

Pembuatan Senyawa Polioliol sebagai Bahan Dasar Pelumas melalui Reaksi Epoksidasi dan Hidroksilasi Minyak Biji Kelor (*Moringa oleifera*)

Ade Danova^{1,*}, Daniel Tarigan², dan Erwin Akkas²

¹Laboratorium Kimia Organik Program Studi Kimia FMIPA Universitas Mulawarman

¹ Program Studi Kimia FMIPA Universitas Mulawarman

*Email: danovaade@gmail.com

Abstract *Moringa oleifera* seed oil has potential as a base material in the synthesis of polyol, because the most content of fatty acid was oleic acid (up to 70.7167%). Polyol could be used as a lubricant base. Polyol research of *Moringa oleifera* seed oil had been done via epoxidation and hydroxylation of one step reaction, where the polyol was characterized by FT-IR spectroscopy shown absorption –OH group in the number of wave 3379.29 cm⁻¹ and the number of iodine with iodometri methods that decreased from 107.3769 to 3.6755 mg I/g. Quality polyol test as a lubricant base consists of acid value (31.0688 mg KOH/g), saponification value (193.7612 mg KOH/gram), peroxide value (8 meq/Kg), specific gravity (0,978), kinematic viscosity (216.702 cSt at 40°C and 21.116 cSt at 100°C), viscosity index (111.013), flash point (32.2°C) and pour point (29.4°C). Where they could be reported on the test results that the seeds of *Moringa oleifera* oil polyol was better than *Moringa oleifera* seed oil to use as a lubricant base, because it had committed with quality SAE J306 standards and classification SAE in manual gear oil, transmission and gear in lubricants group SAE 90 based to result from kinematic viscosity at 100°C.

Keywords *lubricant base, moringa oleifera seed oil, polyol, SAE J306.*

Pendahuluan

Minyak pelumas atau *lubricating oil* merupakan minyak yang digunakan untuk melumasi mesin. Sifat dasar yang harus dimiliki oleh minyak pelumas adalah viskositas yang tinggi dan stabil terutama pada suhu tinggi. Umumnya minyak pelumas memiliki 20 sampai 60 rantai C. Minyak pelumas yang digunakan saat ini berbasis minyak bumi, sehingga merupakan bahan tak terbarukan. Mengingat semakin menipisnya sumber minyak bumi, perlu dipikirkan untuk membuat minyak pelumas dari bahan yang terbarukan misalnya dari *methyl ester*. Karena rantai C di senyawa penyusun *methyl ester* masih terlalu pendek, maka diperlukan perlakuan untuk memperpanjang rantai C agar dapat memenuhi viskositas yang dipersyaratkan dan lebih stabil dengan menghilangkan gugus karboksilat dan ikatan rangkapnya [1].

Minyak nabati yang dianggap alternatif untuk minyak mineral untuk bahan dasar pelumas karena sifat teknis tertentu yang melekat dan biodegradasinya. Minyak nabati dengan kandungan asam oleat yang tinggi dianggap menjadi alternatif yang terbaik untuk menggantikan minyak mineral konvensional sebagai bahan minyak pelumas dan ester sintetis [2]. Epoksida juga

dapat digunakan sebagai pelumas suhu tinggi dan produk yang dihasilkan dari pembukaan cincin dapat digunakan sebagai pelumas suhu rendah [3].

Dalam kimia polimer, polioliol adalah senyawa yang mengandung gugus fungsi hidroksil yang dapat digunakan untuk reaksi kimia lainnya. Sebuah penggunaan utama dari polioliol adalah sebagai reaktan untuk membuat polimer. Polioliol juga dapat digunakan untuk tujuan lain termasuk dalam formulasi kosmetik, pelumas dan sebagai bahan kimia antara (*Chemical intermediates*) [4].

Salah satu jenis minyak nabati yang berpotensi untuk dikembangkan sebagai bahan dasar pelumas adalah minyak biji kelor (*Moringa oleifera*). Minyak biji kelor (*Moringa oleifera*) dapat diekstrak dengan cara mekanis atau diekstrak dengan pelarut seperti n-heksana. Biji kelor (*Moringa oleifera*) mengandung 30% sampai dengan 42% minyak yang terdiri dari asam lemak dan asam oleat yang tinggi yaitu 72,2% [5], 71,60% [6] dan 78,59% [7].

