



UNIVERSITAS INDONESIA

**OPTIMASI PENAMBAHAN 1-HEKSANOL DALAM
PEMBUATAN MINYAK LUMAS DASAR
DARI MINYAK NABATI SERTA
UJI KOMPATIBILITASNYA DENGAN BEBERAPA *BASE OIL***

SKRIPSI

**NI PUTU KARUNIA WIDHIASARI
0606069193**

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



UNIVERSITAS INDONESIA

**OPTIMASI PENAMBAHAN 1-HEKSANOL DALAM
PEMBUATAN MINYAK LUMAS DASAR
DARI MINYAK NABATI SERTA
UJI KOMPATIBILITASNYA DENGAN BEBERAPA *BASE OIL***

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana sains

**NI PUTU KARUNIA WIDHIASARI
0606069193**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI S1 REGULER KIMIA
DEPOK
NOVEMBER 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 : Ni Putu Karunia Widhiasari

NPM : 0606069193

Tanda Tangan : ...

Tanggal : ...

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :
Nama : Ni Putu Karunia Widhiasari
NPM : 0606069193
Program Studi : S1 Reguler Kimia
Judul Skripsi : Optimasi penambahan 1-heksanol dalam pembuatan minyak lumas dasar dari minyak nabati serta uji kompatibilitasnya dengan beberapa *base oil*.

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

DEWAN PENGUJI

Pembimbing 1 : Ir. Rona Malam Karina, MT (.....)
Pembimbing II : Drs. Riswiyanto, M.Si (.....)
Penguji : Dr. Emil Budianto (.....)
Penguji : Dr. Widayanti Wibowo (.....)
Penguji : Dr. Asep Saefumillah (.....)

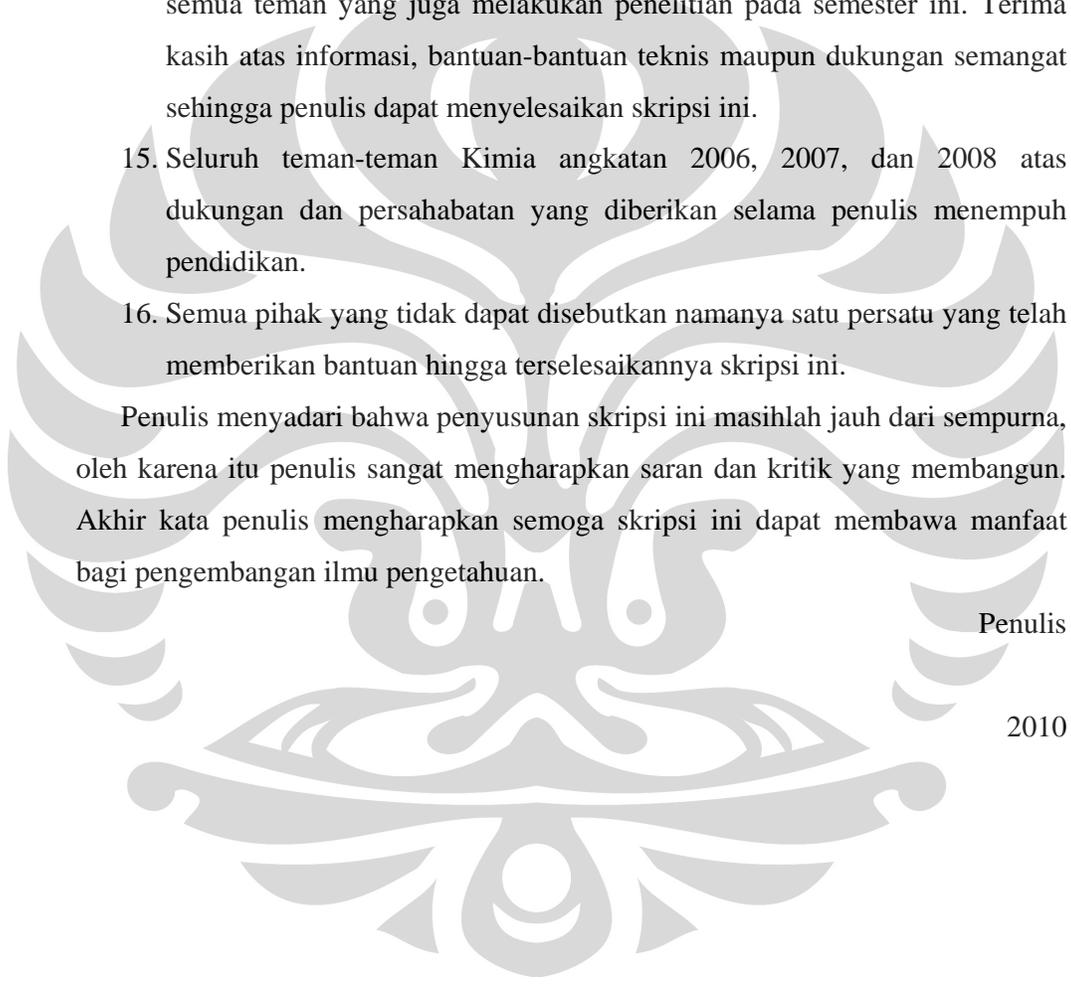
Ditetapkan di :
Tanggal :

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. Subiyanto, selaku ketua kelompok pelumas.
4. Ir. Rona Malam Karina, MT, selaku Pembimbing I yang telah membimbing dan memberikan ilmu kepada penulis selama penelitian.
5. Drs. Riswiyanto, M.Si, 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, Pak Jo, Mas Supri dan Mbak Elin, serta semua staff bidang Aplikasi LEMIGAS.
7. Bapak Dr. Ridla Bakri, selaku Ketua Departemen Kimia FMIPA UI.
8. Ibu Dra. Siswati, selaku pembimbing akademik yang telah banyak memberikan nasehat selama penulis menempuh pendidikan.
9. Seluruh staf pengajar, karyawan, dan laboran Departemen Kimia UI.
10. Ibu dan Bapak, untuk kasih sayang, doa dan segala dukungan yang tiada henti. Skripsi ini, dengan segala perjuangannya, kupersembahkan untuk kalian berdua.
11. Feri Hardi Utami yang telah menjadi rekan penelitian selama beberapa bulan. Terima kasih karena tetap saling memberi semangat dan menjadi rekan diskusi dalam memecahkan beberapa persoalan.

- 
12. Nissia, Ayu, Faiza, Novi, Annisa dan Tantri yang tetap memberi semangat dan dukungan untuk menyelesaikan penelitian serta skripsi ini. Terima kasih karena telah menjadi teman yang tetap ada di saat paling sulit sekalipun.
 13. Hesti, Lusi dan Dania. Terima kasih karena dukungan kalian, penulis dapat melewati masa-masa penelitian dan penyusunan skripsi hingga selesai.
 14. Arif, Nining, Sopianita, Nadiroh, Diana, Yudha, Yuli, Wiwit, Nadia dan semua teman yang juga melakukan penelitian pada semester ini. Terima kasih atas informasi, bantuan-bantuan teknis maupun dukungan semangat sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini.
 15. Seluruh teman-teman Kimia angkatan 2006, 2007, dan 2008 atas dukungan dan persahabatan yang diberikan selama penulis menempuh pendidikan.
 16. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan namanya satu persatu yang telah memberikan bantuan hingga terselesaikannya skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa penyusunan skripsi ini masih 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 : Ni Putu Karunia Widhiasari
NPM : 0606069193
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 :

Optimasi penambahan 1-heksanol dalam pembuatan minyak lumas dasar dari minyak nabati serta uji kompatibilitasnya dengan beberapa *base oil*.

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

(Ni Putu Karunia Widhiasari)

ABSTRAK

Nama : Ni Putu Karunia Widhiasari
Program Studi : Kimia
Judul : Optimasi penambahan 1-heksanol dalam pembuatan minyak lumas dasar dari minyak nabati serta uji kompatibilitasnya dengan beberapa *base oil*.

Castor oil merupakan salah satu minyak nabati yang dapat digunakan untuk menggantikan penggunaan minyak mineral. Reaksi modifikasi tiga tahap yang meliputi reaksi transesterifikasi, epoksidasi, dan pembukaan cincin epoksida menjadi HexMCO dilakukan untuk memperbaiki karakteristik castor oil. Dalam penelitian ini, digunakan 1-heksanol pada reaksi pembukaan cincin epoksida dengan variasi volume, suhu serta waktu reaksi untuk mengetahui kondisi optimum dari reaksi tersebut. Karakterisasi produk menghasilkan kondisi optimum, yaitu pada penambahan 1-heksanol sebanyak 75 mL, dengan suhu 100⁰C selama 10 jam. Uji karakteristik HexMCO menunjukkan bahwa HexMCO memiliki nilai titik tuang yang baik. Uji kompatibilitas dilakukan dengan mencampurkan produk dengan minyak mineral HVI 160 dan Yubase. Karakterisasi produk campuran menunjukkan bahwa penambahan HexMCO meningkatkan indeks viskositas kedua campuran, baik dengan HVI 160 maupun Yubase, namun tidak terlalu mempengaruhi nilai titik nyala dan titik tuang campuran.

Kata Kunci : Castor Oil, HexMCO, minyak mineral, uji kompatibilitas
xiv + 65 halaman : 22 gambar, 5 tabel
Daftar Pustaka : 23 (1986-2010)

ABSTRACT

Name : Ni Putu Karunia Widhiasari
Program Study : Chemistry
Title : Optimization of the addition of 1-hexanol in the manufacture of lubricating base oil from vegetable oil and Its Compatibility with Some Base Oil

Castor oil is one of the vegetable oil that can be used to replace the use of mineral oil. The 'Three Steps Modification Reaction', which include transesterification, epoxidation, and epoxy opening reaction become HexMCO, done to improve the characteristics of castor oil. In this research, 1-hexanol used on epoxy opening reaction with the variation of volume, temperature and reaction time to determine the optimum conditions of reaction. The optimum reaction is produced by added 75 mL of 1-hexanol at 100⁰C during 10 hours. Characteristic test of HexMCO show that it is have good characteristic of pour point. Compatibility test was used by blending the HexMCO with HVI 160 and Yubase mineral oil. Blended products are characterized. It shows that HexMCO will increase the viscosity index but it's no tendency to increase flash point and pour point.

Key Words : Castor Oil, compatibility, HexMCo, mineral oil,
xiv + 65 pages : 22 pictures, 5 tables.
Bibliography : 23 (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 ISTILAH	xii
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
1. PENDAHULUAN.....	1
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Perumusan Masalah.....	2
1.3. Tujuan Penelitian	3
1.4. Hipotesis	3
2. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Pelumas	4
2.2 Fungsi Pelumas	5
2.3 Sifat Fisika – Kimia Pelumas	6
2.4 Tanaman Jarak	10
2.4.1 Minyak Jarak (Castor Oil)	10
2.5 1 – heksanol	12
2.6 Reaksi Modifikasi Tiga Tahap	13
2.6.1 Reaksi transesterifikasi	13
2.6.2 Reaksi Epoksidasi	13
2.6.3 Reaksi Pembukaan Cincin Epoksida	14
2.7 Spektroskopi Infra Merah	15
2.8 High Performance Liquid Chromatography (HPLC)	17
3. METODE PENELITIAN	19
3.1 Alat dan Bahan	19
3.1.1 Alat	19
3.1.2 Bahan	19
3.2 Prosedur Kerja	20
3.2.1 Proses tahap I: transesterifikasi	21
3.2.1.1 Preparasi Bahan Reaksi Transesterifikasi	21
3.2.1.2 Prosedur Reaksi Transesterifikasi	21
3.2.2 Proses tahap II: Epoksidasi	22

3.2.2.1	Preparasi Bahan Reaksi Epoksidasi	22
3.2.2.2	Prosedur Reaksi Epoksidasi	22
3.2.3	Proses tahap III: Reaksi pembukaan cincin	22
3.2.3.1	Preparasi Bahan Reaksi Pembukaan Cincin	23
3.2.3.2	Tahapan Reaksi Pembukaan Cincin	23
3.3	Uji Karakteristik Produk	24
3.3.1	Analisis Karakteristik Fisika – Kimia	24
3.3.1.1	Densitas	24
3.3.1.2	Viskositas Kinematik dan Indeks Viskositas	24
3.3.1.3	Titik Tuang	25
3.3.1.4	Titik Nyala	25
3.3.1.5	Bilangan Asam	26
3.3.1.6	Bilangan Iod	26
3.3.2	Uji Kompatibilitas Produk Modifikasi dengan Beberapa <i>Base Oil</i>	27
3.3.2.1	Pencampuran dengan HVI 160 dan Yubase (8% w/w)	27
4.	HASIL DAN PEMBAHASAN	28
4.1	Tahap I : Reaksi Transesterifikasi	28
4.2	Tahap II : Reaksi Epoksidasi	31
4.3	Tahap III : Reaksi Pembukaan Cincin Epoksida	33
4.4	High Performance Liquid Chromatography (HPLC)	37
4.5	Infrared (IR)	39
4.6	Sifat Fisika-Kimia Produk Modifikasi	42
4.6.1	Viskositas Kinematik dan Indeks Viskositas	43
4.6.2	Titik Nyala (<i>Flash Point</i>)	45
4.6.3	Titik Tuang (<i>Pour Point</i>)	47
4.6.4	Bilangan Iod (<i>Iodine Number</i>)	48
4.6.5	Angka Asam (<i>Total Acid Number</i>)	49
4.4	Uji Kompatibilitas	51
5.	KESIMPULAN DAN SARAN	56
	DAFTAR REFERENSI	57
	LAMPIRAN	59

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Tanaman Jarak	9
Gambar 2.2	Minyak Jarak (Castor Oil)	9
Gambar 2.3	Struktur asam-asam lemak yang terkandung dalam Castor Oil	11
Gambar 2.4	Struktur kimia 1 – heksanol	12
Gambar 2.5	Reaksi transesterifikasi	13
Gambar 2.6	Reaksi pembentukan asam peroksi	14
Gambar 2.7	Mekanisme reaksi pembentukan cincin epoksida	14
Gambar 2.8	Mekanisme pembukaan cincin epoksida membentuk glikol	15
Gambar 2.9	Skema umum spektrofotometer IR	16
Gambar 4.1	Reaksi Saponifikasi 29	
Gambar 4.2	Reaksi Transesterifikasi	30
Gambar 4.3	Perubahan struktur trigliserida Castor Oil menjadi COME	31
Gambar 4.4	Struktur kimia ECOME	33
Gambar 4.5	Pembukaan cincin epoksida	34
Gambar 4.6	Hexanol Modified Castor Oil (HexMCO)	34
Gambar 4.7	Kromatogram ECOME	37
Gambar 4.8	Kromatogram ECOME + 45 mL heksanol	37
Gambar 4.9	Kromatogram ECOME + 75 mL heksanol	38
Gambar 4.10	Kromatogram ECOME + 105 mL heksanol	38
Gambar 4.11	Spektrum IR Castor Oil	39
Gambar 4.12	Spektrum IR COME	40
Gambar 4.13	Spektrum IR ECOME	41
Gambar 4.14	Spektrum IR HexMCO	42
Gambar 4.15	Perubahan indeks viskositas pada Castor Oil, COME dan ECOME	44
Gambar 4.16	Perubahan indeks viskositas pada variasi suhu dan waktu	45
Gambar 4.17	Perubahan titik nyala pada tiap tahapan reaksi	46
Gambar 4.18	Perubahan nilai titik tuang pada tiap tahapan reaksi	47
Gambar 4.19	Perubahan bilangan iod untuk pada setiap tahapan reaksi	49
Gambar 4.20	Perubahan angka asam pada tiap tahapan reaksi	50
Gambar 4.21	Perubahan indeks viskositas untuk pencampuran HexMCo dengan base oil	53
Gambar 4.22	Perubahan titik nyala untuk pencampuran HexMCO dengan base oil	54
Gambar 4.23	Perubahan titik tuang untuk pencampuran HexMCO dengan base oil	54

DAFTAR ISTILAH

1. COME : *Castor Oil Methyl Ester*, merupakan produk dari reaksi transesterifikasi (reaksi tahap I).
2. ECOME : *Epoxidized Castor Oil Methyl Ester*, merupakan produk dari reaksi epoksidasi (reaksi tahap II)
3. Epoksidasi : reaksi pembentukan epoksida (eter siklik) dengan mereaksikan alkena dan asam peroksi organik.
4. HexMCO : *Hexanol Modified Castor Oil*, merupakan produk modifikasi yang dihasilkan dari reaksi pembukaan cincin epoksida (reaksi tahap III).
5. HexMCO + HVI 160 : campuran produk modifikasi (HexMCO) dengan base oil HVI 160.
6. HexMCO + Yubase : campuran produk modifikasi (HexMCO) dengan base oil Yubase.
7. HVI 160 dan Yubase : minyak lumas dasar (base oil) dari minyak mineral.
8. Pembukaan cincin epoksida : reaksi pembukaan cincin epoksida dengan menggunakan 1-heksanol dan ECOME sebagai substrat.
9. Transesterifikasi : proses yang menggunakan alkohol serta kehadiran katalis seperti NaOH atau KOH untuk memecah suatu molekul minyak nabati menjadi metil atau etil esternya disertai gliserol sebagai produk samping.

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Komposisi kimiawi biji jarak	10
Tabel 2.2	Komponen Asam-asam Lemak dari Minyak Jarak	10
Tabel 4.1	Nilai indeks viskositas pada variasi volume 1-heksanol	35
Tabel 4.2	Nilai indeks viskositas pada variasi suhu dan waktu	36
Tabel 4.3	Sifat fisika-kimia hasil reaksi Tahap I dan II	42
Tabel 4.4	Nilai indeks viskositas Castor Oil, COME dan ECOME	44
Tabel 4.5	Nilai titik nyala pada tiap tahapan reaksi	46
Tabel 4.6	Nilai titik tuang pada tiap tahapan reaksi	47
Tabel 4.7	Nilai bilangan iod pada tiap tahapan reaksi	49
Tabel 4.8	Nilai angka asam pada tiap tahapan reaksi	50
Tabel 4.9	Sifat fisika-kimia HVI 160 dan Yubase	51
Tabel 4.10	Sifat fisika-kimia HexMCO, HexMCO + HVI 160 dan HexMCO + Yubase	52



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Skema Prosedur Kerja untuk Setiap Tahapan Reaksi	59
Lampiran 2	Perhitungan Secara Teoritis	61
Lampiran 3	Gambar reaksi tahap I	64
Lampiran 4.	Gambar Pemanasan dengan Vakum.....	64
Lampiran 5	Gambar reactor	65
Lampiran 6	Gambar Castor Oil, COME, dan ECOME	65
Lampiran 7	Gambar HexMCO variasi volum	66
Lampiran 8	Gambar HexMCO variasi suhu dan waktu	66
Lampiran 9	Gambar spectrum IR HVI 160	67
Lampiran 10	Gambar spectrum IR Yubase	68
Lampiran 11	Gambar spectrum IR HexMCO + HVI 160	68
Lampiran 12	Gambar spectrum IR HexMCO + Yubase	69
Lampiran 13	Tabel data HPLC	69



BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Penemuan peralatan serta mesin-mesin yang digunakan untuk kepentingan manusia membuat pemberian pelumas menjadi salah satu cara yang dipilih untuk merawat mesin-mesin agar terhindar dari keausan. Pelumas merupakan suatu zat yang berada diantara dua permukaan yang bergerak secara relatif dengan tujuan untuk mengurangi gesekan antar permukaan serta menghindari kerusakan pada bagian-bagian yang saling bergesekan.

