonpolar, karena sifat kepolaran metanol yang berada di antara keduanya.

Gambar 4.1 Reaksi Saponifikasi

KOH di dalam metanol akan mengalami ionisasi dan bereaksi dengan trigliserida saat dicampurkan ke dalam minyak. Reaksi yang terjadi merupakan saponifikasi yang menghasilkan produk gliserol dan garam karboksilat dari asam risinoleat. Reaksi pembentukan sabun ini merupakan tahap yang paling lama.

Gambar 4.2 Reaksi Transesterifikasi

Muatan negatif terdistribusi secara merata di antara kedua atom oksigen gugus karboksilat. Hal ini menyebabkan terbentuknya muatan relatif positif pada atom karbon. Metanol yang bersifat nukleofilik dengan adanya atom oksigen, akan menyerang atom karbon positif ini. Intermediet yang terbentuk dari penyerangan ini tidak stabil dan segera melakukan penataan membentuk ester dengan pelepasan kembali OH dari katalis basa yang bereaksi pada tahap saponifikasi.

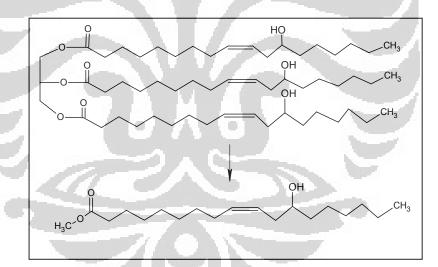
Reaksi ini dijalankan selama satu jam pada suhu 35°C dengan pengadukan cepat. Produk yang diperoleh pada akhir reaksi merupakan *Castor Oil Methyl Ester* (COME) dan gliserol.

Secara stoikiometri, perbandingan minyak dan metanol adalah 1:3, namun reaksi ini adalah reaksi yang sedikit reversibel, maka perbandingan mol minyak: metanol harus ditingkatkan, yaitu dengan membuat metanol berlebih. Berdasarkan penelitian sebelumnya, perbandingan minyak: metanol optimum adalah 1:6 atau 1:9. Penelitian ini menggunakan perbandingan mol minyak dan metanol 1:6. Perbandingan yang lebih tinggi tidak digunakan karena pemisahan metanol berlebih akan memerlukan destilasi ekstra yang akan berdampak pada biaya produksi tinggi. Suhu tinggi juga tidak akan mengurangi waktu reaksi untuk mendapatkan konversi maksimal (Darnoko, 2000), karena itu reaksi transesterifikasi Castor Oil ini dilakukan pada suhu 35°C selama 1 jam dengan pengadukan cepat.

Reaksi transesterifikasi merupakan tahap awal modifikasi pada Castor Oil. Reaksi ini akan memecah trigliserida risinoleat menjadi ester risinoleatnya. Dengan berkurangnya berat molekul akibat pemecahan trigliserida ini, maka akan mempengaruhi sifat-sifat fisika dan kimia dari Castor Oil.

Setelah reaksi selesai, didiamkan selama satu malam dan akan terbentuk dua lapisan, yaitu lapisan COME yang berwarna kuning keemasan di bagian atas dan gliserol yang berwarna merah di bagian bawah.

COME yang terbentuk memiliki bau yang khas seperti buah pisang. COME kemudian didekantasi, dicuci dengan akuades hangat untuk menghilangkan basa, metanol berlebih, dan gliserol. Pencucian dilakukan sampai air cucian bening dan tidak membirukan lakmus, dan dilanjutkan dengan pemanasan secara vakum untuk menghilangkan sisa air, sampai tidak ada gelembung-gelembung udara lagi. Jumlah produk COME bersih yang diperoleh berkisar 85 % dari Castor Oil awal yang digunakan untuk reaksi.



Gambar 4.3 Perubahan struktur trigliserida Castor Oil menjadi COME

4.2.2 Tahap II : Reaksi Epoksidasi

COME sebagai bentuk metil ester dari Castor Oil tersebut masih mengandung gugus ikatan rangkap yang memiliki potensi yang sangat besar untuk berikatan dengan oksigen bebas ataupun senyawa elektrofil lainnya. Hal ini akan menyebabkan COME yang dihasilkan mudah teroksidasi dan memiliki umur

penyimpanan yang relatif pendek. Tahap II merupakan reaksi epoksidasi yang bertujuan untuk mengurangi jumlah gugus ikatan rangkap, sehingga dapat mengurangi tingkat oksidasi COME.

COME yang terbentuk dari tahap I digunakan untuk reaksi tahap II ini. Asam peroksida dan asam format dicampurkan terlebih dahulu dalam beaker glass. Hasil pencampuran ini adalah asam peroksi yang reaktif sebagai oksidator dan kemudian dimasukkan setetes demi setetes ke dalam COME yang telah dipanaskan.

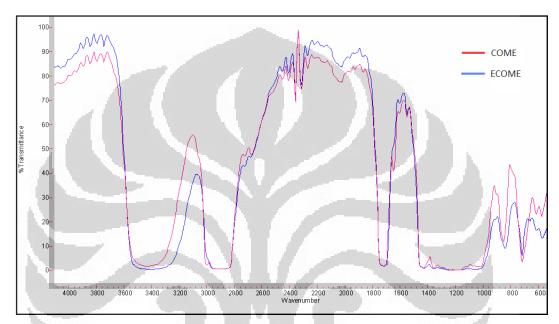
Metode pencampuran peroksida dan asam format ke dalam minyak harus dilakukan dengan benar. Beberapa metode telah dilakukan sebelumnya untuk melihat hasil yang optimal dari reaksi, yaitu (i) pencampuran H_2O_2 terlebih dahulu kemudian diikuti oleh asam format, (ii) asam format dipanaskan bersama minyak terlebih dahulu sebelum H_2O_2 dicampurkan ke dalam reaktor, dan (iii) H_2O_2 dan asam format dicampurkan terlebih dahulu sebelum dimasukkan ke dalam reaktor.

Karakterisasi dengan instrument IR menunjukkan hasil maksimal dimiliki oleh metode (ii) dan (iii) di mana seluruh ikatan rangkapnya telah bereaksi dengan asam peroksi membentuk peroksida, sementara pada metode (i) hanya terjadi pengurangan sedikit ikatan rangkapnya.

Pada dasarnya, H₂O₂ merupakan oksidator, tapi tidak mampu untuk mengoksidasi ikatan rangkap tanpa adanya bantuan katalis asam format, karena dalam mekanisme reaksi yang terjadi, penyerangan gugus ikatan rangkap dilakukan oleh asam peroksi hasil reaksi antara H₂O₂ dan asam format. Saat H₂O₂ dicampurkan ke dalam COME terlebih dan menyusul oleh asam format, maka asam peroksi yang terbentuk tidak maksimal, sehingga semua ikatan rangkap tidak terepoksida secara sempurna. Oleh karena itu, pada penelitian ini metode (iii) digunakan untuk pembentukan epoksida.

Asam peroksi format yang terbentuk saat H₂O₂ dan asam format dicampurkan akan berinteraksi dengan ikatan rangkap. Asam peroksi bertindak sebagai elektrofilik dan mentransfer satu atom oksigennya kepada ikatan rangkap. Reaksi ini akan membentuk kembali asam format yang kembali bereaksi dengan H₂O₂ lain membentuk asam peroksi, mentransfer satu atom oksigen ke dalam ikatan rangkap lain, dan terlepas lagi dalam bentuk asam formatnya. Proses ini

terjadi berulang-ulang sampai seluruh ikatan rangkap di dalam COME dan H_2O_2 habis bereaksi. Karena itulah meskipun dari reaksi pembentukan asam peroksi dibutuhkan H_2O_2 dan asam format dengan perbandingan mol 1 : 1, asam format dapat digunakan dalam jumlah yang lebih sedikit karena dalam mekanisme reaksinya akan selalu terbentuk kembali. Dengan demikian asam format disebut sebagai katalis dalam reaksi epoksidasi ini.



Gambar 4.4 Spektrum IR perbandingan COME dan ECOME

Spektrum IR menunjukkan adanya perbedaan struktur kimia antara COME dan ECOME. Hilangnya serapan pada daerah bilangan gelombang 1650 cm⁻¹ pada ECOME menunjukkan bahwa ikatan rangkap yang semula ada pada COME sudah hilang. Hal ini juga didukung dengan hasil uji bilangan iod yang menurun drastis dari COME yang sebesar 27,60 menjadi 4,801 untuk ECOME.

