



**OPTIMASI EPOKSIDASI METIL ESTER ASAM  
LEMAK BERBASIS OLEIN SEBAGAI ADITIF  
PEMLASTIS CAT**

Skripsi

Disusun sebagai salah satu syarat  
Untuk memperoleh gelar Sarjana Sains  
Program Studi Kimia

Oleh

Irawati

4311414025

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG**

**2018**

## PERNYATAAN KEASLIAN

Saya menyatakan bahwa skripsi ini bebas plagiat, dan apabila di kemudian hari terbukti terdapat plagiat dalam skripsi ini, maka saya bersedia menerima sanksi sesuai ketentuan peraturan perundang-undangan

Semarang, 6 Juli 2018



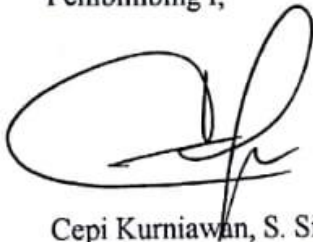
Irawati  
4311414025

## PERSETUJUAN PEMBIMBING

Skripsi ini telah disetujui oleh pembimbing untuk diajukan ke Sidang Panitia Skripsi Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang.

Semarang, 6 Juli 2018

Pembimbing I,



Cepi Kurniawan, S. Si., M. Si., Ph. D.

NIP. 198104112005011001

Pembimbing II,



Harjono, S. Pd., M. Si.

NIP. 197711162005011001

## PENGESAHAN

Skripsi yang berjudul

Optimasi Epoksidasi Metil Ester Asam Lemak Berbasis Olein sebagai  
Aditif Pemlastis Cat

Disusun oleh

Irawati

4311414025

Telah dipertahankan di hadapan Panitia Ujian Skripsi FMIPA UNNES pada  
tanggal 17 Juli 2018.

Panitia:



Ketua  
Prof. Dr. Zaenuri, S.E, M. Si, Akt.  
NIP. 196412231988031001

Ketua Penguji

Prof. Dr. Supartono, M. S.  
NIP. 195412281983031003

Anggota Penguji/  
Pembimbing Utama

Cepi Kurniawan, S. Si., M. Si., Ph. D.  
NIP. 198104112005011001

Sekretaris

Dr. Nanik Wijayati, M. Si.  
NIP. 196910231996032002

Anggota Penguji/  
Pembimbing Pendamping

Harjono, S. Pd., M. Si.  
NIP. 197741162005011001

## **MOTTO DAN PERSEMBAHAN**

### **MOTTO:**

1. Takdir itu urusan Allah, yang terpenting adalah kamu pernah berusaha keras dan berdoa.

(Sahmin Idris)

2. Menuntut ilmu itu seperti pergi ke tempat baru.

(Sahdi)

### **PERSEMBAHAN:**

Skripsi ini kupersembahkan untuk:

Adikku Muhammad Tomi Hartawan

Sahabat dan teman seperjuangan Kimia 2014

Almamater, Jurusan Kimia Universitas Negeri Semarang

Negara Indonesia

## PRAKATA

Puji syukur kepada Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat, karunia, dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Optimasi Epoksidasi *Fatty Acid Methyl Esters* (FAME) Berbasis *Palm Olein* sebagai Aditif Pemlastis Cat”. Selama menyusun skripsi ini, penulis telah banyak menerima bantuan dan dukungan berupa ilmu pengetahuan, moril, maupun materi baik secara langsung maupun tidak langsung dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terimakasih kepada:

1. Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang
2. Ketua Program Studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang
3. Cepi Kurniawan, Ph. D. sebagai Pembimbing I dan Harjono, M. Si. sebagai Pembimbing II yang senantiasa memberikan bimbingan, arahan, motivasi, dan ilmu dalam menyusun skripsi
4. Prof. Supartono, M. S. sebagai penguji yang telah memberikan masukan, ilmu, dan saran dalam menyusun skripsi
5. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia yang telah memberikan bekal ilmu selama kuliah dan menyusun skripsi
6. Kepala Laboratorium Kimia Universitas Negeri Semarang yang telah memberikan izin untuk melakukan penelitian di Laboratorium Kimia
7. Teknisi dan Laboran di Laboratorium Kimia yang telah memberikan izin dan membantu penulis dalam pelaksanaan penelitian di Laboratorium Kimia
8. Laboran di Laboratorium Teknik Kimia Universitas Negeri Semarang
9. Pak Amin Purnomo dan Pak Slamet S. yang telah membantu dan memberikan masukan selama pelaksanaan penelitian

10. Seluruh pihak yang telah membantu penulis dalam penyelesaian skripsi ini

Semoga skripsi ini dapat memberikan manfaat dan kontribusi dalam perkembangan ilmu pengetahuan.

Semarang, 6 Juli 2018

Penulis

## ABSTRAK

Irawati. 2017. *Optimasi Epoksidasi Fatty Acid Methyl Ester (FAME) Berbasis Palm Olein sebagai Aditif Pelmastis Cat*. Skripsi, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang. Pembimbing Cepi Kurniawan, Ph. D., Harjono, M. Si.

**Kata Kunci:** Epoksidasi, Oksiran, *Response Surface Methodology*

Pelmastis yang sering digunakan dalam polimer adalah DOP dan DBP, namun penggunaan kedua bahan ini telah mulai dilarang diberbagai Negara karena adanya potensi risiko terhadap kesehatan dan lingkungan. Salah satu bahan aman yang dapat digunakan sebagai pengganti DOP dan DBP adalah epoksi FAME. Penelitian yang dilakukan mengenai optimasi epoksidasi metil ester asam lemak (FAME) berbasis olein sebagai aditif pelmastis cat. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui hasil optimum senyawa epoksi yang telah disintesis berdasarkan parameter bilangan oksiran dan bilangan iod. Rancangan penelitian dibuat menggunakan *Response Surface Methodology* (RSM) untuk mengetahui variabel-variabel yang signifikan berpengaruh pada respon penelitian. Sintesis senyawa epoksi dilakukan menggunakan FAME, asam asetat, katalis Amberlit IR-120, asam peroksida 50%, dan pelarut toluen pada suhu 70 °C dan kecepatan pengadukan 100 rpm. Pada optimasi waktu 1, 3, dan 5 jam didapat waktu optimum sintesis pada 3 jam dengan nilai bilangan oksiran sebesar 4,17% dan bilangan iod sebesar 7,66%. Pada optimasi rasio dan penambahan katalis, didapat optimum sintesis pada rasio 1:2 dan penambahan katalis 3 gram dengan bilangan oksiran 4,26% dan bilangan iod sebesar 5,42%. Konversi sebesar 90% dan selektivitas sebesar 70%. Hasil karakterisasi menggunakan FT-IR dan GC-MS diketahui bahwa senyawa hasil sintesis mengandung senyawa epoksi. Analisis data menggunakan RSM menunjukkan korelasi yang tinggi antara variable bebas dengan respon berupa variable terikat sebesar 96%. Hasil uji ANOVA antara hasil oksiran prediksi dengan hasil oksiran aktual didapatkan *error* sebesar 0,09. Hasil analisis statistik menunjukkan data signifikan pada tingkat kepercayaan 95% dengan *lack of fit* sebesar 0,04.



## ABSTRACT

Irawati. 2017. Optimization Epoxidation of Fatty Acid Methyl Ester (FAME) Based on Palm Olein as Paint Additive Plasticizers. Skripsi, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang. Main Supervisor Cepi Kurniawan, Ph. D. and Supervising Companion Harjono, M. Si.

