

**SINTESIS ESTERIFIKASI – TRANSESTERIFIKASI BIOLUBRIKAN
BERBASIS MINYAK JARAK (*Jatropha curcas L*) DENGAN KATALIS ASAM KLORAT**

Agus Rochmat^{1*}, Aslan Dudayev Alfaruqi¹, Saefuri¹, Suaedah²

¹Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik
Universitas Sultan Ageng Tirtayasa Banten

²MTsN 4 Indramayu Jawa Barat

*Email: agus_rochmat@untirta.ac.id

Abstrak

Biolubrikan dibuat melalui reaksi minyak nabati dengan alkohol berbantu katalis asam kuat atau katalis basa kuat. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui karakteristik fisika biolubrikan. Penelitian ini dilakukan dengan mereaksikan minyak jarak dan reaktan campuran metanol dengan asam perklorat pada variasi mol methanol:asam perklorat selama waktu esterifikasi 7 jam, setelah itu akan dimurnikan. Hasil dalam penelitian ini memiliki titik nyala tertinggi pada 268 °C dan terendah pada 242 °C; viskositas dinamis tertinggi pada 217 cPs dan terendah pada 130,5 cPs. Titik tuang rata-rata dari biolubrikan ini adalah -18,8 °C. Kandungan senyawa kimia biolubrikan terdiri atas *mono-ester 9-Octadecenoic acid (Z) - , 2-hydrox y-1- (hydroxymethyl) ethyl ester*.

Kata Kunci: Asam Perklorat, Biolubrikan, Minyak Jarak

Abstract

Biolubricants are made through the reaction of vegetable oils with alcohol-based catalysts or strong base catalysts. The purpose of this study was to determine the characteristics of biolubricant physics. This research was carried out by reacting castor oil and reactants of a mixture of methanol and perchloric acid on a mole variation of methanol: perchloric acid during an esterification time of 7 hours, after which it was purified. The results in this study had the highest flash point at 268 °C and the lowest at 242 °C; highest dynamics viscosity at 217 cPs and lowest at 130.5 cPs. The average pour point of this biolubricant is -18.8 °C. The content of the chemical compound biolubricant consists of mono-esters 9-Octadecenoic acid (Z) - , 2-hydrox y-1- (hydroxymethyl) ethyl ester.

Keywords: Biolubricant, Castor Oil, Perchloric Acid

1. PENDAHULUAN

Biolubrikan adalah minyak nabati yang biasanya terbuat dari minyak kelapa sawit, minyak kelapa, minyak kedelai, minyak jarak, dan minyak bunga matahari. Keuntungan biolubrikan adalah tidak beracun atau merusak lingkungan, lebih aman dalam hal titik nyala, viskositas konstan, penguapan pelumas mineral yang lebih rendah, emisi lebih rendah, dan mudah terurai secara hayati.

Peluang untuk memproduksi biolubrikan yang terbuat dari minyak nabati cukup besar di Indonesia, yang merupakan negara tropis, memungkinkan ketersediaan bahan baku. Produksi jarak biji

Indonesia pada tahun 2009 mencapai 8.013 ton dari luas 69.315 (Syakir, 2010).

Biolubrikan dapat dibuat menggunakan metode esterifikasi dan transesterifikasi dengan bahan dasar minyak nabati dan alkohol dengan bantuan katalis dengan metode pencampuran pada suhu tertentu. Beberapa penelitian sebelumnya menyatakan: penggunaan bahan baku minyak biji jarak dengan katalis HCl yang diperoleh dari titik nyala adalah 302 °C (Angelina et., Al. 2016); dengan katalis KOH, hasil titik nyala masih relatif rendah pada 193 °C (Pradhan et.al., 2011); dan katalis asam sulfat memperoleh

konversi 88% dengan nilai titik nyala 264 °C (Salimon dan Salih, 2011).