Gambar 4.5 Struktur kimia ECOME

Reaksi epoksidasi ini sangat eksoterm, karena itu pendinginan dengan cara mengalirkan air ke dalam jaket reaktor sangat diperlukan untuk menjaga suhu reaksi tetap di bawah 70°C. Pada saat berjalannya reaksi selama 1,5 jam, akan tampak perubahan warna minyak dari kuning keruh akibat penambahan asam peroksida dan asam format menjadi coklat. Setelah reaksi selesai dan didiamkan selama beberapa jam, akan terbentuk dua lapisan berupa minyak coklat di bagian atas dan cairan bening sisa asam di bagian bawah.

Minyak didekantasi dan dicuci dengan akuades hangat sampai air cucian netral, serta dilanjutkan dengan pemanasan secara vakum sampai tidak ada gelembung-gelembung udara lagi. Produk bersih yang diperoleh merupakan COME yang terepoksidasi atau disebut juga dengan ECOME (*Epoxidized Castor Oil Methyl Ester*) dan memiliki rendemen sekitar 97 % dari COME awal yang digunakan.

4.2.3 Tahap III: Reaksi Pembukaan Cincin Epoksida

Tahap terakhir dari modifikasi Castor Oil merupakan reaksi pembukaan cincin epoksida. Reaksi ini juga bertujuan untuk meningkatkan sifat fisikokimia dari Castor Oil. Dari tahap II sebelumnya, telah diperoleh ECOME. Produk tahap II ini meskipun memiliki ketahanan oksidasi yang baik karena sudah tidak memiliki gugus ikatan rangkap lagi, tetapi bersifat sangat reaktif karena adanya gugus oksirana dan mudah mengalami reaksi pembukaan dengan adanya asam. Oleh karena itu, dalam tahap III ini, gugus oksirana akan dibuka menggunakan senyawa diol dengan bantuan katalis asam PTSA. Senyawa diol yang digunakan adalah 1,3 – propanadiol dan 1,5 – pentanadiol.

Senyawa diol dipilih untuk menggantikan gliserol yang dalam beberapa penelitian sebelumnya digunakan dalam reaksi pembukaan epoksida. Gliserol yang memiliki tiga gugus hidroksi merupakan elektrofil yang baik dalam reaksi pembukaan cincin. Selain itu, dengan banyaknya gugus hidroksi yang dimilikinya, akan memberikan hasil berupa minyak lumas dasar dengan kemampuan lumas yang baik, karena atom-atom oksigen yang elektronegatif akan memiliki kekuatan yang besar dalam menempel di permukaan mesin yang merupakan logam-logam bermuatan positif. Akan tetapi, produk reaksi dengan gliserol ini masih belum

kompatibel dengan minyak lumas dasar mineral akibat perbedaan kepolaran di antara keduanya (Hernawati, B.D, & Anggoro, M.A, 2009).

Senyawa diol yang memiliki dua gugus hidroksil dipilih sebagai alternatif. Jumlah OH yang lebih sedikit dibandingkan gliserol diharapkan akan menghasilkan produk dengan sifat pelumasan yang baik namun lebih kompatibel dengan minyak lumas dasar mineral karena kepolarannya berkurang.

Dalam reaksi tahap III ini dilakukan tiga kali reaksi untuk tiap senyawa diol dengan melakukan variasi volume senyawa diol yang digunakan. Variasi ini dilakukan untuk melihat kondisi optimum jumlah senyawa diol yang harus digunakan. Volume 1,3-propanadiol yang digunakan adalah 30, 60, dan 90 mL, sedangkan 1,5-pentanadiol yang digunakan sebanyak 30, 50, dan 80 mL untuk setiap reaksi.

Katalis PTSA yang berbentuk padatan dilarutkan terlebih dahulu dalam senyawa diol untuk membuatnya berada dalam fasa yang sama dengan reagen yang hendak direaksikan. Fasa yang sama antara substrat dan katalis akan memudahkan reaksi terjadi karena interaksi antar molekulnya dapat terjadi dengan baik.

Minyak ECOME dipanaskan terlebih dahulu untuk meningkatkan energi kinetik molekul-molekulnya sehingga siap untuk bereaksi. Campuran PTSA dan senyawa diol dimasukkan perlahan-lahan ke dalam reaktor. Pengadukan dilakukan dengan cepat dan reaksi dijalankan selama 6 jam. Pada awal pencampuran, suhu reaktor turun yang menandakan bahwa reaksi endoterm. Karena itu suhu reaktor harus tetap dijaga supaya tidak turun di bawah 60°C.

Tahap pertama mekanisme reaksi pembukaan cincin epoksida ini meliputi protonasi atom oksigen pada gugus oksirana. Oksigen yang terprotonasi ini merupakan gugus pergi yang baik. Lepasnya ikatan antara C dan O membentuk intermediet karbokation yang kemudian diserang oleh atom oksigen dari senyawa diol. Kemudahan lepasnya ikatan ini juga didukung oleh sudut ikatan epoksida yang tegang, sehingga membuatnya mudah terlepas.

Gambar 4.6 Pembukaan cincin epoksida melalui tahap protonasi oksigen

Ada dua kemungkinan posisi karbokation yang terbentuk, yaitu di atom karbon nomor 9 atau atom karbon nomor 10. Sesuai dengan prinsip kestabilan, maka posisi yang lebih disukai adalah pada atom karbon nomor 9. Posisi karbokation pada atom karbon nomor 10 akan membuatnya diapit oleh dua gugus hidroksil. Adanya gugus hidroksil ini akan membuat karbokation yang terbentuk kurang stabil akibat terjadi penguatan muatan dari atom oksigen yang elektronegatif. Selain itu, posisi pada atom karbon nomor 10 sterik, sehingga akan menyulitkan nukleofil untuk masuk.

Posisi atom karbon nomor 9 menguntungkan bagi karbokation, selain alasan kurangnya faktor sterik, juga disebabkan oleh adanya rantai alkil di sebelahnya. Gugus alkil merupakan pendorong elektron, sehingga terjadi pemencaran muatan positif dari karbokation yang bersifat menstabilkan (Franisal, 2004).

Produk untuk reaksi pembukaan cincin epoksida baik dengan 1,3propanadiol maupun 1,5-pentanadiol berbeda hanya pada panjang rantai alkil sesuai dengan perbedaan struktur kedua senyawa diol tersebut.

Gambar 4.7 Struktur *Propanediol Modified Castor Oil* (ProMCO)

$$\begin{array}{c} \text{OH} \\ \text{CH}_2 \\ \text$$

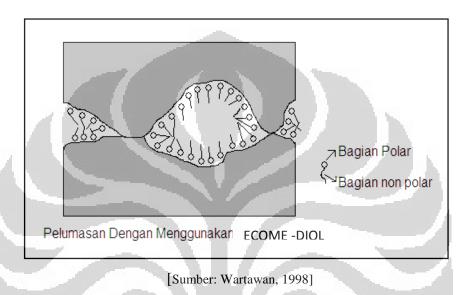
Gambar 4.8 Struktur Pentanediol Modified Castor Oil (PeMCO)

Reaksi pada tahap III ini bertujuan untuk membuka gugus epoksida dan memberikan suatu rantai eter serta bertambahnya jumlah gugus hidroksi. Sebagai akibat dari perubahan struktur ini, maka karakteristik yang dimiliki oleh produk hasil modifikasi berbeda dari ECOME awalnya. Perbedaan karakteristik juga terlihat di antara produk reaksi dengan senyawa diol yang berbeda.

Sifat fisik yang pertama teramati adalah perubahan warna dari ECOME yang berwarna coklat menjadi ProMCO dan PeMCO yang berwarna kemerahan. Perubahan warna ini sudah mulai teramati saat reaksi berjalan selama 6 jam.

Reaksi pembukaan epoksida dengan senyawa diol ini akan menambah kepolaran Castor Oil dari semula akibat bertambahnya gugus OH. Adanya peningkatan kepolaran minyak lumas akan sangat membantu dalam sifat pelumasan pada mesin. Hal ini dikarenakan sistem pelumasan memerlukan adanya interaksi antara minyak lumas dengan mesin yang akan dilumasi. Logam yang terdapat pada mesin akan cenderung berinteraksi dengan senyawaan kimia bergugus polar. Oleh karena itu, dengan adanya gugus OH pada Castor Oil yang

dimodifikasi ini akan menambah interaksi minyak lumas dengan mesin, sehingga gugus polar pada mesin akan membuat suatu lapisan tipis yang kuat dalam melindungi permukaan mesin. Bagian nonpolar dari minyak lumas, yaitu rantai karbonnya, akan melindungi dari gesekan dan panas yang terjadi selama pergerakan mesin berlangsung (Hernawati, B.D & Anggoro, M.A, 2009).