Pada awalnya, hewan dan tumbuhan merupakan sumber bahan dasar yang digunakan untuk pelumas. Namun saat ini, pelumas yang digunakan berasal dari minyak bumi karena pelumas ini memiliki keunggulan dibandingkan pelumas dari bahan lainnya, sehingga penggunaan hewan dan tumbuhan sebagai sumber bahan dasar pelumas mulai ditinggalkan. Pemakaian pelumas berbahan dasar minyak bumi dalam skala besar ternyata menimbulkan suatu keresahan bagi lingkungan karena pelumas ini sulit terdegradasi secara alami di lingkungan. Selain itu, pemakaian minyak bumi yang berlebihan akan menimbulkan masalah lain bagi lingkungan karena minyak bumi merupakan sumber daya yang tidak dapat diperbaharui. Oleh karena itu, penelitian demi penelitian dilakukan untuk menemukan pelumas dengan bahan dasar yang lebih ramah lingkungan, seperti pelumas berbahan dasar minyak jarak.

Tanaman *Ricinus communi L.* atau yang biasa dikenal dengan nama tanaman jarak merupakan salah satu tanaman yang dimanfaatkan dalam bentuk minyak nabati. Minyak ini mempunyai kemampuan lumas yang baik dan tidak menempel pada dinding mesin serta tidak menimbulkan kerak pada mesin. Minyak jarak atau yang dikenal juga dengan nama *Castor oil* merupakan trigliserida dari asam lemak dengan komposisi utama asam risinoleat 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). Asam risinoleat ini hanya memiliki satu ikatan rangkap sehingga membuat minyak ini memiliki nilai oksidasi yang rendah dibandingkan dengan minyak nabati lain.

Adisi gugus tidak jenuh yang terdapat pada asam risinoleat dapat dilakukan untuk memperbaiki atau meningkatkan ketahanan oksidasi dari minyak jarak dengan asam risinoleat sebagai komponen utama. 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, senyawa diol digunakan dalam reaksi pembukaan cincin epoksida. Dari tahapan ini, dapat diperoleh minyak lumas dengan nilai titik tuang yang rendah, nilai viskositas yang rendah dan titik nyala yang tinggi. Minyak lumas dasar yang dihasilkan dari penelitian sebelumnya juga memiliki kompatibilitas yang rendah dengan minyak mineral (Atmanegara, A, 2010). Oleh karena itu, dalam penelitian ini akan digunakan senyawa alkohol rantai panjang, 1-heksanol, dalam reaksi pembukaan cincin epoksida yang diharapkan dapat menghasilkan produk dengan tingkat kepolaran yang lebih rendah akibat berkurangnya gugus hidroksi (OH), sehingga lebih kompatibel dengan minyak mineral.

Penelitian tentang pelumas berbahan dasar minyak jarak ini diharapkan dapat membantu memberikan alternatif pelumasan yang lebih ramah lingkungan, serta membantu perkembangan agroindustri dan mengurangi nilai impor pelumas di Indonesia.

1.2 Perumusan Masalah

Dengan melakukan variasi volume senyawa 1-heksanol serta variasi komposisi pencampuran produk modifikasi dengan beberapa minyak mineral, akan dipelajari:

1. Bagaimanakah komposisi optimum pada reaksi pembukaan cincin ECOME (*Epoxidized Castor Oil Methyl Ester*) menggunakan 1-heksanol?
2. Bagaimanakah kompatibilitas dari hasil modifikasi *Castor Oil ini* dengan beberapa minyak mineral, seperti HVI 160 dan Yubase?
3. Bagaimanakah karakteristik fisika - kimia yang dihasilkan dari proses pencampuran modifikasi *Castor Oil* dengan beberapa minyak mineral?

1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk:

1. Mempelajari komposisi optimum reaksi pembukaan cincin epoksida ECOME (*Epoxidized Castor Oil Methyl Ester*) dengan menggunakan senyawa 1-heksanol pada Reaksi Modifikasi Tiga Tahap *Castor Oil*.
2. Mengetahui karakteristik fisika - kimia pada masing-masing tahap reaksi, produk yang dihasilkan, maupun pada proses pencampuran produk dengan beberapa minyak mineral, seperti HVI 160 dan Yubase *shyntetic oil*.
3. Menguji kompatibilitas antara *Castor Oil* hasil reaksi dengan minyak mineral.

1.4 Hipotesis

Hipotesis pada penelitian ini adalah:

1. Penambahan senyawa 1-heksanol akan memperbaiki karakteristik *Castor oil* sebagai minyak lumas dasar.
2. Kompatibilitas ECOME 1-heksanol dengan Yubase akan lebih baik dibandingkan dengan HVI 160.

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Pelumas

Pada mesin kendaraan, sistem pelumasan merupakan salah satu sistem utama yang harus diperhatikan agar mesin dapat berfungsi dengan baik. Sistem pelumasan ini merupakan suatu rangkaian sarana mulai dari tempat penyimpanan minyak pelumas, pompa oli, pipa saluran minyak dan pengaturan tekanan minyak pelumas agar sampai pada bagian-bagian yang memerlukan pelumasan.

Pelumas itu sendiri dapat didefinisikan sebagai suatu zat yang berada diantara dua permukaan yang bergerak secara relatif agar dapat mengurangi gesekan antar permukaan tersebut. Pelumas terdiri atas *base oil* dan zat aditif dengan perbandingan tertentu. *Base oil* merupakan bahan dasar pembuatan pelumas, sementara zat aditif merupakan suatu zat kimia yang ditambahkan untuk mendapatkan sifat-sifat tertentu yang diinginkan.

Berdasarkan bahan pembentuknya, minyak pelumas dibedakan menjadi tiga jenis, yaitu (i) pelumas mineral, (ii) pelumas organik, dan (iii) pelumas sintetis. 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 sintesa adalah pelumas yang bahan dasarnya dari proses sintesis hidrokarbon (misalnya *Poly Alpha Olefin*), golongan ester atau golongan *alkhylated naphtalen*.

2.2 Fungsi Pelumas

Pelumas secara umum memiliki beberapa fungsi dasar, antara lain mengurangi gesekan, menghilangkan kotoran, mengendalikan suhu, mencegah korosi serta meredam kejutan.

a. Mengurangi gesekan

Pelumas dapat mengurangi gesekan dengan cara membentuk lapisan film tipis (*oil film*) pada permukaan logam untuk mencegah kontak langsung logam dengan logam. Cairan yang membatasi logam-logam tersebut akan bergeser atau terdorong sewaktu mesin bergerak. Dengan mengurangi gesekan antar permukaan logam, berarti akan mengurangi energi serta mengurangi pemanasan lokal.

b. Menghilangkan kotoran

Membersihkan permukaan logam dari kotoran dengan cara menahan kotoran tersebut dan membawanya ke permukaan aktif filter oli yang kemudian akan dibuang pada saat penggantian oli dan filter oli.

c. Mengendalikan suhu

Pelumas akan menyerap panas pada daerah bersuhu tinggi dan memindahkannya ke bagian lain yang suhunya lebih rendah.

d. Mencegah korosi

Saat pembakaran terjadi, akan dihasilkan komponen-komponen zat kimia seperti air dan macam-macam asam yang dapat menyebabkan korosi. Pelumas akan membentuk lapisan pelindung untuk menetralkan bahan yang korosif dan membasahi permukaan logam sehingga dapat mencegah korosi.

e. Meredam kejutan

Pelumas dapat meredam kejutan dengan dua mekanisme. Pertama dengan proses pemindahan tenaga mekanik ke tenaga fluida, dan yang kedua dengan adanya kenaikan viskositas terhadap kenaikan tekanan.

2.3 Sifat Fisika – Kimia Pelumas

Karakteristik fisika – kimia menentukan kualitas suatu pelumas. Berikut ini adalah karakteristik fisika – kimia minyak nabati dan minyak mineral yang diuji:

a. Densitas/ kerapatan

Menyatakan berat jenis pelumas pada kondisi temperatur tertentu. Kerapatan suatu cairan dapat diukur seperti padatan, yaitu dengan mengukur massa dan volumenya. Kerapatan minyak pelumas tergantung pada tekanan dan temperatur, sehingga perubahan keduanya akan mengubah kerapatan pelumas tersebut. Perubahan suhu yang kecil pada cairan akan menghasilkan perubahan kerapatan yang besar, namun diperlukan perubahan tekanan yang cukup besar untuk mengakibatkan perubahan kerapatan yang besar.

b. Viskositas Kinematik

Viskositas kinematik dapat dikatakan sebagai ukuran besarnya tahanan laju alir antara minyak dan permukaan. Minyak pelumas dengan viskositas kinematik tinggi akan mempunyai tahanan yang tinggi terhadap gerakan, sehingga kurang efisien jika digunakan pada bagian-bagian mesin yang bergerak. Viskositas kinematik yang baik adalah mampu menyesuaikan untuk mencapai sirkulasi pelumas yang lancar, sehingga diperlukan tenaga luar yang kecil dengan kedua permukaan yang dilumasi untuk tetap dapat bebas bergerak.

c. Indeks viskositas

Indeks viskositas (*Viscosity Index/VI*) merupakan ukuran yang menunjukkan kemampuan pelumas untuk dapat mempertahankan kekentalan terhadap perubahan suhu selama proses kerja pelumas dalam mesin. Tinggi rendahnya indeks viskositas menunjukkan ketahanan kekentalan minyak pelumas terhadap perubahan suhu. Semakin tinggi angka indeks viskositas suatu pelumas, maka semakin kecil perubahan kekentalannya pada penurunan atau kenaikan suhu.

d. Titik nyala

Titik nyala (*Flash Point/FP*) merupakan suhu terendah, dimana pelumas dapat menguap dan akan menyala sesaat bila didekatkan oleh letupan bunga api. Pengukuran titik nyala dilakukan untuk mengetahui kondisi yang sesuai untuk pemakaian dan penyimpanan minyak pelumas tersebut (*safety precaution*).

e. Titik tuang

Titik tuang (*Pour Point/PP*) merupakan suhu terendah dimana minyak pelumas masih dapat mengalir. Pada suhu tertentu, minyak pelumas akan membentuk jaringan Kristal yang menyebabkan pelumas sukar mengalir. Oleh karena itu, sebaiknya digunakan minyak pelumas dengan titik tuang yang rendah agar minyak pelumas masih dapat mengalir dengan lancar ke dalam pompa dan salurannya pada setiap keadaan operasinya.

f. Bilangan Asam

Bilangan asam (*Total Acid Number/TAN*) merupakan jumlah milligram KOH yang dibutuhkan untuk menetralkan asam lemak bebas yang terdapat dalam 1 gram pelumas. Dengan mengetahui bilangan asam, maka dapat diketahui tingkat korositas pelumas tersebut terhadap mesin.

g. **Bilangan Iod**

Bilangan iod (*Iodine Number/IN*) adalah jumlah iodine (I_2) yang diserap oleh 100 g sampel yang akan diukur (dimana sampel yang diukur mengandung ikatan karbon tak jenuh). Pengukuran ini bertujuan untuk mengetahui banyaknya ikatan rangkap. Semakin kecil bilangan iod menandakan semakin sedikit ikatan rangkap dalam sampel tersebut yang rentan terhadap oksidasi.

2.4 **Tanaman Jarak**

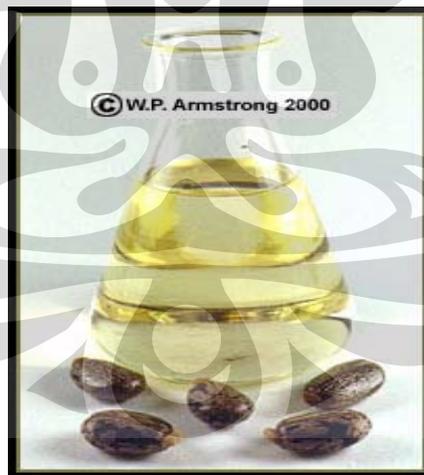
Jarak (*Ricinus communis*) adalah spesies tanaman dari *Euphorbiaceae* yang berasal dari Afrika Timur dan Utara dan tergolong ke dalam genus *Ricinus*, subtribe *Ricininae*. Tanaman jarak dapat tumbuh liar di hutan, tanah kosong, di daerah pantai, tapi sering juga dikembangbiakkan dalam perkebunan. Tanaman ini tergolong tanaman perdu, memiliki daun tunggal menjari antara 7 - 9, berdiameter 10-40 cm.

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 Tanaman Jarak

Tanaman ini merupakan sumber minyak jarak, dan mengandung zat ricin, sejenis racun. Pohon jarak merupakan satu-satunya tumbuhan yang bijinya kaya akan suatu asam lemak hidroksi, yaitu asam ricinoleat. Kehadiran asam lemak ini membuat minyak biji jarak memiliki kekentalan yang stabil pada suhu tinggi sehingga minyak jarak dipakai sebagai campuran pelumas.



Gambar 2.2 Minyak Jarak (Castor Oil)

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)

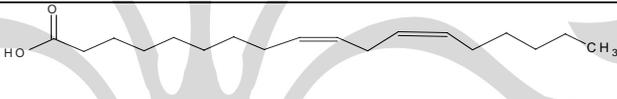
Biji tanaman jarak dapat menghasilkan minyak jarak (*Castor oil*) yang mengandung trigliserida asam-asam lemak, terutama asam risinoleat dengan konsentrasi 89,5 % berat kering. Komponen asam-asam lemak dan bentuk struktur dari minyak jarak dapat dilihat pada Tabel 2.2 berikut ini:

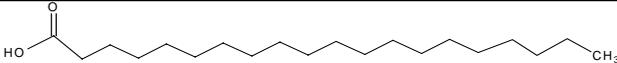
Tabel 2.2 Komponen Asam-asam Lemak dari Minyak Jarak

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	$C_{20}H_{34}O_2$

Asam risinoleat yang merupakan komponen utama dari minyak jarak 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.

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

Eikosanoat	

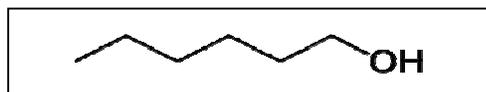
Gambar 2.3 Struktur asam-asam lemak yang terkandung dalam Castor Oil

Karakteristik umum dari Castor Oil antara lain sebagai berikut,

1. 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)^oC.
3. Nilai titer Castor Oil lebih rendah dari pada minyak-minyak yang telah dikenal lainnya.
4. 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^oC. 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 1 – heksanol

1-heksanol merupakan salah satu alkohol rantai panjang dengan enam rantai karbon. Senyawa yang memiliki struktur formula $\text{CH}_3 - (\text{CH}_2)_5 - \text{OH}$ ini memiliki 2 isomer, yaitu 2-heksanol dan 3-heksanol yang dibedakan atas letak atau posisi gugus hidroksilnya.



Gambar 2.4 Struktur molekul 1-hexanol

Sifat fisika dan kimia 1-heksanol:

Wujud : cairan tidak berwarna

Rumus kimia : $C_6H_{14}O$

Nama lain : hexanol, hexyl alcohol

Berat molekul : 102,17 g/mol

Titik didih : $158^{\circ}C$

Berat jenis : 0.8136 g/cm^3

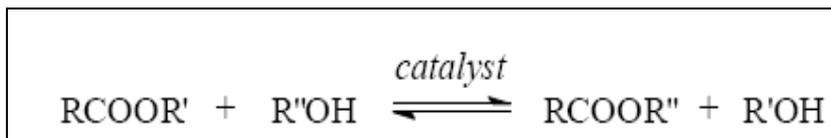
Senyawa ini berbentuk cairan yang tidak berwarna, sedikit larut dalam air, akan tetapi membentuk misel dengan eter dan etanol. 1-heksanol diyakini sebagai komponen pada bau rumput yang baru dipotong, sehingga 1-heksanol juga digunakan sebagai parfum.

2.6 Reaksi Modifikasi Tiga Tahap

Untuk memperbaiki karakteristik minyak jarak, dilakukan reaksi modifikasi tiga tahap yang meliputi reaksi transesterifikasi, epoksidasi, dan pembukaan cincin epoksida (Karina,R.M, 2005).

2.6.1 Reaksi transesterifikasi

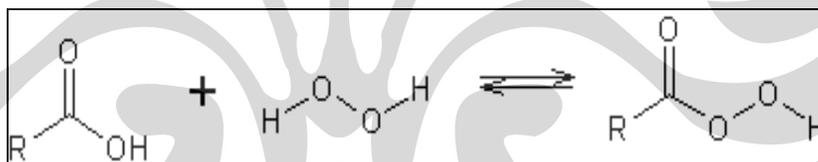
Reaksi transesterifikasi adalah konversi sebuah ester menjadi ester lain melalui pemanasan dengan menggunakan alkohol atau asam karboksilat berlebih, dan dapat berlangsung dalam larutan asam atau basa oleh suatu reaksi reversibel antara ester dan alkohol. Karena reaksi ini reversibel, maka biasanya digunakan alkohol berlebih untuk menggeser kesetimbangan reaksi ke arah produk (Fessenden,1986).



Gambar 2.5 Reaksi transesterifikasi

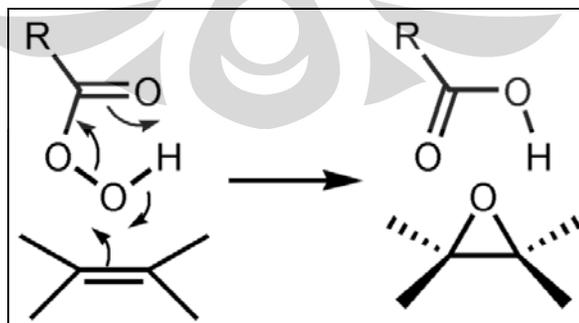
2.6.2 Reaksi Epoksidasi

Setelah reaksi transesterifikasi, reaksi selanjutnya adalah reaksi epoksidasi. Reaksi ini melibatkan asam peroksida (H_2O_2) 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.



Gambar 2.6 Reaksi pembentukan asam peroksi

Atom oksigen ditransfer dari asam peroksi kepada ikatan rangkap membentuk eter siklik. Asam peroksi bertindak sebagai elektrofil dalam reaksi ini.