Tujuan dari penelitian ini adalah mensintesis senyawa polioliol dari minyak biji kelor (*Moringa oleifera*) sebagai bahan dasar pelumas melalui reaksi epoksidasi dan hidroksilasi dan menentukan kualitas fisika

dan kimia dari senyawa poliol minyak biji kelor (*Moringa oleifera*) yang terbentuk dalam pemanfaatannya sebagai bahan dasar pelumas.

Metodologi

Ekstraksi Minyak Biji Kelor

Pada tahap persiapan bahan baku pertama-tama biji kelor dikupas kulitnya, dikeringkan dan dihaluskan. Kemudian proses selanjutnya dimaserasi, dimana sampel yang telah halus dimasukkan ke dalam botol gelap dan ditambahkan pelarut n-heksan sampai sampel terendam. Setelah itu, botol ditutup dan dibiarkan selama 2 x 24 jam sambil diaduk. Hasil ekstraksi disaring dengan kertas saring dan filtrat di rotari evaporasi untuk memperoleh minyak biji kelor.

Reaksi Epoksidasi dan Hidroksilasi Minyak Biji Kelor

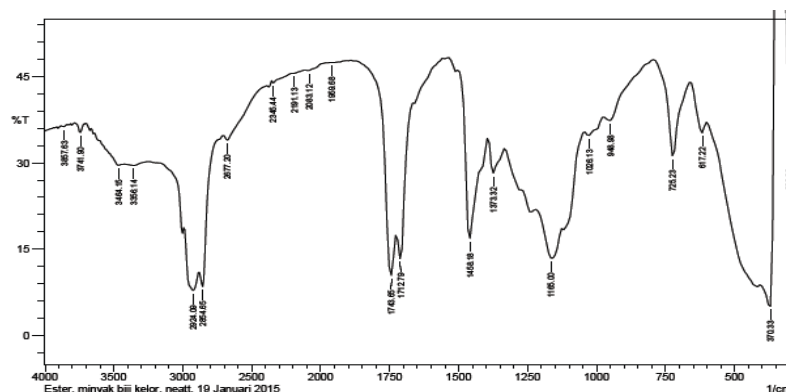
Ke dalam labu alas datar leher tiga dimasukkan sebanyak 90 mL asam asetat glasial (CH_3COOH) dan ditambah 30 mL hidrogen peroksida (H_2O_2) 30% secara perlahan-lahan sambil diaduk dengan *magnetic stirrer*. Melalui corong penetes

ditambahkan 2 mL H_2SO_4 pekat sambil diaduk dengan *magnetic stirrer* pada suhu $55\text{-}60^\circ\text{C}$ selama 1 jam. Selanjutnya melalui corong penetes ditambahkan secara perlahan-lahan minyak biji kelor sebanyak 50 mL pada suhu $10\text{-}15^\circ\text{C}$. Setelah semua minyak biji kelor dimasukkan, kemudian suhu dinaikan pada $55\text{-}60^\circ\text{C}$ sambil diaduk selama 4 jam, kemudian hasil reaksi dibiarkan selama 1 malam. Setelah itu ditambah 250 mL dietil eter. Lapisan dietil eter dicuci aquades sebanyak 3 kali, larutan NaHCO_3 jenuh hingga pH netral dan aquades sebanyak 2 kali. Hasil pencucian dikeringkan dengan Na_2SO_4 anhidrous.

Hasil dan Pembahasan

Ekstraksi Minyak Biji Kelor

Sebanyak 4.804 gram biji kelor yang telah halus dimasukkan ke dalam botol gelap, kemudian direndam dengan pelarut n-Heksan dan menghasilkan 1.389 gram minyak biji kelor. Sehingga rendemen minyak biji kelor yang dihasilkan sebesar 28,913%. Minyak biji kelor kemudian dianalisa dengan spektroskopi FT-IR, sehingga didapatkan data spektrum seperti Gambar. 1.



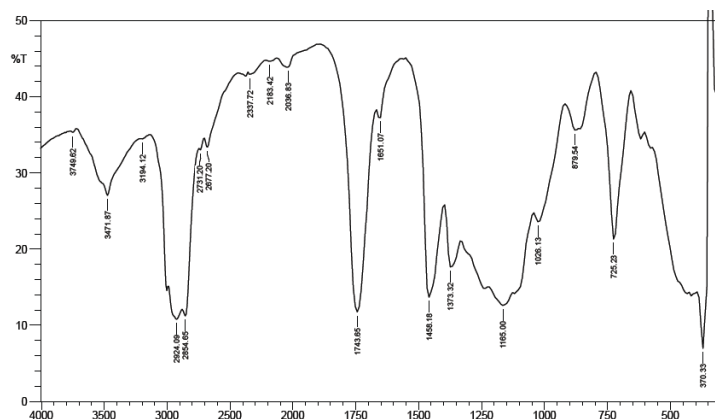
Gambar 1. Spektrum FT-IR Minyak Biji Kelor Sebelum Proses Epoksidasi dan Hidroksilasi antara Bilangan Gelombang dengan %Transmitan.