Gambar 4.9 Interaksi Pelumas dengan Permukaan Mesin

4.3 Sifat Fisiko-Kimia Produk Modifikasi

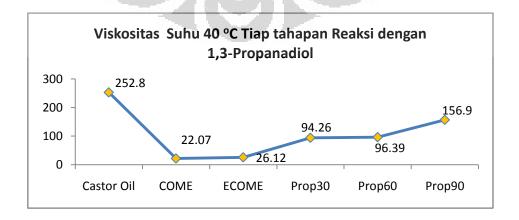
Reaksi pada setiap tahapan modifikasi menyebabkan terjadinya perubahan karakteristik Castor Oil. Perubahan struktur yang terjadi pada setiap tahapan menghasilkan nilai uji karakteristik yang berbeda-beda untuk setiap tahapan. Karakterisasi dilakukan pada setiap tahapan reaksi untuk mengetahui sifat fisiko-kimia dari produk. Dengan mengetahui sifat fisiko-kimia produk, maka dapat diketahui kondisi penggunaan dari minyak lumas dasar yang dihasilkan, serta sifat-sifat apa saja yang perlu diperbaiki agar sesuai dengan kriteria minyak lumas yang diinginkan. Beberapa karakteristik fisiko-kimia yang sangat mempengaruhi kualitas minyak lumas, yaitu viskositas, titik nyala, titik tuang, bilangan iod, dan angka asam.

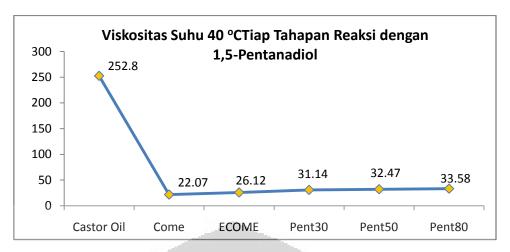
4.3.1 Viskositas Kinematik dan Indeks Viskositas

Viskositas suatu pelumas adalah suatu ukuran dari besar tahanan yang diberikan oleh pelumas untuk mengalir. Dengan kata lain, viskositas adalah ukuran kekentalan dari pelumas tersebut. Semakin besar viskositas (semakin kental), maka semakin besar pula tahanannya untuk mengalir. Viskositas akan turun saat suhu meningkat, sebaliknya pada suhu rendah, viskositas akan bertambah. Saat suhu tinggi, molekul-molekul pelumas bervibrasi lebih banyak sehingga interaksi antar molekul berkurang, sebaliknya saat suhu rendah, vibrasi berkurang, bahkan dapat menyerupai gemuk (grease) pada suhu yang sangat rendah (Godfrey et al, 1995).

Indeks viskositas merupakan metode untuk menggambarkan sensitifitas viskositas pelumas terhadap perubahan suhu. Semakin besar indeks viskositasnya maka ketahanan viskositas terhadap suhu semakin baik (Fein, n.d.). Hal ini menunjukkan bahwa pelumas tersebut hanya akan mengalami perubahan viskositas yang kecil saat suhu meningkat. Perubahan ini tidak akan sama untuk semua pelumas. Untuk menunjukkan perubahan ini dengan suatu bilangan, maka indeks viskositas digunakan dengan cara mengukur viskositas pada suhu 40 °C dan 100 °C, dan mencari hubungan di antara kedua titik suhu tersebut (ASTM D 2270).

Pelumas yang baik diharapkan memiliki viskositas cukup rendah pada suhu yang rendah, sehingga dapat mengalir dengan mudah saat mesin mulai dinyalakan. Sebaliknya, pada suhu tinggi, viskositas harus cukup tinggi agar tetap dapat mengalir dan melapisi permukaan mesin dengan baik.

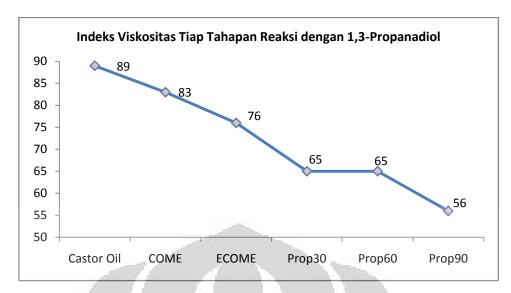




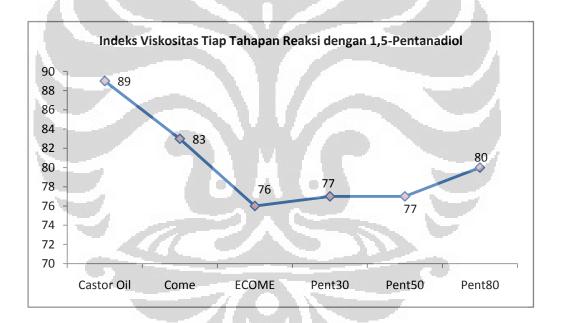
Grafik 4.1 Perubahan Viskositas pada Tiap Tahapan Reaksi Modifikasi

Adanya gugus hidroksi pada asam risinoleat yang merupakan komponen utama Castor Oil, menginduksi ikatan hidrogen yang kuat di antara molekul trigliserida, sehingga menyebabkan kuatnya interaksi antar molekul (Asadauskas, Perez, Duda, 1997). Fenomena molekular ini menjelaskan terjadinya peningkatan viskositas pada tiap tahapan reaksi.

Dari grafik di atas, terlihat adanya perubahan viskositas dari setiap tahapan reaksi. Viskositas menurun drastis pada reaksi tahap I karena terjadinya pemecahan molekul trigliserida menjadi metil ester yang lebih kecil. Peningkatan viskositas terjadi pada tahap II dengan bertambahnya jumlah oksigen pada struktur molekul. Viskositas meningkat kembali pada reaksi tahap III dengan bertambahnya jumlah atom karbon dan oksigen. Reaksi dengan senyawa diol pada tahap III ini juga menambah satu gugus OH yang mengakibatkan pada bertambahnya ikatan hidrogen, sehingga menguatkan interaksi antar molekulnya dan berpengaruh pada viskositasnya.



Grafik 4.2 Perubahan indeks viskositas pada reaksi modifikasi dengan 1,3-propanadiol



Grafik 4.3 Perubahan Indeks Viskositas pada reaksi modifikasi dengan 1,5-pentanadiol

Perubahan indeks viskositas juga terjadi pada tiap tahapan reaksi. Indeks viskositas menurun pada reaksi tahap I karena pecahnya molekul trigliserida. Penurunan pada hasil reaksi tahap II terjadi dikarenakan adanya gugus epoksida yang sangat reaktif. Epoksida ini tidak stabil pada suhu tinggi dan mudah mengalami pembukaan terutama dengan adanya pengotor asam. Oleh karena itu,

meskipun reaksi epoksidasi dapat meningkatkan ketahanan oksidasi Castor Oil, tetapi masih diperlukan tahapan modifikasi lebih lanjut lagi.

Indeks viskositas menunjukkan kecenderungan yang meningkat pada reaksi tahap III. Diharapkan indeks viskositas akan meningkat dengan bertambahnya volume senyawa diol yang digunakan, tetapi hasil ini tidak diperoleh pada reaksi dengan 1,3-propanadiol. Pada reaksi dengan volume 1,3-propanadiol sebesar 90 mL, terjadi penurunan indeks viskositas. Hal ini mungkin dikarenakan oleh proses pemurnian hasil reaksi yang kurang maksimal sehingga produk reaksi masih mengandung banyak molekul air yang digunakan selama pencucian.

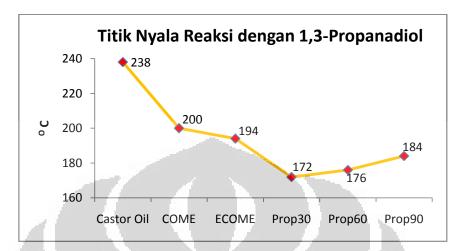
Dari reaksi tahap III ini sebenarnya diharapkan indeks viskositas dengan nilai yang lebih baik atau setidaknya mendekati indeks viskositas dari minyak mineral. Namun dari hasil pengujian, terlihat bahwa produk hasil modifikasi baik dengan 1,3-propanadiol maupun 1,5-pentanadiol masih berada di bawah spesifikasi indeks viskositas minyak mineral.