**Keywords:** Epoxidation, Oxirane, Response Surface Methodology

Plasticizers often used in polymers are DOP and DBP, but the use of these two ingredients has been banned in various countries due to potential health and environmental risks. One of the safer materials that can be used instead of DOP and DBP is EFAME. The research is about optimization epoxidation of fatty acid methyl ester (FAME) based on palm olein as paint additive plasticizers. The purpose of this study is to determine the optimum results of epoxy compounds that have been synthesized based on the parameter of the oxirane number and the iodine number. The design of experiment was made using Response Surface Methodology (RSM) to find out the variables that significantly influence the research response. The synthesis of the epoxy compound was carried out using FAME, acetic acid, Amberlit IR-120 catalyst, 50% peroxide acid, and toluene solvent at 70 °C and 100 rpm stirring rate. On optimization time of 1, 3, and 5 hours obtained optimum time of synthesis at 3 hours with oxiran number equal to 4.17% and iodine number equal to 7.66%. On optimization of ratio and addition of catalyst, optimum synthesis was obtained at 1:2 ratio and addition of 3 gram catalyst with oxirane number 4.26% and iodine number 5.42%. Conversion by 90% and selectivity by 70%. The results of characterization using FT-IR and GC-MS are known that the result of synthesis contains epoxy compound. Data analysis using RSM showed a high correlation between the independent variable with the response of the dependent variable of 96%. ANOVA test results between the results of predictive oxirane number with result of actual oxirane number obtained error of 0.09. The results of statistical analysis showed significant data at 95% confidence level with a lack of fit of 0.04.

## DAFTAR ISI

	Hal
HALAMAN JUDUL.....	i
PERNYATAAN KEASLIAN.....	ii
PERSETUJUAN PEMBIMBING.....	iii
PENGESAHAN .....	iv
MOTTO DAN PERSEMBAHAN .....	v
PRAKATA.....	vi
ABSTRAK .....	viii
ABSTRACT .....	ix
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR TABEL.....	xiii
DAFTAR GAMBAR .....	xiv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xv
BAB 1	
PENDAHULUAN .....	1
1.1 Latar belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	4
1.3 Tujuan.....	4
1.4 Manfaat.....	4
BAB 2	
TINJAUAN PUSTAKA .....	6
2.1 <i>Plastisizer</i> /Pemlastis.....	6
2.2 Minyak Sawit .....	7
2.3 <i>Epoxidized Fatty Acid Methyl Esters (EFAME)</i> .....	9

2.4 <i>Diocetyl Phthalate (DOP)</i> .....	13
2.5 <i>Respon Surface Methodology (RSM)</i> .....	15
2.6 <i>Nitrocellulose (NC) paint</i> .....	17
2.7 <i>Fourier Transform Infra Red (FT-IR)</i> .....	18
2.8 <i>Gas Chromathography-Mass Spectroscopy (GC-MS)</i> .....	19
<b>BAB 3</b>	
<b>METODE PENELITIAN</b> .....	22
3.1 Lokasi Penelitian .....	22
3.2 Variabel penelitian .....	22
3.2.1 Variabel bebas.....	22
3.2.2 Variabel Terikat .....	22
3.2.3 Variabel terkendali.....	22
3.3 Rancangan penelitian .....	22
3.3.1 Alat dan bahan .....	22
3.3.2 Prosedur penelitian .....	23
<b>BAB 4</b>	
<b>HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN</b> .....	27
4.1 Bahan baku FAME.....	27
4.1.1 Sifat fisik.....	27
4.1.2 FT-IR.....	28
4.1.3 GC-MS .....	29
4.2 Optimasi parameter reaksi pembentukan EFAME.....	32
4.2.1 Optimasi waktu reaksi.....	32
4.2.2 Optimasi rasio FAME:Asam asetat dan konsentrasi katalis .....	34
4.3 Karakterisasi Produk EFAME.....	38

4.3.1	Sifat fisik.....	38
4.3.2	FT-IR.....	39
4.3.3	GC-MS.....	41
4.4	Hasil Rancangan Percobaan RSM.....	44
4.5	Hasil analisis eksperimen RSM.....	47
4.6	Pembahasan.....	50
BAB 5		
PENUTUP.....		54
5.1	Simpulan.....	54
5.2	Saran.....	54
DAFTAR PUSTAKA.....		55
DAFTAR LAMPIRAN.....		59

## DAFTAR TABEL

Tabel 1. Kompatibilitas epoksi ester dengan beberapa polimer .....	6
Tabel 2. Karakteristik pemlastis epoksi .....	7
Tabel 3. Komposisi asam lemak minyak sawit .....	8
Tabel 4. Karakteristik FAME.....	13
Tabel 5. Karakteristik Dioctyl phthalate (DOP) .....	15
Tabel 6. Variable reaksi dan level CCD.....	23
Tabel 7. Kualitas FAME awal yang digunakan .....	27
Tabel 8. Daftar serapan FAME .....	29
Tabel 9. Hasil analisis spektrum massa kromatogram sampel FAME.....	31
Tabel 10. Hasil sintesis optimasi waktu reaksi EFAME.....	32
Tabel 11. Bilangan Oksiran terhadap rasio FAME:asam asetat 1:1 dan katalis ...	34
Tabel 12. Bilangan Oksiran terhadap rasio FAME:asam asetat 1:2 dan katalis ...	34
Tabel 13. Bilangan Oksiran terhadap rasio FAME:asam asetat 1:3 dan katalis ...	35
Tabel 14. Bilangan iod optimasi rasio FAME:asam asetat 1:1 dan katalis.....	36
Tabel 15. Bilangan iod optimasi rasio FAME:asam asetat 1:2 dan katalis.....	36
Tabel 16. Bilangan iod optimasi rasio FAME:asam asetat 1:3 dan katalis.....	37
Tabel 17. Kualitas pruduk EFAME.....	39
Tabel 18. Daftar serapan EFAME.....	40
Tabel 19. Hasil analisis spektrum massa kromatogram sampel EFAME .....	42
Tabel 20. Isotop dan kelimpahannya di alam.....	42
Tabel 21. Hasil rancangan penelitian menggunakan RSM .....	45
Tabel 22. Variabel reaksi dan level CCD.....	46
Tabel 23. Perbandingan hasil prediksi dengan hasil penelitian bilangan oksiran .	47
Tabel 24. Hasil analisis statistik RSM .....	49

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Struktur Oksiran .....	9
Gambar 2. Reaksi Epoksidasi .....	10
Gambar 3. Mekanisme epoksidasi .....	10
Gambar 4. Reaksi pengikatan iodin .....	11
Gambar 5. Reaksi pembukaan cincin oksiran oleh HBr .....	12
Gambar 6. Struktur (a) DOP; (b) DBP; (c) DINP; (d) DEHP; (e) DMEP .....	14
Gambar 7. Hasil FT-IR Linseed oil epoksi (LSOE) .....	19
Gambar 8. Rangkaian alat sintesis EFAME.....	24
Gambar 9. Hasil FT-IR FAME .....	28
Gambar 10. Kromatogram GC sampel bahan baku FAME .....	29
Gambar 11. Spektrum massa library Oktadekanoat.....	31
Gambar 12. Mekanisme umum reaksi epoksidasi .....	32
Gambar 13. Reaksi EFAME dengan asam asetat.....	33
Gambar 14. Reaksi pembukaan cincin oksiran .....	33
Gambar 15. Grafik Formula vs bilangan oksiran dan bilangan iod .....	37
Gambar 16. Perbandingan warna FAME dan EFAME.....	38
Gambar 17. Spektrum FT-IR hasil optimum sintesis senyawa EFAME .....	40
Gambar 18. Kromatogram GC sampel EFAME .....	41
Gambar 19. Reaksi epoksidasi senyawa hasil analisis GC-MS .....	43
Gambar 20. Mekanisme pola fragmentasi senyawa EFAME .....	43
Gambar 21. Spektrum massa data library Metil-9,10-epoksioktadekanoat .....	44
Gambar 22. Grafik nilai oksiran prediksi vs hasil penelitian.....	48
Gambar 23. Respon permukaan bilangan oksiran vs asam asetat dan Amberlit ..	49
Gambar 24. Kontour respon permukaan .....	49
Gambar 25. Hasil uji heteroskedastisitas .....	50

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Lampiran dokumentasi penelitian .....	59
Lampiran 2. Penentuan waktu optimum .....	62
Lampiran 3. Pembuatan EFAME .....	63
Lampiran 4. Lampiran uji bilangan oksiran .....	64
Lampiran 5. Lampiran uji bilangan iod.....	65
Lampiran 6. Komposisi formula .....	66
Lampiran 7. Pembuatan larutan .....	67
Lampiran 8. Lampiran perhitungan sintesis optimasi waktu EFAME.....	70
Lampiran 9. Perhitungan bilangan oksiran dan iod optimasi sintesis EFAME ....	73
Lampiran 10. Perhitungan sifat fisik FAME dan EFAME .....	80
Lampiran 11. Rancangan penelitian metode RSM menggunakan minitab 17.1 ...	82
Lampiran 12. Analisis hasil penelitian metode RSM menggunakan minitab 17.1	84
Lampiran 13. Hasil analisis menggunakan FT-IR .....	87
Lampiran 14. Hasil analisis menggunakan GC-MS.....	90