Mekanisme pembuatan biolubrikan menggunakan minyak jelantah melalui reaksi esterifikasi-transesterifikasi menghasilkan nilai titik nyala 278 °C (Rochmat et. al., 2018). Maka penelitian ini ingin menggunakan katalis asam perklorat melalui reaksi esterifikasi minyak jarak dalam variasi katalis dan variasi mol minyak jarak untuk mendapatkan nilai titik nyala yang tinggi dan dapat dibandingkan dengan pelumas sintesis yang diprediksikan di Indonesia..

2. METODOLOGI

2.1 Alat dan Bahan

Bahan-bahan yang digunakan: Minyak Jarak dari Pusat Penelitian Surfaktan dan Bioenergi - IPB Bogor, HClO₄ (Merck), methanol (Merck), air distilasi.

Alat yang digunakan: reaktor labu leher tiga, pengaduk dan rotor, *hot plate and stirer*, kondensor Liebig, tachometer, termometer, piknometer (pyrex), viskometer NDJ-85, Abel Closed Cup Flash Point Tester, dan Pour Point Tester Model: SYP1016-1 1B.

2.2 Sintesis Esterifikasi - Transesterifikasi Biolubrikan

Proses esterifikasi dilakukan dengan mencampurkan minyak jarak dengan alkohol dengan perbandingan mol/mol ke dalam labu leher tiga 250 ml kemudian dipanaskan sampai suhu 90 °C selama 1 jam. Memasukan silika jel (50% massa minyak jarak) dalam oven dengan suhu 180 °C selama 1 jam. Selanjutnya, mencampurkan silika gel dan katalis asam perklorat (mol katalis/mol minyak jarak) ke dalam campuran minyak jarak alkohol lalu memulai refluks dengan suhu 110 °C selama semalaman. Setelah reaksi selesai campuran didiamkan pada suhu ruang selama 12 jam.

2.3 Pemurnian dari Silika Gel dan Katalis

Pada proses pemurnian dilakukan dengan menambahkan larutan asam asetat 0,15 M sebagai pelarut silika gel. Campuran kemudian dicuci dengan air suling berulang-ulang sampai katalis menghilang.

Langkah terakhir adalah menghilangkan kandungan pelarut dari proses sebelumnya dan menghilangkan alkohol yang berlebih. Kemudian campuran ditambahkan magnesium sulfat untuk mengeringkan lapisan organik. Langkah berikutnya memasukan campuran dalam *vacuum evaporator* untuk menghilangkan pelarut asam asetat. Langkah selanjutnya adalah distilasi untuk menghilangkan sisa alkohol berlebih.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Pengaruh Rasio Mol Reaktan dan Katalis terhadap Viskositas

Viskositas adalah sifat fisik yang terjadi karena interaksi molekul dalam fluida sehingga dapat menahan aliran fluida yang dapat dinyatakan sebagai indikator viskositas (Warsito, 2011). Viskositas menentukan kemudahan sirkulasi pelumas di dalam

mesin di mana viskositas yang tidak terlalu tebal tidak membebani mesin saat pertama kali dihidupkan dan pelumas tidak terlalu berair ketika mesin panas sehingga masih dapat digunakan sebagai pelumas.

Sifat kimia dari ester ditentukan oleh keseimbangan antara panjang rantai alkil dan gugus fungsional yang diikat oleh ester. Panjang rantai alkil trigliserida menentukan viskositas (pelumasan) pelumas karena peningkatan berat molekul di mana biolubrikan memiliki berat molekul yang lebih stabil yang menyebabkan nilai indeks viskositas (VI) minyak nabati lebih besar daripada pelumas mineral (Rochmat, 2018). Panjang rantai alkil juga mempengaruhi indeks viskositas, yang lebih linier dan panjang, sehingga interaksi antar molekul lebih kuat dengan meningkatnya suhu dibandingkan dengan rantai percabangan. Semakin lama rantai alkil trigliserida, viskositas, dan indeks viskositas lebih tinggi.