Penelitian Asadauskas et al (1997) menunjukkan bahwa Castor Oil, meskipun memiliki viskositas lebih tinggi, tetapi memiliki indeks viskositas relatif rendah dibandingkan dengan minyak nabati lainnya. Hal ini dijelaskan dengan alasan berkurangnya kekuatan ikatan hidrogen seiring peningkatan suhu. Pada jurnal yang sama pula, dijelaskan bahwa ikatan rangkap dan linearitas yang tinggi memungkinkan terjadinya interaksi molekular yang lebih kuat dengan peningkatan suhu dibandingkan ester atau hidrokarbon bercabang. Faktor-faktor inilah yang menjadi penjelasan untuk fenomena menurunnya indeks viskositas dari Castor Oil, COME, ECOME, ProMCO, dan PeMCO. Meskipun demikian, rendahnya indeks viskositas produk reaksi modifikasi ini masih dapat ditingkatkan dengan menambahkan aditif *Viscosity Improver* untuk meningkatkan ketahanan viskositas produk terhadap suhu.

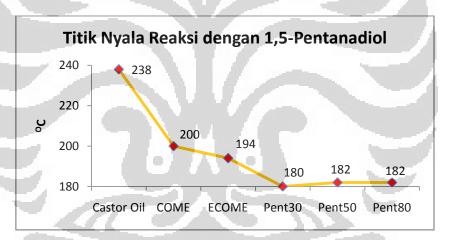
4.3.2 Titik Nyala (Flash Point)

Titik nyala adalah suhu terendah yang diperlukan suatu bahan untuk dapat membentuk uap dan menyala dengan sendirinya. Harga titik nyala menunjukkan adanya bahan yang mudah menguap dan mudah terbakar, serta menggambarkan

kecenderungan minyak untuk membentuk campuran dengan udara yang mudah terbakar (Yulianti, 2007).



Grafik 4.4 Perubahan titik nyala pada reaksi modifikasi dengan 1,3-propanadiol



Grafik 4.5 Perubahan titik nyala pada reaksi modifikasi dengan 1,5-pentanadiol

Hasil pengujian menunjukkan bahwa terjadi penurunan titik nyala untuk tiap tahapan reaksi. Sebab terjadinya penurunan titik nyala ini, selain dikarenakan sifat khas dari setiap jenis minyak, juga dikarenakan berkurangnya bobot molekul. Produk modifikasi dengan senyawa diol menunjukkan titik nyala tertinggi adalah 184 °C untuk ProMCO 90 dan 182 °C untuk PeMCO 80. Nilai ini masih berada di bawah standar pelumas otomotif, yaitu 200 °C. Meskipun tidak ada aditif yang tersedia untuk meingkatkan titik nyala, nilai ini dapat diperbaiki saat pencampuran produk modifikasi dengan minyak mineral.

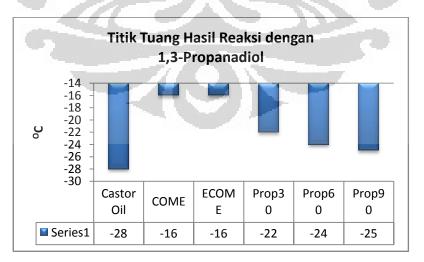
Pada dasarnya, titik nyala tidak berpengaruh terhadap performa mesin, namun faktor ini sangat menentukan cara penyimpanan pelumas (Agita,G, 2009). Berdasarkan hasil pengujian yang diperoleh, produk reaksi modifikasi ini aman disimpan dalam keadaan terbuka pada suhu ruang dan tidak memerlukan penanganan khusus dalam penyimpanannya.

4.3.3 Titik Tuang (*Pour Point*)

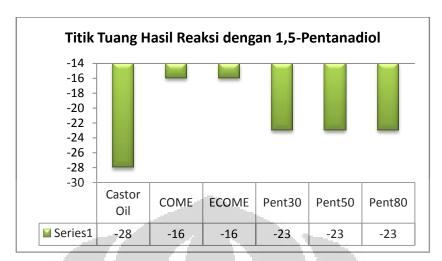
Titik tuang merupakan salah satu fenomena pengaruh suhu terhadap viskositas. Titik tuang didefinisikan sebagai suhu terendah di mana pelumas masih dapat mengalir (Godfrey, 2009).

Salah satu kelemahan dari minyak lumas dasar nabati adalah buruknya nilai titik tuang. Pada suhu yang sedikit rendah, minyak sudah mulai membeku. Karakteristik ini tentu tidak baik untuk negara-negara subtropik yang memiliki musim dingin dengan suhu yang rendah. Aditif untuk menurunkan titik tuang dapat digunakan untuk memperbaiki sifat ini, tetapi memberikan dampak yang kurang ekonomis untuk harga pelumas jadinya.

Dalam penelitian ini, hasil reaksi tahap III memberikan produk dengan nilai titik tuang yang relatif rendah, baik untuk ProMCO maupun PeMCO. Nilai titik tuang yang dimiliki oleh produk hasil reaksi mencapai -25 °C. Nilai ini bahkan lebih baik daripada minyak mineral pada umumnya.



Grafik 4.6 Perubahan titik tuang pada reaksi modifikasi dengan 1,3-propanadiol



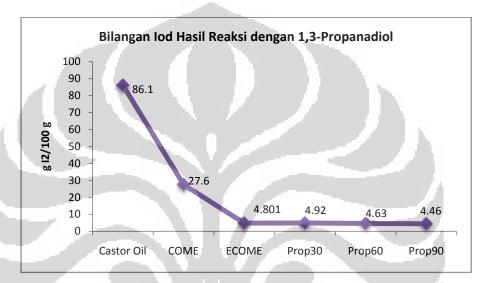
Grafik 4.7 Perubahan titik tuang pada reaksi modifikasi dengan 1,5-pentanadiol

Titik tuang dipengaruhi oleh jumlah ikatan rangkap dan cabang di dalam struktur kimia dari minyak bersangkutan. Semakin banyak jumlah ikatan rangkap dan cabang, semakin rendah titik tuangnya. Castor Oil yang memiliki banyak ikatan rangkap memiliki nilai titik tuang sampai -28 °C. Reaksi tahap epoksidasi bertujuan untuk menghilangkan ikatan rangkap, sehingga titik tuangnya naik sampai -16 °C. Pada reaksi tahap III ini, nilai titik tuang yang kembali turun disebabkan karena adanya percabangan baru pada struktur Castor Oil yang dimodifikasi. Pembentukan cabang baru merupakan salah satu modifikasi yang disukai pada sintesis biopelumas dari minyak nabati, karena reaksi ini dapat memperbaiki karakteristik aliran pelumas pada suhu rendah yang ekstrim (Leslie R et al, 2006)

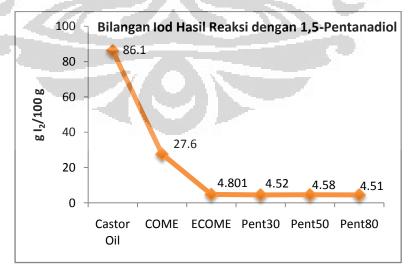
4.3.4 Bilangan Iod (*Iodine Number*)

Minyak nabati mudah mengalami oksidasi dikarenakan adanya ikatan rangkap pada struktur molekulnya. Hal ini tidak menguntungkan karena reaksi oksidasi akan menghasikan produk-produk yang dapat menurunkan kinerja pelumas, mengakibatkan korosi, dan pengendapan kotoran.

Reaksi Modifikasi Tiga Tahap pada Cator Oil yang dilakukan pada penelitian ini merupakan salah satu cara untuk meningkatkan ketahanan oksidasi Castor Oil dengan cara penghilangan ikatan rangkap. Uji kimiawi untuk melihat keberhasilan reaksi ini dilakukan dengan penentuan bilangan iod. Bilangan iod digunakan sebagai indikator untuk proporsi ikatan rangkap pada minyak nabati/asam lemak. Semakin tinggi bilangan iod, semakin besar pula proporsi ikatan rangkap pada minyak nabati/asam lemak.