# BAB 1

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar belakang

*Plastisizer* atau pemlastis merupakan bahan tambahan atau zat aditif yang digunakan dalam pembuatan plastik dan ditambahkan ke dalam bahan polimer untuk meningkatkan kelunakan, kelenturan, dan pemanjangan polimer. Pemlastis pada umumnya diproduksi menggunakan bahan baku turunan minyak bumi dan turunan ester (Selviany, *et al.*, 2015). Pemlastis yang sering digunakan dalam polimer adalah *dioctyl phthalate* (DOP) dan *dibuthyl phthalate* (DBP) (Navaro, *et al.*, 2010). Sebagian besar pemlastis diaplikasikan pada produk *Poly Vinyl Chloride* (PVC) untuk meningkatkan fleksibilitas dan elastisitas (Wang, *et al.*, 2017). DOP dan DBP dibuat dari minyak bumi yang berasal dari fosil dan tidak dapat diperbaharui (Pan, *et al.*, 2011), selain itu penggunaan DOP dan DBP juga telah mulai dilarang diberbagai negara karena adanya potensi risiko terhadap kesehatan dan lingkungan salah satunya dapat mengakibatkan timbulnya sel kanker dari migrasi senyawa aromatik dalam jumlah besar (Xie, *et al.*, 2014). Namun kebutuhan akan pemlastis setiap tahun terus meningkat, untuk itu perlu adanya pengganti bahan DOP dan DBP yang lebih aman, salah satunya adalah menggunakan EFAME *plastisizer* dari minyak nabati.

Salah satu bahan terbarukan dan aman dijadikan pemlastis adalah *Epoxidized Vegetable Oil* (EVO) (Galli, *et al.*, 2014), atau *Epoxidized Fatty Acid Methyl Esters* (EFAME) yang diproduksi dari epoksidasi ikatan rangkap tak jenuh minyak nabati atau FAME dan dapat digunakan sebagai bioplastisizer (Shuangfei & Lisheng, 2011) yang bahkan dapat digunakan pada material yang kontak langsung dengan makanan (Wang, *et al.*, 2017). Senyawa epoksi sebagai produk komersial dapat diaplikasikan untuk beberapa kegunaan seperti pelentur, *stabilizer*, dan *coating* pada resin polimer, serta merupakan antioksidan pada pengolahan karet alam (Alamsyah, *et al.*, 2013). Senyawa epoksi juga dapat digunakan sebagai surfaktan dan agen anti korosif, aditif pada minyak pelumas (Adhvaryu & Erhan,

2002) dan bahan baku pestisida. FAME atau bio-diesel bersifat aman, terbarukan, tak beracun, dan biodegradabel (Sharma, *et al.*, 2007) di air (98% terdegradasi dalam beberapa minggu) (Vyas, *et al.*, 2010). Ada banyak sumber nabati yang dapat dijadikan bahan baku EFAME seperti minyak kelapa sawit (Alamsyah, *et al.*, 2013), minyak kedelai (Vyas, *et al.*, 2010), *sucrose of fatty acids* (SEFAs) (Pan, *et al.*, 2011), *cottonseed fatty acid* (Greenspan & Gall, 1953). Pemilihan bahan baku yang digunakan untuk proses epoksidasi harus memiliki *iodine value* (IV) yang tinggi, karena selama reaksi terjadi penurunan bilangan iod dengan berlanjut disebabkan oleh reaksi hidrasi alkena (Sinaga, 2007) menghasilkan senyawa epoksi.

Indonesia merupakan salah satu produsen kelapa sawit terbesar di dunia. Tercatat pada tahun 2016 total lahan kelapa sawit nasional seluas 12 juta hektar dan total produksi nasional 33 juta ton (Direktorat Jendral Perkebunan, 2016). Sebanding dengan hal tersebut produksi minyak kelapa sawit dari tahun ke tahun semakin meningkat. Minyak kelapa sawit sebagian besar diekspor dalam keadaan mentah, padahal minyak kelapa sawit ini dapat disintesis menjadi senyawa epoksi yang dapat digunakan sebagai pengganti plastisizer DOP dan DBP yang lebih aman (Alamsyah, *et al.*, 2013)

Sebagian besar produk pemlastis digunakan untuk PVC, namun hampir semua produk polimer membutuhkan pemlastis untuk menambah elastisitas dan *gloss*. Salah satu produk yang membutuhkan pemlastis adalah *nitrocellulose* (NC) *paint*. Cat NC biasa digunakan dalam *finishing* produk *furniture*. Cat NC dibuat dengan bahan utama resin *nitrocellulose*. Resin *cellulose* adalah resin yang dibuat dari *cellulose* (serat tanaman) yang dimasak dan diproses (diasamkan) dengan asam nitrat dan asam sulfat. *Nitrocellulose* resin ini bersifat keras dan *brittle* atau sangat mudah retak, Karena itu untuk membuat cat NC perlu ditambahkan pemlastis. Pemlastis yang biasa digunakan untuk cat NC biasanya adalah DOP dan DBP dimana kedua bahan ini memiliki sifat toksik sehingga harus diganti dengan bahan yang lebih aman.

*Respon Surface Methodologi* (RSM) adalah kumpulan teknik matematika yang menggambarkan hubungan antara beberapa variabel bebas dengan respon. RSM berguna untuk mengembangkan, meningkatkan, dan mengoptimalkan proses dimana suatu respon dipengaruhi oleh beberapa variabel dan tujuannya adalah untuk mengoptimalkan respon. Metode ini dikembangkan oleh Box dan Wilson (1951) dan sejak itu telah banyak digunakan sebagai teknik untuk merancang eksperimen. Metode RSM didasarkan pada model matematika (fungsi linear, polinom persegi dan lainnya) untuk hasil eksperimen yang dihasilkan dari eksperimen yang dirancang dan verifikasi model yang diperoleh dengan menggunakan teknik statistik. Desain eksperimen (DOE) adalah alat fundamental di bidang *engineering*. Teknik ini dapat digunakan terutama untuk meningkatkan efisiensi proses. Ide dasar DOE adalah melakukan diversifikasi semua parameter yang signifikan secara bersamaan melalui serangkaian eksperimen yang dirancang dan kemudian menggabungkan hasil melalui model matematika. Setelah itu, model ini dapat secara bertahap digunakan untuk pengoptimalan, prediksi, atau interpretasi. Teknik ini mengarah pada peningkatan kinerja proses, mengurangi jumlah variabel dalam proses dengan mempertimbangkan hanya sebagian besar faktor yang signifikan, dan juga untuk mengurangi biaya dan waktu penelitian (Montgomery & Runger, 2003) (Ghorbani, *et al.*, 2008).

Optimasi menggunakan RSM dapat dilakukan melalui enam tahap yaitu (1) pemilihan variabel independen dan respon yang mungkin, (2) pemilihan desain eksperimen, (3) pelaksanaan eksperimen dan memperoleh hasil, (4) mencocokkan persamaan model dengan data eksperimen, (5) memperoleh grafik respon dan verifikasi model (ANOVA), (6) penentuan kondisi optimal (Witek-Krowiak, *et al.*, 2014). Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui kondisi optimum sintesis senyawa epoksi dengan cara mengoptimasi konsentrasi katalis, waktu sintesis, dan rasio FAME:asam asetat menggunakan *response surface methodology* (RSM) untuk membuat desain penelitian dan menganalisis hasil sehingga didapatkan kondisi optimum sintesis senyawa epoksi yang dapat digunakan sebagai plastisizer.

## 1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian pada latar belakang, maka rumusan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Bagaimana pengaruh konsentrasi katalis, waktu dan rasio FAME:asam asetat terhadap bilangan oksiran dan bilangan iod EFAME dari *palm oil* yang dioptimasi menggunakan RSM?
2. Bagaimana kualitas dan kuantitas EFAME yang disintesis menggunakan parameter optimum dari RSM?

