

Sintesis poliester melalui reaksi asetilasi senyawa polioliol minyak jagung

M. Said*, Agustria, Dimitra Alitha Utama

*Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Sriwijaya
Jl. Raya Indralaya – Prabumulih KM. 32 Indralaya Ogan Ilir (OI) 30662
Email: saidm_19@yahoo.com

Abstrak

Pelumas merupakan kebutuhan pokok dalam suatu industri maupun kendaraan bermotor disamping bahan bakar. Salah satu bahan yang dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan pelumas adalah minyak nabati. Keunggulan dari minyak nabati, yaitu bersifat ramah lingkungan, dapat terurai (*biodegradable*), dan ketersediaannya melimpah di Indonesia. Minyak jagung merupakan contoh dari minyak nabati yang dapat dijadikan sebagai bahan baku alternatif pembuatan pelumas di masa sekarang. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kualitas pelumas yang dihasilkan dari bahan baku berupa minyak jagung. Proses pembuatan pelumas nabati ini memiliki 3 proses yaitu epoksidasi, hidroksilasi dan asetilasi. Proses epoksidasi dilakukan untuk mengurangi ikatan rangkap, hidroksilasi dilakukan untuk mengubah gugus oksiran dari epoksi yang bersifat tidak stabil, dan asetilasi digunakan untuk mengubah gugus OH pada minyak menjadi OR. Sintesis poliester dihasilkan melalui proses lanjutan dari reaksi epoksidasi dan hidroksilasi, yaitu asetilasi senyawa polioliol dengan bantuan asam asetat anhidrat. Kondisi operasi optimum dari reaksi epoksidasi dan hidroksilasi dengan bahan baku minyak jagung berturut-turut sebesar 60°C; 150 menit dan 50°C; 120 menit. Variabel bebas pada penelitian ini berupa Temperatur (60°C, 70°C dan 80°C) dan Waktu reaksi (15, 20, 25, 30 dan 35 menit). Hasil penelitian menunjukkan nilai konversi maksimum dari polioliol menjadi poliester berada di angka 48,96% dengan kondisi operasi temperatur dan waktu berturut-turut sebesar 60°C; 30 menit.

Kata kunci: Pelumas, minyak jagung, polioliol, asetilasi, poliester

Abstract

Lubricant is a basic requirement in an industry or in addition to fuel motor vehicles. One of the materials that can be used as raw material for the manufacture of lubricant is a natural oil. The advantages of natural oils, which are environmentally friendly, biodegradable, and availability is abundant in Indonesia. Corn oil is an example of a natural oil that can be used as an alternative raw material in the manufacture of lubricant present. This study aims to determine the quality of lubricant produced from raw materials such as corn oil. The process of making this plant-based lubricants have three processes, namely epoxidation, hydroxylation and acetylation. Epoxidation process is done to reduce the double bond, hydroxylation done to change the oxirane groups of epoxy that is not stable, and acetylation is used to convert the oil from an OH groups into an OR groups. Synthesis poliester produced through a continuous process of epoxidation and hydroxylation reactions, namely acetylation polyol with the aid of acetic acid anhydride. The optimum operating conditions of the epoxidation reaction and hydroxylation with corn oil feedstock, respectively for 60°C; 150 minutes and 50°C; 120 minutes. The independent variables in this study of temperature (60°C, 70°C and 80°C) and reaction time (15, 20, 25, 30 and 35 minutes). The results show the value of the maximum conversion of polyol into poliester stands at 48.96% with operating condition of temperature and time in a row by 60°C; 30 minutes.

Keywords: *Lubricant, corn oil, polyol, acetylation, polyolester*

1. PENDAHULUAN

Kebutuhan akan pelumas cukup penting mengingat peran pelumas sebagai media

penggerak alat seperti generator, rotor, turbin, maupun kendaraan-kendaraan seperti motor, mobil, bahkan sepeda. Saat ini, pelumas yang

beredar di pasaran merupakan pelumas yang diproduksi dari minyak bumi. Namun, mengingat ketersediaan minyak bumi yang makin berkurang setiap tahunnya, perlu dilakukan substitusi dari bahan baku untuk membuat pelumas tersebut. Salah satu bahan yang dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan pelumas adalah minyak nabati. Keunggulan dari minyak nabati, yaitu bersifat ramah lingkungan, dapat terurai (*biodegradable*), dan ketersediaannya melimpah di Indonesia. Selain itu, minyak nabati volatilitas rendah, viskositas tinggi, dan kelarutan dalam aditif pelumas tinggi. Meskipun minyak nabati memiliki stabilitas oksidasi yang rendah, namun hal tersebut dapat diatasi dengan cara mereaksikan minyak nabati dan bahan kimia lain melalui tahap epoksidasi, hidroksilasi dan asetilasi. Minyak jagung merupakan contoh dari minyak nabati yang dapat dijadikan sebagai bahan baku alternatif pembuatan pelumas di masa sekarang.