Grafik 4.8 Perubahan bilangan iod pada reaksi modifikasi dengan 1,3-propanadiol



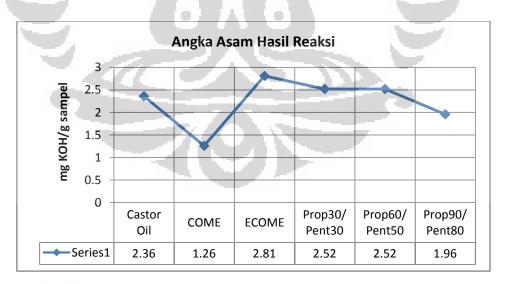
Grafik 4.9 Perubahan bilangan iod pada reaksi modifikasi dengan 1,5-pentanadiol

Pada penelitian ini, diperoleh penurunan bilangan iod yang signifikan pada setiap tahapan reaksi, baik produk modifikasi dengan 1,3-propanadiol maupun 1,5-pentanadiol. Nilai bilangan iod paling kecil terutama dimiliki oleh produk pada reaksi Tahap II dan III. Hal ini menunjukkan bahwa ikatan rangkap yang terdapat pada risinoleat telah bereaksi dan terbuka.

4.3.5 Angka Asam (*Total Acid Number*)

Penentuan angka asam termasuk salah satu metode untuk mengamati ketahanan oksidasi. Metode ini bukan untuk menentukan sifat asam absolut dari pelumas, melainkan sifat asam yang timbul akibat peristiwa oksidasi karena pemakaian atau kerja pelumas. Besarnya konsentrasi asam dalam pelumas dinyatakan dengan banyaknya KOH yang digunakan untuk menetralkan setiap gram sampel.

Oleh karena berhubungan dengan kondisi pemakaian, maka idealnya angka asam dilakukan secara berkala pada waktu dan suhu tertentu. Namun dalam penelitian ini, penentuan angka asam tidak diberikan perlakuan khusus, karena hanya ingin diamati kecenderungan perubahan keasaman dan kemungkinan adanya pengotor asam akibat proses pencucian yang tidak maksimal.



Grafik 4.10 Perubahan Angka Asam untuk Tiap Tahapan Reaksi

Hasil pengujian menunjukkan bahwa terjadi penurunan angka asam dari Castor Oil sampai produk Tahap III. Pengujian angka asam yang dilakukan pada pertengahan dan akhir masa penelitian di laboratorium menunjukkan bahwa tidak ada perubahan angka asam yang signifikan. Hal ini berarti bahwa produk modifikasi Castor Oil cukup memiliki ketahanan oksidasi dalam kondisi penyimpanan biasa.

Pelumas yang baik harus memiliki angka asam yang sangat kecil, tetapi dalam penelitian ini, masih diperoleh angka asam yang cukup tinggi, berkisar sekitar 2 gram KOH/ g sampel. Tingginya angka asam ini mungkin disebabkan karena adanya pengotor asam sisa katalis yang tidak terbuang dari pencucian. Hal ini dapat ditangani dengan melakukan penetralan sisa asam menggunakan Na₂CO₃ pada proses pencucian. Na₂CO₃ akan bereaksi dengan asam dan terjadi reaksi penetralan sebagai berikut:

$$HCOOH + Na_2CO_3 \leftrightarrow HCOONa + CO_2 + H_2O$$

4. 4 Uji Kompatibilitas

Minyak lumas hasil modifikasi diuji kompatibilitasnya terhadap minyak lumas dasar mineral yaitu HVI 160 dan Yubase. HVI 160 merupakan minyak lumas hasil pengolahan fraksi pelumas dari minyak bumi, yang terdiri dari senyawa-senyawa C₁₆-C₂₀ parafinik, naftanik, dan aromatik. Sementara Yubase merupakan hasil pengolahan lebih lanjut dari fraksi ini sehingga kandungan sulfur dan aromatiknya sudah sangat rendah, dengan demikian kualitas minyak lumas dasar Yubase ini jauh lebih baik daripada HVI 160.

Uji kompatibilitas pendahuluan dilakukan dengan cara mencampur masingmasing produk ProMCO dan PeMCO dari tiap variasi volume dengan HVI 160 pada komposisi 8% (w/w). Proses pencampuran dilakukan dengan pengadukan pada kecepatan sedang selama satu jam pada suhu ruang. Hasil pencampuran didiamkan semalam kemudian dilakukan pengujian viskositas.

Interaksi antara molekul-molekul produk modifikasi dan minyak mineral akan terjadi melalui proses pencampuran ini. Gugus nonpolar dari produk modifikasi akan berinteraksi dengan rantai panjang alifatik dari minyak mineral,

sementara bagian polar dari produk modifikasi akan mengarah ke luar untuk berinteraksi dengan logam di permukaan mesin.

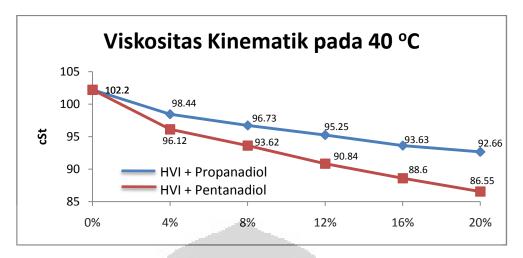
Hasil pencampuran menunjukkan bahwa ProMCO dan PeMCO masih belum kompatibel dengan HVI 160. Minyak hasil reaksi modifikasi masih terpisah dari HVI 160 dan mengendap di dasar wadah. Pengujian viskositas dilakukan untuk melihat apakah penambahan minyak hasil modifikasi memberikan perubahan pada indeks viskositas dari HVI 160 serta melihat pada variasi volume berapakah indeks viskositas optimum diperoleh.

Hasil pengujian menunjukkan bahwa ProMCO memiliki indeks viskositas terbaik sebesar 88 pada variasi ProMCO 90, sedangkan PeMCO 80 dipilih sebagai kondisi optimum dengan indeks viskositas sebesar 96.

Setelah diperoleh kondisi optimum pencampuran, maka dilakukan pencampuran lagi dengan komposisi pencampuran 4, 8, 12, dan 20% menggunakan produk modifiaksi optimum, yaitu ProMCO 90 dan PeMCO 80. Kondisi pencampuran yang ditetapkan sama seperti uji kompatibilitas pendahuluan. Setelah didiamkan selama satu hari, dilakukan pengamatan terhadap pemisahan yang terjadi dan diuji nilai viskositasnya. Pemisahan maksimal yang terjadi memerlukan waktu satu hari untuk hasil pencampuran dengan HVI 160 dan beberapa jam untuk Yubase.

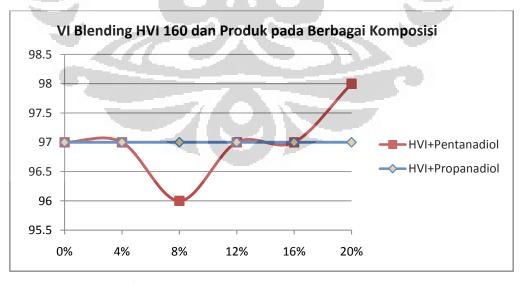
Kompatibilitas produk hasil modifikasi ternyata masih belum optimal dengan minyak mineral, hanya sekitar sepertiga dari Castor Oil produk modifikasi yang bercampur sempurna dengan minyak mineral. Kompatibilitas yang lebih baik diperoleh dari pencampuran produk dengan Yubase bila dibandingkan dengan HVI 160. Secara visual, terlihat bahwa meskipun masih terjadi pemisahan, tetapi minyak hasil pencampuran dengan Yubase yang diperoleh lebih jernih daripada dengan HVI 160. Hal ini menunjukkan bahwa terjadi interaksi yang lebih sempurna antara produk dengan Yubase.

Hasil uji viskositas menunjukkan terjadinya perubahan terhadap sifat kekentalan dan ketahanan temperatur dari produk hasil pencampuran.



Grafik 4.11 Perubahan Viskositas Produk Hasil Pencampuran HVI 160 pada Berbagai Komposisi

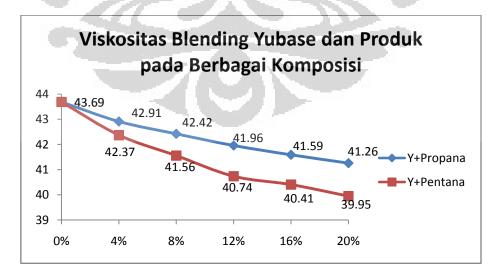
Hasil uji viskositas menunjukkan bahwa baik ProMCO maupun PeMCO saat dicampurkan dengan HVI 160 akan menghasilkan produk dengan viskositas yang lebih kecil daripada HVI 160 murni. Viskositas ini semakin kecil dengan bertambah banyaknya jumlah Castor Oil hasil modifikasi yang digunakan. Hal ini dikarenakan sifat ProMCO dan PeMCO yang kurang kental sehingga saat dicampurkan dengan HVI 160 turut mengurangi kekentalan produk campurannya.