Spektrum FT-IR Gambar 1. menunjukkan bahwa minyak biji kelor memiliki spektrum serapan pada bilangan gelombang $725,23\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan serapan khas dari vibrasi *rocking* (CH_2) ≥ 4 , bilangan gelombang $948,98\text{ cm}^{-1}$ merupakan serapan khas dari vibrasi *bending* trans- $\text{C}=\text{C}$, bilangan gelombang 1165 cm^{-1} merupakan serapan khas dari vibrasi *stretching* $-\text{C}-\text{O}$, bilangan gelombang $1712,79\text{ cm}^{-1}$ dan $1743,65\text{ cm}^{-1}$ merupakan serapan khas dari vibrasi *stretching* $-\text{CO}$ yang berasal dari gugus karbonil penyusun minyak biji kelor yang memiliki massa tereduksi yang

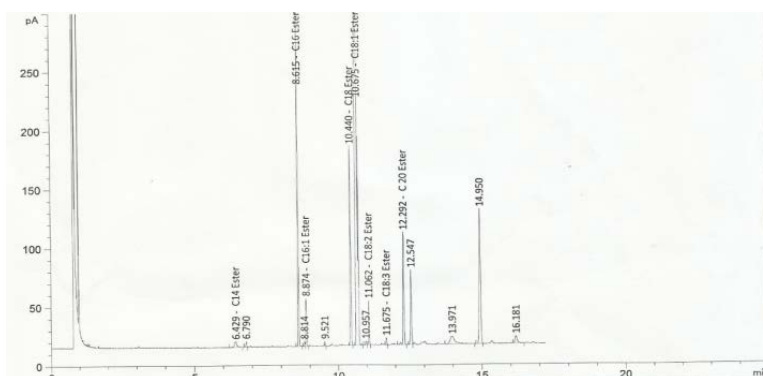
berbeda, sehingga menyebabkan terjadinya vibrasi gugus karbonil pada bilangan gelombang yang berbeda, bilangan gelombang $2854,65\text{ cm}^{-1}$ dan $2924,09\text{ cm}^{-1}$ merupakan serapan khas dari vibrasi *stretching* $-\text{C}-\text{H}$ alifatik jenuh dan bilangan gelombang 3050 cm^{-1} merupakan serapan khas dari vibrasi *stretching* $=\text{C}-\text{H}$ alifatik tidak jenuh.

Pembuatan Metil Ester Minyak Biji Kelor

Sebanyak 50 gram minyak biji kelor diesterifikasi dengan menggunakan metanol dan katalis H_2SO_4 . Hasil esterifikasi



Gambar 2. Spektrum FT-IR Metil Ester Asam Lemak dari Minyak Biji Kelor Setelah Proses Esterifikasi antara Bilangan Gelombang dengan %Transmitan.



Gambar 3. Kromatogram dari Hasil Analisa Kromatografi Gas Pada Metil Ester Asam Lemak Minyak Biji Kelor antara Waktu Retensi dengan Tinggi Puncak

kemudian dianalisa spektroskopi FT-IR untuk mengontrol proses sintesis metil ester yang telah dilakukan, sehingga didapatkan data spektrum seperti Gambar 2.

Spektrum FT-IR Gambar 2. menunjukkan bahwa metil ester asam lemak dari minyak biji kelor telah terbentuk yang memiliki spektrum serapan pada bilangan gelombang $725,23 \text{ cm}^{-1}$ yang merupakan serapan khas dari vibrasi *rocking* (CH_2) ≥ 4 , bilangan gelombang 1165 cm^{-1} merupakan serapan khas dari vibrasi *stretching* $-\text{C}-\text{O}-\text{C}$ ester, bilangan gelombang $1743,65 \text{ cm}^{-1}$ merupakan serapan khas dari vibrasi *stretching* $-\text{CO}$ ester, bilangan gelombang $2854,65 \text{ cm}^{-1}$ dan $2924,09 \text{ cm}^{-1}$ merupakan serapan khas dari vibrasi *stretching* $-\text{C}-\text{H}$ alifatik jenuh, bilangan gelombang 3040 cm^{-1} merupakan serapan khas dari vibrasi *stretching* $=\text{C}-\text{H}$ alifatik tidak jenuh.