Pelumas

Pelumas adalah suatu fluida yang berada diantara dua permukaan benda bergerak dan bertujuan untuk dapat mengurangi gesekan antar permukaan tersebut. Berdasarkan wujudnya, minyak pelumas dapat dibedakan menjadi dua, yaitu minyak pelumas dalam bentuk cair (*liquid*) atau biasa disebut oli, dan minyak pelumas setengah padat (semisolid) atau biasa disebut gemuk. Pada umumnya pelumas terdiri dari 90% minyak dasar dan 10% zat tambahan (aditif). Penggunaan pelumas yang paling utama salah satunya adalah sebagai oli mesin yang dipakai pada mesin pembakaran dalam.

Berdasarkan bahan, pelumas dapat dikelompokkan menjadi pelumas mineral, pelumas nabati, dan pelumas sintetis. Pelumas mineral adalah pelumas yang berasal dari minyak bumi. Mineral yang berasal dari turunan minyak bumi ini banyak digunakan untuk pelumas mesin-mesin diesel otomotif, mesin kapal, dan industri. Sedangkan pelumas nabati yaitu pelumas yang terbuat dari bahan lemak binatang atau lemak tumbuhan.

Sifat penting yang dimiliki pelumas nabati ialah ramah lingkungan, tetapi tidak tahan terhadap temperatur tinggi. Sehingga untuk mendapatkan pelumas dengan sifat gabungan yang baik minyak nabati biasanya dicampur dengan pelumas yang berasal dari bahan minyak mineral yang biasa disebut juga *compound oil*. Pelumas berbahan nabati telah banyak digunakan sebagai minyak hidrolik, minyak gergaji, cairan termal untuk radiator pada sistem pendingin dan komponen dalam oli mesin

sintetis. Pelumas berbasis nabati tidak merusak lingkungan sehingga menghemat biaya untuk pembersihan lingkungan.

Pelumas sintetis adalah pelumas yang berasal dari suatu bahan yang dihasilkan dari proses pengolahan secara tertentu. Pada umumnya pelumas sintetis memiliki sifat-sifat tertentu seperti daya tahan terhadap temperatur tinggi yang lebih baik dibandingkan dengan pelumas mineral atau nabati, juga daya tahan terhadap asam, dan lain-lain.

Minyak pelumas memiliki beberapa ciri-ciri fisik yang penting, antara lain:

- a. **Viskositas**
Viskositas atau kekentalan dari minyak pelumas adalah pengukuran cepatnya aliran dari minyak pelumas, dihitung dalam ukuran standar. Makin besar perlawanannya untuk mengalir, berarti makin tinggi kekentalannya, begitu juga sebaliknya.
- b. **Indeks Viskositas**
Tinggi rendahnya indeks ini menunjukkan pengaruh kekentalan minyak pelumas terhadap perubahan suhu. Semakin tinggi angka indeks viskositas minyak pelumas, maka akan semakin kecil perubahan viskositasnya terhadap penurunan atau kenaikan suhu. Nilai indeks viskositas ini dibagi dalam 3 golongan, yaitu HVI (*High Viscosity Index*) indeks viskositas diatas 80. MVI (*Medium Viscosity Index*) indeks viskositas 40-80. LVI (*Low Viscosity Index*) indeks viskositas dibawah 40.
- c. **Flash Point**
Flash point atau titik nyala adalah suhu terendah saat minyak pelumas menyala seketika. Titik nyala ini diukur menggunakan alat-alat yang standar, tetapi metodenya tergantung dari sampel yang diukur titik nyalanya.
- d. **Pour Point**
Pour point merupakan suhu terendah ketika suatu cairan mulai tidak bisa mengalir kemudian membeku. *Pour point* perlu diukur untuk mengetahui pemakaian minyak pelumas pada suhu yang dingin.
- e. **Total Base Number**
Total base number merupakan angka yang menunjukkan ketahanan minyak pelumas terhadap pengaruh pengasaman pada mesin. Setelah digunakan dalam jangka waktu tertentu maka nilai TBN dari minyak pelumas akan menurun. Untuk penggunaan minyak pelumas pada mesin bensin atau diesel, penurunan nilai TBN ini tidak boleh kurang dari 1. Jika penurunan nilai TBN sebesar itu lebih baik diganti dengan minyak pelumas baru, karena hal itu menunjukkan

ketahanan dari minyak pelumas tersebut sudah sangat buruk.

- f. Carbon Residue
Merupakan jenis analisa untuk mengetahui persentase karbon yang akan mengendap jika oli diuapkan pada suatu tes khusus.
- g. Densitas
Pengukuran densitas dilakukan untuk mengetahui berat jenis minyak pelumas pada kondisi dan temperatur tertentu.
- h. Emulsification dan Demulsibility
Merupakan sifat pemisahan minyak pelumas dengan air. Sifat ini diperlukan terhadap minyak pelumas yang penggunaannya banyak bersentuhan dengan air.

Selain ciri-ciri fisik diatas minyak pelumas juga memiliki sifat penting lainnya, yaitu:

- 1) Sifat kebasaaan
Sifat kebasaaan diperlukan untuk menetralkan asam-asam yang terbentuk karena pengaruh gas buang dan asam-asam yang terbentuk akibat terjadinya oksidasi.