Grafik 4.12 Pengaruh Komposisi Pencampuran terhadap Indeks Viskositas HVI 160

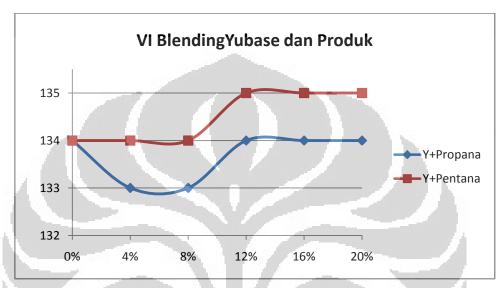
HVI 160 memiliki indeks viskositas sebesar 97. Nilai ini tetap konstan saat ProMCO dicampurkan meskipun dalam komposisi yang berbeda. Sementara itu, pencampuran HVI 160 dengan PeMCO akan memberikan produk campuran dengan indeks viskositas yang meningkat saat komposisi 20% PeMCO digunakan.

Dari hasil ini dapat disimpulkan bahwa PeMCO memiliki karakter yang baik dan bertindak seolah-olah sebagai Viscosity Improver untuk HVI 160. Pentanadiol merupakan senyawa diol dengan lima atom karbon, sementara propanadiol hanya memiliki tiga atom karbon. Jumlah rantai karbon yang lebih panjang ini membuat PeMCO memiliki karakter nonpolar yang lebih besar dibandingkan dengan ProMCO. Karakter ini memungkinkan PeMCO untuk berinteraksi dengan HVI 160 sehingga menghasilkan pencampuran yang lebih baik. Secara molekular, dapat dibayangkan bahwa bagian nonpolar dari PeMCO bergandengan dengan molekul-molekul HVI 160. Saat suhu meningkat, molekulmolekul akan bergerak dan saling meregangkan jarak akibat meningkatnya energi kinetik. Tetapi karena rantai nonpolar yang cukup panjang dan interaksi ikatan hidrogen sesama molekul PeMCO, maka interaksi antara PeMCO dan HVI 160 tidak mudah dipisahkan, sehingga viskositasnya dapat dipertahankan meski pada suhu tinggi. Fenomena ini akan memberikan nilai indeks viskositas yang baik dan semakin baik saat jumlah ECOME-Pentanadiol yang ditambahkan semakin banyak.



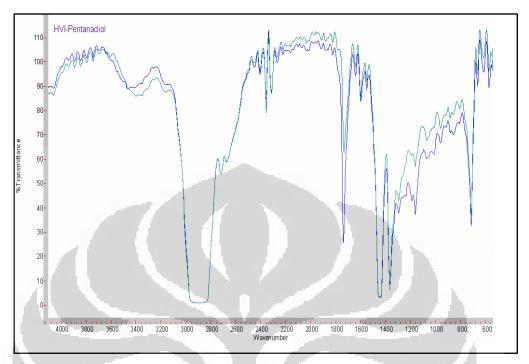
Grafik 4.13 Viskositas Produk Campuran Yubase pada Berbagai Komposisi saat 40°C

Karakterisasi viskositas pada produk pencampuran ProMCO dan PeMCO dengan Yubase memberikan hasil yang mirip dengan pencampuran pada HVI 160. Fenomena berkurangnya viskositas produk campuran dengan bertambahnya komposisi produk modifikasi yang terjadi pada HVI 160 juga terjadi pada produk pencampuran dengan Yubase.

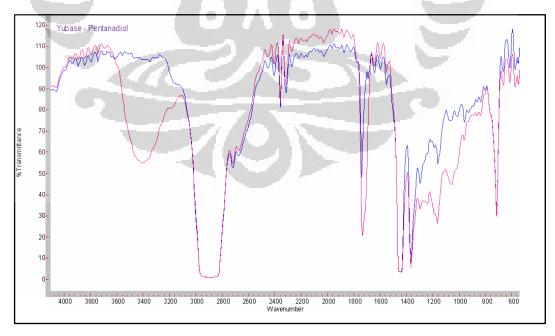


Grafik 4.14 Pengaruh Komposisi Pencampuran terhadap Indeks Viskositas Yubase

Hasil yang serupa juga diperoleh dari perhitungan nilai indeks viskositas, dimana hanya PeMCO yang meningkatkan indeks viskositas Yubase saat pencampuran. Faktor yang mempengaruhi keunggulan PeMCO dibandingkan ProMCO dalam hal meningkatkan indeks viskositas sama dengan fenomena yang terjadi pada HVI 160, yaitu lebih panjang rantai karbon pada strukturnya sehingga menghasilkan kompatibilitas yang lebih baik dengan minyak mineral. Interaksi yang lebih baik antara PeMCO dengan Yubase membuat produk campurannya memiliki ketahanan suhu yang lebih baik. Namun demikian, baik ProMCO maupun PeMCO memberikan hasil pencampuran yang lebih baik secara visual bila dibandingkan dengan HVI 160. Hasil pencampuran yang diperoleh lebih bening dan jernih,menandakan bahwa interaksi yang terjadi antara Castor Oil hasil modifikasi dengan Yubase lebih maksimal dibandingkan dengan HVI 160.



Gambar 4.11 Spektrum IR Gabungan HVI 160 (biru) dan Produk Blending(hijau)



Gambar 4.11 Spektrum IR Gabungan Yubase (merah) dan Produk campuran (biru)

Gambar di atas merupakan spektrum IR gabungan untuk HVI 160 + PeMCO dan Yubase + PeMCO. Dari spektrum campuran dengan HVI 160, terlihat bahwa tidak ada perubahan yang berarti. Hanya terjadi sedikit perubahan intensitas tanpa perubahan gugus-gugus fungsi dalam pencampuran. Sementara dalam spektrum campuran dengan Yubase, terjadi perubahan yang signifikan, yaitu hilangnya puncak serapan gugus hidroksil pada bilangan gelombang 3400 – 3600 cm⁻¹. Hal ini menunjukkan bahwa pencampuran PeMCO dan Yubase memiliki interaksi kimiawi antar molekulnya, bukan hanya sekedar interaksi fisik.

Hilangnya gugus hidroksi mengindikasikan bahwa tejadi pelepasan gugus OH dari struktur. Lepasnya gugus OH disebabkan oleh protonasi OH oleh H bebas dari pengotor asam sisa katalis atau dari Yubase itu sendiri, sehingga membuatnya memiliki sifat sebagai gugus pergi yang baik. Pelepasan OH dalam bentuk H₂O memberikan ikatan rangkap, tetapi pada spektrum tidak terlihat puncak baru atau perubahan pada bilangan gelombang 1500 – 1600 cm⁻¹. Hal ini disebabkan karena terjadinya tumpang tindih serapan gugus-gugus lain pada bilangan gelombang yang sama. Terutama mengingat bahwa minyak mineral yang berasal dari fraksi peluma minyak bumi memiliki struktur yang kompleks, maka perubahan gugus-gugus fungsi sulit diidentifikasikan dengan jelas.

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Castor Oil yang dimodifikasi melalui Reaksi Modifikasi Tiga Tahap menghasilkan minyak lumas dasar dengan karakteristik yang baik tetapi masih di bawah spesifikasi minyak mineral, terutama nilai indeks viskositasnya.

Kondisi optimum reaksi tahap III (Pembukaan cincin epoksida) dihasilkan dari pencampuran 90 mL 1,3-propanadiol dan 80 mL 1,5-pentanadiol. Pencampuran dilakukan terhadap minyak mineral dan terlihat adanya kecenderungan peningkatan indeks viskositas meskipun kenaikannya kecil. Indeks viskositas pencampuran dengan HVI 160 terbaik dimiliki oleh HVI 160 + PeMCO yang mencapai 98 pada komposisi pencampuran 20%, sementara ProMCO tidak menunjukkan peningkatan. Begitu juga dengan pencampuran Yubase dan produk modifikasi, ProMCO tidak memberikan perubahan indeks viskositas, sementara PeMCO meningkatkan indeks viskositas sampai 135 pada komposisi 20%.