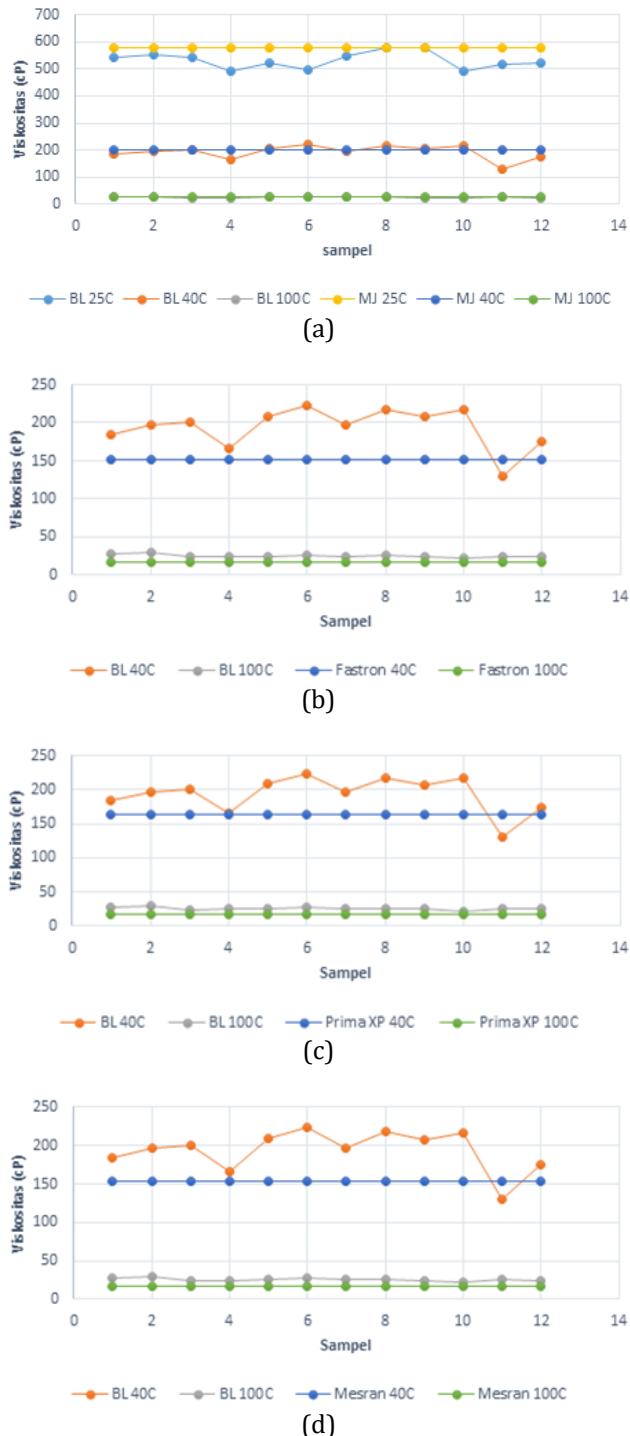
Tabel 1. Nilai Viskositas Dinamis

Sampe l	Rasio mol (Oil:Met anol)	Katalis	Viscosity (cP)		
			25°C	40°C	100 °C
BL1	1:1	0,5	540	184,5	27,45
BL2	1:1	0,7	554	196,5	30
BL3	1:1	1	541	201	24
BL4	1:1	1,5	492	166,5	25
BL5	1:2	0,5	523	208,4	25,3
BL6	1:2	0,7	495	223	27
BL7	1:2	1	546	197,5	25,2
BL8	1:2	1,5	580	217,75	26,25
BL9	1:4	0,5	579, 5	208	25
BL10	1:4	0,7	492	217,25	22
BL11	1:4	1	518, 5	130,5	25,25
BL12	1:4	1,5	523	175	24,75
Minyak Jarak			576	202	29
Fastron Semi Synthetic SAE 20W-50			-	151	16,9
Prima XP SAE 20W-50			-	164	17,66

Dari Tabel 1, semakin tinggi suhunya, semakin kecil nilai viskositasnya. Ester yang terbentuk sebagai biolubrikan lebih stabil dalam viskositas daripada trigliserida. Proses pemanasan menyebabkan komponen-komponen minyak rantai pendek menguap, meninggalkan rantai minyak yang panjang. Ini diperkuat oleh analisis GC-MS sampel biolubrikan yang menghasilkan 66% ester dan senyawa dominan asam 9-Octadecenoic (Z)-, 2-hydroxy-1-(hydroxymethyl) ethyl ester.