- 2) Sifat *detergency* dan *dispersancy*
Sifat *detergency* diperlukan untuk membersihkan bagian-bagian dari mesin yang dilewati minyak pelumas agar tidak terjadi penyumbatan. Sifat *dispersancy* diperlukan untuk mencegah kotoran yang dibawa oleh minyak pelumas agar tidak mengendap karena semakin lama kotoran-kotoran tersebut dapat membentuk *sludge*. Sifat *dispersancy* memungkinkan kotoran-kotoran tersebut dapat dipecah menjadi partikel yang lebih kecil dan dapat dibawa oleh aliran pelumas menuju penyaring pada bagian sistem pembuangan. Partikel yang dapat tersaring oleh *filter*, akan tertahan dan dapat dibuang ketika pembersihan atau penggantian elemen *filter*-nya.

- 3) Sifat tahan terhadap oksidasi
Sifat tahan terhadap oksidasi diperlukan untuk mencegah oksidasi antara minyak pelumas dengan uap air yang ada di dalam karter, karena jika hal itu terjadi minyak pelumas akan bercampur dengan uap air yang terkondensasi ketika suhu mesin menjadi dingin. Oksidasi ini mengakibatkan minyak pelumas akan menjadi lebih kental dari yang diharapkan, selain itu dengan adanya air dan belerang sisa dari pembakaran dapat menyebabkan reaksi pembentukan H_2SO_4 yang sifatnya sangat merugikan.

Minyak Jagung

Minyak jagung adalah minyak yang diekstraksi atau diperas dari biji jagung, bersifat setengah kering, berwarna kekuningan dan digunakan untuk membuat sabun dan pelumas. Minyak jagung seringkali digunakan sebagai

alternatif pengganti minyak sawit karena diduga memiliki kandungan asam lemak jenuh yang lebih rendah. Minyak jagung mengandung asam oleat 20%-50%, asam linoleat 35%-60%, fosfolipid 2% serta bahan tak tersabunkan 2% (tokoferol, sitosferol dan lilin). Selain itu, zat-zat yang terkandung dalam minyak jagung murni adalah 99% triasilgliserol dengan asam lemak tak jenuh ganda (PUFA) 59%, Asam lemak tak jenuh tunggal 24% dan asam lemak jenuh (SFA) 13%.

Tabel 4.1. Analisis Minyak Jagung

No	Karakteristik	Minyak jagung yang digunakan
1.	Densitas, gr/ml	0,925
2.	Koefisien Viskositas Kinematik, cSt	0,494
3.	Bilangan Asam, mg NaOH/gr senyawa	0,627
4.	Bilangan Oksiran, %	5,639

(Sumber: Murhafni, 2008)

Poliol

Poliol merupakan suatu senyawa organik yang memiliki gugus hidroksil (OH) lebih dari satu didalam susunan molekul kimianya. Senyawa polioliol didalam dunia industri sangat luas digunakan baik sebagai reaktan maupun aditif. Senyawa polioliol dapat diperoleh langsung dari alam, seperti terdapat dikandungan amilum, selulosa, sukrosa dan lignin atau pun dari olahan industri kima. Polioliol yang berasal dari minyak nabati saat ini telah banyak dikembangkan untuk menggantikan petroleum sebagai bahan baku pembuatan poliuretanan dan polioliester. Selain itu polioliol juga telah banyak digunakan sebagai bahan pemelastis dalam matriks polimer untuk menghasilkan suatu material, demikian juga sebagai pelunak maupun pemantap yang bertujuan untuk memperoleh kekerasan dan kelunakan tertentu sehingga material tersebut mudah dibentuk ke berbagai jenis barang sesuai kebutuhan.

Polioliol didapatkan dari reaksi hidroksilasi senyawa epoksi. Hidroksilasi adalah proses kimia yang mengubah gugus hidroksil (OH) menjadi senyawa organik. Dalam biokimia, reaksi hidroksilasi sering dibantu oleh enzim yang disebut *hydroxylases*. Hidroksilasi adalah langkah pertama dalam degradasi oksidatif senyawa organik di udara. Hal ini sangat penting dalam detoksifikasi sejak hidroksilasi mengubah senyawa lipofilik menjadi yang larut air (hidrofilik) produk yang lebih mudah diekskresikan. Proses hidroksilasi melibatkan

konversi suatu gugus CH menjadi kelompok COH. Hidroksilasi adalah proses oksidatif. Oksigen yang dimasukkan ke dalam ikatan CH biasanya berasal dari oksigen atmosfer (O₂).

Asetilasi

Asetilasi merupakan reaksi kimia yang bertujuan untuk mensubstitusi gugus asetil terhadap senyawa lain. Secara khusus, asetilasi merujuk pada proses sintesa gugus asetil (yang mengakibatkan kelompok asetoksi) menjadi senyawa, yaitu substitusi gugus asetil untuk atom hidrogen aktif. Sebuah reaksi yang melibatkan penggantian atom hidrogen dari gugus hidroksil dengan gugus asetil (CH₃CO) menghasilkan ester tertentu. Anhidrida asetat umumnya digunakan sebagai agen *acetylating* bereaksi dengan gugus hidroksil bebas.