## 1.3 Tujuan

Tujuan yang ingin dicapai pada penelitian ini antara lain

1. Mengetahui pengaruh konsentrasi katalis, waktu dan rasio FAME:asam asetat terhadap bilangan oksiran dan bilangan iod EFAME dari *palm oil* yang dioptimasi menggunakan RSM
2. Mengetahui kualitas EFAME yang disintesis menggunakan parameter optimum dari RSM

## 1.4 Manfaat

Kontribusi penelitian yang ingin dicapai pada penelitian ini adalah

1. Bagi pengembangan IPTEKS
  - a. Memberi informasi mengenai kondisi optimum konsentrasi katalis, waktu dan rasio FAME:asam asetat terhadap bilangan oksiran dan bilangan iod EFAME dari *palm oil* yang dioptimasi menggunakan RSM
  - b. Memberi informasi mengenai kualitas EFAME yang disintesis menggunakan parameter optimum dari RSM
2. Bagi Masyarakat
  - a. Memberi alternatif pemlastis pengganti DOP dan DBP
  - b. Mendorong masyarakat untuk lebih memanfaatkan minyak kelapa sawit

3. Bagi peneliti lain
  - a. Mendorong peneliti lain untuk meneliti plastisizer dari bahan terbarukan lainnya
  - b. Mendorong peneliti lain untuk meneliti metode sintesis EFAME yang lebih efisien

## BAB 2

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 *Plastisizer/Pemlastis*

Pemlastis merupakan salah satu zat aditif yang lazim digunakan pada plastik untuk meningkatkan kelunakan dan kelenturannya. Senyawa ini memberikan kelenturan dan daya tahan yang diinginkan pada polimer plastik yang bersifat keras seperti PVC. Prinsip kerja pemlastis ialah mengisi ruang antar rantai polimer dan menurunkan suhu transisi kaca atau *Transition glass (Tg)* sehingga dapat mengubah sifat plastik dari keras, getas, dan rapuh menjadi lembut, lentur dan tahan lama.

Hal utama yang harus dipertimbangkan dalam pemilihan pemlastis adalah kompatibilitas. Kompatibilitas berkaitan dengan kemampuan pemlastis untuk berikatan dengan polimer, dan dapat diperbaiki dengan meningkatkan kandungan epoksida dalam suatu senyawa. Mutu bahan baku dapat memengaruhi rendemen epoksida yang diperoleh dan sifat senyawa epoksi yang digunakan sebagai pemlastis (Kirk & Othmer, 1982).

Tabel 1. Kompatibilitas epoksi ester dengan beberapa polimer

Resin	Rasio resin dengan plastisizer	Kompatibilitas
<i>Polyvinyl chloride</i>	2:1	Sangat baik
<i>Nitrocellulose</i>	2:1	Baik
<i>Cellulose acetate</i>	3:1	Buruk
<i>Ethylcellulose</i>	3:1	Sangat baik
<i>Polystyrene</i>	3:1	Baik
<i>Methyl methacrylate</i>	4:1	Baik

(Greenspan & Gall, 1953).

Tabel 1 merupakan hasil uji kompatibilitas dari pemlastis epoksi dengan resin. Penelitian Greenspan dan Gall (1953) menunjukkan bahwa pemlastis epoksi memiliki kompatibilitas atau kemampuan berikatan yang sangat baik dengan resin Polivinil klorida (2:1) dan Etilselulosa (3:1). Resin Nitroselulosa (2:1), Poliester (3:1), dan Metil metakrilat (4:1) memiliki kompatibilas yang baik, sedangkan dengan selulosa asetat (3:1) pemlastis epoksi memiliki kompatibilitas yang buruk.

Oleokimia yang difungsionalisasi dengan gugus epoksi dapat digunakan sebagai pemlastis dan penstabil dalam material plastik, khususnya untuk PVC dan kopolimernya. Pemlastis menjaga supaya plastik dan karet tetap lembut, serta memberikan stabilitas terhadap cahaya dan panas yang baik.

Tabel 2. Karakteristik pemlastis epoksi

Karakteristik pemlastis	Nilai
Titik Beku, °C	0 – (-22)
Titik didih, °C	260
Viskositas 20°C, poise	0,2 – 8,8
Specific gravity, 20°C	0,927 – 1,04
Bilangan oksiran, wt%	3,5 – 9

(Selviany, *et al.*, 2015).

Karakteristik pemlastis epoksi yang baik berdasarkan penelitian Selviany (2015) adalah yang memiliki sifat fisik diantaranya titik beku sampai -22 °C dan titik didih 260 °C, viskositas pada 20 °C sebesar 0,2 – 8,8 poise, massa jenis pada 20 °C sebesar 0,927 – 1,04 gr/mL dan bilangan oksiran bernilai dari 3,5% - 9%.

## 2.2 Minyak Sawit

Komposisi asam lemak minyak sawit agak bervariasi dan tergantung pada varietas, daerah asal, umur buah maupun posisi buah pada tandan. Selain dipengaruhi oleh faktor-faktor di atas, penanganan pada saat pasca panen dan proses pengolahan juga mempengaruhi komposisi minyak sawit. Sedangkan untuk minyak goreng, komposisi asam lemaknya didominasi oleh asam lemak tidak jenuh karena minyak goreng merupakan produk minyak sawit yang sudah dipisahkan asam lemak jenuhnya dan dikenal sebagai olein.

Minyak sawit sebagai senyawa berikatan rangkap dapat mengalami reaksi hidrogenasi membentuk lemak jenuh, diadisi dengan halogen menghasilkan gugus halogenida, diepoksidasi menghasilkan epoksida, dihidrasi menghasilkan gugus alkohol sekunder, dioksidasi menjadi senyawa-senyawa diketo, dihidroksi, aldehid, mengalami dimerisasi dan metatesis. Reaksi-reaksi ikatan rangkap ini dapat berlangsung baik pada trigliserida, asam-asam lemak, maupun metil esternya.

Tabel 3. Komposisi asam lemak minyak sawit

Komponen	Kisaran	Rata-rata
<b>Asam lemak jenuh</b>		
As. Laurat	12 :0	0,0-0,2
As. Miristat	14 :0	0,8-1,3
As. Palmitat	16 :0	43,1-46,3
As. Stearat	18 :0	4,0-5,5
As. Arachidat	20 :0	0,1-0,4
<b>Asam lemak tidak jenuh</b>		
As. Palmitoleat	16 :1	0,0-0,3
As. Oleat	18 :1	36,7-40,8
As. Linoleat	18 :2	9,4-11,9
As. Linolenat	18 :3	0,1-0,4

(Frank, 2002)

Tabel 3 menunjukkan asam lemak yang terkandung dalam minyak sawit. Dari tabel, dapat dilihat bahwa kandungan asam lemak minyak sawit terdiri dari dua jenis asam lemak yaitu asam lemak jenuh dan asam lemak tak jenuh. Kandungan asam lemak jenuh minyak sawit sebagian besar adalah asam palmitat (44,3%). Asam lemak tak jenuh minyak sawit dengan komposisi terbanyak adalah asam oleat (38,7%).

Potensi minyak sawit bagi sintesis kimia terutama berkaitan dengan sifatnya sebagai ester dan olefin. Sebagai ester, minyak sawit dapat disaponifikasi untuk menghasilkan sabun dan gliserol, dihidrolisa menghasilkan gliserol dan asam lemak. Dengan alkohol, minyak sawit mengalami reaksi alkoholisis. Salah satu contoh pengimplementasian alkoholisis yang terus berkembang adalah metanolisis yang menghasilkan metil ester (biodiesel) dan gliserol. Minyak sawit dapat direaksikan dengan asam lemak sehingga mengalami pertukaran asam lemak (*asidolisis*), serta dapat mengalami pertukaran ester (*ester-ester interchange*) dengan ester lain. Sebagai tambahan, semua senyawa turunan dapat mengalami reaksi-reaksi yang sesuai dengan gugus fungsi yang dimilikinya. Jadi gliserol dapat mengalami reaksi-reaksi alkohol, asam-asam lemak dapat mengalami reaksi saponifikasi dan reaksi-reaksi asam-basa.