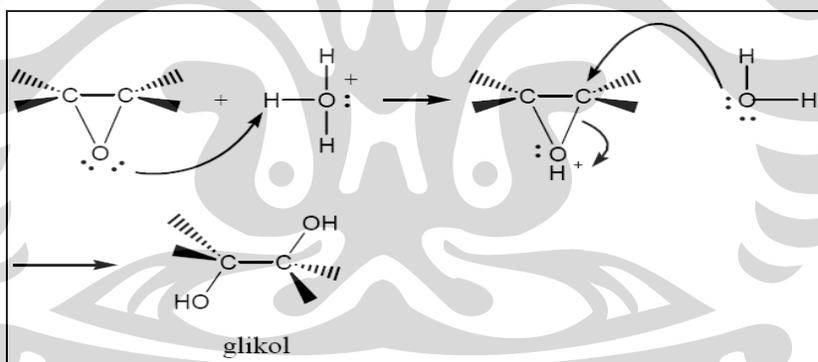


Gambar 2.7 Mekanisme reaksi pembentukan cincin epoksida

2.6.3 Reaksi Pembukaan Cincin Epoksida

Suatu cincin epoksida tidak dapat membentuk sudut ikatan sp^3 atau sebesar 109° . Sudut intinya hanya 60° sehingga orbital yang membentuknya mengalami tarikan (*strained*). Polaritas ikatan C-O bersama tarikan cincin ini mengakibatkan reaktifitas epoksida yang tinggi, dibandingkan eter lainnya. Pembukaan cincin epoksida menghasilkan produk yang lebih stabil dan berenergi lebih rendah. (Fessenden & Fessenden, 1986).

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.



Gambar 2.8 Mekanisme pembukaan cincin epoksida membentuk glikol

2.7 Spektroskopi Infra Merah

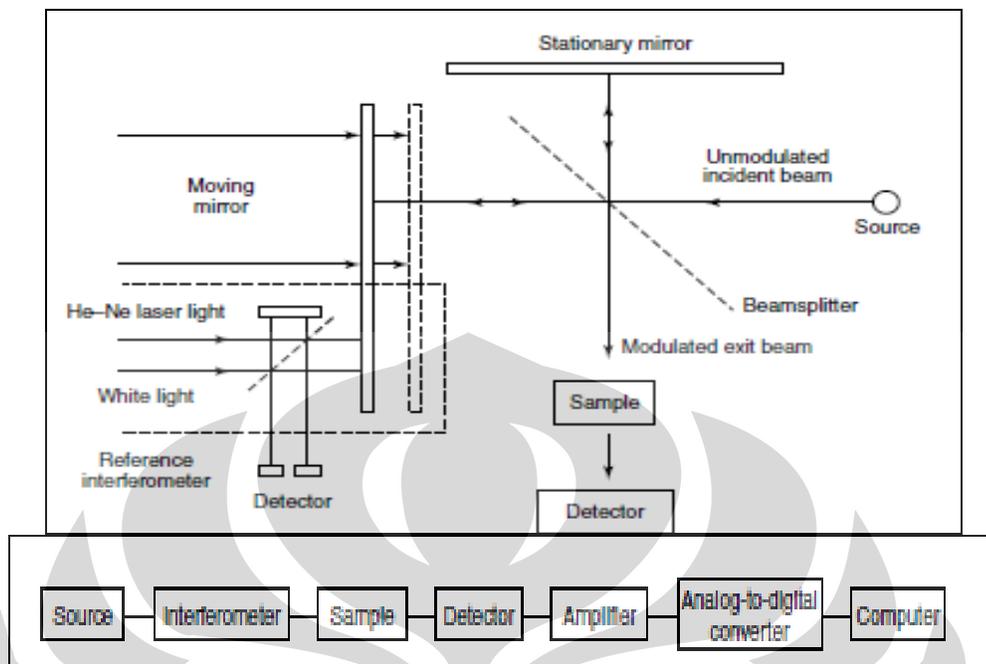
Spektroskopi infra merah merupakan suatu metode yang digunakan untuk mengamati interaksi molekul dengan radiasi elektromagnetik yang berada pada daerah panjang gelombang $0,75 - 1.000 \mu m$ atau pada bilangan gelombang $13.000 - 10 \text{ cm}^{-1}$. Spektroskopi IR digunakan untuk penentuan struktur, khususnya

senyawa organik. Spektrum IR dibuat sebagai bilangan gelombang pada sumbu X dan persentase transmittan (T) pada sumbu Y.

Energi sinar inframerah berkaitan dengan energy vibrasi molekul. Ketika suatu molekul menyerap radiasi inframerah, energy yang diserap akan menaikkan amplitude getaran atom-atom yang terikat pada molekul, sehingga molekul berada dalam keadaan tereksitasi (*excited vibration state*). Energi tersebut akan dikeluarkan pada saat molekul itu kembali ke keadaan dasar.

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*. 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 bergerak saling mendekat dan menjauh satu sama lain sehingga sudutnya berubah-ubah.

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. Berikut ini adalah skema umum dari spektrofotometer IR.



Gambar 2.9 Skema umum spektrofotometer IR

2.8 *High Performance Liquid Chromatography (HPLC)*

HPLC dapat dipakai untuk sebagian besar senyawa tak atsiri dan senyawa berbobot molekul tinggi. HPLC biasanya dilakukan pada suhu kamar. Jadi, senyawa yang tidak tahan panas dapat diangani dengan mudah. Pada metode kromatografi cair ini digunakan kolom kecil, 2-8 mm dengan ukuran partikel penunjang ; sedangkan laju aliran dipertinggi dengan tekanan yang tinggi. Banyaknya cairan pada kolom jumlahnya sedemikian rupa sehingga hanya cukup menghasilkan sedikit tekanan untuk memelihara aliran fase bergerak yang seragam. Secara keseluruhan pemisahan ini memakan waktu lama. Berbagai usaha telah dilakukan untuk menambah laju aliran tanpa mengubah tinggi piringan teoritis kolom.

Fase gerak dalam HPLC adalah pelarut yang secara terus menerus dimasukkan ke dalam kolom, atau fase stasioner. Fase gerak berfungsi sebagai pengangkut larutan sampel. Larutan sampel diinjeksikan ke dalam fase gerak melalui sebuah lubang injektor. Pada saat larutan sampel mengalir dalam sebuah kolom bersama-sama dengan fase gerak, komponen-komponen dari larutan ini akan bermigrasi menurut interaksi-interaksi non-kovalen dari senyawa dengan kolom. Interaksi kimia fase gerak dan sampel, dengan kolom, menentukan tingkat migrasi dan pemisahan komponen yang terdapat dalam sampel. Sebagai contoh, sampel-sampel yang memiliki interaksi lebih kuat dengan fase gerak dibanding dengan fase diam akan lebih cepat terelusi dari kolom, sehingga memiliki waktu retensi yang lebih singkat dan sebaliknya. Fase gerak bisa diubah untuk memanipulasi interaksi sampel dan fase stasioner .

Fase stasioner dalam HPLC adalah pendukung padat yang terdapat dalam kolom yang di dalamnya fase gerak terus mengalir. Larutan sampel diinjeksikan ke dalam fase gerak pengujian melalui lubang injektor. Ketika larutan sampel mengalir bersama dengan fase gerak dalam fase stasioner, komponen-komponen larutan tersebut akan bermigrasi menurut interaksi non-kovalen dari senyawa dengan fase stasioner. Interaksi kimia, dari fase stasioner dan sampel dengan fase gerak, menentukan tingkat migrasi dan pemisahan komponen-komponen yang terdapat dalam sampel. Sebagai contoh, sampel-sampel yang memiliki interaksi lebih kuat dengan fase stasioner dibanding dengan fase gerak akan terelusi dari kolom lebih lambat, sehingga memiliki waktu retensi yang lebih lama dan sebaliknya.

Detektor untuk sebuah HPLC adalah komponen yang mengemisikan sebuah respon akibat senyawa sampel yang terelusi dan selanjutnya memberi sinyal sebuah puncak pada kromatogram. Detektor ini terletak tepat dibelakang fase stasioner untuk mendeteksi senyawa-senyawa pada saat terelusi dari kolom. Luas-bidang dan tinggi puncak biasanya bisa disesuaikan dengan menggunakan kontrol tuning yang kasar dan halus, dan parameter deteksi dan kesensitifan juga bisa dikontrol (pada kebanyakan kasus). Ada banyak tipe detektor yang bisa digunakan dengan HPLC. Beberapa detektor yang umum antara lain: Indeks Refraksi (RI),

Ultra-Violet (UV), Fluorescent, Radiokimia, Elektrokimia, Mendekati-Infra Merah (Near-MS), Spektroskopi Massa (MS), NMR, dan Penghamburan Cahaya (LS).



BAB 3 METODE PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

- Reaktor
- Pemanas dengan pengaduk
- Peralatan evaporasi vakum
- Pengaduk magnet
- Neraca analitik
- Termometer
- Gelas ukur
- Gelas beaker
- Labu Erlenmeyer
- Corong pisah
- Buret

Pada uji karakteristik hasil setiap tahap reaksi, digunakan beberapa instrument pengujian untuk Titik Nyala (*Flash Point*) dengan instrument Automatic Cleveland Open Cup (COC) Flash Point 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

Bahan-bahan yang digunakan pada tiap tahapan reaksi modifikasi *Castor oil* adalah:

- a. Transesterifikasi:
 - *Castor oil*
 - KOH

- Metanol
- b. Epoksidasi
 - *Castor Oil Methyl Ester (COME)*
 - H_2O_2
 - Asam format
- c. Pembukaan cincin epoksida
 - *Epoxidized Castor Oil Methyl Ester (ECOME)*
 - 1-hexanol
 - *Para Toluene Sulfonic Acis (PTSA)*
- d. Uji Kompatibilitas
 - ECOME 1-hexanol
 - *Yubase synthetic oil*
 - *HVI 160 mineral base oil*
- e. Uji karakteristik *castor oil* dan produk hasil modifikasi
 - Uji bilangan asam
 - NaOH
 - Etanol 98%
 - Indikator Fenolftalein
 - Uji bilangan iod
 - Larutan Wijs
 - CCl_4
 - $Na_2S_2O_3$
 - KI
 - Larutan kanji

3.2 Prosedur Kerja

Dalam memodifikasi *Castor oil* dilakukan tiga tahapan reaksi secara berurutan, yaitu transesterifikasi, epoksidasi dan pembukaan cincin epoksidan dengan senyawa 1-hexanol.

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 (CH_3OH) dan menggunakan katalis KOH.

3.2.1.1 Preparasi Bahan Reaksi Transesterifikasi

- Menyiapkan *Castor Oil* dengan jumlah 2,25 L.
- Menyiapkan metanol sebanyak 0,5618 L (13,90 mol), yakni sesuai dengan perbandingan mol metanol 6 : 1 terhadap mol Castor Oil.
- Menyiapkan KOH sebanyak 7,56 g, yaitu 0,35 % dari massa Castor Oil.

3.2.1.2 Prosedur Reaksi Transesterifikasi :

- Castor Oil terlebih dahulu dipanaskan hingga suhu 35°C dengan menggunakan pemanas dan dilakukan pengadukan secara konstan. Sementara itu, katalis KOH terlebih dahulu dilarutkan dalam metanol untuk memudahkan reaksi karena KOH yang digunakan berbentuk padatan.
- Larutan Metanol + KOH dimasukkan ke dalam reactor secara perlahan disertai dengan pengadukan secara terus-menerus agar larutan tersebut terdispersi merata dalam Castor Oil.
- Reaksi dilakukan selama 1 jam pada suhu 35°C dan dijaga konstan selama reaksi dilakukan.
- Produk yang dihasilkan dari reaksi diinapkan semalam. Produk akan terpisah menjadi dua fasa yaitu *Castor Oil Methyl Ester (COME)* dan gliserol.
- COME dipisahkan dari gliserol dengan dekantasi.
- COME dicuci dengan menggunakan akuades hangat dengan perbandingan volume 1 : 1 dalam corong pisah. Pisahkan akuades tersebut dari COME dengan corong pisah. Pencucian dilakukan lagi sampai akuades yang didapat bening dan tidak membirukan lakmus.
- 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 format untuk menghasilkan *Epoxidized Castor Oil Methyl Ester* (ECOME).

3.2.2.1 Preparasi Bahan Reaksi Epoksidasi

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

3.2.2.2 Prosedur Reaksi Epoksidasi

- COME dipanaskan sampai suhu $60^{\circ}C$, sementara itu H_2O_2 dan asam format dicampurkan perlahan-lahan pada suatu wadah.
- Setelah COME mencapai suhu $60^{\circ}C$, H_2O_2 dan asam format yang telah dicampurkan dimasukkan secara perlahan ke dalam reaktor sambil diaduk.
- Suhu dijaga pada $65^{\circ}C$ dengan menaikkan skala *hot plate* untuk memanaskan atau mengalirkan air ke dalam jaket reaktor untuk menurunkan suhu reaktor.
- Reaksi dijalankan selama 1,5 jam.
- ECOME yang terbentuk didekantasi dari sisa asam format dan H_2O_2 .
- ECOME dimurnikan dengan pencucian menggunakan aquades hangat dan pemanasan dalam kondisi vakum.

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 1-hexanol dengan bantuan katalis PTSA (*p - Toluensulfonic acid*).

3.2.3.1 Preparasi Bahan Reaksi Pembukaan Cincin

- Menyiapkan ECOME sebanyak 250 mL.
- Menyiapkan Katalis PTSA 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.
- Menyiapkan 1-hexanol untuk reaksi dengan volume variasi yang telah ditentukan.

3.2.3.2 Tahapan Reaksi Pembukaan Cincin

Reaksi ini dilakukan dengan memvariasikan volume alkohol, suhu reaksi serta waktu reaksi.

a. Variasi volume

- Reaksi dijaga pada temperatur 60°C, dan dijaga konstan selama 6 jam. Digunakan beberapa mL variasi volume 1-heksanol, yaitu 45, 75 dan 105 mL.
- ECOME alkohol dicuci menggunakan aquades hangat dan penamasan dalam kondisi vakum.
- Dilakukan uji HPLC.

b. Variasi suhu

- Reaksi menggunakan volume optimum 1-hexanol yang diperoleh pada percobaan sebelumnya, dan dijaga konstan selama 6 jam. Suhu reaksi dilakukan pada beberapa variasi suhu, yaitu 60⁰, 80⁰ dan 100⁰.
- ECOME alkohol dicuci menggunakan aquades hangat dan penamasan dalam kondisi vakum.

c. Variasi waktu

- Reaksi menggunakan volume optimum 1-hexanol dan suhu optimum yang telah diperoleh pada perlakuan sebelumnya. Waktu reaksi dilakukan pada beberapa variasi waktu.

- ECOME alkohol dicuci menggunakan aquades hangat dan penamasan dalam kondisi vakum.

3.3 Uji Karakteristik Produk

3.3.1 Analisis Karakteristik Fisika - Kimia

3.3.1.1 Densitas

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

- Alat dihidupkan dan ditunggu sampai suhu 20⁰C.
- Tombol “Method” ditekan dan kemudian pilih “lubricant”
- Sampel dimasukkan ke dalam sel pengukuran dengan menggunakan syringe dan pastikan jangan ada gelembung.
- Tekan tombol “sample” untuk memasukan nomor sampel.
- Nilai pengukuran akan tampak pada layar dan terlihat tulisan valid.
- Sample dikeluarkan dan dilakukan pencucian sel dengan menggunakan toluene dan aseton.
- Pengeringan sel dilakukan dengan memasang “air hose” ke “filling nozzle”. Pompa vakum dinyalakan dan kemudian matikan setelah 10 menit.

3.3.1.2 Viskositas Kinematik dan Indeks Viskositas

Pengukuran ini menggunakan alat pada suhu 40⁰C dan 100⁰C dengan metode pengukuran ASTM D445 “*Standard Method for Kinematic Viscosity of Transparent and Opaque Liquid*”. Prosedurnya adalah sebagai berikut:

- Alat dihidupkan, kemudian pompa gas CA II juga dihidupkan dan dibuka jalan udaranya.
- Tombol pengatur udara dihidupkan pada posisi “on”.
- Alat ukur dikondisikan pada keadaan “remote”, dengan pengendalian dari computer.

- Sampel dimasukkan ke dalam dua buah vial, yang masing-masing berjumlah 5 mL.
- Pengukuran sampel dilakukan saat pengukuran telah siap pada kondisi suhu 40°C dan 100°C.
- Hasil pengukuran viskositas kinematik sampel pada dua kondisi suhu akan diperoleh indeks viskositas sebagai ukuran pengaruh perubahan suhu terhadap kekentalan minyak lumas.

3.3.1.3 Titik Tuang

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

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

3.3.1.4 Titik Nyala

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

- Sampel yang akan diukur disiapkan pada wadah logam bertara, volume sampel haruslah mencapai batas tara pada wadah.
- Alat ukur *Flash Point* dihidupkan terlebih dahulu.
- Pompa gas LPG dihidupkan dan jalan udara dibuka.

- Sampel yang berada pada wadah logam dimasukkan ke tempat wadah pengukuran, kemudian detektor diposisikan ke dalamnya.
- 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 kejutan api, maka pada suhu tersebutlah *Flash Point* dari minyak/ sampel yang diukur.

3.3.1.5 Bilangan Asam

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

- 2,5 g sample ditimbang ke dalam labu erlenmeyer.
- 25 mL etanol 98% ditambahkan ke dalam sampel.
- Larutan dititrasi dengan NaOH 0,1 N secara perlahan dengan indikator fenolftalein dan disertai pengocokan yang kuat.
- Bilangan asam dihitung dengan rumus:
- Bilangan asam = $\frac{\text{Volume NaOH} \times \text{N NaOH} \times 40}{\text{Berat sampel}}$

3.3.1.6 Bilangan Iod

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

- 0,5 g sample ditimbang ke dalam labu erlenmeyer yang kering.
- CCl_4 sebanyak 10 mL ditambahkan dan dikocok untuk memastikan bahwa sample telah larut sempurna.
- Dengan menggunakan pipet, 10 mL larutan Wijs ditambahkan ke dalam labu. Labu ditutup dan dikocok agar tercampur merata.
- Labu disimpan di tempat gelap selama 1 jam pada suhu kamar.
- Untuk pengujian pada setiap sampel, hendaknya dilakukan pula uji pada larutan blanko dengan cara perlakuan yang sama seperti sample.
- Labu yang telah didiamkan selama 1 jam dikeluarkan dan ditambahkan 10 mL larutan KI. Campuran dikocok dan ditambahkan 25 mL akuades.

- Larutan dititrasi dengan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 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.
- Bilangan iod dihitung dengan rumus:
- $$\text{Bilangan iod} = \frac{(\text{volume blanko} - \text{volume sampel}) \times N \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 12,69}{\text{Berat sampel}}$$

3.3.2 Uji Kompatibilitas Produk Modifikasi dengan Beberapa *Base Oil*

3.3.2.1 Pencampuran dengan HVI 160 dan Yubase (8% w/w)

Pencampuran ini bertujuan untuk menentukan volume optimum senyawa alkohol yang digunakan pada reaksi pembukaan cincin epoksida, sehingga dapat menghasilkan kompatibilitas yang baik pada proses pencampurannya dengan base oil. Prosedurnya adalah sebagai berikut:

- Pencampuran variasi produk ECOME 1-hexanol dengan masing-masing HVI 160 dan Yubase pada komposisi pencampuran 8% w/w.
- Campuran diaduk pada suhu 40°C selama 1 jam.
- Campuran didiamkan selama 1 hari, kemudian ditentukan karakteristik fisika – kimianya.
- Penentuan produk ECOME 1-hexanol yang digunakan untuk percobaan selanjutnya dapat dilihat secara visual maupun dari hasil uji karakterisasi fisika kimianya.