Proses pembuatan pelumas nabati ini memiliki 3 proses yaitu epoksidasi, hidroksilasi dan asetilasi. Proses epoksidasi dilakukan untuk mengurangi ikatan rangkap, hidroksilasi dilakukan untuk mengubah gugus oksiran dari epoksi yang bersifat tidak stabil, dan asetilasi digunakan untuk mengubah gugus OH pada minyak menjadi OR.

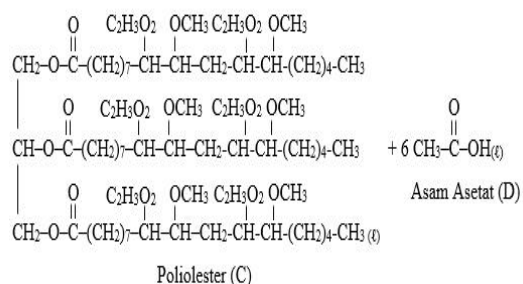
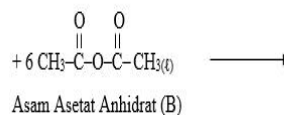
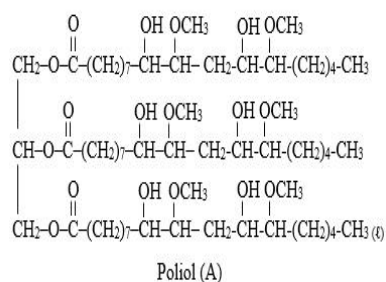
Senyawa epoksi merupakan senyawa eter siklik dengan ikatan cincin yang memiliki tiga atom anggota. Struktur dasar dari senyawa epoksi berisi sebuah atom oksigen yang diikat dengan dua atom karbon berdekatan, dimana atom karbon tersebut berasal dari hidrokarbon. Senyawa epoksi menjadi lebih reaktif dari pada eter asiklik disebabkan karena tegangan dari ikatan cincin tiga atom tersebut. Senyawa epoksi sama pentingnya dengan senyawa lainnya contohnya resin. Proses pembuatan senyawa epoksi saat ini adalah dengan mengoksidasi senyawa olefin dengan *peracids*, seperti asam m-klorobenzoat, asam perasetat, dan peroksida organik seperti *tert-butyl hydroperoxide*.

Epoksidasi merupakan reaksi oksidasi ikatan rangkap yang terdapat dalam suatu senyawa aromatik ikatan ganda, sehingga terjadi pemutusan ikatan rangkap membentuk senyawa oksiran (senyawa epoksi), atau reaksi di mana senyawa hidrokarbon tidak jenuh diubah menjadi siklik ester (jenuh). Beberapa reaksi oksidasi alkena menghasilkan eter siklik di mana kedua karbon ikatan ganda menjadi terikat pada atom oksigen yang sama. Pada reaksi epoksidasi dibutuhkan suatu molekul pembawa oksigen yang berperan sebagai molekul radikal.

Pada umumnya epoksidasi minyak menggunakan senyawa hidrogen peroksida sebagai pereaksi. Hal ini disebabkan karena sifat hidrogen peroksida sebagai oksidator kuat. Namun sifat oksidator dari hidrogen peroksida

masih tidak cukup kuat untuk epoksidasi sehingga perlu ditransformasi kedalam bentuk yang lebih aktif yaitu asam peroksi. Asam peroksi yang terbentuk dari reaksi hidrogen peroksida dengan asam alifatis rendah (asam formiat dan asam asetat) merupakan bentuk yang reaktif. Senyawa tidak jenuh dengan asam peroksi dapat bereaksi sangat cepat. Dengan adanya air akan terbentuk senyawa dihidroksil dan asam formiat.

Mekanisme reaksi asetilasi polioliol dapat dijelaskan sebagai berikut:



Sintesis poliolester dihasilkan melalui proses lanjutan dari reaksi epoksidasi dan hidroksilasi. Kondisi operasi optimum dari reaksi epoksidasi dan hidroksilasi dengan bahan baku minyak jagung berturut-turut sebesar 60°C; 150 menit dan 50°C; 120 menit.

2. METODOLOGI PENELITIAN

Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh temperatur dan waktu reaksi terhadap konversi dan konstanta kinetika reaksi asetilasi senyawa polioliol. Penelitian dilakukan di Laboratorium Analisa dan Instrumentasi Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Sriwijaya.