Dari Gambar 3, kita dapat melihat bahwa minyak biji kelor memiliki kandungan dua jenis asam lemak berdasarkan ikatan rangkapnya yaitu asam lemak jenuh dan asam lemak tidak jenuh.

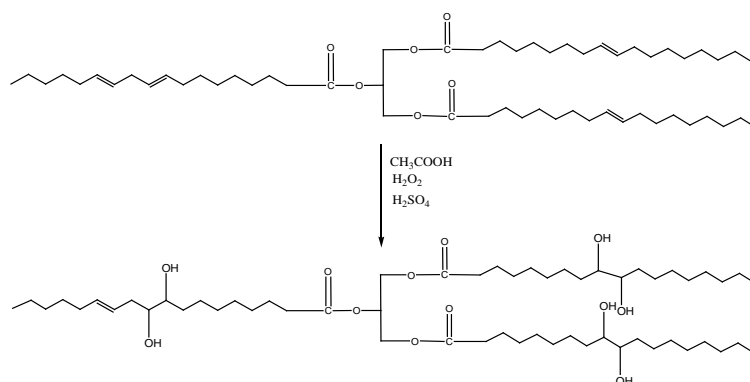
1. Asam lemak jenuh, yaitu asam miristat 0,4444%, asam palmitat 7,2041%, asam

stearat 5,2429%, asam arakhidat 3,4183%.

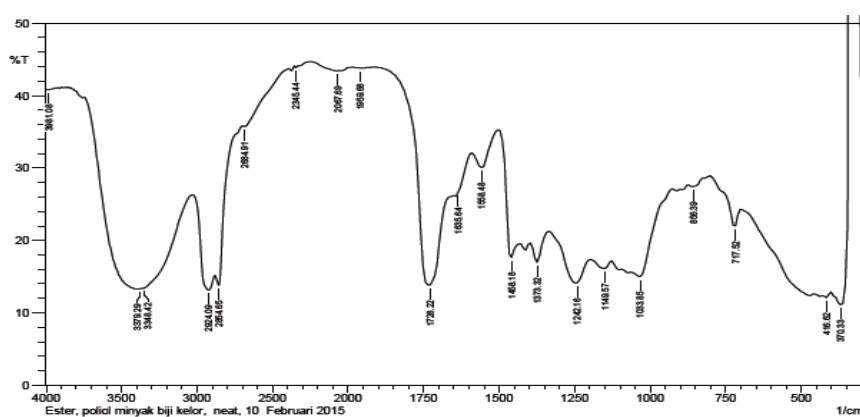
2. Asam lemak tidak jenuh, yaitu asam palmitoleinat 1,0274%, asam oleat 70,7167%, asam linoleat 1,0065%, asam linolenat 0,1825%.

Pembuatan Senyawa Polioli Minyak Biji Kelor

Senyawa polioli minyak biji kelor dibuat melalui reaksi epoksidasi yang merupakan proses pembentukan gugus oksiran, di mana pada minyak biji kelor yang tersusun atas trigliserida atau triasilgliserida, ikatan rangkap yang terdapat dalam minyak dioksidasi dengan suatu oksidator lembut, yaitu asam perasetat yang dibuat dengan mereaksikan asam asetat glacial (CH_3COOH) 100% dengan hidrogen peroksida (H_2O_2) 30%. Selanjutnya, hasil reaksi didiamkan selama semalam dan dengan adanya asam asetat glisial yang merupakan hasil samping sudah cukup untuk proses pembukaan gugus oksiran (reaksi hidrolisis) menjadi gugus polioli seperti skema reaksi satu tahap seperti Gambar 4.



Gambar 4. Skema reaksi satu tahap



Gambar 5. Spektrum FT-IR Senyawa Polioli dari Minyak Biji Kelor Setelah Proses Epoksidasi dan Hidroksilasi antara Bilangan Gelombang dengan %Transmitan

Senyawa polioli minyak biji kelor yang dihasilkan, kemudian dianalisa dengan spektroskopi FT-IR dan menghasilkan spektrum, seperti Gambar 5.