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Tahap I : Reaksi Transesterifikasi

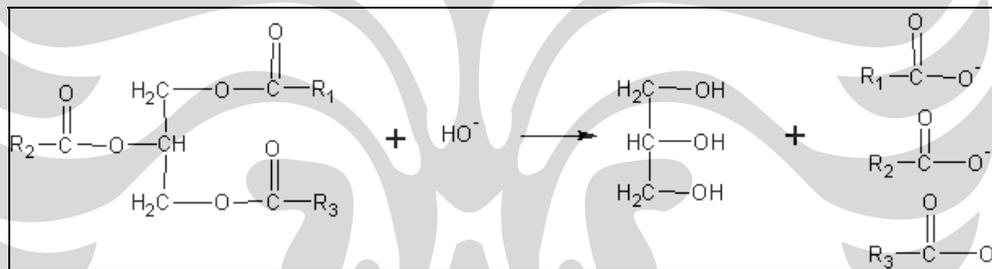
Transesterifikasi adalah suatu proses yang menggunakan alkohol serta kehadiran katalis seperti NaOH atau KOH untuk memecah suatu molekul minyak nabati menjadi metil atau etil esternya disertai gliserol sebagai produk samping. Sebagian besar reaksi transesterifikasi dilakukan menggunakan alkohol rantai pendek seperti metanol, etanol dan isopropanol.

Dalam penelitian ini, dilakukan reaksi transesterifikasi terhadap Castor Oil sebagai minyak nabati, untuk mengubah trigliserida risinoleat menjadi ester risinoleatnya. Pada reaksi ini, digunakan metanol sebagai pereaksi dan KOH yang bertindak sebagai katalis basa. Katalis basa dipilih karena penggunaannya memiliki beberapa kelebihan dibandingkan dengan katalis asam. Reaksi transesterifikasi menggunakan katalis basa membutuhkan waktu reaksi 4000 kali lebih cepat dibandingkan katalis asam. Selain itu suhu yang diperlukan tidak terlalu tinggi, serta reaksi yang berjalan bersifat *irreversible* dan tidak korosif. Sedangkan penggunaan katalis asam memiliki beberapa kelemahan seperti memerlukan waktu reaksi yang lebih lama, suhu reaksi lebih tinggi serta memungkinkan terbentuknya asam karboksilat dari hasil reaksi antara ion karbokation pada bentuk intermediet II dengan air (Srivastava,1999).

Reaksi transesterifikasi diawali dengan proses homogenisasi Castor oil dengan cara pemanasan menggunakan suhu 35°C dan disertai dengan pengadukan. Katalis KOH dilarutkan terlebih dahulu di dalam metanol yang bertindak sebagai pereaksi. Pada reaksi ini, KOH yang digunakan adalah 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). Karena sifat kepolaran metanol berada diantara minyak dan KOH, maka selain bertindak sebagai pereaksi, metanol juga bertindak sebagai jembatan kepolaran antara KOH yang bersifat polar dan minyak yang bersifat nonpolar.

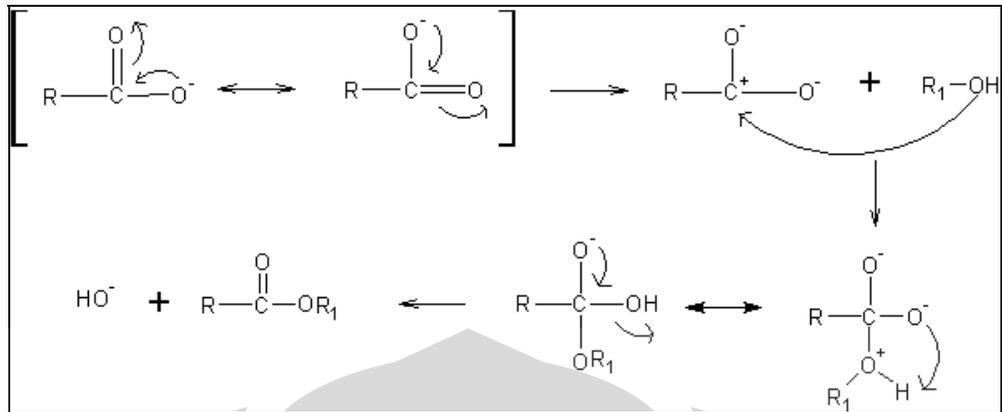
KOH yang telah dilarutkan dalam metanol dicampurkan ke dalam Castor Oil yang telah dihomogenisasi. Reaksi dilakukan selama 1 jam dengan menggunakan suhu 35°C dan tetap disertai pengadukan. Penggunaan suhu sebesar 35°C bertujuan untuk menghindari penguapan metanol yang memiliki titik didih 65°C . Dengan mengatur suhu reaksi di bawah titik didih metanol, diharapkan metanol dapat bereaksi sempurna dengan Castor Oil.

Tahap ini diawali dengan reaksi saponifikasi (penyabunan), yang merupakan hidrolisis suatu ester dalam kondisi basa untuk membentuk alkohol dan garam dari suatu asam karboksilatnya (Fessenden & Fessenden, 1986). Dalam metanol, KOH akan mengalami ionisasi dan bereaksi dengan trigliserida, yang kemudian akan menghasilkan produk gliserol dan garam karboksilat dari asam risinoleat.



Gambar 4.1 Reaksi Saponifikasi

Anion karboksilat akan mengalami resonansi hingga membentuk karbokation tersier. Kemudian metanol yang bersifat nukleofilik dengan adanya atom oksigen, akan menyerang karbokation tersier tersebut. Intermediet yang terbentuk dari penyerangan ini tidak stabil dan segera melakukan penataan ulang membentuk ester dengan pelepasan kembali OH⁻ dari katalis basa yang bereaksi pada tahap saponifikasi.

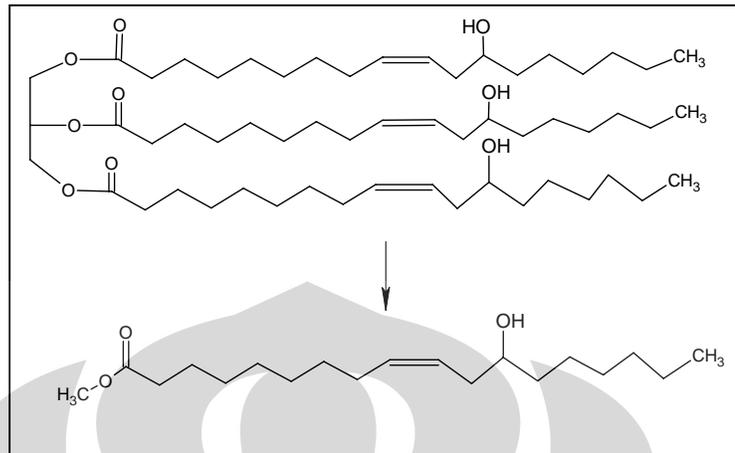


Gambar 4.2 Reaksi Transesterifikasi

Perbandingan minyak dan metanol yang digunakan pada reaksi tahap ini adalah 1:6. Pemilihan perbandingan tersebut dikarenakan reaksi ini bersifat sedikit reversible sehingga dibutuhkan methanol dengan jumlah yang berlebih.

Setelah reaksi selesai, campuran didiamkan selama satu malam dan akan terbentuk dua lapisan, yaitu lapisan *Castor Oil Methyl Ester* (COME) yang berwarna kuning keemasan di bagian atas dan gliserol yang berwarna merah di bagian bawah. COME yang dihasilkan memiliki bau seperti buah pisang yang sudah masak. Kemudian COME didekantasi, dan dicuci menggunakan akuades hangat (70°C - 85°C) dengan perbandingan volume COME dan akuades sebesar 1:1. Pencucian ini bertujuan untuk menghilangkan sisa metanol, basa dan gliserol. Pencucian dilakukan hingga air cucian tidak lagi membirukan lakmus merah, atau dengan kata lain tidak lagi bersifat basa, dan dilanjutkan dengan pemanasan secara vakum yang bertujuan untuk menghilangkan sisa air. Dengan menggunakan pemanasan secara vakum, air dapat menguap pada suhu yang cukup rendah akibat adanya pemberian tekanan yang tinggi. Gambar pemanasan dengan vakum dapat dilihat pada Lampiran 4, halaman 64.

Reaksi transesterifikasi 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.



Gambar 4.3 Perubahan struktur trigliserida Castor Oil menjadi COME

4.2 Tahap II : Reaksi Epoksidasi

COME yang dihasilkan dari reaksi tahap I (transesterifikasi) dalam bentuk metil ester masih memiliki gugus ikatan rangkap yang berpotensi besar bereaksi dengan oksigen bebas maupun elektrofil lainnya. Hal ini akan membuat COME mudah teroksidasi dan memiliki waktu penyimpanan yang relatif pendek. Untuk itu, dilakukan reaksi tahap II, yaitu mengubah COME menjadi bentuk COME terepoksidasi, yang kemudian akan disebut sebagai ECOME (*Epoxidized Castor Oil Methyl Ester*).

COME dipanaskan dalam reaktor, sementara itu H_2O_2 dan asam format dicampurkan di tempat yang terpisah. Kemudian campuran asam format dan H_2O_2 dimasukkan ke dalam COME yang telah dipanaskan setetes demi setetes.

Beberapa metode telah dilakukan sebelumnya untuk melihat hasil yang optimal dari reaksi pencampuran H_2O_2 dengan asam format, 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

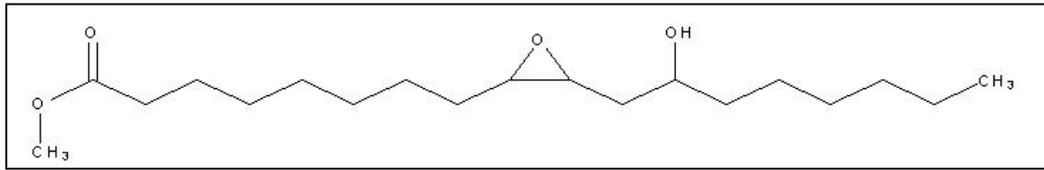
asam peroksi membentuk peroksida, sementara pada metode (i) hanya terjadi pengurangan sedikit ikatan rangkapnya. (Arizona, 2010)

H_2O_2 memang merupakan suatu oksidator, namun tidak cukup kuat untuk mengoksidasi ikatan rangkap pada COME. Untuk itu diperlukan suatu katalis, dalam hal ini asam format, sehingga menghasilkan suatu asam peroksi yang mampu mengoksidasi ikatan rangkap tersebut. Katalis yang digunakan pada reaksi epoksidasi ini adalah katalis asam-asam organik, seperti asam format. Penggunaan katalis yang bukan asam organik memungkinkan terjadinya ikatan rangkap dari COME, bukan pembentukan siklus epoksida.

Pencampuran asam format dan H_2O_2 akan membentuk suatu asam peroksi format yang kemudian akan berinteraksi dengan ikatan rangkap. Asam ini bertindak sebagai elektrofilik dan mentransfer satu atom oksigennya kepada ikatan rangkap. Kemudian, reaksi ini akan kembali membentuk asam format yang bereaksi dengan molekul H_2O_2 lain membentuk asam peroksi. Proses ini akan terus berulang hingga seluruh ikatan rangkap dalam COME dan H_2O_2 habis bereaksi.

Reaksi ini dilakukan selama 1,5 jam dengan menjaga suhu pada $65^{\circ}C$. Karena reaksi ini merupakan reaksi yang sangat eksoterm, maka diperlukan suatu pendinginan dengan cara mengalirkan air melalui selang ke dalam jaket reaktor sehingga dapat menjaga suhu reaksi tetap di bawah $70^{\circ}C$. Saat reaksi berlangsung, terjadi perubahan warna pada minyak, dari kuning bening menjadi kuning keruh akibat penambahan campuran asam format dan H_2O_2 . Kemudian, setelah reaksi selesai dan didiamkan, akan terbentuk dua lapisan. Lapisan atas berupa minyak yang berwarna kuning kecoklatan, sementara lapisan bawah merupakan sisa asam yang berwarna bening.

Minyak didekantasi dan kemudian dicuci dengan akuades hangat seperti pada tahap I. Pencucian ini bertujuan untuk membersihkan sisa asam dan dilakukan hingga air cucian menjadi netral atau tidak lagi memerahkan lakmus biru. Kemudian dilakukan pemanasan secara vakum hingga tidak ada lagi gelembung-gelembung udara. Produk tersebut merupakan COME yang terepoksidasi atau disebut juga ECOME (*Epoxidized Castor Oil Methyl Ester*).



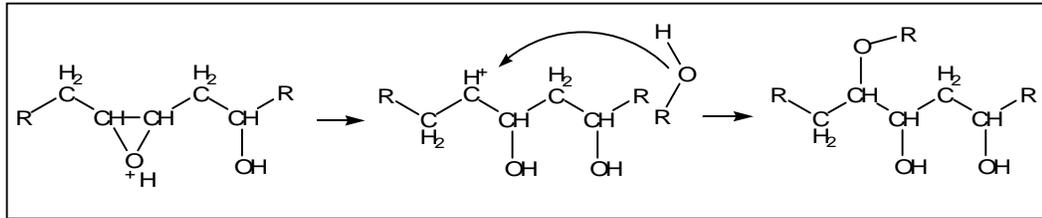
Gambar 4.4 Struktur kimia ECOME

4.3 Tahap III : Reaksi Pembukaan Cincin Epoksida

Gugus oksirana yang terdapat dalam ECOME merupakan gugus yang sangat reaktif, sehingga meskipun sudah memiliki ketahanan oksidasi yang lebih baik, tetap dibutuhkan tahapan reaksi lebih lanjut untuk meningkatkan sifat fisika-kimianya. Tahapan terakhir dalam modifikasi Castor Oil adalah reaksi pembukaan cincin epoksida dengan menggunakan senyawa 1-heksanol dan PTSA sebagai katalis asam.

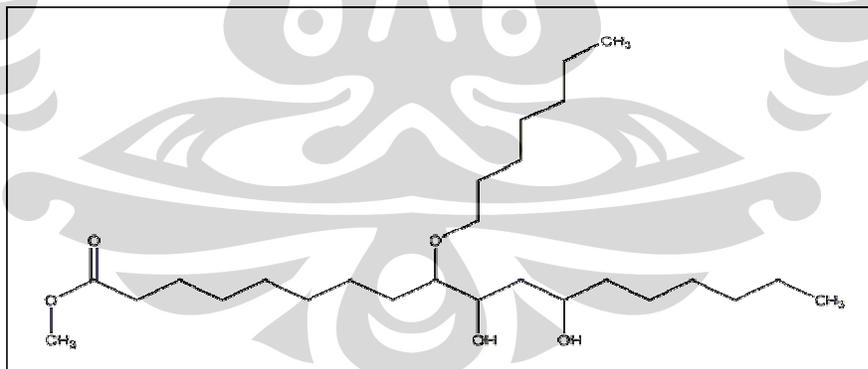
Pada penelitian-penelitian sebelumnya, digunakan beberapa senyawa untuk membuka cincin epoksida, seperti gliserol dan senyawa diol. Namun, reaksi pembukaan cincin epoksida dengan menggunakan senyawa-senyawa tersebut belum menghasilkan minyak lumas dasar yang kompatibel dengan minyak mineral. Pada penelitian ini, digunakan senyawa 1-heksanol yang hanya memiliki satu gugus hidroksil (-OH) dengan harapan dapat menurunkan kepolaran minyak lumas dasar tersebut, sehingga memiliki kompatibilitas yang lebih baik dengan minyak mineral.

Tahap pertama mekanisme reaksi pembukaan cincin epoksida ini meliputi protonasi atom oksigen pada gugus oksirana. Lepasnya ikatan antara C dan O akan membentuk intermediet karbokation yang kemudian diserang oleh atom oksigen dari senyawa 1-heksanol. Kemudahan lepasnya ikatan ini juga didukung oleh sudut ikatan epoksida yang tegang, sehingga membuatnya mudah terlepas.



Gambar 4.5 Pembukaan cincin epoksida

Terdapat dua kemungkinan posisi karbokation yang terbentuk, yaitu di atom karbon nomor 9 atau atom karbon nomor 10. 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. Sementara 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 pemecaran muatan positif dari karbokation yang bersifat menstabilkan (Franisal, 2004).



Gambar 4.6 Hexanol Modified Castor Oil (HexMCO)

Dalam tahap ini, akan dilihat kondisi optimum reaksi pembukaan cincin epoksida dengan senyawa 1-heksanol. Untuk itu, dilakukan beberapa variasi yaitu variasi volum 1-heksanol, suhu serta waktu reaksi. Variasi pertama yang

dilakukan adalah variasi volume 1-heksanol. Adapun volume 1-heksanol yang digunakan adalah 45 mL, 75 mL dan 105 mL.

ECOME dipanaskan terlebih dahulu untuk meningkatkan energi kinetik molekul-molekulnya, sementara itu, PTSA yang berbentuk padatan dilarutkan dalam senyawa 1-heksanol untuk membuatnya berada dalam fasa yang sama dengan reagen yang akan direaksikan. Kemudian, campuran PTSA dan 1-heksanol dimasukkan ke dalam ECOME secara perlahan-lahan. Reaksi berlangsung selama 6 jam dengan suhu 60°C. Warna produk yang dihasilkan sama seperti warna produk pada tahap sebelumnya, yaitu oranye. Sementara kekentalan produk berkurang seiring dengan penambahan variasi volume 1-heksanol yang digunakan karena senyawa 1-heksanol merupakan cairan dengan tingkat kekentalan yang rendah.

Tabel 4.1 Nilai indeks viskositas pada variasi volume 1-heksanol

Volume 1-heksanol	KV (40⁰C)	KV (100⁰C)	Viskositas Indeks
45 mL	35,46	30,04	52
75 mL	27,08	24,65	5
105 mL	21,74	21,40	-10

Jika dilihat dari tabel nilai indeks viskositas di atas, penambahan 1-heksanol dengan volume 45 mL memiliki nilai viskositas yang lebih baik dibandingkan dengan penambahan 75 mL dan 105 mL. Namun, hal ini belum bisa menentukan bahwa reaksi dengan penambahan 45 mL 1-heksanol merupakan reaksi yang optimum karena senyawa 1-heksanol merupakan senyawa dengan tingkat kekentalan yang sangat rendah, sehingga semakin banyak penambahan senyawa 1-heksanol akan membuat nilai indeks viskositas menjadi semakin kecil.

Berdasarkan perhitungan mol pada reaksi tahap 3 ini, reaksi sempurna akan terjadi pada penambahan 1-heksanol sebanyak 75 mL. Hal ini dibuktikan juga dibuktikan dengan uji HPLC yang dilakukan. Sementara reaksi dengan penambahan 45 mL 1-heksanol, berdasarkan perhitungan mol reaksi, belum sempurna karena masih terdapat mol ECOME yang belum habis bereaksi. Oleh

karena itu, maka dapat disimpulkan bahwa reaksi optimum terjadi pada penambahan 75 mL 1-heksanol. Kemudian dilanjutkan dengan mencuci produk dengan aquades hangat hingga tidak lagi memerahkan lakmus biru.