Variabel yang diteliti

Variabel bebas pada penelitian ini terdiri atas:

- 1) Temperatur reaksi asetilasi (60°C, 70°C dan 80°C)
- 2) Waktu reaksi asetilasi (15, 20, 25, 30 dan 35 menit)

Alat dan Bahan Penelitian

a) Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini, antara lain sistem pereaksian reaktan yang terdiri dari labu leher tiga 500 mL, kondensor, *hotplate*, pompa air, statif, termometer, buret digital, dan *magnetic stirrer*; alat aktivasi katalis bentonit, terdiri dari *furnace* untuk mengaktivasi bentonit secara fisika, *crusher* untuk memperkecil ukuran bentonit, *screening*, dan oven; alat pemisahan produk dengan campuran lainnya, yaitu corong untuk memisahkan katalis bentonit dari cairan berupa produk dan sisa reaktan dan corong pemisah untuk memisahkan produk dengan impuritis; alat analisa sampel, yaitu pH meter, piknometer, dan Viskometer Cannon Fenske Routine tipe 200; dan alat pendukung, yaitu timbangan analitik, desikator, gelas ukur, erlenmeyer, *beaker glass*, pipet tetes, bola hisap, pipet volume, dan labu ukur.

b) Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini, antara lain minyak jagung, H₂O₂ 30%, metanol, asam asetat anhidrat, asam asetat glasial, asam sulfat 2%, bentonit, natrium bikarbonat, indikator kristal ungu, HBr 0,1 N, indikator PP, etanol, NaOH 0,1 N, dan akuades.

Prosedur Penelitian

A. Epoksidasi

- 1) Siapkan minyak jagung 200 ml dan panaskan sampai suhu 60°C.
- 2) Kemudian reaksikan minyak yang telah dipanasi dengan asam asetat glasial 99% sebanyak 20% dari total berat minyak jagung dan campuran H₂O₂ sebanyak 65% dari massa minyak jagung dan H₂SO₄ sebanyak 9,4 ml tetes demi tetes dengan suhu 60°C selama 150 menit ke dalam labu leher tiga 500ml.
- 3) Reaksikan dengan perlakuan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer*.
- 4) Dinginkan sampai mencapai suhu kamar.
- 5) Masukkan hasil reaksi ke dalam corong pemisah dan tambahkan air sebanyak

250 ml, guncang dan didiamkan selama 15-20 menit kemudian pisahkan.

- 6) Larutkan NaHCO₃ dalam aquadest sebanyak 100-200 ml sampai jenuh.
- 7) Masukkan campuran hasil reaksi ke dalam corong pemisah dan tambahkan larutan NaHCO₃ kemudian aduk.
- 8) Lakukan netralisasi ini sampai pH hasil reaksi netral dan diamkan selama 1 hari untuk memisahkan senyawa epoksi, air, dan senyawa lainnya.

B. Hidroksilasi

- 1) Aktivasi katalis bentonit dengan cara memanskan di dalam *furnace* 400°C selama enam jam. Setelah dipanaskan, simpan katalis di dalam desikator.
- 2) Siapkan senyawa epoksi yang telah di dapat dari reaksi pertama sebanyak 150 ml dan metanol 105 ml.
- 3) Panaskan senyawa epoksi sampai suhu 50°C.
- 4) Reaksikan ke dalam labu leher tiga dengan ditambahkan metanol sebanyak 105 ml dan katalis bentonit sebanyak 1,25% dari berat senyawa epoksi dengan suhu 50°C selama 120 menit.
- 5) Beri perlakuan pengadukan dengan menggunakan *magnetic stirrer*.
- 6) Hasil reaksi yang didapat kemudian didinginkan hingga mencapai suhu ruangan dan pisahkan dengan kertas saring dari katalis dan senyawa lainnya.
- 7) Pemisahan senyawa poliol dan metanol dilakukan dengan cara pemanasan sampai suhu 64°C.
- 8) Hasil pemisahan kemudian diambil 0,5% untuk menganalisa bilangan oksiran dan bilangan hidroksil.

C. Asetilasi

- 1) Siapkan senyawa poliol hasil reaksi kedua sebanyak 60 ml dan asam asetat anhidrat 97% sebanyak 6 ml.
- 2) Panaskan senyawa poliol sampai mencapai suhu bervariasi yang diinginkan yaitu 60°C, 70°C dan 80°C.
- 3) Reaksikan ke dalam labu leher tiga dengan ditambahkan asam asetat anhidrat sebanyak 6 ml dan katalis bentonit 2% dari massa poliol secara bersamaan.
- 4) Panaskan campuran sampai temperatur yang divariasikan yaitu 60°C, 70°C dan 80°C selama waktu reaksi yaitu 15 menit, 20 menit, 25 menit, 35 menit, 45 menit dan 60 menit.

- 5) Pisahkan hasil reaksi dari bentonit dengan kertas saring.
- 6) Kemudian masukkan hasil saringan ke dalam corong pemisah dan tambahkan aquadest sebanyak 200 ml, guncang dan diamkan selama 15-20 menit kemudian pisahkan.
- 7) Netralisasi campuran senyawa asetilasi hasil reaksi dengan larutan NaHCO₃ dan didiamkan selama 1 hari kemudian pisahkan.
- 8) Lakukan analisa bilangan hidroksil dengan bilangan asam untuk senyawa asetilasi.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Tabel 3.1. Analisis Senyawa Epoksi dan Polioliol

Sifat Fisika dan Kimia	Nilai	
	Epoksi	Polioliol
Densitas (gr/cm ³)	0,9333	0,9174
Indeks viskositas	175,0039	169,6354
Bilangan asam (mg NaOH/mg Sampel)	0,5102	1,1105
Bilangan oksiran (%)	11,8168	0,1551
Bilangan hidroksil (mg NaOH/mg Polioliol)	169,4318	229,1554