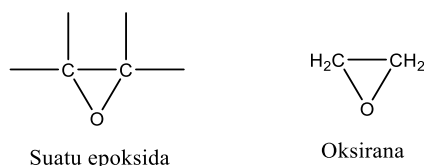
### 2.3 Epoxidized Fatty Acid Methyl Esters (EFAME)

Epoksida atau oksiran merupakan eter siklik yang beranggotakan tiga buah atom. Keregangan cincin dalam molekul membuatnya lebih reaktif dibandingkan dengan eter lainnya. Reaksi epoksida penting dalam sintesis organik, karena epoksida yang terbentuk merupakan zat antara yang dapat diubah menjadi beraneka ragam produk (Solomons, 1980). Epoksidasi dengan menggunakan hidrogen peroksida dan sejumlah katalis bersifat tidak toksik, sehingga berpotensi untuk dikembangkan ke skala industri (Lane & Burgess, 2002). Pada dasarnya ada empat teknologi untuk menghasilkan epoksida dari alkena, yaitu:

1. epoksidasi dengan asam perkarboksilat,
2. epoksidasi dengan peroksida organik dan anorganik,
3. epoksidasi dengan halohidrin, dan
4. epoksidasi dengan molekul oksigen

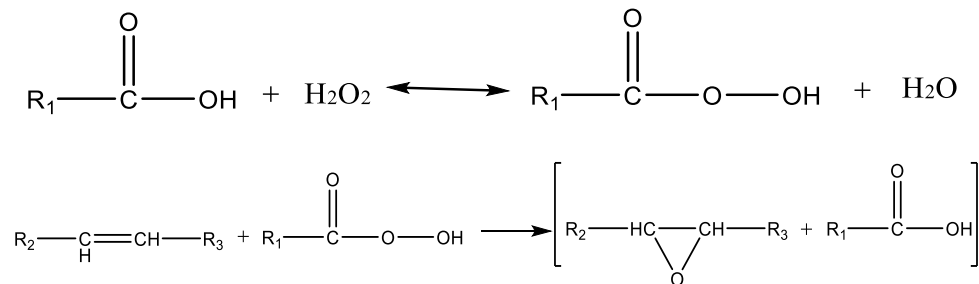
Metode pertama dan kedua lebih bersih dan efisien. Sementara pada metode ketiga, penggunaan halohidrin sangat berbahaya terhadap lingkungan dan membutuhkan perlakuan khusus. Akhirnya pada metode keempat, molekul oksigen memiliki selektivitas dan aktivitas yang bergantung pada katalis yang mengandung unsur dari golongan IV–VIB Ti/SiO<sub>2</sub> (Kale, *et al.*, 2017), menghasilkan selektivitas yang tinggi, tetapi prosesnya lama, sedangkan untuk katalis yang mengandung unsur dari golongan I, VII, dan VIII B (salah satunya Ni), proses epoksidasi berlangsung dengan cepat, tetapi dengan selektivitas yang rendah (Rios, 2003).

Dalam tata nama IUPAC, epoksida disebut oksiran. Epoksida paling sederhana memiliki nama umum etilena oksida.



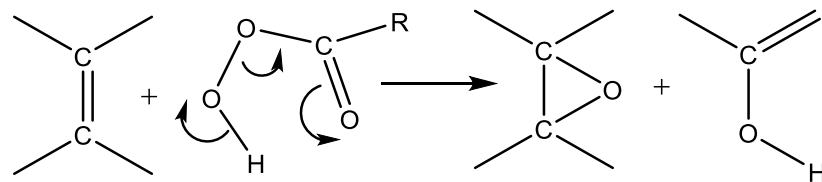
Gambar 1. Struktur Oksiran

Metode yang paling umum digunakan untuk mensintesis epoksida adalah reaksi dari suatu alkena dengan suatu asam peroksi organik, yaitu suatu proses yang disebut epoksidasi.



Gambar 2. Reaksi Epoksidasi (Kale, *et al.*, 2017) dan (Scala & Wool, 2002)

Dalam reaksi ini, asam peroksi memberikan suatu atom oksigen kepada alkena. Mekanismenya seperti pada Gambar 3.



Gambar 3. Mekanisme epoksidasi

Untuk membentuk suatu cincin dengan tiga anggota, atom oksigen harus mengadisi kedua atom karbon dari ikatan rangkap pada sisi yang sama. Asam peroksi yang paling umum digunakan adalah asam peroksiasetat dan asam peroksibenzoat.

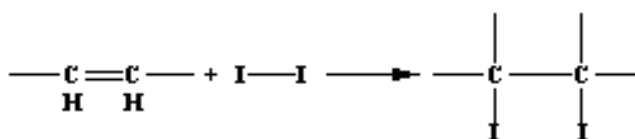
Reaksi epoksidasi adalah reaksi pembentukan atau sintesis senyawa epoksi dengan mereaksikan suatu alkena dan suatu asam peroksi. Pada reaksi ini terjadi adisi dan oksidasi (pemasukan) atom O dari asam peroksiasetat pada karbon alkena yang berikatan rangkap sehingga terbentuk cincin oksiran (eter siklik). Atom O yang mengadisi ikatan rangkap alkena adalah atom O yang mengikat H (atom O yang terjauh dari C). Reaksi ini juga bersifat stereospesifik dan atom O dari asam peroksiasetat masuk dari arah yang sama (adisi *syn*).

Laju epoksidasi dipengaruhi oleh kecepatan pembentukan asam peroksi asetat, asam peroksiasetat yang terbentuk akan bereaksi dengan asam lemak metil ester (FAME) menghasilkan senyawa epoksi. Asam peroksiasetat diperlukan untuk menghantarkan oksigen aktif dari fase air ke fase minyak. Peningkatan konsentrasi asam asetat sampai dengan nilai tertentu dapat meningkatkan transfer oksigen

sehingga dapat meningkatkan epoksi yang terbentuk. Apabila kesetimbangan reaksi pembentukan asam peroksiasetat bergeser menjadi asam asetat dan asam peroksida kembali, maka pembentukan senyawa epoksi sebagai produk reaksi dari asam peroksi asetat dan FAME menjadi rendah.

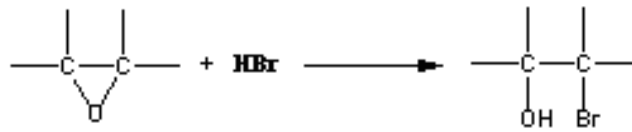
Suhu yang dipilih dalam mensintesis senyawa epoksi adalah 70°C (Alamsyah, *et al.*, 2013). Pada reaksi epoksidasi, reaksi yang terjadi merupakan reaksi eksotermis, pemilihan suhu yang tepat untuk reaksi proses diperlukan karena suhu merupakan salah satu akselator terjadinya reaksi epoksidasi. Suhu yang rendah akan meminimalkan kerusakan katalis yang digunakan, tetapi akan memperpanjang waktu reaksi dan menurunkan efisiensi epoksidasi, sedangkan pada suhu tinggi, konversi ikatan rangkap menjadi senyawa epoksi akan lebih mudah terjadi, namun rentan akan reaksi samping, sehingga ikatan rangkap asam lemak metil ester tidak terkonversi seluruhnya menjadi epoksi. Penambahan NaHCO<sub>3</sub> pada hasil sintesis untuk mengikat air (Ariatmi, *et al.*, 2010), kemudian dilakukan proses *washing* untuk menghilangkan larutan sampai didapatkan pH netral dengan indikator universal.

Keberhasilan reaksi epoksidasi dievaluasi melalui penentuan bilangan iod dan bilangan oksiran. Bilangan iod merupakan ukuran ketidakjenuhan atau banyaknya ikatan rangkap pada asam lemak. Ikatan rangkap tersebut akan bereaksi dengan iodin, maka asam lemak yang sangat jenuh akan mengikat lebih banyak iodin. Reaksi adisi iodin ditunjukkan oleh Gambar 4.



Gambar 4. Reaksi pengikatan iodin

Bilangan oksiran didefinisikan sebagai banyaknya HBr yang dibutuhkan untuk membuka cincin oksiran. Pada penentuan bilangan oksiran, cincin oksiran akan bereaksi dengan HBr sehingga membuka dan kandungan oksigen oksiran dapat dihitung. Reaksi pembukaan cincin oksiran ditunjukkan oleh Gambar 5.