Dari Gambar 2 menunjukkan nilai viskositas biolubrikan relatif fluktuatif. Perbedaan nilai viskositas dalam setiap sampel karena perbedaan komposisi ester yang terbentuk dilihat sebagai hasil produk dari perbedaan rasio mol reaktan dan perbedaan konsentrasi katalis yang digunakan. Pemanasan menyebabkan asam lemak rantai pendek

(berat molekul rendah) menguap selama proses reaksi. Kandungan ester yang tinggi menyebabkan viskositas yang lebih tinggi daripada pelumas komersial.



Gambar 2. Perbandingan Viskositas antara: (a) Biolubrikan (BL)-minyak jarak (MJ), (b) Biolubrikan (BL)-Fastron, (c) Biolubrikan (BL)-Prima XP, dan (d) Biolubrikan (BL)-Mesran

3.2 Analisa Titik Nyala dan Titik Tuang Produk Biolubrikan

Titik nyala adalah angka yang menyatakan suhu terendah bahan bakar minyak yang akan menyebabkan pengapian sesaat. Titik nyala tinggi akan memudahkan penyimpanan bahan bakar, karena

minyak tidak akan mudah terbakar pada suhu kamar (Rahadiningrum, 2016). Sedangkan untuk titik tuang adalah tes untuk titik tuang terendah dari minyak. *Pour point* digunakan sebagai ukuran berapa suhu bahan bakar cair (oli) masih bisa mengalir jika didinginkan dalam kondisi yang telah ditentukan (Ayundari, 2018).

Tabel 2. Titik Nyala dan Titik Tuang Poduk Biolubrikan dan Lubrikan Komersial

Sampel	Flash Point (Celsius)	Pour Point (Celsius)
Bahan Baku	242	-17.3
BL 4	260	-18.8
BL 7	268	-16.8
BL 10	242	-16,6
BL 12	250	-18.9
Fastron (20W-50)	226	-30
Prima XP (20W-50)	227	-27
Mesran (20W-50)	225	-27

Hasil sintesis biolubrikan dari beberapa sampel menunjukkan bahwa nilai titik nyala telah meningkat dari bahan baku, dan memiliki titik nyala yang lebih tinggi daripada titik nyala komersial pelumas. Dari Tabel 2. titik nyala bahan baku memiliki suhu 242 °C yang bila dibandingkan dengan pelumas komersial memiliki nilai lebih tinggi daripada spesifikasi suka Pertamina Pelumas: Fastron (20W-50), Prima XP (20W-50), dan Mesran (20W-50).

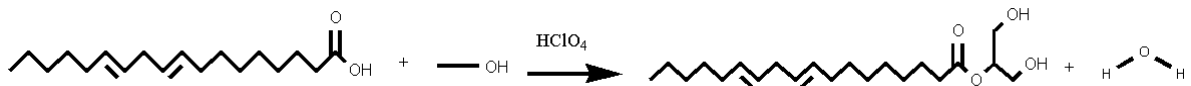
Sampel BL10 memiliki nilai terendah 242 °C sedangkan nilai tertinggi diperoleh dari sampel BL7 yaitu sebesar 268 °C. Titik nyala sangat erat kaitannya dengan kandungan senyawa kimia di dalamnya. Semakin tinggi berat molekul senyawa dalam biolubrikan, semakin besar energi yang dibutuhkan untuk memutuskan ikatan. Jika ikatan pecah menjadi senyawa dengan berat molekul rendah, ikatan itu akan mudah terbakar ketika melewati api.