Tabel 3.1 menunjukkan perubahan yang terjadi selama proses sintesis epoksi dan polioliol. Perubahan besar terjadi pada bilangan oksiran dan bilangan hidroksil. Terlihat jelas pada tabel bahwa bilangan oksiran turun dari 11,8168 menjadi 0,1551. Penggunaan katalis padat *bentonit* menyebabkan peningkatan laju reaksi hidrosilasi yang dinyatakan dengan penurunan bilangan oksiran. Bilangan hidroksil mengalami peningkatan tajam pada senyawa polioliol. Peningkatan dari 169,4318 menjadi 229,1554 disebabkan oleh terbukanya cincin oksiran oleh sebagian besar senyawa epoksi menjadi hidroksil.

Tabel 3.2. Analisis Senyawa Poliiolester

No	Variabel Asetilasi	Bilangan Asam	Densitas (gr/ml)
<i>Parameter</i>			

1	60°C; 15 menit	1,7110	0,9433
2	60°C; 20 menit	1,3192	0,9371
3	60°C; 25 menit	1,1030	0,9366
4	60°C; 30 menit	0,9204	0,9343
5	60°C; 35 menit	0,7752	0,9312
6	70°C; 15 menit	1,4122	0,9343
7	70°C; 20 menit	1,2950	0,9327
8	70°C; 25 menit	1,0817	0,9316
9	70°C; 30 menit	0,9466	0,9310
10	70°C; 35 menit	0,8726	0,9304
11	80°C; 15 menit	1,2538	0,9361
12	80°C; 20 menit	1,1871	0,9354
13	80°C; 25 menit	1,0408	0,9344
14	80°C; 30 menit	1,0120	0,9312
15	80°C; 35 menit	0,8776	0,9202

Tabel 3.2. Analisis Senyawa Poliiolester (lanjutan)

No	Variabel Asetilasi	Viskositas Kinematik (cSt)	
		40°C	100°C
<i>Parameter</i>		± 62,3	± 10,7
1	60°C; 15 menit	35,8410	8,6446
2	60°C; 20 menit	36,7151	9,2274
3	60°C; 25 menit	37,0065	9,3245
4	60°C; 30 menit	38,3644	9,4216
5	60°C; 35 menit	40,6975	10,8786
6	70°C; 15 menit	36,7151	10,3929
7	70°C; 20 menit	39,6290	10,4900
8	70°C; 25 menit	43,7085	10,5872
9	70°C; 30 menit	44,0970	10,9757
10	70°C; 35 menit	45,5540	11,5585

11	80°C; 15 menit	41,0860	10,5872
12	80°C; 20 menit	44,6798	10,7814
13	80°C; 25 menit	45,3597	11,1700
14	80°C; 30 menit	51,2846	11,2671
15	80°C; 35 menit	55,0727	12,1413

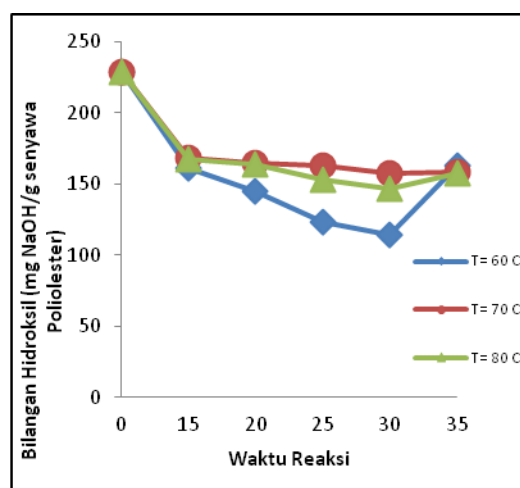
Tabel 3.2. Analisis Senyawa Poliolester (lanjutan)

No	Variabel Asetilasi	Indeks Viskositas
<i>Parameter</i>		± 163
1	60°C; 15 menit	165,0250
2	60°C; 20 menit	167,3619
3	60°C; 25 menit	167,4155
4	60°C; 30 menit	165,5998
5	60°C; 35 menit	168,7883
6	70°C; 15 menit	172,6151
7	70°C; 20 menit	168,8240
8	70°C; 25 menit	163,5869
9	70°C; 30 menit	164,7733
10	70°C; 35 menit	165,1727
11	80°C; 15 menit	167,1877
12	80°C; 20 menit	163,1806
13	80°C; 25 menit	163,5869
14	80°C; 30 menit	157,1819
15	80°C; 35 menit	157,0084

Nilai bilangan asam yang didapat mengalami penurunan dengan adanya waktu reaksi yang berbeda-beda. Bilangan asam menunjukkan kuantitas terhadap korosifitas. Semakin kecil bilangan asam pada senyawa poliolester semakin baik kualitas poliolester sebagai minyak pelumas. Untuk menurunkan bilangan asam dapat pula ditambahkan zat aditif penurun bilangan asam.