Gambar 5. Reaksi pembukaan cincin oksiran oleh HBr

Pada umumnya, epoksidasi minyak menggunakan hidrogen peroksida sebagai pereaksi. Sifat hidrogen peroksida sebagai oksidator tidak cukup kuat sehingga ditransformasi ke bentuk yang lebih aktif (asam peroksi) (Campanella & Baltanas, 2005). Asam peroksi yang dibentuk dari reaksi hidrogen peroksida dengan asam alifatis rendah (asam formiat dan asam asetat) merupakan bentuk yang reaktif (Derawi, *et al.*, 2014). Asam peroksi dapat bereaksi sangat cepat dengan senyawa tidak jenuh. Sifat asam formiat yang kuat dapat juga membuka cincin oksiran untuk menghasilkan senyawa turunan hidroksi-formoksi. Dengan adanya air akan terbentuk senyawa dihidroksil dan asam formiat. Untuk mencegah reaksi eksotermis yang tidak terkendali dan untuk mengoptimalkan epoksidasi, larutan peroksida ditambahkan secara bertahap dengan adanya pengadukan, dan mempertahankan suhu reaksi.

Ketika angka iod substrat telah berkurang sampai ke titik yang diinginkan, reaksi terhenti dan substrat terepoksidasi dipisahkan dari larutan. Karena epoksidasi merupakan reaksi yang reversibel dan terdapat kemungkinan munculnya reaksi samping, epoksidasi diusahakan untuk terjadi pada temperatur yang rendah dan waktu yang singkat (Kirk & Othmer, 1982). Ester terepoksidasi mempunyai densitas yang lebih tinggi dan volatilitas yang lebih rendah serta lebih tahan terhadap oksidasi. Epoksidasi meningkatkan stabilitas oksidatif termal dan mengurangi laju peningkatan angka asam (Gan, *et al.*, 1995). Suhu reaksi epoksidasi lebih sering diatur pada 30 dan 140°C. Reaksi epoksidasi dapat dilakukan secara batch, semi-kontinyu, atau kontinyu (Escrig & Martin, 2000).

Tabel 4. Karakteristik FAME

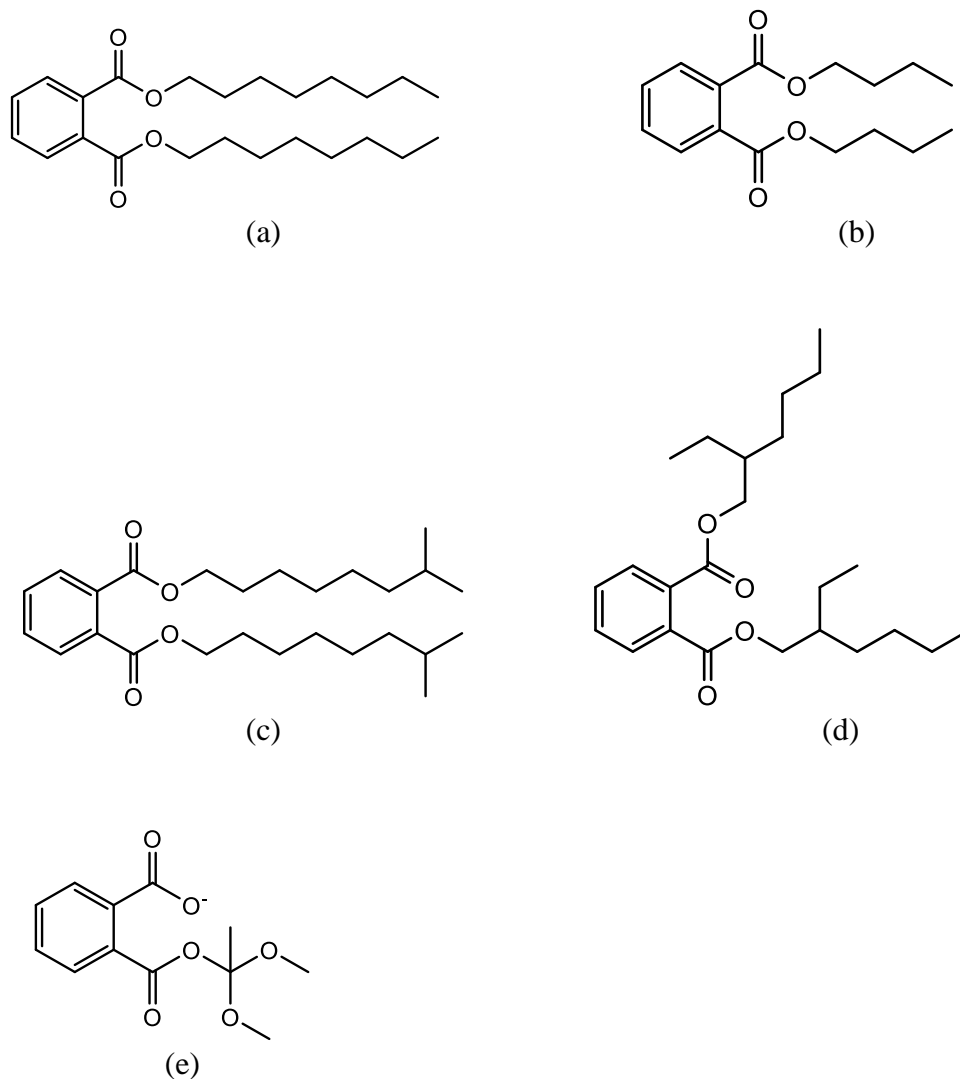
<b>Karakteristik <i>Fatty Acid Methyl Ester</i> (FAME)</b>	
<b>Rumus Molekul</b>	C <sub>19</sub> H <sub>37</sub> O <sub>2</sub>
<b>Berat Molekul, g/mol</b>	285,2
<b>Titik Lebur, °C</b>	40,15
<b>Titik Didih, °C</b>	212,15
<b>Wujud</b>	Cair pada suhu kamar
<b>Density, kg/m<sup>3</sup></b>	874
<b>Δ H<sub>f(298)</sub>, kJ/Kmol</b>	-665,253
<b>T<sub>kritis</sub>, °C</b>	577
<b>P<sub>kritis</sub>, atm</b>	65,69

(Hysis, 2011)

Tabel 4 menunjukkan karakteristik FAME berdasarkan hasil yang dilaporkan oleh Hysis (2011). Data karakteristik FAME tersebut diantaranya adalah rumus molekul (C<sub>19</sub>H<sub>37</sub>O<sub>2</sub>) dan wujud FAME (cair), berat molekul 285,2 g/mol, titik lebur dan titik didih berturut-turut 40,15°C dan 212,15°C. FAME memiliki densitas sebesar 874 kg/m<sup>3</sup>, suhu kritis dan tekanan kritis berturut-turut 577°C dan 65,69 atm.

## 2.4 Diocetyl Phthalate (DOP)

Senyawa turunan ftalat adalah salah satu pemlastis umum yang ditambahkan ke dalam produk poli(vinil klorida) (PVC) untuk memberikan kelenturan dan sifat tahan lama. Jenis ftalat yang biasanya digunakan ialah dibutil ftalat (DBP), dimetoksietil ftalat (DMEP), di-(2-etilheksil) ftalat (DEHP), dioktil ftalat (DOP), dan diisononil ftalat (DINP) yang kesemuanya berbahan dasar minyak bumi (Shah, *et al.*, 2003). Pemlastis jenis ftalat dapat berpindah ke permukaan plastik, kemudian menguap atau lepas ke lingkungan sehingga dalam waktu lama plastik menjadi rapuh. Pelepasan ftalat menyebabkan melimpahnya polutan tersebut di lingkungan. Menurut *EPA's Toxic Release Inventory*, senyawa ftalat tergolong toksik. Bahkan mulai tahun 2006, Uni Eropa telah mengeluarkan larangan penggunaan pemlastis jenis ester ftalat (Tullo, 2005).