5.2 Saran

Perlu dilakukan sebuah metode pemurnian produk reaksi yang lebih efektif untuk menghilangkan sisa katalis, pereaksi, dan akuades yang digunakan saat pencucian. Pemurnian perlu dilakukan tidak hanya secara fisik, tetapi juga secara kimiawi untuk memaksimalkan hasil yang diperoleh.

DAFTAR PUSTAKA

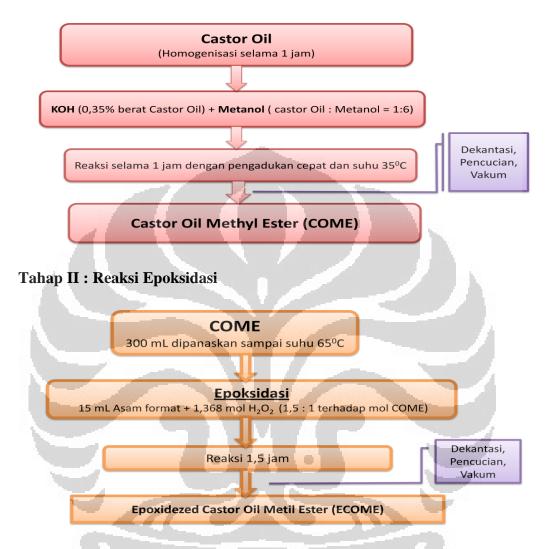
- 1,3-Propanadiol. (n.d). Januari 2010. http://www.wikipedia.com/wiki/1,3-propanediol.
- 1,5-Pentanadiol. (n.d). Januari 2010. http://www.wikipedia.com/wiki/1,5-pentanediol.
- Agita, G. (2009). Sintesa Castor Oil terepoksidasi etanol sebagai bahan dasar minyak lumas. Depok: Departemen Kimia,UI.
- Annual Book of ASTM Standards, (1976) D961. Washington D.C.
- Asadauskas, S., Perez, J.M., & Duda, J.L. (1997). Lubrication properties of Castor Oil-potential basestock for biodegradable lubricants. *Journal of The Society of Tribolists and Lubrication Engineers*.
- Association of Iron and Steel Engineers. (2000). Plant lubrication program. *Journal of the Society of Tribologists and Lubrication Engineers*.
- Fein, R.S. (n.d). Liquid lubricants. Modern Tribology Handbook
- Fessenden & Fessenden. (1986). *Kimia organik, Edisi Ketiga, Jilid 1*. Jakarta: PT Erlangga
- Franisal, N, et al. (2004). *Kimia Organik menuju Olimpiade Kimia*. Jakarta : PT. Bina Sumber Daya MIPA.
- Godfrey, D. & Herguth, W.R., (1995) Physical and chemical properties of industrial mineral oils affecting lubrication. *Journal of The Society of Tribolists and Lubrication Engineers*.
- Hernawati, B.D & Anggoro, M.A, (2009). Pembuatan biopelumas melalui reaksi modifikasi tiga tahap pada minyak tanaman jarak Ricinus communis L (Castor Oil) serta uji kompatibiliasnya terhadap beberapa base oil. Depok: FMIPA-UI_Departemen Kimia
- Karina, R.M. (2005). *Stabilisasi Oksidasi Castor Oil sebagai minyak lumas*Dasar. Tesis S2 Program Magister Departemen Depok: Teknik Kimia, UI.
- Khopkar, S.M., (2007). *Konsep dasar kimia analitik*. Jakarta : Penerbit Universitas Indonesia.

Universitas Indonesia

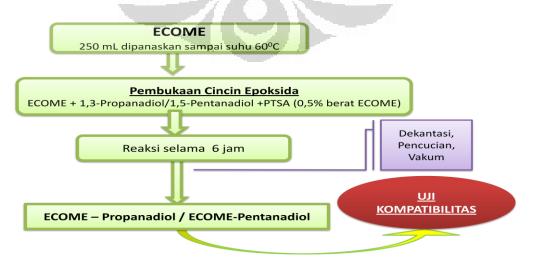
- Khopkar, S.M., (2007). *Konsep dasar kimia analitik*. Jakarta : Penerbit Universitas Indonesia
- La Puppung, P. (1986). Minyak jarak memiliki potensi sebagai bahan dasar minyak pelumas. *Lembaran Publikasi Lemigas* No.4/1986 pp.55-64.
- Lamria, I.R, (2006). Sintesis Biodisel (Metil Ester) dari Minyak Biji The (Camella sinensis (L) o.Kunyze) Hasil Ekstraksi. Tesis S2 Program Magister Departemen Kimia FMIPA: Universitas Indonesia.
- Marlina et al. (2004). Pengaruh konsentrasi oksidator pada proses hidroksilasi minyak jarak (Castor Oil) dengan atau tanpa proteksi gugus hidroksi. *PROC*. *ITB Sains & Tek, Vol 36 A, No. 1, 2004, 33-43*.
- Nelson, D.L., & M.M. Cox. (2005). *Lehninger principles of biochemistry* 4th *edition*. New York: WH Freeman and Company.
- Pelumas. (n.d). Januari 2010. http://id.wikipedia.org/wiki/kategori:pelumas.
- Rudnick, L.R., (2006). *Synthetics, mineral oils, and bio-based lubricants; chemistry and technology*. New York: Taylor & Francis Group.
- Rudnick, L.R., (2009). *Lubricant additives; chemistry and application*, 2nd *edition*.. New York: Taylor & Francis Group.
- Standar dan Mutu (Spesifikasi) Pelumas yang Dipasarkan di Dalam Negeri. (2006). Kementrian Energi dan Sumber Daya Mineral: Republik Indonesia.
- Wartawan, A. L. (1998). Pelumas Otomotif dan Industri. Jakarta: Balai Pustaka.
- Widodo, W, & Sumarsih, S. (2007). *Jarak Kepyar*. Yogyakarta: Penerbit Kanisius.
- Yulianti. (2007). Formulasi Rolling Oil dengan Bahan Dasar Minyak Jarak (Ricinus communis L). Tesis S2 Program Magister Departemen Kimia FMIPA: Universitas Indonesia.

Lampiran 1: Skema Prosedur Kerja untuk Setiap Tahapan Reaksi

Tahap 1 : Reaksi Transesterifikasi



Tahap III: Reaksi Pembukaan Cincin Epoksida



Lampiran 2: Hasil Perhitungan Reaksi

Tahap I: Reaksi Transesterifikasi

• Berwarna kuning emas, sangat kental • 2,25 L, dihomogenisasikan 30 menit, dipanaskan sampai 35°C **Castor Oil** • Metanol 560 mL + KOH 7,56 g ditambahkan • Campuran berkurang kekentalannya, reaksi selama 1 jam menghasilkan minyak berwarna kemerahan • Didiamkan semalam, terbentuk lapisan gliserol (± 1 cm) di Reaksi dasar tabung dan minyak di bagian atas (minyak berwarna Transesterifikasi coklat kekuningan dan kental sedangkan gliserol berwarna merah dan agak encer) • COME dicuci dengan air hangat suhu (75°C), volume 1:1, terbentuk dua fasa dengan COME berwarna kuning susu di bagian atas dan air (bening) di bagian bawah. • Pencucian dilakukan sekitar 4X (sampai air bening dan tidak keruh). COME dipanaskan secara vakum pada suhu 50-60°C, lengkapi dengan magnetic stirrer, sampai tidak ada buih-**Pencucian** buih lagi.

COME siap digunakan untuk tahap selanjutnya. COME

yang terbentuk berwarna kuning keemasan.