Viskositas yang dianalisa berdasarkan kekentalan pada 40 dan 100°C dilakukan untuk mengetahui indeks viskoitas yang terdapat pada senyawa poliolester yang disintesis. Dengan mengetahui nilai indeks viskositas, maka dapat diketahui parameter pelumas yang digunakan.

Indeks viskositas yang didapat berada dalam rentang 157,0084-170,2985. Nilai rentang indeks viskositas yang didapat mendekati nilai pelumas tingkat SAE 5W-30. Untuk meningkatkan nilai indeks viskositas sesuai yang diinginkan, dapat ditambahkan zat aditif peningkat kestabilan viskositas.



Gambar 3.1. Bilangan Hidroksil Senyawa Poliolester Versus Waktu Reaksi Asetilasi

Pada gambar 3.1 terlihat penurunan bilangan hidroksil pada temperatur terhadap waktu reaksi. Penurunan bilangan hidroksil menunjukkan perubahan sebagian besar senyawa polioliol dari gugus hidroksil $-OH$ menjadi gugus asetil $-OR$. Hal ini ditunjukkan dengan semakin lamanya waktu reaksi semakin banyak polioliol yang terkonversi menjadi poliolester, dikarenakan banyaknya polioliol yang berkontak dengan asam asetat anhidrat yang dapat menurunkan nilai polioliol sisa.

Pengaruh temperatur reaksi juga ditunjukkan pada gambar 3.1 dimana semakin tingginya temperatur reaksi maka semakin menurun bilangan hidroksilnya. Hal ini dikarenakan semakin tingginya temperatur maka semakin sedikit kuantitas polioliol sisa akibat adanya energi panas yang masuk ke dalam sistem mempercepat energi aktivasi yang dibutuhkan reaktan untuk bereaksi.

Namun, kenaikan bilangan hidroksil yang juga ditunjukkan pada gambar 3.1 menunjukkan kondisi optimal sintesis poliolester. Kenaikan bilangan hidroksil terhadap temperatur reaksi

terjadi karena senyawa polioliol yang disintesis mengalami degradasi akibat pemanasan pada suhu tinggi. Oleh karena itu, nilai bilangan hidroksil pada temperatur 70°C mengalami kenaikan dan akan mengalami stagnansi pada temperatur 80°C dan seterusnya.

Tabel 3.3. Nilai konstanta reaksi asetilasi metode grafik

No	Temperatur (°C)	k' (1/menit)
1	60	0,0178
2	70	0,0125
3	80	0,0137

Nilai konstanta reaksi (k') diperoleh dari slope regresi linier masing-masing grafik $-\ln(1-X_A)$ versus waktu reaksi. Secara berurutan 60°C, 70°C, dan 80°C, nilai konstanta reaksi masing-masing temperatur adalah 0,0178 menit⁻¹; 0,0125 menit⁻¹; dan 0,0137 menit⁻¹. Nilai konstanta reaksi asetilasi meningkat seiring dengan meningkatnya temperatur reaksi kecuali untuk temperatur 60 ke 70°C.

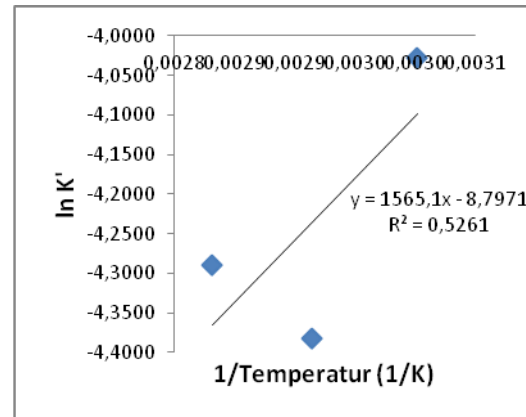
Meningkatnya nilai konstanta reaksi maka nilai dari laju reaksinya juga akan meningkat sehingga temperatur reaksi menjadi fungsi dari laju reaksi asetilasi ini. Adanya penurunan nilai konstanta reaksi dari temperatur reaksi dari 60°C ke 70°C. Ini disebabkan karena adanya degradasi minyak jagung yang ada pada polioliol pada temperatur 70°C. Degradasi minyak jagung ini mendesak ruang yang ada pada campuran reaksi sehingga kontak antara polioliol dan asam asetat semakin sedikit.

Konstanta reaksi asetilasi yang diperoleh dapat digunakan untuk menghitung energi aktivasi (E), konstanta Arrhenius (A), dan entalpi reaksi (ΔH_R). Rumus umum nilai konstanta reaksi sebagai berikut:

$$\ln k' = \ln A - E/RT \dots\dots\dots \text{(Pers. 3.1.)}$$

Tabel 3.4. Nilai $\ln k'$ dan 1/T tiap temperatur reaksi

No	Temperatur Reaksi	1/T (1/K)	$\ln k'$
1	333,15 K	0,0030	-4,0286
2	343,15 K	0,0029	-4,3820
3	353,15 K	0,0028	-4,2904