Gambar 6. Struktur (a) *DOP*; (b) *DBP*; (c) *DINP*; (d) *DEHP*; (e) *DMEP*

Salah satu produk industri yang dibutuhkan saat ini adalah *dioctyl phthalate* (*DOP*) yang merupakan suatu senyawa yang banyak digunakan sebagai bahan pembantu dalam industri bahan-bahan plastik (*plasticizer*). *Plasticizer* juga digunakan dalam industri kulit imitasi, kabel, sol sepatu dan lain sebagainya. *DOP* berbentuk cair dengan rumus molekul  $C_{24}H_{38}O_4$  serta berat molekul 390,563 gr/mol. Titik didih dari *DOP* adalah  $384^{\circ}C$  dan densitas 0,98 gr/mL pada suhu  $25^{\circ}C$ . Karakteristik umum dari *DOP* disajikan pada Tabel 5.

Tabel 5. Karakteristik *Diocetyl phthalate* (DOP)

Sifat fisik DOP :	
Bentuk	Cairan
Rumus molekul	$C_{24}H_{38}O_4$
Berat molekul, gr/mol	390,563
Titik didih, °C	384
Temperatur kritis, °C	532,85
Tekanan kritis, atm	11,65
Densitas pada suhu 25 °C, g/ml	0,98
Sifat kimia DOP	
Stabil terhadap panas, sehingga <i>plastisizer</i> ini jika digabungkan dengan PVC maka dapat menghambat degradasi selama proses.	

## 2.5 Respon Surface Methodology (RSM)

Secara umum, tujuan suatu eksperimen adalah untuk memperoleh keterangan tentang bagaimana respon yang diberikan oleh suatu obyek pada berbagai keadaan tertentu yang ingin diperhatikan. Keadaan tertentu biasanya merupakan sesuatu yang sengaja diciptakan atau ditimbulkan, baik melalui pemberian perlakuan atau pengaturan keadaan lingkungan. Meskipun pemberian perlakuan telah ditentukan dan keadaan lingkungan telah diatur dengan cermat, penelaahan mengenai respon tidak akan luput dari gangguan keragaman alami yang ada pada setiap obyek serta pengaruh berbagai faktor yang memang tidak dapat dibuat persis sama bagi setiap obyek dalam eksperimen. Dalam hal ini metode analisis varian dapat membantu peneliti untuk memisah dan mengusut apa saja yang menimbulkan keragaman respon, yaitu berapa bagian yang disebabkan oleh perlakuan, berapa bagian yang disebabkan oleh lingkungan dan berapa bagian yang ditimbulkan oleh berbagai pengaruh yang tidak dapat dianalisis dengan jelas (Gaspers, 1994).

Perancangan eksperimen statistika merupakan suatu proses perencanaan eksperimen untuk memperoleh data yang tepat sehingga dapat dianalisa dengan metode statistik serta kesimpulan yang diperoleh dapat bersifat obyektif dan valid. Salah satu metoda perancangan eksperimen yang digunakan untuk mengetahui kondisi optimal adalah Metode *Response Surface*. Metode ini menggabungkan

teknik matematika dengan teknik statistika yang digunakan untuk membuat dan menganalisa suatu respon  $Y$  yang dipengaruhi oleh beberapa variabel bebas atau faktor  $X$  guna mengoptimalkan respon tersebut. Hubungan antara respon  $Y$  dan variabel bebas dapat dirumuskan sebagai:

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_k) + \varepsilon$$

keterangan:  $Y$  adalah variabel respon;  $X_i$  adalah variabel bebas/ faktor ( $i = 1, 2, 3, \dots, k$ ); dan  $\varepsilon$  adalah error

Langkah pertama dari RSM adalah menemukan hubungan antara respon  $y$  dan faktor  $x$  melalui persamaan polinomial orde pertama dan digunakan model regresi linear, atau yang lebih dikenal dengan *first-order model* (model orde I):

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i X_i$$

Rancangan eksperimen orde I yang sesuai untuk tahap penyaring faktor adalah rancangan faktorial  $2^k$  (*Two Level Factorial Design*).

Selanjutnya untuk model orde II, biasanya terdapat kelengkungan dan digunakan model polinomial orde kedua yang fungsinya kuadratik:

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i X_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} X_i^2 + \sum_{i < j} \beta_{ij} X_i X_j + \varepsilon$$

Rancangan eksperimen orde II yang digunakan adalah rancangan factorial  $3^k$  (*Three Level Factorial Design*), yang sesuai untuk masalah optimasi. Kemudian dari model orde II ditentukan titik stasioner, karakteristik permukaan respon dan model optimasinya (Rahardjo, 2002).

Dalam penelitian, untuk memahami seberapa jauh suatu proses yang optimum dipengaruhi oleh sejumlah variabel, sering diperlukan data-data percobaan dalam jumlah besar dan membutuhkan waktu lama, yang secara otomatis juga akan memerlukan biaya dalam jumlah yang besar. Beberapa teknik statistika dan matematika sering dipakai untuk melakukan pendekatan guna memperoleh pemahaman terhadap kondisi optimum dari suatu proses, tanpa memerlukan data



yang terlampau banyak. Diantara metode yang sering dipakai adalah metode permukaan respon.

Metode permukaan respon (*response surface methodology*) merupakan sekumpulan teknik matematika dan statistika yang berguna untuk menganalisis permasalahan dimana beberapa variabel independen mempengaruhi variabel respon dan tujuan akhirnya adalah untuk mengoptimalkan respon (Irawan & Astuti, 2006). Ide dasar metode ini adalah memanfaatkan desain eksperimen berbantuan statistika untuk mencari nilai optimal dari suatu respon. Metode ini pertama kali diajukan sejak tahun 1951 dan sampai saat ini telah banyak dimanfaatkan baik dalam dunia penelitian maupun aplikasi industri. Misalnya, dengan menyusun suatu model matematika, peneliti dapat mengetahui nilai variabel-variabel independen yang menyebabkan nilai variabel respon menjadi optimal.

## **2.6 Nitrocellulose (NC) paint**

Cat NC dibuat dengan bahan utama resin *nitrocellulose*. Resin *nitrocellulose* adalah resin yang dibuat dari *cellulose* (serat tanaman) yang dimasak dan diproses (diasamkan) dengan asam nitrat dan asam sulfat. *Nitrocellulose* resin ini bersifat keras dan *brittle* (sangat mudah retak), karena itu untuk membentuk cat NC (*nitrocellulose lacquer*) perlu ditambahkan beberapa bahan lain seperti: *plasticizer*, *hard resin* dan beberapa bahan aditif lainnya. Campuran resin dan aditif ini kemudian dilarutkan dalam suatu *thinner* supaya dapat diaplikasikan dan menghasilkan lapisan finishing yang halus.

Cat *Nitrocellulose*, atau *NC lacquer* merupakan salah satu cat yang sangat populer pada industri furniture *finishing*. Cat jenis ini dengan cepat dipakai untuk menggantikan proses finishing dengan bahan finishing tradisional seperti *shellac*, *oil* atau *varnish*. Cat NC dengan aplikasi *spray* bisa menghasilkan semua warna yang dibuat dengan *shellac* dengan waktu yang jauh lebih cepat dan kontrol yang lebih baik.