Setelah itu, dilakukan variasi waktu dan suhu pada reaksi tahap 3 menggunakan volume 1-heksanol yang optimum, yaitu 75 mL dengan tujuan memperoleh produk dengan sifat fisika kimia yang lebih baik. Perubahan sifat fisik yang terjadi adalah warna minyak akan berubah pada suhu 100⁰C menjadi kuning, sementara pada variasi suhu 60⁰C dan 80⁰C warna minyak tetap oranye, atau tidak terjadi perubahan warna. Selain itu, pencucian produk dengan variasi suhu 100⁰C membutuhkan waktu yang lebih lama serta pencucian yang lebih banyak untuk menjadi netral (tidak memerahkan lakmus biru) dibandingkan pada variasi 60⁰C dan 80⁰C. Ini menandakan bahwa reaksi dengan variasi suhu 60⁰C dan 80⁰C belum sempurna karena katalis asam yang digunakan pada reaksi belum berubah kembali.

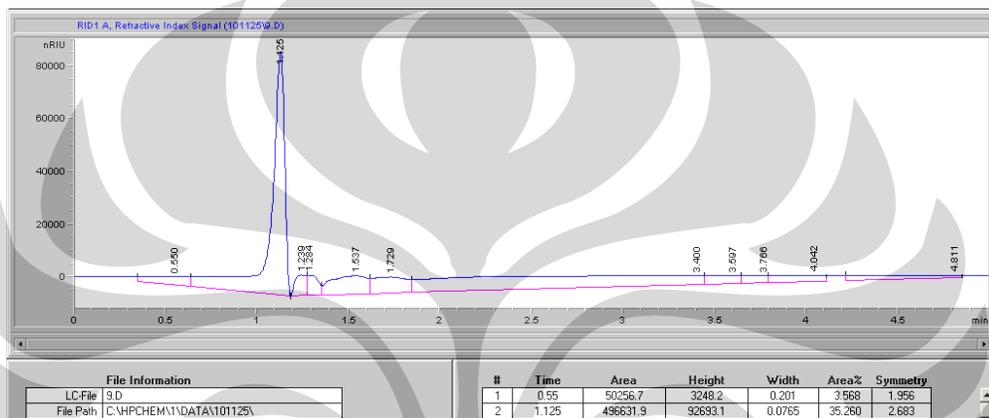
Tabel 4.2 Nilai indeks viskositas pada variasi suhu dan waktu

		Suhu		
		60 ⁰ C	80 ⁰ C	100 ⁰ C
Waktu	6 jam	5	33	58
	8 jam	62	39	59
	10 jam	15	37	70

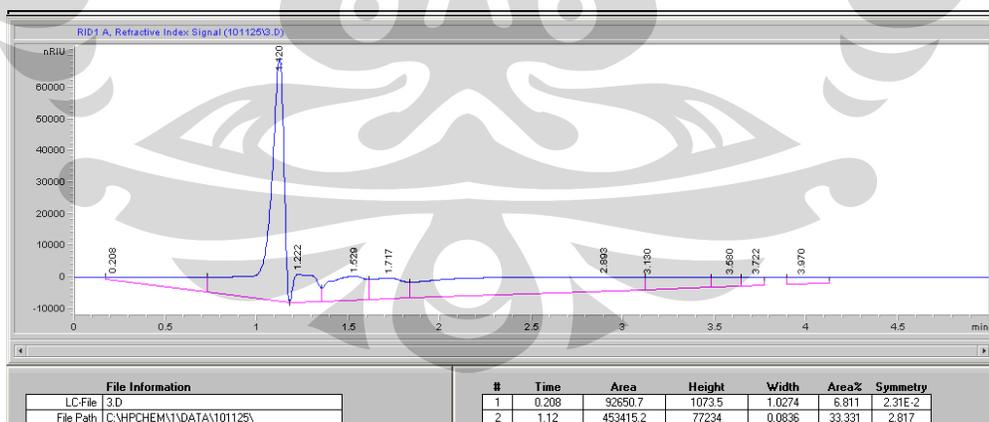
Berdasarkan nilai indeks viskositas yang diperoleh pada tabel di atas, reaksi dengan variasi suhu 100⁰C selama 10 jam memiliki nilai indeks viskositas yang paling baik diantara variasi lain, sehingga dapat disimpulkan bahwa reaksi optimum terjadi pada penambahan 1-heksanol sebanyak 75 mL dengan suhu 100⁰C selama 10 jam. Gambar hasil reaksi tahap III dapat dilihat pada Lampiran halaman 66.

4.4 High Performance Liquid Chromatography (HPLC)

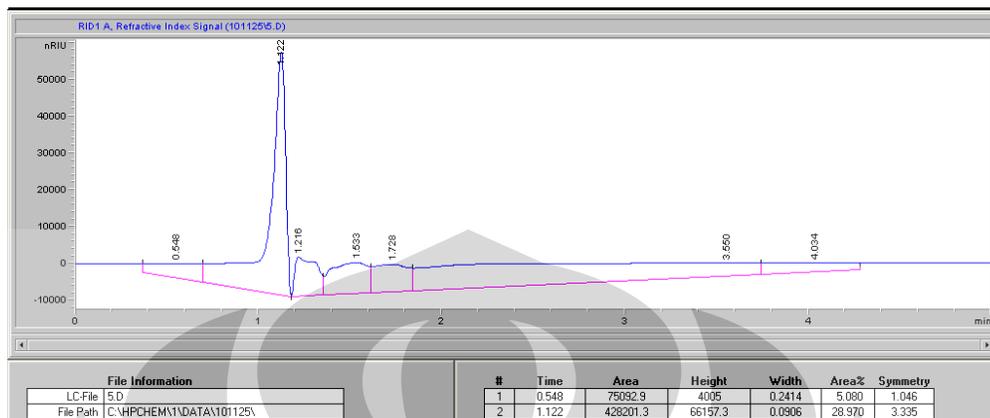
Pengujian menggunakan instrumen HPLC (*High Performance Liquid Chromatography*) dilakukan dengan menggunakan pelarut THF, fase gerak THF, kolom C₁₈ (octadecyl) yang biasa digunakan untuk asam lemak, vitamin dan senyawa-senyawa lingkungan, serta menggunakan kecepatan alir 1 mL/menit. Berikut ini adalah gambar kromatogram yang diperoleh.



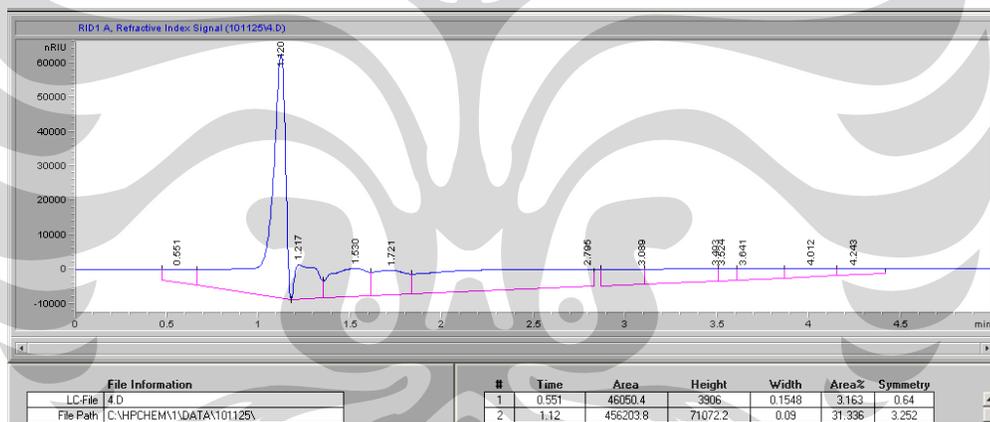
Gambar 4.7 Kromatogram ECOME



Gambar 4.8 Kromatogram ECOME + 45 mL heksanol



Gambar 4.9 Kromatogram ECOME + 75 mL heksanol



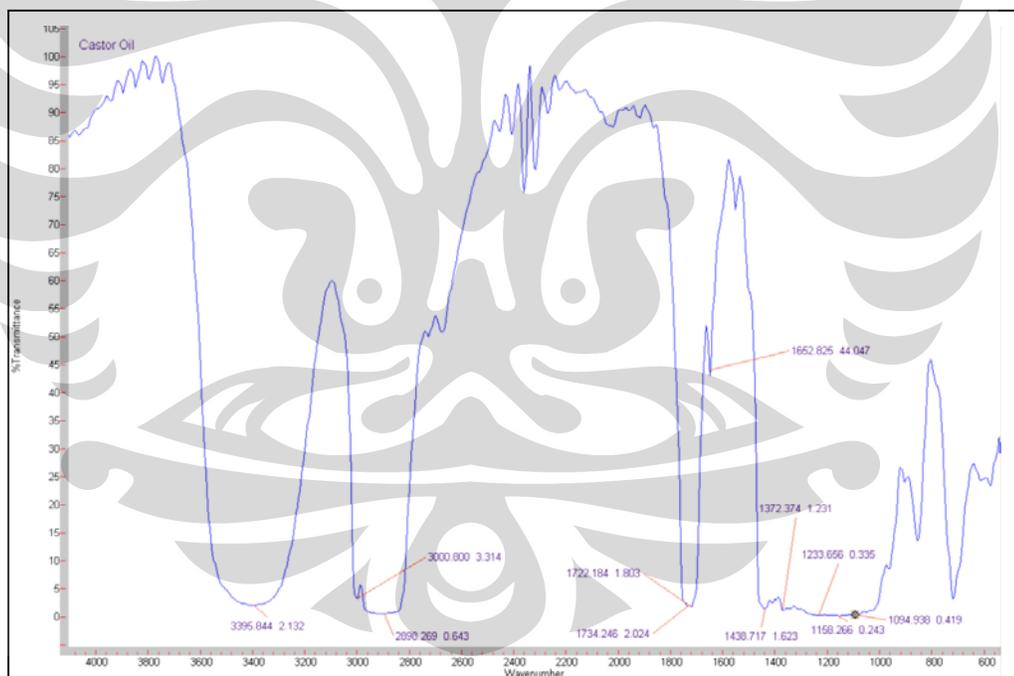
Gambar 4.10 Kromatogram ECOME + 105 mL heksanol

Gambar kromatogram di atas merupakan kromatogram ECOME serta ECOME dengan variasi penambahan heksanol. Pada gambar 4.7 terdapat puncak pada waktu retensi 1,25 menit yang merupakan puncak ECOME, sementara puncak-puncak kecil yang terdapat pada kromatogram merupakan pengotor. Kemudian puncak tersebut kembali muncul pada tiga gambar berikutnya, namun dengan tinggi puncak yang lebih rendah dibandingkan dengan tinggi puncak pada gambar 4.7. Adanya penurunan puncak ini menandakan bahwa terjadi penurunan konsentrasi ECOME dalam senyawa tersebut. Dengan membandingkan tinggi

puncak pada gambar 4.8, gambar 4.9 dan gambar 4.10, dapat dilihat bahwa tinggi puncak yang paling rendah terdapat pada gambar 4.9. Ini menunjukkan bahwa konsentrasi ECOME yang paling rendah berada pada gambar 4.9 atau saat reaksi tahap III dengan penambahan 75 mL heksanol, sehingga dapat disimpulkan bahwa reaksi optimum terjadi dengan menambahkan volum heksanol sebanyak 75 mL.

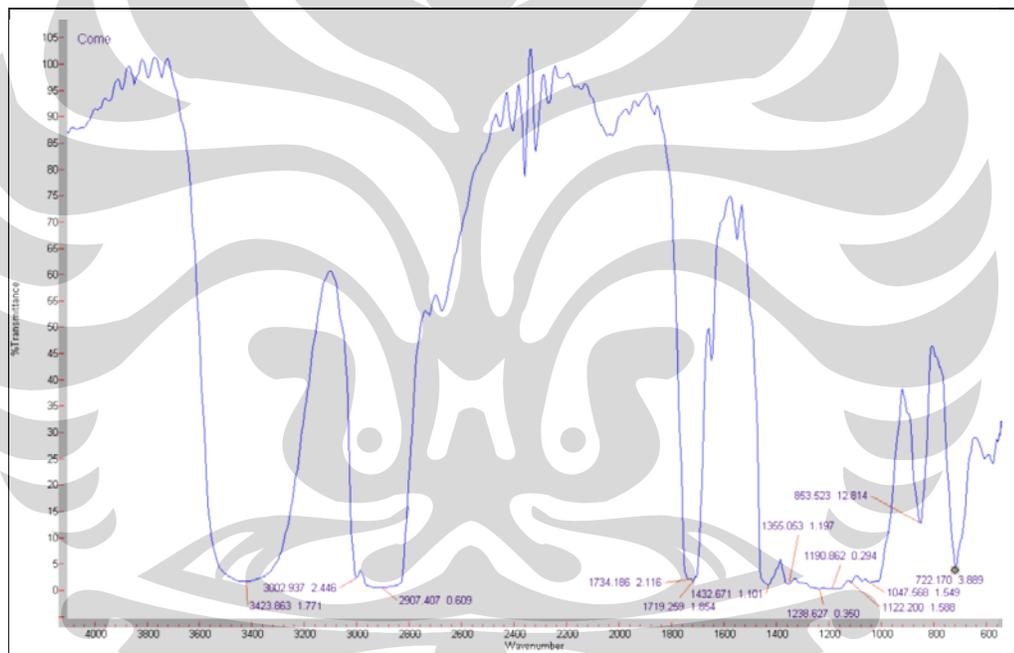
4.5 Infrared (IR)

Pengujian inframerah dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi apa saja yang terdapat dalam senyawa tersebut. Dalam penelitian ini, untuk mengetahui apakah ikatan rangkap yang akan dimodifikasi masih ada atau tidak, digunakan analisis menggunakan infrared.

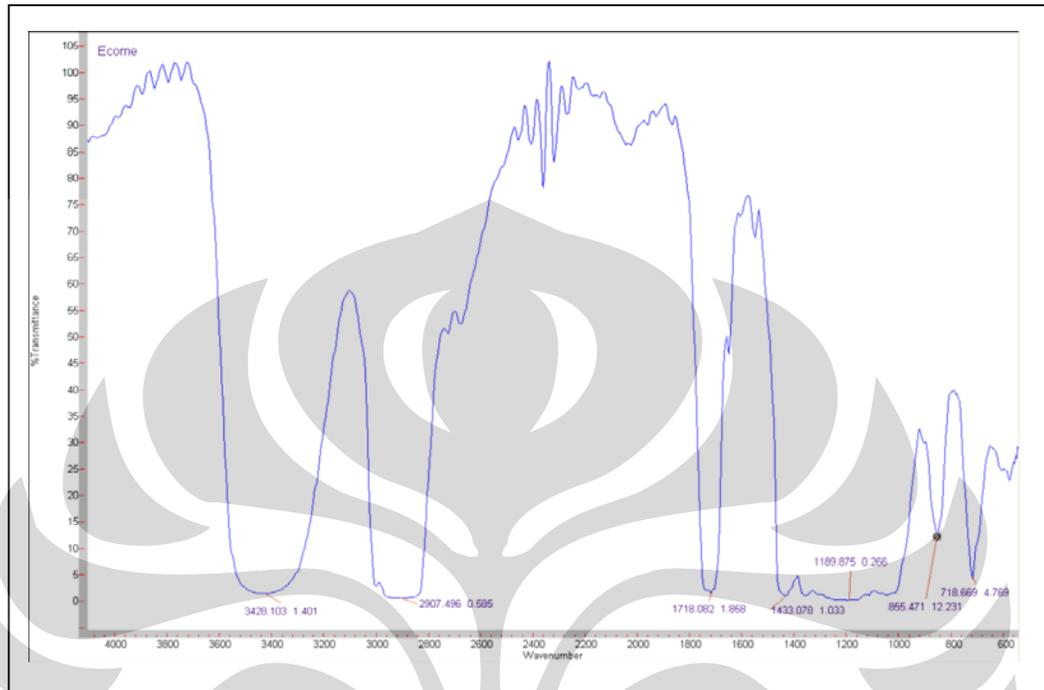


Gambar 4.11 Spektrum IR Castor Oil

Dalam spektrum castor oil di atas, dapat diidentifikasi adanya pita serapan melebar pada panjang gelombang 2800-2980 cm^{-1} yang menunjukkan adanya vibrasi ulur C-H dari gugus $-\text{CH}_3$ dan $-\text{CH}_2$. Selain itu, adanya puncak pada panjang gelombang 3300-3500 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus hidroksi (OH), sementara pita serapan $=\text{C}-\text{H}$ (sp^2) teridentifikasi pada panjang gelombang 3000-3300 cm^{-1} . Pita serapan pada panjang gelombang 1722 cm^{-1} mengindikasikan adanya gugus karbonil $-\text{C}=\text{O}$ dari ester dengan vibrasi ulur. Sementara itu, gugus $\text{C}=\text{C}$ ditunjukkan pada panjang gelombang 1652 cm^{-1} , dan vibrasi tekuk C-H dari alkena pada panjang gelombang 1000-650 cm^{-1} .

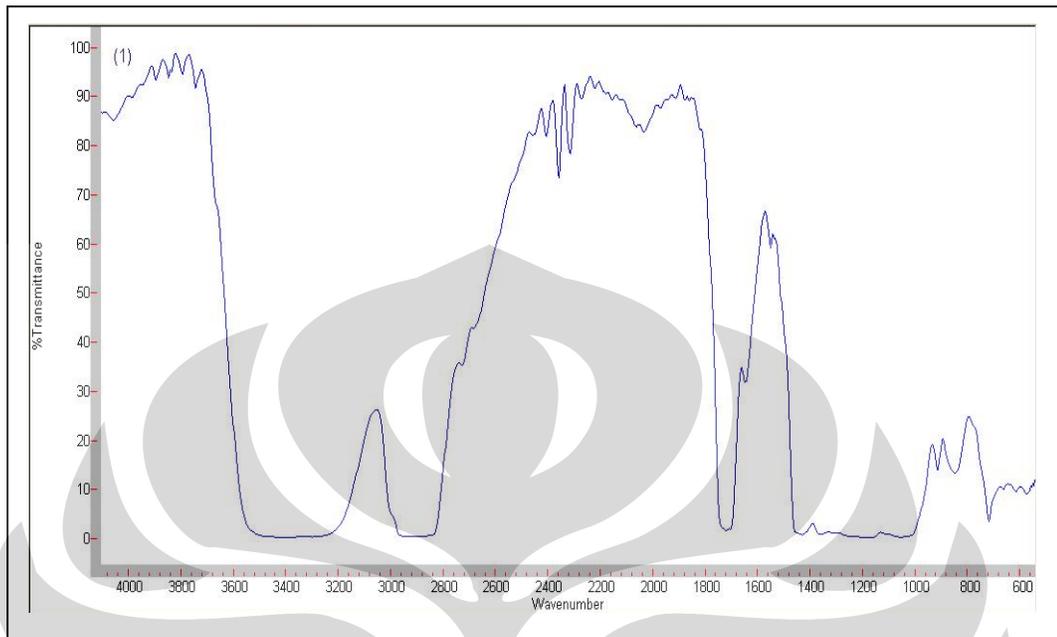


Gambar 4.12 Spektrum IR COME



Gambar 4.13 Spektrum IR ECOME

Pada gambar spektrum IR COME, terlihat masih ada pita serapan baik pada $3000\text{-}3300\text{ cm}^{-1}$ maupun 1652 cm^{-1} yang menunjukkan masih adanya ikatan rangkap alkena. Namun, jika dibandingkan dengan spektrum castor oil, serapan pada panjang gelombang tersebut melemah yang menandakan berkurangnya jumlah ikatan rangkap alkena. Demikian pula yang terjadi pada spektrum IR ECOME. Serapan yang menunjukkan adanya ikatan rangkap terlihat melemah, menandakan bahwa terjadi pengurangan jumlah ikatan rangkap pada senyawa tersebut.