Gambar 3.2. Grafik $\ln k'$ versus 1/temperatur

Melalui metode regresi linier, nilai $-E/R$ (slope) dan $\ln A$ (intersept) secara berurutan adalah 1565,1 dan -8,7971. Energi aktivasi reaksi asetilasi dapat diperoleh sebagai berikut:

$$\text{Slope} = -E/R$$

$$1565,1 = -E/8,314 \text{ J/mol K}$$

$$E = -13012,2414 \text{ J/mol}$$

Nilai konstanta Arrhenius dihitung dengan intersept sebagai berikut:

$$\text{Intersept} = \ln A$$

$$-8,7971 = \ln A$$

$$A = 0,0002$$

Entalpi reaksi asetilasi temperatur 60°C, 70°C, dan 80°C dapat dihitung dengan persamaan berikut:

$$\Delta H_R = E - RT \dots\dots\dots \text{(Pers. 3.2.)}$$

- Temperatur 60°C
 $\Delta H_R = (-13012,2414 - (8,314 \times 333,15))$
 $= -15782,0505 \text{ J/mol}$
- Temperatur 70°C
 $\Delta H_R = (-13012,2414 - (8,314 \times 343,15))$
 $= -15865,1905 \text{ J/mol}$
- Temperatur 80°C
 $\Delta H_R = (-13012,2414 - (8,314 \times 353,15))$
 $= -15948,3305 \text{ J/mol}$

4. KESIMPULAN

Adapun kesimpulan dari penelitian ini adalah:

- 1) Kondisi optimum senyawa polioliol dari minyak jagung yaitu pada kondisi 60°C, 30 menit.
- 2) Semakin tinggi temperatur reaksi maka semakin tinggi nilai konstanta reaksi asetilasi.

- 3) Nilai konversi yang didapat semakin naik dengan naiknya temperatur reaksi yaitu pada kondisi optimal sebesar 48,96%.
- 4) Semakin lama waktu reaksi semakin menurunkan bilangan hidroksil dan meningkatkan konversi reaksi.

Adapun saran dari penelitian ini adalah:

- 1) Perlunya dilakukan penelitian lebih lanjut untuk meningkatkan kualitas senyawa poliolester dari minyak jagung.
- 2) Perlunya dilakukan analisa lanjutan yang berkaitan dengan parameter kualitas minyak pelumas dari poliolester minyak jagung.

DAFTAR PUSTAKA

- Akrom, Hanifa. 2009. *Pengetahuan Umum Tentang Lubricating Oil*. Online: <https://eyesbeam.wordpress.com/2009/03/11/pengetahuan-umum-tentang-lubricating-oil-minyak-pelumas/>. Diakses tanggal 13 September 2016.
- Anonim. 2010. *Hidrogen Peroksida*. Online: https://id.wikipedia.org/wiki/Hidrogen_peroksida. Diakses tanggal 13 September 2016.
- Anonim. 2010. *Asam Sulfat*. Online: https://id.wikipedia.org/wiki/Asam_sulfat. Diakses tanggal 14 September 2016.
- Anonim 2009. *Natrium Bikarbonat*. Online: https://id.wikipedia.org/wiki/Natrium_bikarbonat. Diakses tanggal 14 September 2016.
- Anonim. 1998. *Standard Practice for Calculating Viscosity Index from Kinematic Viscosity at 40 and 100°C*. ASTM International: United States.
- Armansyah, Wawang. 2015. *Asam Asetat*. Online: <http://www.rumuskimia.net/2015/12/rumus-kimia-asam-asetat.html>. Diakses tanggal 13 September 2016.
- Atmajaya, A. 2013. *Kegunaan Bentonit*. Online: <http://arminsiparacca07.blogspot.co.id/2013/10/kegunaan-bentonite.html>. Diakses tanggal 14 September 2016.
- Caines A, Haycock R. 1996. *Automotive of Lubricants Theory and Practice of Tribology*. Vol I, II. CRC Press. Florida.
- Campanella A, Baltanas MA. 2006. *Degradation of Oxirane Ring of Epoxidized Vegetable Oils in Liquid-Liquid Heterogenous Reaction Systems*. Chemical Engineering Journal. 118: 141-152.
- Harahap, E H. 2014. *Kandungan Minyak Jagung*. Universitas Sumatera Utara: Sumatera Utara.
- Levenspiel, Octave. *Chemical Reaction Engineering*. 3rd Edition. Chemical Engineering Department, Oregon State University: John & Wiley Sons.
- Nugrahani, Ratri Ariatmi. 2008. *Perancangan Proses Pembuatan Pelumas Dasar Sintetis dari Minyak Jarak Pagar (Jatropha curcas L.) melalui Modifikasi*. Institut Pertanian Bogor: Bogor.
- Nur, N Alfiyana. 2015. *Methanol*. Online: <https://toksikologi519.wordpress.com/2015/01/02/methanol/>. Diakses tanggal 14 September 2016.
- Priyono, E J. 2013. *Anhidrida Asetat*. Online: <http://endahejp.blogspot.co.id/2013/03/asam-anhidrida.html>. Diakses tanggal 14 September 2016.
- Wahyudi, W. 2014. *Karakteristik dan Sifat Minyak Pelumas (Oli)*. Politeknik Negeri Sriwijaya: Palembang.