Perhitungan Secara Teoritis

TAHAP I

Trigliserida	+	3 Metanol	\rightarrow	3 COME	+	Gliserol
$C_{57}H_{104}O_9$	+	3 CH ₄ O	\rightarrow	$3 C_{19}H_{36}O_3$	+	$C_3H_8O_3$
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

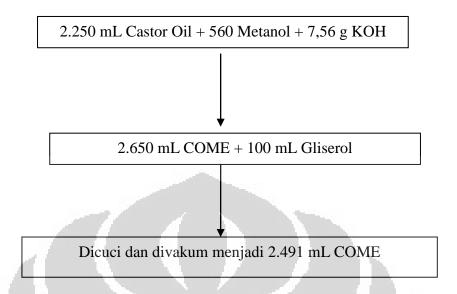
 $\rho = 0.95924 \text{ g/mL}$ $m = \rho \text{ x V}$ = 0.95924 g/mL x 2250 mL = 2.158,29 g n = m/Mr= 2.158,29 g / 932 g/mol = 2.3158 mol

Metanol

 $\rho = 0.79 \text{ g/mol}$ $m = \rho \text{ x V} = 0.79 \text{ g/mL x 562 mL} = 443.98 \text{ g}$ n = m/Mr = 443.98 g / 32 g/mol = 13.8744 mol

Gliserol = 2,3158 mol x 92 g/mol = 213,05 g

Tahap I: Transesterifikasi



Menggunakan Corong Pisah

Efisiensi pencucian

$$= \frac{\text{volume akhir pencucian}}{\text{volume awal pencucian}} \times 100\% = \frac{2.491\text{mL}}{2.650\text{ mL}} \times 100\% = 94,00\%$$

 $\rho \text{ COME} = 0.93018 \text{ g/mL}$

COME yang diperoleh = ρ COME x Volume COME yang diperoleh

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

$$\frac{\textit{nilai sebenarnya -nilai teoritis}}{\textit{nilai teoritis}} \times 100\% = \frac{2.317 - 2.167,58}{2.167,58} \times 100\% = 6,89~\%$$

Tahap II : Reaksi Pembentukan Epoksida

· Berwarna kuning emas, kental • 300 mL, dipanaskan sampai suhu 65° C (di dalam reaktor) Come ${}^{\bullet}\text{H}_2\text{O}_2$ 45,5 mL + Asam Format 7,56 mL dituang secara perlahan-lahan •Campuran menjadi agak keruh. •Campuran menjadi berwarna agak kecoklatan seiring berjalannya waktu. •Reaksi dijalankan selama 1,5 jam. Reaksi **Epoksidasi**

- Didiamkan semalam, terbentuk dua fasa, cairan coklat agak keruh di bagian atas, dan cairan putih bening di bawah. Hasil reaksi ini berbau asam yang sangat tajam.
- Hasil reaksi didekantasi, kemudian dicuci dengan air hangat 75° C dengan volume 1:1, •Pencucian dilakukan sekitar 4X (sampai air bening dan tidak keruh). •ECOME dipanaskan secara vakum pada suhu 50-60°C, lengkapi dengan magnetic stirrer, sampai tidak ada buih-buih lagi.
 - •ECOME siap digunakan untuk tahap selanjutnya. ECOME yang terbentuk berwarna coklat bening.

Tahap II: Epoksidasi

Pencucian

 $300 \text{ mL COME} + 45.5 \text{ mL H}_2\text{O}_2 + 15 \text{ mL Asam Format}$ 306 mL ECOME + 38 mL sisa peroksida dan asam Dicuci dan divakum menjadi ± 297 mL ECOME yang siap dipakai

Setelah pencucian dan vakum:

Menggunakan Corong Pisah

Efisiensi pencucian =
$$\frac{volume \ ak \, hir \ pencucian}{volume \ awal \ pencucian} \times 100\% = \frac{242.5 \, mL}{250 \, mL} \times 100\%$$

= 97.00 %

TAHAP II

Come	+	H_2O_2	\rightarrow	ECOME	+	H_2O
$C_{19}H_{36}O_3$	+	H_2O_2	\rightarrow	$C_{19}H_{36}O_4$	+	H_2O
0,8944 mol		1,368 mol			-	
0,8944 mol		0,8944 mol		0,8944 mol	0,89	44mol
- 1 6		0,4736 mol		0,8944 mol	M	

ECOME yang terbentuk secara teoritis

ECOME yang terbentuk dari reaksi

 ρ ECOME = 0,9568 g/mL

 $m = \rho$ COME x Volume ECOME yang diperoleh

= 0.9568 g/mL x 297 mL

= 284,17 gram

Kesalahan Relatif:

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

Tahap III: Reaksi Pembukaan Cincin Epoksida

ECOME

- Berwarna coklat, kental
- 250 mL, dipanaskan sampai suhu 60° C (di dalam reaktor)

Reaksi Pembukaan Cincin Epoksida

- •PTSA 1,82 gram + 1,3-Propanadiol/1,5-Pentanadiol dituang secara perlahan-lahan
- •Campuran menjadi agak keruh, suhu turun
- Campuran menjadi berwarna agak kemerahan seiring berjalannya waktu.
- •Reaksi dijalankan selama 6 jam.
- •Reaksi dilakukan beberapa kali sesuai jumlah variasi volume yang dilakukan.

Pencucian

- Hasil reaksi dicuci dengan air hangat 75° C dengan volume 1:1,
- Pencucian dilakukan sekitar 4X (sampai air bening dan tidak keruh).
- •ECOME-Diol dipanaskan secara vakum pada suhu 50-60°C, lengkapi dengan magnetic stirrer, sampai tidak ada buih-buih lagi.
- •ECOME-Diol siap digunakan untuk uji kompatibilitas dan karakterisasi. ECOME -DIOL yang terbentuk berwarna merah bening.

Reaksi Pembukaan Epoksida dengan 1,3-Propanadiol:

 $C_{19}H_{36}O_4$ + $C_3H_8O_2$ \rightarrow $C_{22}H_{44}O_6$

0,7282 mol 0,7282 mol 0,7282 mol

ProMCO yang terbentuk:

Mr ProMCO = 404,58 gram/mol

 $m = n \times Mr$

= 0,7282 mol x 404,58 gram/mol

= 294,62 gram.

Reaksi Pembukaan Epoksida dengan 1,5-Pentanadiol:

 $C_{19}H_{36}O_4 \rightarrow C_{5}H_{12}O_2 \rightarrow C_{24}H_{48}O_6$

0,7282 mol 0,7282 mol 0,7282 mol

PeMCO yang terbentuk:

Mr PeMCO = 432,63 gram/mol

 $m = n \times Mr$

= 0,7282 mol x 432,63 gram/mol

= 315,04 gram.

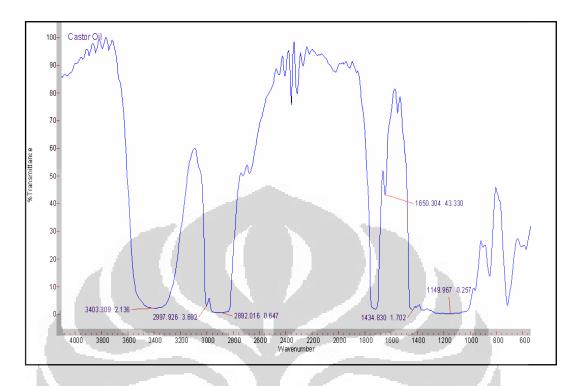
Lampiran 3 : Gambar reaktor



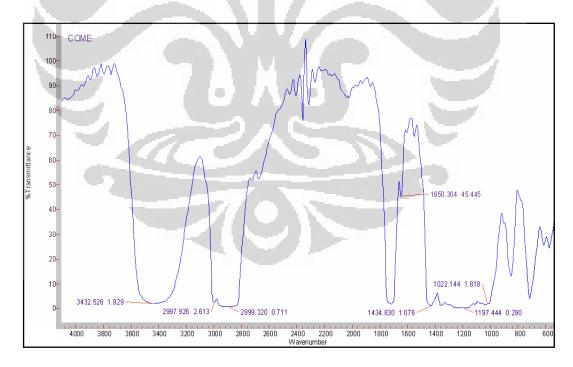
Lampiran 4 : Gambar Castor Oil hasil modifikasi



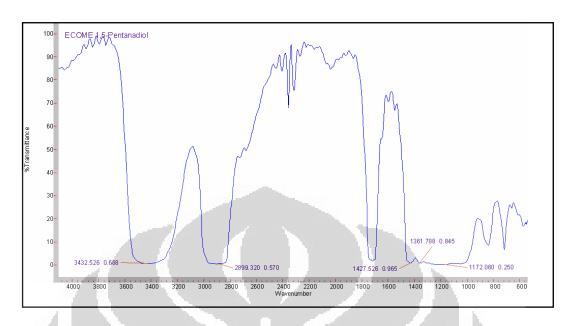
Lampiran 5 : Spektrum IR Castor Oil



Lampiran 6: Spektrum IR COME



Lampiran 7: Spektrum IR PeMCO



Lampiran 8 : Spektrum IR ProMCO