Gambar 4.14 Spektrum IR HexMCO

Pada spektrum IR HexMCO, terlihat sudah tidak ada lagi serapan pada panjang gelombang $3000\text{-}3300\text{ cm}^{-1}$ yang menandakan bahwa jumlah ikatan rangkap pada senyawa tersebut semakin berkurang.

4.6 Sifat Fisika-Kimia Produk Modifikasi

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 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. Berikut ini adalah tabel uji karakteristik fisika-kimia pada setiap tahapan.

Tabel 4.3 Sifat fisika-kimia hasil reaksi Tahap I dan II

Uji Karakterisasi		Castor Oil	Tahap I	Tahap II
			COME	ECOME
Densitas		0,9745	0,9319	0,9685
Viskositas Kinematik (cSt)	40°C	256,9	20,50	51,09
	100°C	117,64	22,88	39,30
Viskositas indeks		93	63	76
Titik Nyala (°C)		282	206	204
Titik Tuang (°C)		-24	-17	-13
Bilangan Iod (g I ₂ /100 g sampel)		4,5684	2,2842	0,7614
Angka Asam Total (mg KOH/g sampel)		0,96	0,94	1,90

4.6.1 Viskositas Kinematik dan Indeks Viskositas

Viskositas didefinisikan sebagai suatu ukuran dari besar tahanan yang diberikan oleh pelumas untuk mengalir. Dengan kata lain, viskositas adalah ukuran kekentalan dari pelumas tersebut. Semakin besar viskositas, maka semakin besar pula tahanannya untuk mengalir. Salah satu faktor yang mempengaruhi viskositas adalah suhu. Saat suhu naik, maka viskositas akan menurun dan sebaliknya. Suhu tinggi membuat 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). 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.

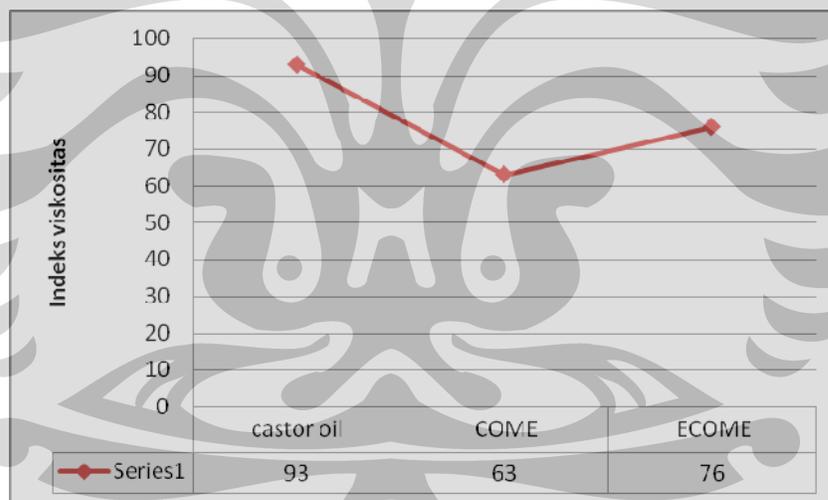
Indeks viskositas merupakan metode untuk menggambarkan sensitifitas viskositas pelumas terhadap perubahan suhu. Semakin besar indeks viskositasnya maka ketahanan viskositas terhadap suhu semakin baik (Fein, n.d.). Hal ini menunjukkan bahwa pelumas tersebut hanya akan mengalami perubahan

viskositas yang kecil saat suhu meningkat. 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).

Dari hasil penelitian, diperoleh data indeks viskositas pada setiap tahapan reaksi sebagai berikut:

Tabel 4.4 Nilai indeks viskositas Castor Oil, COME dan ECOME

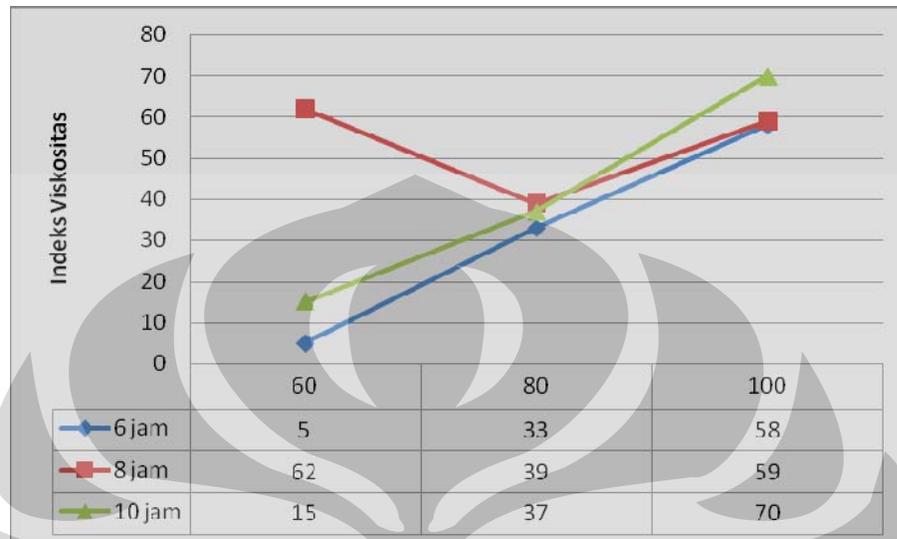
No	Nama	Indeks Viskositas
1.	Castor Oil	93
2.	COME	63
3.	ECOME	76



Gambar 4.15 Perubahan indeks viskositas pada Castor Oil, COME dan ECOME

Dari grafik di atas, terlihat adanya perubahan indeks viskositas pada setiap tahapan reaksi. Viskositas menurun drastis pada reaksi tahap I karena terjadinya pemecahan molekul trigliserida pada Castor Oil menjadi metil ester yang lebih kecil. Ini menyebabkan berat molekulnya menjadi lebih kecil dan menyebabkan indeks viskositas menjadi menurun. Kemudian, pada reaksi tahap II, terjadi

penambahan atom oksigen yang menyebabkan berat molekul bertambah. Dengan bertambahnya berat molekul, maka nilai indeks viskositas juga bertambah.



Gambar 4.16 Perubahan indeks viskositas pada variasi suhu dan waktu

Grafik di atas adalah grafik yang menyediakan data indeks viskositas. Dari grafik tersebut, dapat dilihat bahwa nilai indeks viskositas yang paling baik adalah saat suhu 100°C dalam waktu 10 jam. Oleh karena itu, dapat disimpulkan bahwa kondisi optimum reaksi tahap 3 berlangsung dengan menggunakan 75 mL heksanol dengan suhu 100°C selama 10 jam. Nilai indeks viskositas produk yang diperoleh dari reaksi modifikasi 3 tahap ini masih berada di bawah spesifikasi indeks viskositas minyak mineral, namun masih dapat ditingkatkan dengan menambahkan aditif *Viscosity Improver* untuk meningkatkan ketahanan viskositas produk terhadap suhu.

4.6.2 Titik Nyala (*Flash Point*)

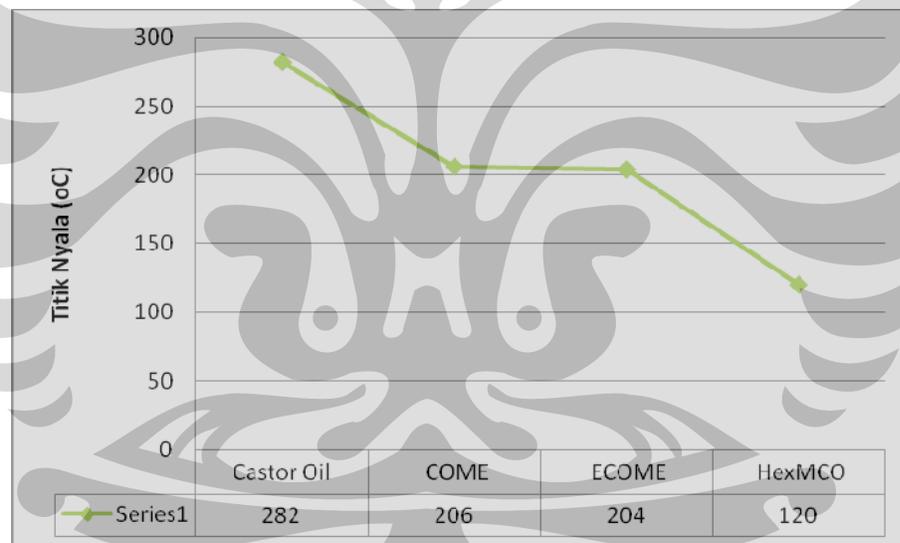
Titik nyala adalah suhu terendah yang diperlukan suatu bahan untuk dapat membentuk uap dan menyala dengan sendirinya. Harga titik nyala menunjukkan adanya bahan yang mudah menguap dan mudah terbakar, serta menggambarkan kecenderungan minyak untuk membentuk campuran dengan udara yang mudah

terbakar (Yulianti, 2007). Titik nyala cenderung meningkat dengan peningkatan berat molekul.

Dari hasil penelitian, diperoleh nilai titik nyala pada setiap tahapan reaksi sebagai berikut:

Tabel 4.5 Nilai titik nyala pada tiap tahapan reaksi

No	Nama	Titik Nyala ($^{\circ}\text{C}$)
1.	Castor Oil	282
2.	COME	206
3.	ECOME	204
4.	HexMCO	120



Gambar 4.17 Perubahan titik nyala pada tiap tahapan reaksi

Dari hasil pengujian, dapat dilihat bahwa terjadi penurunan titik nyala dari tiap tahapan reaksi. Selain karena terjadi pengurangan bobot molekul, penurunan nilai titik nyala juga disebabkan oleh sifat khas dari setiap jenis minyak. Titik nyala dari produk modifikasi 3 tahap menggunakan heksanol ini adalah 120. Walaupun terjadi penambahan berat molekul, namun titik nyala pada produk modifikasi tahap 3, HexMCO, masih cukup rendah. Ini mungkin disebabkan

karena heksanol merupakan alkohol yang mudah menguap dan mudah terbakar, sehingga mempengaruhi nilai titik nyala. Nilai ini masih di bawah standar pelumas otomotif, yaitu berkisar di atas 200⁰C, namun nilai ini dapat diperbaiki saat pencampuran produk modifikasi dengan minyak mineral.

4.6.3 Titik Tuang (*Pour Point*)

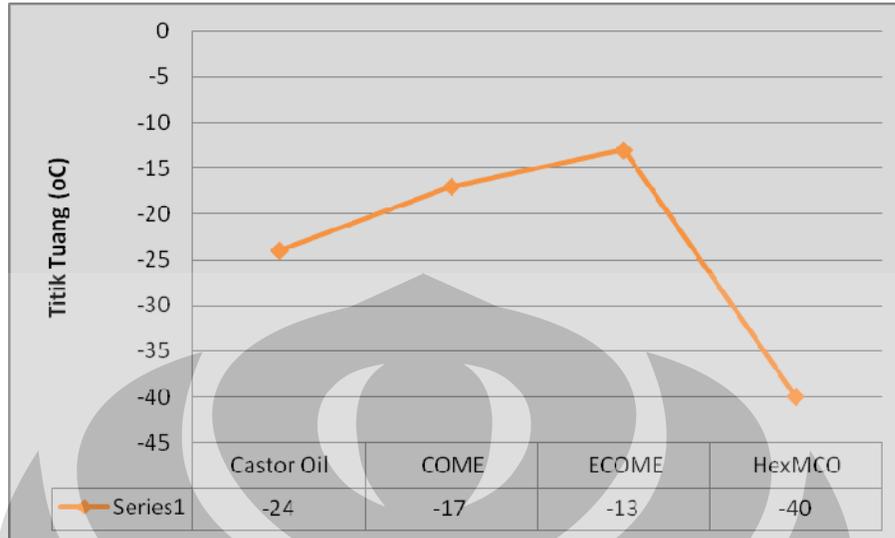
Titik tuang didefinisikan sebagai suhu terendah di mana pelumas masih dapat mengalir (Godfrey, 2009). Salah satu kelemahan dari minyak lumas dasar nabati adalah buruknya nilai titik tuang. Pada suhu yang sedikit rendah, minyak sudah mulai membeku. Karakteristik ini tentu tidak baik untuk negara-negara subtropik yang memiliki musim dingin dengan suhu yang rendah.

Dari hasil penelitian, diperoleh nilai titik tuang pada setiap tahapan reaksi sebagai berikut:

Tabel 4.6 Nilai titik tuang pada tiap tahapan reaksi

No	Nama	Titik Tuang (⁰ C)
1.	Castor Oil	-24
2.	COME	-17
3.	ECOME	-13
4.	HexMCO	-40

Nilai titik tuang dipengaruhi oleh jumlah ikatan rangkap dan cabang yang terdapat 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 -24⁰C. Walaupun reaksi modifikasi bertujuan untuk menghilangkan ikatan rangkap pada castor oil, namun titik tuang produk reaksi ini masih memiliki nilai titik tuang yang baik, yaitu pada -40⁰C. Ini disebabkan karena produk memiliki cabang yang membuat titik tuang menjadi lebih rendah. Perubahan nilai titik tuang pada setiap tahapan reaksi dapat dilihat pada grafik berikut.



Gambar 4.18 Perubahan nilai titik tuang pada tiap tahapan reaksi

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). Nilai titik tuang HexMCO lebih baik daripada minyak mineral pada umumnya serta minyak nabati, sehingga dapat memperbaiki karakteristik minyak nabati yang mudah membeku pada suhu rendah.

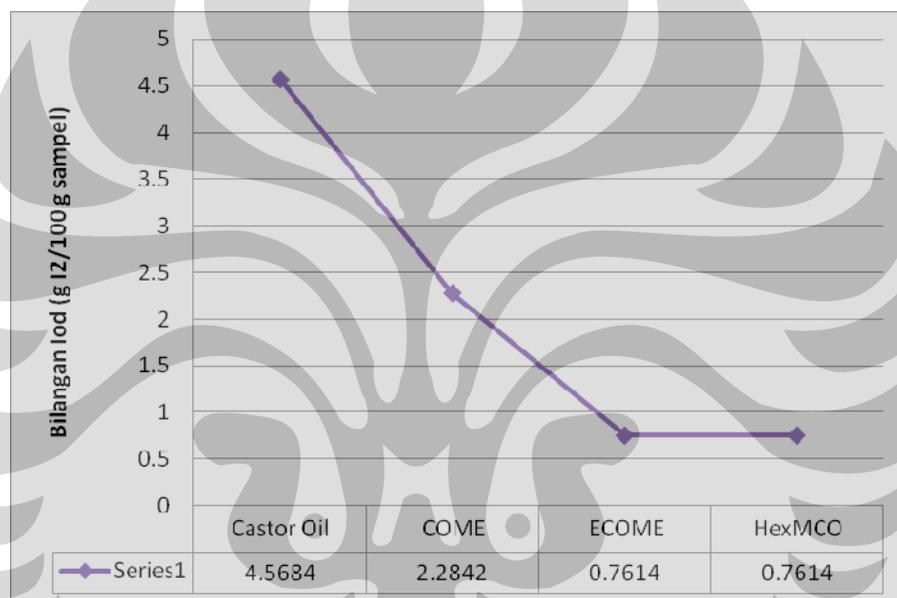
4.6.4 Bilangan Iod (*Iodine Number*)

Reaksi modifikasi tiga tahap ini bertujuan untuk meningkatkan ketahanan oksidasi Castor Oil dengan cara menghilangkan ikatan rangkap yang mudah teroksidasi. Uji kimiawi bilangan iod dapat dilakukan untuk mengetahui jumlah ikatan rangkap yang masih ada dalam produk hasil modifikasi. Semakin tinggi bilangan iod, semakin besar pula proporsi ikatan rangkap pada minyak nabati/asam lemak.

Dari hasil penelitian, diperoleh nilai bilangan iod pada setiap tahapan reaksi sebagai berikut:

Tabel 4.7 Nilai bilangan iod pada tiap tahapan reaksi

No	Nama	Bilangan Iod (g I ₂ /100 g sampel)
1.	Castor Oil	4.5684
2.	COME	2.2842
3.	ECOME	0.7614
4.	HexMCO	0.7614

**Gambar 4.19** Perubahan bilangan iod untuk pada setiap tahapan reaksi

Berdasarkan data yang diperoleh pada penelitian ini, dapat dilihat bahwa terjadi penurunan nilai bilangan iod yang cukup signifikan pada setiap tahapan reaksi. Penurunan bilangan iod ini menunjukkan bahwa ikatan rangkap yang terdapat pada asam risinoleat telah terbuka.

4.6.5 Angka Asam (*Total Acid Number*)

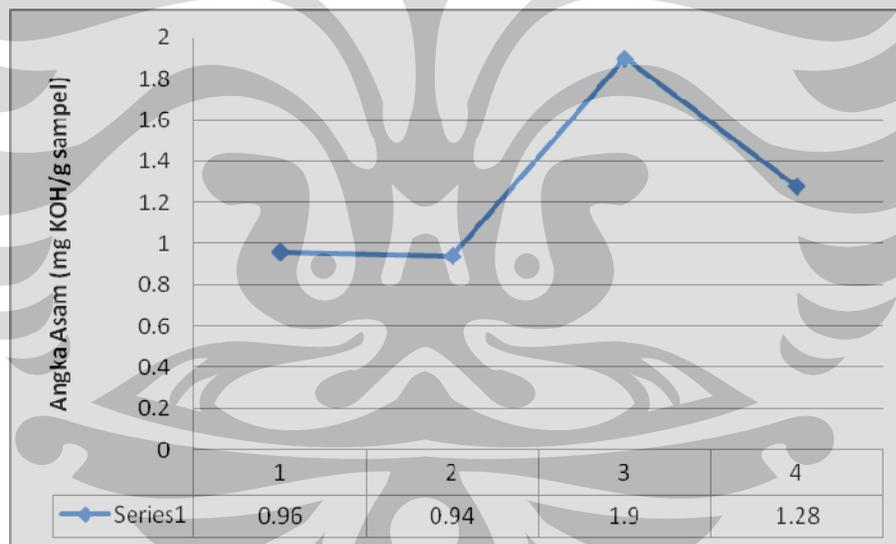
Angka asam merupakan jumlah miligram KOH yang diperlukan untuk menetralkan asam lemak bebas yang terdapat dalam 1 gram minyak lumas.