Spektrum FT-IR Gambar 5. menunjukkan bahwa senyawa polioli dari minyak biji kelor telah terbentuk yang memiliki spektrum serapan pada bilangan gelombang $717,52 \text{ cm}^{-1}$ yang merupakan serapan khas dari vibrasi *rocking* (CH_2) ≥ 4 , bilangan gelombang $856,39 \text{ cm}^{-1}$ merupakan serapan khas dari vibrasi *bending* oksiran – C-O-C, bilangan gelombang $1149,57 \text{ cm}^{-1}$ merupakan serapan khas dari vibrasi *stretching* –C-O, bilangan gelombang $1242,16 \text{ cm}^{-1}$ merupakan serapan khas dari vibrasi *stretching* gugus oksiran –C-O-C-, bilangan gelombang $1728,22 \text{ cm}^{-1}$ merupakan serapan khas dari vibrasi *stretching* –CO, bilangan gelombang $2854,65 \text{ cm}^{-1}$ dan $2924,09 \text{ cm}^{-1}$ merupakan serapan khas dari vibrasi *stretching* –C-H alifatik jenuh dan bilangan gelombang $3379,29 \text{ cm}^{-1}$ merupakan serapan khas dari vibrasi *stretching* –OH dengan intensitas yang tinggi

dan mengindikasikan bahwa senyawa polioli dari minyak biji kelor terbentuk dengan kadar yang tinggi.

Kesimpulan

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa senyawa polioli minyak biji kelor dapat disintesis dari minyak biji kelor dan berdasarkan data hasil pengujian, senyawa polioli minyak biji kelor dapat digunakan sebagai bahan dasar pelumas dan termasuk ke dalam klasifikasi SAE minyak lumas roda gigi transmisi manual dan gardan golongan SAE 90.

Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terima kasih pada Laboratorium Kimia Organik dan PT.Vico Indonesia atas fasilitas yang telah diberikan dan seluruh pihak yang telah membantu dalam penyelesaian penelitian ini.

Hasil Pengujian Kualitas Minyak Biji Kelor dengan Senyawa Polioliol Minyak Biji Kelor

Tabel 1. Perbandingan Kualitas Minyak Biji Kelor dengan Senyawa Polioliol terhadap Standar Baku Mutu

No	Parameter	Minyak Biji Kelor	Senyawa Polioliol	Standar Baku Mutu
1	Bilangan Iod (mg I/gram sampel)	107,3769	3,6755	-
2	Bilangan Asam (mg KOH/g)	26,716	31,0688	-
3	Bilangan Penyabunan (mg KOH/g)	184,9896	193,7612	186-198
4	Bilangan Peroksida (meq/Kg)	12	8	-
5	<i>Spesific Gravity</i>	0,821	0,978	>0,850
6	Viskositas Kinematik 40 °C(cSt)	4,53	216,702	-
7	Viskositas Kinematik 100 °C (cSt)	3,442	21,116	<24,0
8	Indeks Viskositas	349,492	111,013	min.90
9	Titik Nyala (<i>Flash Point</i>) (°C)	35	32,2	min.200
10	Titik Tuang (<i>Pour Point</i>) (°C)	-17,78	29,4	maks.-45

Referensi

- [1] Tjahjono, E.W. 2009. Rancangan Teknologi Pengolahan Pelumas dari Asam Lemak (Fatty Acid). M.P.I. 3(2): 140-148.
- [2] Prerna Singh, C., dan Chhibber, V.K. 2013. Chemical Modification in Karanja Oil for Biolubricant Industrial Applications. Journal of Drug Delivery & Therapeutics. 3(3): 117-122.
- [3] Sammaiah, A., Padmaja, K. V dan Prasad, R. B. N. 2014. Synthesis of Epoxy Jatropha Oil and Its Evaluation for Lubricant Properties. J. Oleo Sci. 63(6): 637-643.
- [4] Curtis, J., Liu, G., Omonov, T dan Kharraz, E. 2013. Polyol Synthesis from Fatty Acids and Oils. United States Patent Application Publication. Pub. No: US 0274494 A1.
- [5] Nasir, S., Soraya, D.F dan Pratiwi, D. 2010. Pemanfaatan Ekstrak Biji Kelor (*Moringa oleifera*) untuk Pembuatan Bahan Bakar Nabati. Jurnal Teknik Kimia. 17(3): 29-34.
- [6] Lalas, S dan Tsaknis, J. 2002. Characterization of *Moringa oleifera* Seed Oil Variety "Periyakulum 1". Journal of Food Composition and Analysis. 15: 65-77.
- [7] Anwar, F dan Bhangar, M.I. 2003. *Analytical Characterization of Moringa oleifera Seed Oil Grown in Temperate Regions of Pakistan*. J. Agric. Food Chem. 51(22):6558-6563.