Nilai titik tuang masing-masing sampel masih cukup tinggi. Hasil terbaik dari sintesis menunjukkan nilai titik tuang dari sampel BL4 dan BL12 -18,8 °C dan -18,9 °C secara berurutan. Ini sudah cukup baik karena mensintesis dapat mengubah komposisi asam lemak menjadi ester dan mengurangi titik tuangnya. Dan itu juga berbanding lurus dengan viskositas yang menebal pada suhu yang lebih rendah. Namun, titik tuang yang tinggi adalah fokus biolubrikasi ini karena tidak baik untuk daerah dengan musim dingin yang ekstrim seperti daerah subtropis dan bahan tambahan perlu ditambahkan jika akan digunakan di daerah tersebut.

3.3 Analisa GC-MS Produk Biolubrikan

Tabel 3. Hasil Analisa GC-MS Antara Minyak Jarak dan Biolubrikan

No	Minyak Jarak			Biolubrikan		
	Senyawa	% Kelimpahan	Kemiripan	Senyawa	% Kelimpahan	Kemiripan
1	9,12-Octadecadienoic acid- 2-hydroxy-1-(hydroxymethyl)ethyl ester	5.18	99	9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z)- 2,3-dihydroxypropyl ester	9.66	95
2	9,12-Octadecadienoic acid	2.89	53	9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z)- 2-hydroxy-1-(hydroxymethyl)ethyl ester	2.84	72
3	13-Hexyloxacyclotridec-10-en-2-one	1.16	52	9-Octadecenoic acid (Z)-, 2-hydroxy-1-(hydroxymethyl)ethyl ester	66.47	49
4	2H-Pyran, 3,4-dihydro-6-methyl	4.61	22	9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z)	3.51	50
5	9,17-Octadecadienal	1.06	70	Methyl 9,12-heptadecadienoate	1.12	87
6	Benzene, 1-(chloromethyl)-4-(2-propenyl)	1.4	43	Hexadecadien-1-yl acetate	1.29	44
7	2-Methyl-Z,Z-3,13-octadecadienol	76	40	1-Butene, 4,4-dichlorohexafluoro	3.96	35
8	10,12-Hexadecadien-1-ol acetate	7.62	44	9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z)	11.07	64



Gambar 3. Rancangan Resksi Esterifikasi Biolubrikan

Pada Tabel 3, kandungan minyak jarak adalah 94,74% yang terdiri dari: 9,12-Octadecadienoic acid, 13-Hexyloxacyclotridec-10-en-2-one, 2H-Pyran, 3,4-dihydro-6- methyl, 9,17 -Octadecadienal, Benzene, 1- (chloromethyl) -4- (2-propenyl), 2-Methyl-Z, Z-3,13-octadecadienol, dan 10,12-Hexadecadien-1-ol acetate. Dengan jumlah terbesar dalam senyawa 2-Methyl-Z, Z-3,13-octadecadienol pada 76%. Sedangkan produk biolubrikan mengandung ester 78,97% yang terdiri dari: 9,12-Octadecadienoic acid (Z, Z) - 2,3-dihydroxypropyl ester, 9,12-Octadecadienoic acid (Z, Z) - 2-hydroxy-1 - (hydroxymethyl) ethyl ester, dan 9-Octadecenoic acid (Z) -, 2-hydroxy-1- (hydroxymethyl) ethyl ester.

Minyak jarak dapat dimodifikasi menjadi pelumas dengan mengubah grup menjadi ester. Alasan ester dapat digunakan sebagai biolubrikan karena ester memiliki sifat unik yang memiliki sifat baik pada suhu rendah (Santi, 2016). Konten 78,97% ini adalah hasil tes sampel BL10.

Rancangan reaksi yang mungkin terjadi antara 9,12-Octadecadienoic acid (Z, Z) dengan methanol menghasilkan asam 9-Octadecenoic (Z) -, senyawa 2-

hydroxy-1-(hydroxymethyl) ethyl ester dapat dijelaskan seperti pada Gambar 3.

Hasil analisis menunjukkan bahwa sintesis biolubrikan menghasilkan senyawa mono-ester tetapi masih mengandung gugus hidroksi. Senyawa mono-ester dari minyak jarak masih harus dimodifikasi karena masih ada dua gugus reaktif yaitu gugus OH (hidroksil). Kelompok alkali hidroksil membutuhkan asam untuk membentuk tri-ester (Rochmat, 2018).