Penentuan angka asam termasuk salah satu metode untuk mengamati ketahanan oksidasi. Metode dilakukan untuk menentukan sifat asam yang timbul akibat peristiwa oksidasi karena pemakaian atau kerja pelumas.

Dari hasil penelitian, diperoleh nilai angka asam pada setiap tahapan reaksi sebagai berikut:

Tabel 4.8 Nilai angka asam pada tiap tahapan reaksi

No	Nama	Angka Asam (mg KOH/g sampel)
1.	Castor Oil	0.96
2.	COME	0.94
3.	ECOME	1.90
4.	HexMCO	1.28



Gambar 4.20 Perubahan angka asam pada tiap tahapan reaksi

Hasil pengujian 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. Angka asam yang diperoleh pada penelitian ini masih cukup besar, yaitu sekitar 1,80 gram KOH/gram sampel. Angka yang masih cukup besar ini mungkin disebabkan karena

masih ada pengotor asam sisa katalis yang belum sepenuhnya hilang pada saat pencucian.

4.4 Uji Kompatibilitas

Minyak lumas hasil modifikasi 3 tahap diuji kompatibilitasnya terhadap minyak lumas dasar mineral yaitu HVI 160 dan Yubase. Yubase merupakan hasil pengolahan lebih lanjut dari fraksi ini sehingga kandungan sulfur dan aromatiknnya sudah sangat rendah. Sementara HVI 160 merupakan minyak lumas hasil pengolahan fraksi pelumas dari minyak bumi, yang terdiri dari senyawa-senyawa C₁₆-C₂₀ parafinik, naftanik, dan aromatik.

Sebelum dilakukan uji kompatibilitas, dilakukan pengujian fisika-kimia terlebih dahulu terhadap base oil yang digunakan, yaitu HVI 160 dan Yubase. Berikut ini merupakan tabel uji fisika-kimia pada HVI 160 dan Yubase.

Tabel 4.9 Sifat fisika-kimia HVI 160 dan Yubase

Uji Karakterisasi	HVI 160	Yubase
Viskositas indeks	96	131
Titik Nyala (°C)	238	240
Titik Tuang (°C)	-16	-13
Bilangan Iod (g I ₂ /100 g sampel)	-	-
Angka Asam Total (mg KOH/g sampel)	0.98	0.58

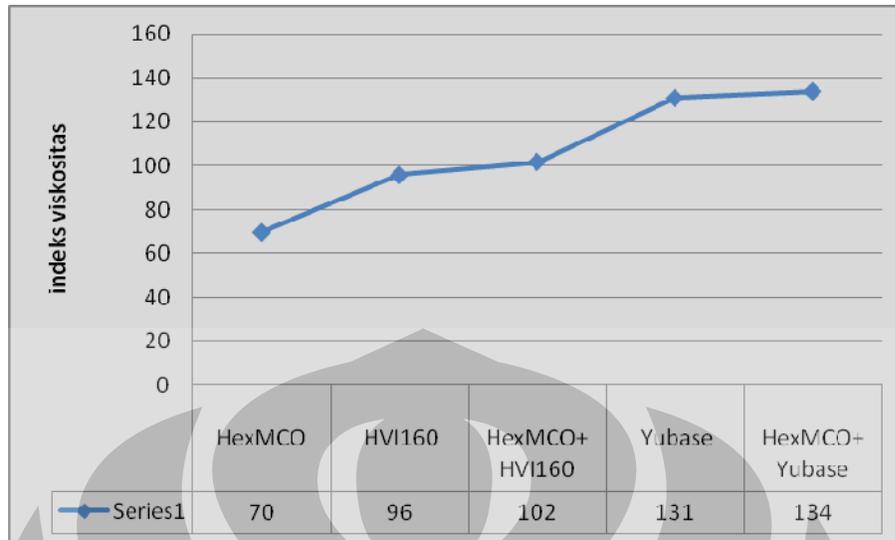
Kemudian, uji kompatibilitas dilakukan dengan mencampurkan produk modifikasi HexMCO dengan *base oil* HVI 160 dan Yubase pada komposisi 8% (w/w). Proses pencampuran dilakukan dengan menggunakan pengadukan selama 1 jam pada suhu ruang. Hasil pencampuran didiamkan selama 1 malam dan dilakukan pengujian karakteristik fisika kimia. Pada saat pencampuran, gugus nonpolar dari produk modifikasi akan berikatan dengan rantai alifatik pada *base oil*, sementara bagian polar akan mengarah ke luar dan berinteraksi dengan logam

pada permukaan mesin. Hasil pencampuran menunjukkan bahwa produk belum kompatibel dengan base oil. Ini ditandai dengan mengendapnya sebagian produk modifikasi di dasar campuran. Kemudian dilakukan pengujian fisika-kimia untuk melihat apakah pencampuran tersebut memberikan perubahan terhadap HVI 160 dan Yubase. Selain dilakukan pada hasil pencampuran, pengujian fisika-kimia juga dilakukan pada HVI 160 dan Yubase.

Tabel 4.10 Sifat fisika-kimia HexMCO, HexMCO + HVI 160 dan HexMCO + Yubase

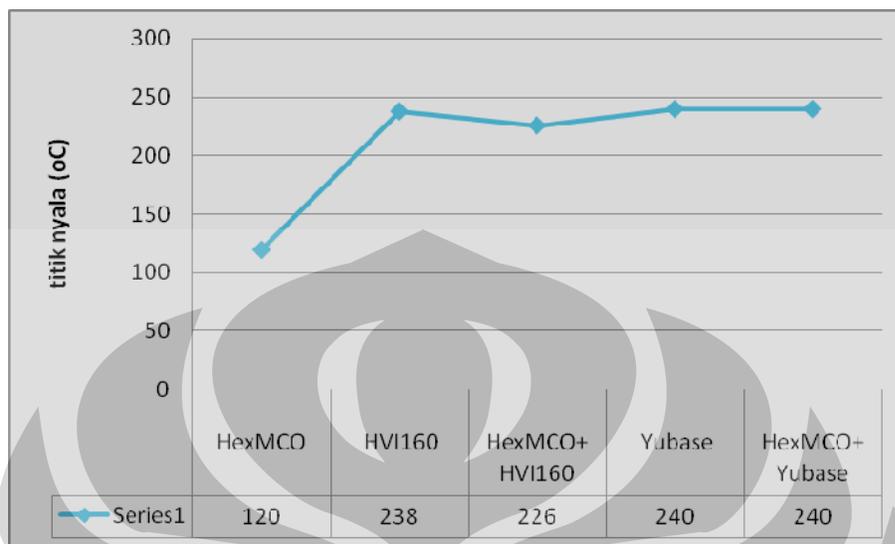
Uji Karakterisasi		HexMCO	HexMCO + HVI 160	HexMCO + Yubase
Viskositas	40°C	41,98	83,54	40,79
Kinematik (cSt)	100°C	5,826	10,15	7,034
Viskositas indeks		70	102	134
Titik Nyala (°C)		120	226	240
Titik Tuang (°C)		-40	-16	-11
Bilangan Iod (g I ₂ /100 g sampel)		0,7614	0,2538	0,2538
Angka Asam Total (mg KOH/g sampel)		1,28	0,96	0,96

Dari data di atas, dapat dilihat bahwa pencampuran HexMCO dengan minyak mineral HVI 160 maupun Yubase, dapat meningkatkan nilai indeks viskositasnya. Meningkatnya nilai indeks viskositas akan memperbaiki nilai indeks viskositas HexMCO yang masih rendah. Peningkatan nilai indeks viskositas tersebut dapat dilihat dari grafik berikut ini.

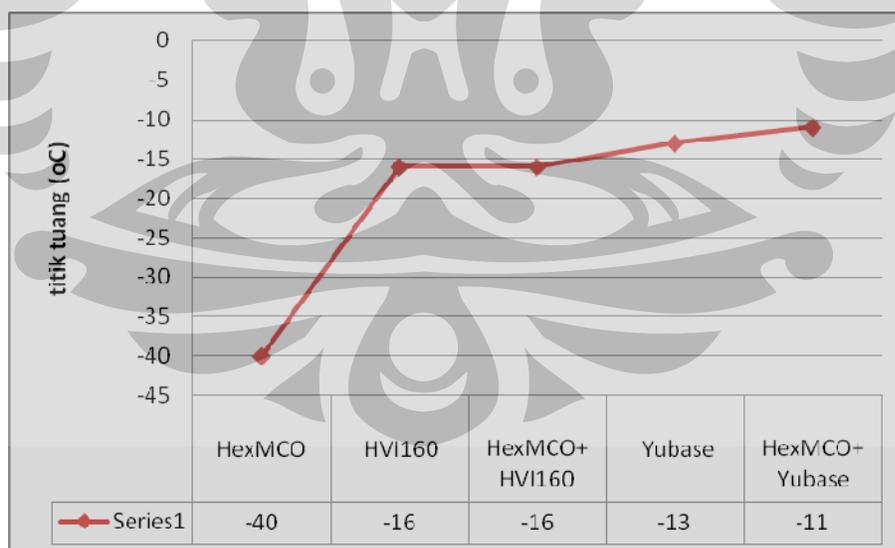


Gambar 4.21 Perubahan indeks viskositas untuk pencampuran HexMCo dengan base oil

Berdasarkan data yang diperoleh, pencampuran HexMCO dengan *base oil* HVI 160 dan Yubase ternyata tidak terlalu berpengaruh terhadap titik nyala dan titik tuang. Pencampuran HexMCO dengan *base oil* memberikan nilai titik nyala yang masih berada di sekitar titik nyala HVI 160 dan Yubase. Titik tuang HexMCO yang sudah baik ternyata tidak terlalu mempengaruhi perubahan titik tuang dari campuran tersebut, sehingga titik tuang campuran tetap berada di kisaran titik tuang minyak mineral. Perubahan nilai titik nyala dan titik tuang hasil pencampuran dapat dilihat pada grafik berikut.



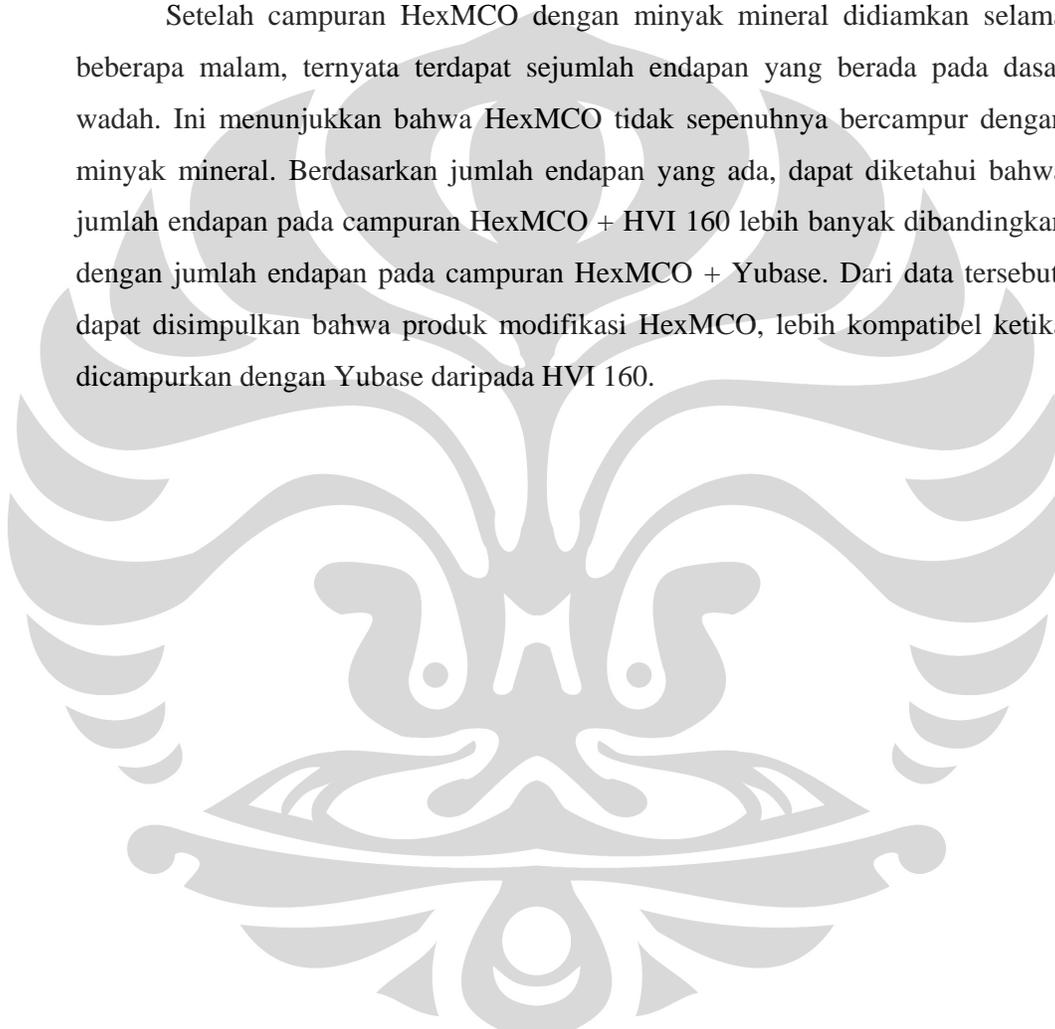
Gambar 4.22 Perubahan titik nyala untuk pencampuran HexMCO dengan base oil



Gambar 4.23 Perubahan titik tuang untuk pencampuran HexMCO dengan base oil

Selain dilakukan uji karakteristik, pengujian menggunakan IR juga dilakukan untuk mengetahui ada tidaknya gugus yang hilang setelah dilakukan pencampuran. Dari hasil pengujian IR, dapat dilihat bahwa tidak terjadi perubahan gugus-gugus setelah HexMCO dicampurkan dengan base oil HVI 160 dan Yubase. Gambar pengujian IR dapat dilihat pada Lampiran halaman 67.

Setelah campuran HexMCO dengan minyak mineral didiamkan selama beberapa malam, ternyata terdapat sejumlah endapan yang berada pada dasar wadah. Ini menunjukkan bahwa HexMCO tidak sepenuhnya bercampur dengan minyak mineral. Berdasarkan jumlah endapan yang ada, dapat diketahui bahwa jumlah endapan pada campuran HexMCO + HVI 160 lebih banyak dibandingkan dengan jumlah endapan pada campuran HexMCO + Yubase. Dari data tersebut, dapat disimpulkan bahwa produk modifikasi HexMCO, lebih kompatibel ketika dicampurkan dengan Yubase daripada HVI 160.



BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

1. Kondisi optimum reaksi pembukaan cincin epoksida ECOME diperoleh dengan penambahan 75 mL 1-heksanol dengan suhu reaksi 100⁰C selama 10 jam.
2. Produk modifikasi 3 tahap, HexMCO, belum memiliki karakteristik minyak lumas dasar yang baik, namun produk ini memiliki titik tuang yang baik sehingga dapat digunakan pada tempat bersuhu rendah.
3. Kompatibel produk HexMCO lebih baik dengan Yubase dibandingkan dengan HVI 160.

5.2 Saran

Diperlukan senyawa alkohol rantai panjang dengan tingkat kekentalan yang lebih baik dari 1-heksanol serta memiliki titik didih yang tinggi. Selain itu, diperlukan sebuah metode pemurnian untuk menghilangkan sisa katalis, terutama katalis asam, yang lebih efektif agar katalis yang digunakan tidak memberikan pengaruh terhadap keasaman produk modifikasi.

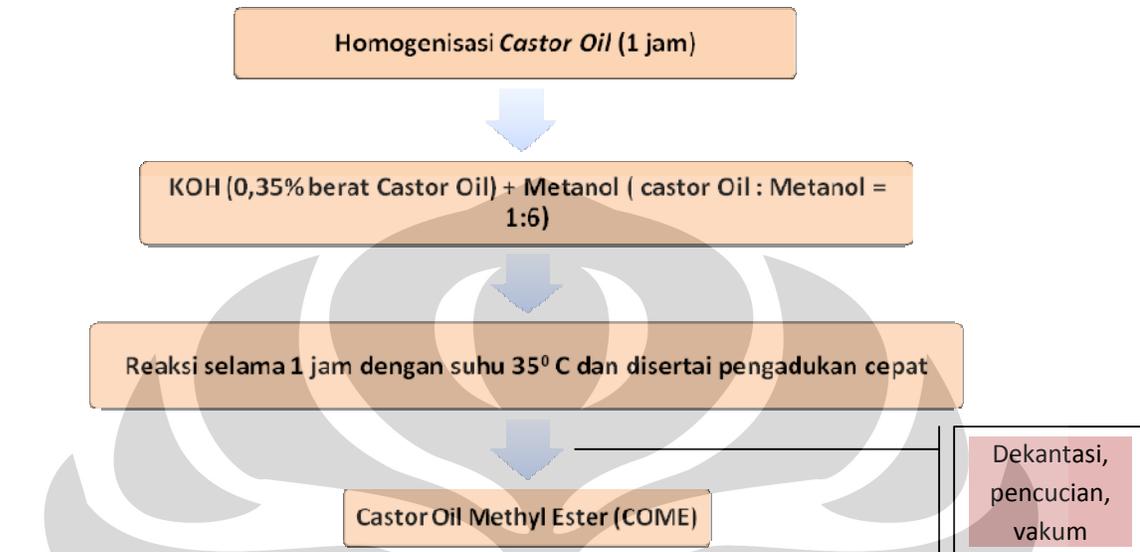
DAFTAR PUSTAKA

- Arizona, T.A.V. (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*. Depok : FMIPA-UI_Departemen Kimia
- Asadauskas, S., Perez, J.M., & Duda, J.L. (1997). Lubrication properties of Castor Oil-potential basestock for biodegradable lubricants. *Journal of The Society of Tribologists and Lubrication Engineers*.
- Association of Iron and Steel Engineers. (2000). Plant lubrication program. *Journal of the Society of Tribologists and Lubrication Engineers*.
- Atmanegara, A. (2010). *Pembuatan Minyak Lumas Dasar dari Tanaman Jarak Ricinus communis L Menggunakan Senyawa 1,4-butadiol dan 1,6-heksadiol serta Uji Kompatibilitasnya terhadap Minyak Mineral*. Depok : FMIPA-UI_Departemen Kimia
- Fein, R.S. (n.d). Liquid lubricants. *Modern Tribology Handbook*
- Fessenden & Fessenden. (1986). *Kimia organik, Edisi Ketiga, Jilid 1*. Jakarta : PT Erlangga
- Godfrey, D., Herguth, W.R., (1995) Physical and chemical properties of industrial mineral oils affecting lubrication. *Journal of The Society of Tribologists 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 kompatibilitasnya terhadap beberapa base oil*. Depok : FMIPA-UI_Departemen Kimia
- Jarak. (n.d). Juli 2010.
<http://id.wikipedia.org/wiki/Jarak>
- 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.

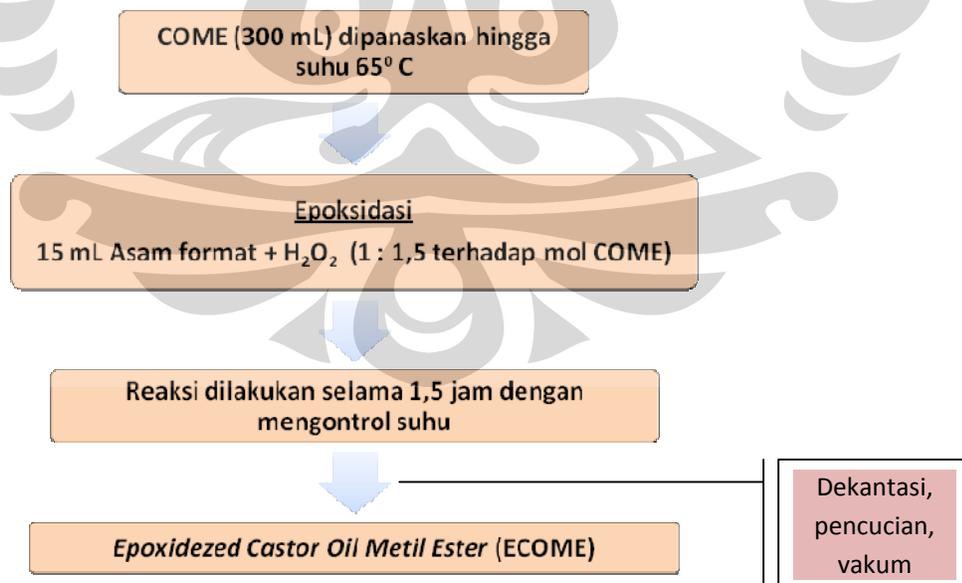
- La Puppung, P. (1986). Minyak jarak memiliki potensi sebagai bahan dasar minyak pelumas. *Lembaran Publikasi Lemigas* No.4/1986 pp.55-64.
- Lamria, I.R., (2006). *Sintesis Biodisel (Metil Ester) dari Minyak Biji The (Camella sinensis (L) o.Kunzye) Hasil Ekstraksi*. Tesis S2 Program Magister Departemen Kimia FMIPA : Universitas Indonesia.
- 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). Kementerian Energi dan Sumber Daya Mineral : Republik Indonesia.
- Stuart,Barbara. (2004). *Infrared Spectroscopy: Fundamentals and Applications*. New York: Wiley
- 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.
- 1-heksanol*. (n.d). Juli 2010. <http://www.wikipedia.com/wiki/1-heksanol>.

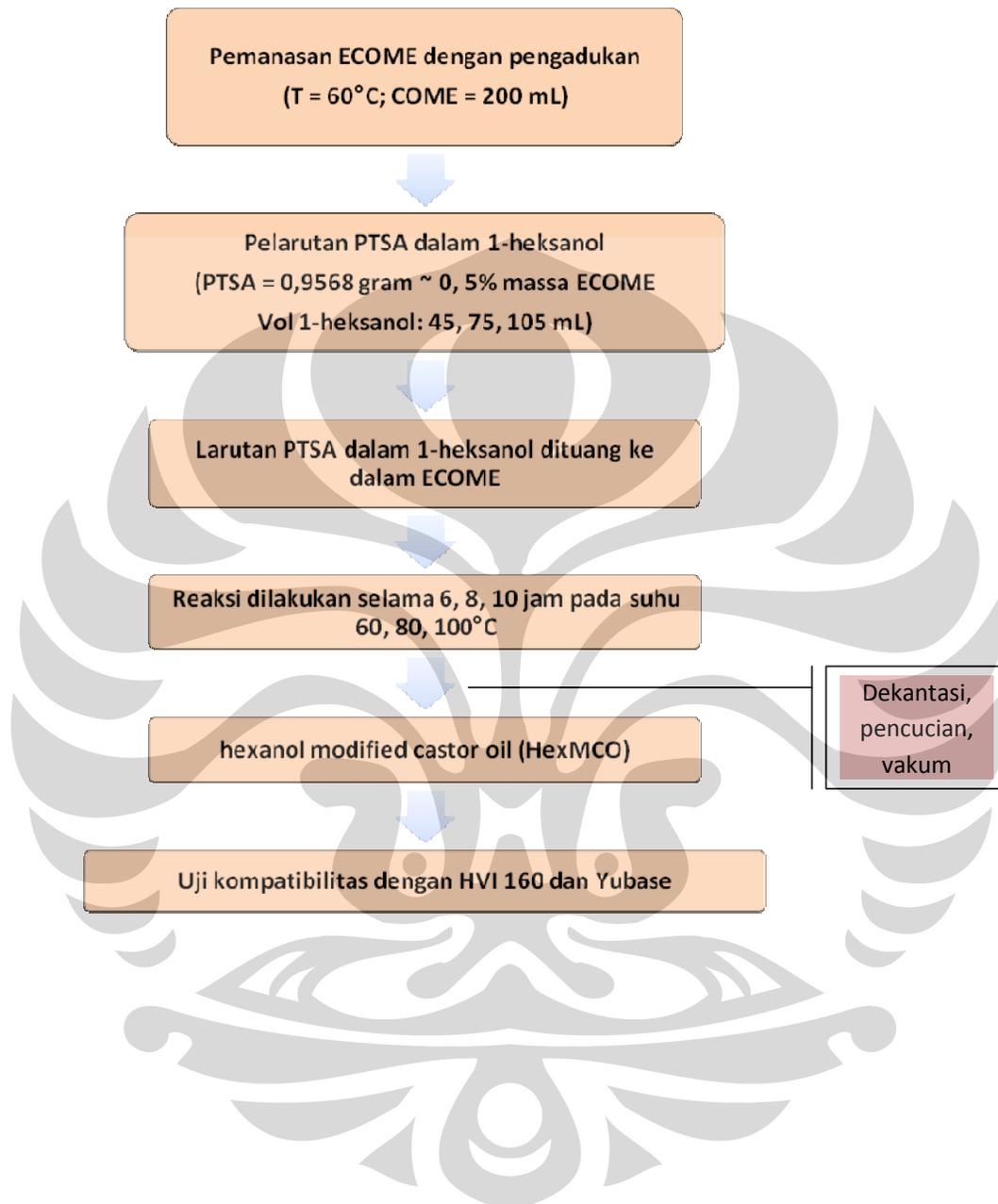
Lampiran 1 : Skema Prosedur Kerja untuk Setiap Tahapan Reaksi

Tahap 1 : Reaksi Transesterifikasi



Tahap II : Reaksi Epoksidasi



Tahap III : Reaksi Pembukaan Cincin Epoksida

Lampiran 2. Perhitungan Secara Teoritis

TAHAP I

Castor Oil awal

$$\rho = 0,95924 \text{ g/mL}$$

$$m = \rho \times V$$

$$= 0,95924 \text{ g/mL} \times 2250 \text{ mL}$$

$$= 2.158,29 \text{ g}$$

$$n = m/M_r$$

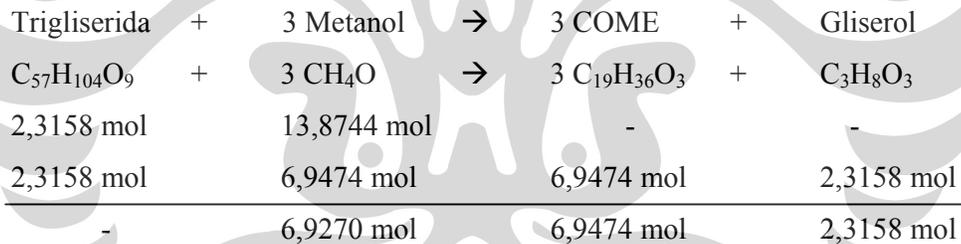
$$= 2.158,29 \text{ g} / 932 \text{ g/mol} = 2,3158 \text{ mol}$$

Metanol

$$\rho = 0,79 \text{ g/mol}$$

$$m = \rho \times V = 0,79 \text{ g/mL} \times 562 \text{ mL} = 443,98 \text{ g}$$

$$n = m/M_r = 443,98 \text{ g} / 32 \text{ g/mol} = 13,8744 \text{ mol}$$

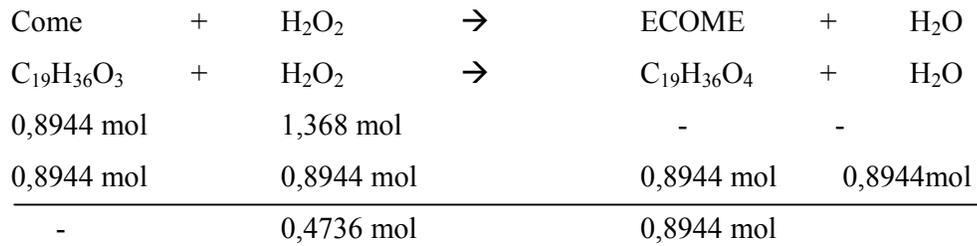


$$\text{COME yang terbentuk} = 6,9474 \text{ mol} \times 312 \text{ g/mol}$$

$$= 2167,58 \text{ g}$$

$$\text{Gliserol} = 2,3158 \text{ mol} \times 92 \text{ g/mol}$$

$$= 213,05 \text{ g}$$

TAHAP II**ECOME yang terbentuk secara teoritis**

$$m = 0,8944 \text{ mol} \times 328 \text{ g/mol}$$

$$= 293,36 \text{ gram}$$

ECOME yang terbentuk dari reaksi

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

$$m = \rho \text{ ECOME} \times \text{Volume ECOME yang diperoleh}$$

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

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

TAHAP III**ECOME yang dipakai = 200 mL**

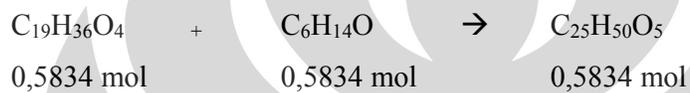
$$m = \rho \text{ ECOME} \times \text{Volume ECOME}$$

$$\text{Volume ECOME} = 0,9568 \text{ g/mL} \times 200 \text{ mL}$$

$$= 191,36 \text{ gram}$$

Mol ECOME

$$\begin{aligned}
 n &= m / M_r \\
 &= \frac{191,36 \text{ gram}}{328 \text{ g/mol}} \\
 &= 0,5834 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

Reaksi Pembukaan Epoksida dengan 1-heksanol :**Volume 1-heksanol**

$$\begin{aligned}
 m &= n \times M_r \\
 &= 0,5834 \text{ mol} \times 102,17 \text{ g/mol} \\
 &= 59,6060 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 m &= \rho \times V \\
 V &= m / \rho \\
 &= \frac{59,6060 \text{ gram}}{0,8136 \text{ g/mL}} \\
 &= 73,2620 \text{ mL} \sim 75 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

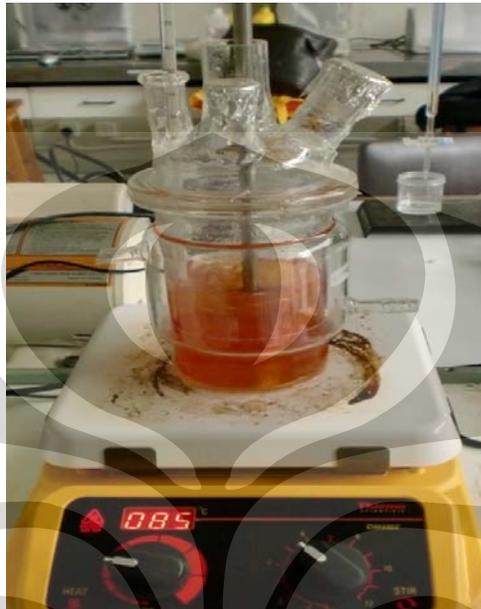
Lampiran 3. Gambar reaksi tahap I



Lampiran 4. Gambar Pemanasan dengan Vakum



Lampiran 5. Gambar reaktor



Lampiran 6. Gambar Castor Oil, COME, dan ECOME



Lampiran 7. Gambar HexMCO variasi volum

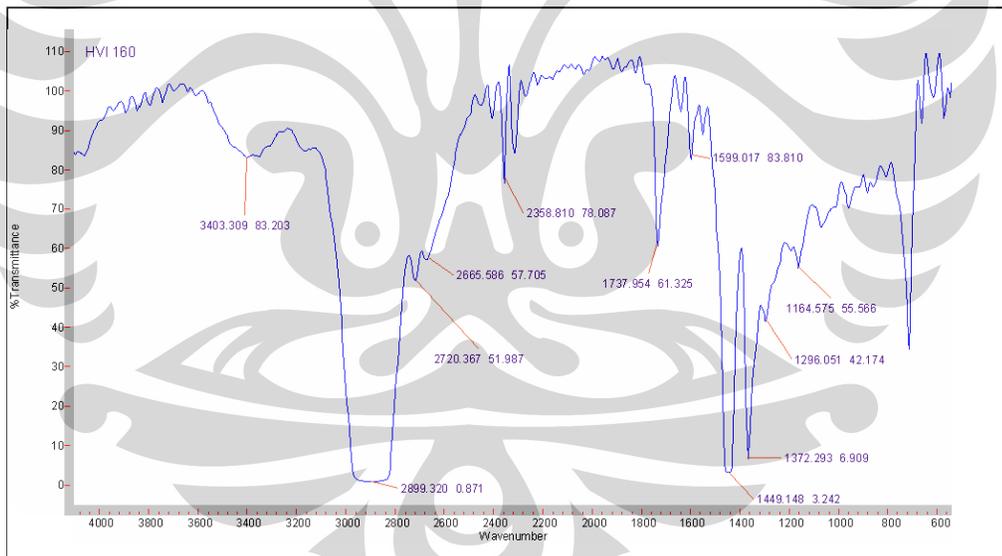


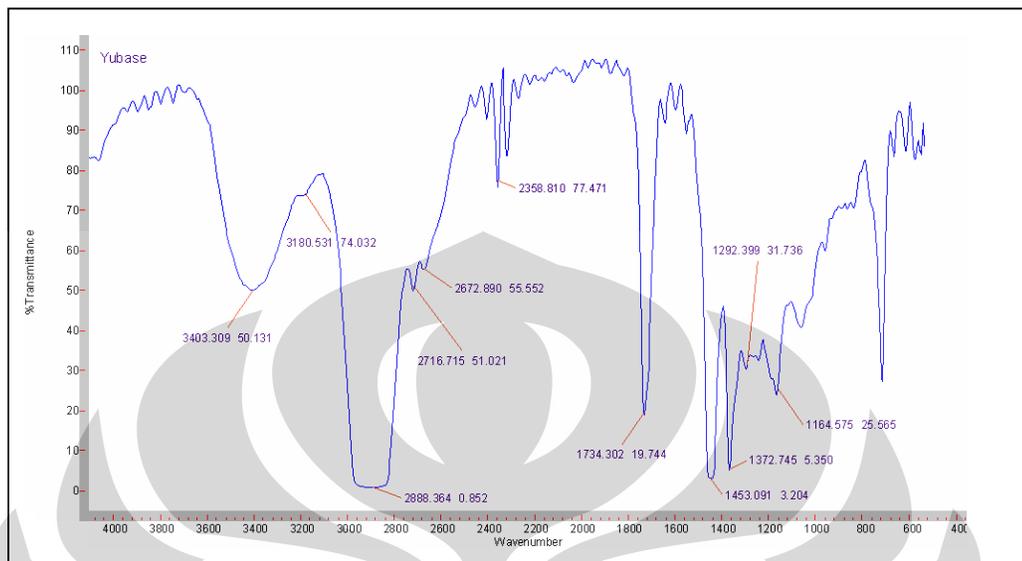
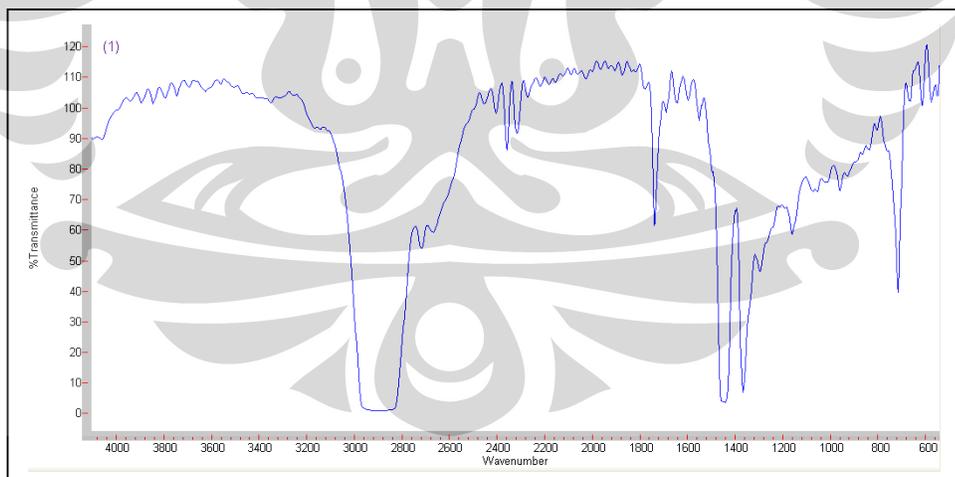
Lampiran 8. Gambar HexMCO variasi suhu dan waktu



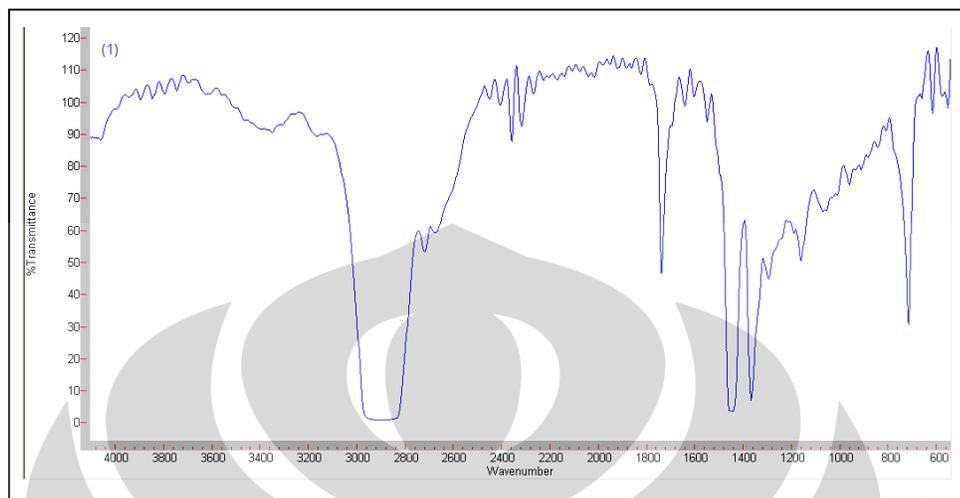


Lampiran 9. Gambar spectrum IR HVI 160



Lampiran 10. Gambar spectrum IR Yubase**Lampiran 11. Gambar spectrum IR HexMCO + HVI 160**

Lampiran 12. Gambar spectrum IR HexMCO + Yubase



Lampiran 13. Tabel data HPLC

Nama	Time	Area	Height
ECOME	1.125	496631.9	92693.1
ECOME + 45 mL heksanol	1.12	453415.2	77234
ECOME + 75 mL heksanol	1.122	428201.3	66157.3
ECOME + 105 mL heksanol	1.12	456203.8	71072.2