Sintesis menghasilkan senyawa ester rantai panjang yang sangat mempengaruhi sifat fisik dan kimia dan sifat tribologis pelumas. Semakin lama rantai yang diganti menjadi bagian tengah rantai ester akan memiliki efek positif pada titik tuangkan, titik awan, dan titik beku. Jika rantai ester utama diperpanjang, itu akan meningkatkan resistensi sterik, sehingga menghambat pembentukan kristal dan akibatnya akan mengurangi titik tuang dan akan meningkatkan anti-aus yang berlawanan dengan onset suhu (Santi, 2016).

4. KESIMPULAN

Karakteristik yang diperoleh dari biolubrikan terbaik adalah sebagai berikut: Rasio mol minyak

jarak: metanol adalah 1: 1, viskositas biolubilitas adalah 184,5 cP pada 40 °C dan 27,45 cP pada 100 °C, Titik tuang biolubrication adalah -18,8 °C, titik nyala dari biolubrication diperoleh pada 268 °C, konsentrasi katalis yang digunakan adalah 0,5 M, kandungan senyawa biolubrikan yang dominan adalah 9-*Octadecenoic acid (Z) - 2-hydroxy y-1- (hydroxymethyl) ethyl ester*.

5. DAFTAR PUSTAKA

- Angelina Debbie, Irdoni, Nirwana. 2016. Sintesis Bio-Pelumas Dari Minyak Biji Jarak: Pengaruh Rasio Mol Dan Waktu Reaksi. *Jom FTEKNIK* Volume 3 No. 2 Oktober 2016.
- Ayundari, Devina Puteri Nenzu. Sutjahjo, Dwi Heru. 2018. Rancang Bangun Uji Pour Point Untuk Mengukur Titik Tuang Bahan Bakar. Universitas Negeri Surabaya. *JRM* Volume 05 Nomor 01.
- Rahardiningrum, Sri Wahyu Santi *et al.* 2016. *Biopelumas dari Minyak Nabati (Review)*. Eksergi Vol XIII. 1410-394X.
- Rochmat, Agus. Athia Hasna Nurhanifah, Yunita Farviana, Suaedah. 2018. Biolubrication Synthesis Made from Used Cooking Oil and Bayah Natural Zeolite Catalyst. *Journal of Scientific and Applied Chemistry*. 21(3) 2018: 113-117. <https://doi.org/10.14710/jksa.21.3.113-117>.
- Salimon, Jumat *et al.* 2011. The effects of Various Acid Catalyst on the Esterification of Jatropha Curcas Oil based Trimethylolpropane Ester as Biolubricant Base Stock. *E-Journal of Chemistry* VIII. 0973-4945
- Salimon, Jumat. Salih, Nadia. 2011. Diesters Biolubricant Base Oil: Synthesis, Optimization, Characterization, And Physicochemical Characteristics. UKM; Selangor.
- Subhalaxmi Pradhan, Jianheng Shen, Shahram Emami, Pravakar Mohanty, SN Nai, Ajay K Dalai, Martin JT Reaney. 2017. Synthesis of Potassium Glyceroxide Catalyst for Sustainable Green Fuel (Biodiesel) Production. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*. Volume 46, 25 February 2017, Pages 266-272. <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2016.10.038>.
- Syakir, M. 2010. Prospek Dan Kendalan Pengembangan Jarak Pagar (*Jatropha Curcas L.* Sebagai Bahan Bakar Nabati di Indonesia). Litbang: Bogor.
- Warsito, Sri Wahyu Suciati, dan Dyan Isworo. 2011. Desain dan Analisis Pengukuran Viskositas dengan Metode Bola Jatuh Berbasis SensorOptocoupler dan Sistem Akuisisinya pada Komputer. *Jurnal Natur Indonesia* 14(3), Juni 2012: 230-235. ISSN: 1410-9373.