Cat NC ini memiliki beberapa kelebihan antara lain: dapat kering dengan cepat, mudah ditangani dan menghasilkan penampilan yang sangat bagus. Berbagai macam warna dan penampilan finishing dapat dihasilkan dengan proses yang lebih

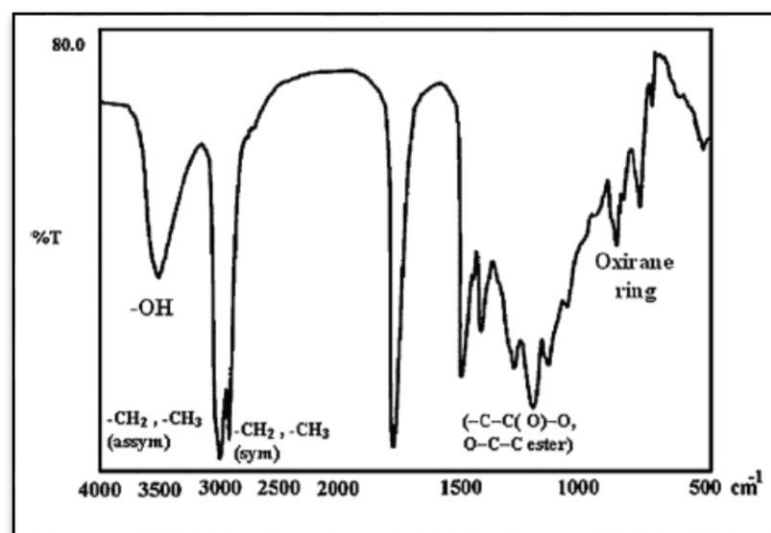
cepat, mudah dan dengan kualitas hasil yang sangat baik. Cat NC ini juga bisa digunakan dengan dikombinasikan dengan jenis cat yang lain seperti *PU*, *melamine*, *UV coating*, *shellac*, *waterbased paint* atau bahkan cat tembok atau untuk menghasilkan warna *finishing* yang diinginkan. Karena penggunaannya yang sangat luas, maka cat NC ini memiliki range warna yang sangat luas. Hampir semua warna dapat dihasilkan dengan bahan ini. Cat ini juga banyak dikembangkan dengan berbagai macam efek khusus seperti *efek crackle* (pecah seribu), *veiling lacquer* (efek seperti rumah laba-laba), efek finishing kotor, antik, dan sebagainya.

## **2.7 Fourier Transform Infra Red (FT-IR)**

FT-IR merupakan salah satu instrumen yang menggunakan prinsip spektroskopi. Spektroskopi adalah spektroskopi inframerah yang dilengkapi dengan transformasi fourier untuk deteksi dan analisis hasil spektrumnya. Spektroskopi inframerah berguna untuk identifikasi senyawa organik karena spektrumnya yang sangat kompleks yang terdiri dari banyak puncak-puncak. Selain itu, masing-masing kelompok fungsional menyerap sinar inframerah pada frekuensi yang unik.

Atom-atom dalam suatu molekul tidak diam melainkan bervibrasi. Bila radiasi infra merah yang kisaran energinya sesuai dengan frekuensi vibrasi rentangan (*stretching*) dan vibrasi bengkakan (*bending*) dari ikatan kovalen dalam kebanyakan molekul dilewatkan dalam suatu cuplikan, maka molekul-molekul akan menyerap energi tersebut dan terjadi transisi diantara tingkat energi vibrasi dasar dan tingkat vibrasi tereksitasi. Namun demikian tidak semua ikatan dalam molekul dapat menyerap energi infra merah meskipun mempunyai frekuensi radiasi sesuai dengan gerakan ikatan. Hanya ikatan yang mempunyai momen dipol dapat menyerap radiasi infra merah. Umumnya daerah radiasi infra merah (IR) terbagi dalam daerah IR dekat ( $14290\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$ ), IR jauh ( $700\text{-}200\text{ cm}^{-1}$ ) dan IR tengah ( $4000\text{-}666\text{ cm}^{-1}$ ). Daerah yang paling banyak digunakan untuk keperluan penyidikan terbatas pada daerah IR tengah. Hukum Hooke dapat memperkirakan daerah dimana vibrasi terjadi.

*Spectroscopy* FT-IR menggunakan sistem optik dengan laser yang berfungsi sebagai sumber radiasi yang kemudian diinterferensikan oleh radiasi inframerah agar sinyal radiasi yang diterima oleh detektor memiliki kualitas yang baik dan bersifat utuh. Prinsip kerja FT-IR berupa *infrared* yang melewati celah pada sampel, dimana celah tersebut berfungsi mengontrol jumlah energi yang disampaikan kepada sampel. Kemudian beberapa *infrared* diserap oleh sampel dan yang lainnya ditransmisikan melalui permukaan sampel sehingga sinar *infrared* lolos ke detektor dan sinyal yang terukur kemudian dikirim ke komputer. Prinsip kerja spektroskopi FT-IR adalah adanya interaksi energi dengan materi.



Gambar 7. Hasil FT-IR *Linseed oil epoksi* (LSOE) (Shah & Ahmad, 2012)

Dari spektrum pada Gambar 7 dapat diketahui sampel mengandung gugus epoksi, hal ini ditunjukkan oleh adanya serapan spesifik di daerah bilangan gelombang  $1236\text{-}1232\text{ cm}^{-1}$  dan  $960\text{-}837\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya vibrasi ulur C – O dan vibrasi ulur C – C dalam epoksi.

## 2.8 Gas Chromathography-Mass Spectroscopy (GC-MS)

GC-MS merupakan gabungan dari dua instrument analisis, yaitu kromatografi gas dan spektrofotometri massa sehingga menjadi sebuah instrument yang sangat efektif untuk analisis (Baugh, 1993). Spektrofotometer massa merupakan detector universal sehingga GC-MS dapat digunakan untuk menganalisis berbagai jenis senyawa dan menjadikan perangkat analisis ini menjadi

salah satu instrument dengan penggunaan yang sangat luas. Alat ini semakin populer digunakan dalam analisa dibidang kimia organik, ilmu kedokteran, farmasi dan dalam bidang lingkungan. Alat ini juga dilengkapi dengan sistem kepustakaan senyawa kimia, sehingga identifikasi senyawa kimia dapat dilakukan dengan cepat tanpa bantuan instrumen lainnya, seperti spektrofotometri inframerah dan spektrofotometri magnet inti (Torres, 2005).

Kromatografi gas merupakan metode analisis berdasarkan perbedaan waktu retensi akibat perbedaan mobilitas analit melalui suatu kolom. Perbedaan mobilitas dipengaruhi oleh beberapa faktor, antara lain titik didih analit, gas, dan interaksi dengan fase padat dalam kolom. Prinsip dasar kromatografi sendiri adalah pemisahan senyawa-senyawa berdasarkan adanya perbedaan distribusi fasa gerak dan fasa diam. Kromatografi gas yang bertindak sebagai fasa gerak adalah gas pembawa dan yang bertindak sebagai fasa diam adalah analit yang terdapat dalam kolom. Komponen dengan distribusi tinggi pada fasa diam akan lebih perlahan di dalam kolom sehingga dapat terpisahkan dari komponen yang ditribusinya (McNair & Bonelli, 1998).

Kromatografi gas memiliki delapan komponen penting yaitu gas pembawa, oven, pengatur tekanan gas, pengontrol aliran pembawa, injector, kolom, detektor, dan pencatat. Nitrogen, helium, argon, hydrogen, dan karbon dioksida adalah yang paling sering digunakan sebagai gas pembawa dari GC karena gas-gas tersebut tidak reaktif atau inert (Ratnaningsih, 2000). Namun dalam pemilihan gas pembawa sendiri bergantung dari detektor yang digunakan, ketersediaan (*availability*), kemurnian, kelembapan, kekeringanya. Gas pembawa akan mengemulsi komponen-komponen dari sampel melalui kolom yang mengandung fasa diam untuk proses pemisahan kemudian jumlah komponen ampel yang berhasil dipisahkan oleh kolom kromatografi gas dan dideteksi oleh detektor hasilnya dapat dilihat perekam dalam bentuk kromatogram yang dapat dimanfaatkan untuk tujuan kualitatif (berdasarkan waktu retensi) dan kuantitatif (berdasarkan luas puncak kromatogram) (Sanchez, 2003).

Spektrofotometri massa adalah suatu teknik analisis yang didasarkan pada pemisahan berkas ion-ion yang sesuai dengan perbandingan massa terhadap muatan

dan pengukuran intensitas dari berkas-berkas ion tersebut (Sastrohamidjoyo, 1982). Secara sederhana spektrofotometri massa dapat dikatakan sebagai untuk mengionisasi molekul sampel dalam kondisi vakum dan mengukur massa dari ion-ion yang ditimbulkan. Prinsip pengukuran dengan spektrofotometri massa adalah molekul induk dalam bentuk gas ditembak dengan electron berenergi tinggi sehingga terionisasi menjadi fragmen-fragmen dengan massa molekul yang lebih kecil. Spektrofotometer massa terdiri dari pengion (*ionizer*), lensa, kuadrupe, dan detektor. Pengion akan mengionisasi molekul sampel dalam sumber ion. Ion yang ditimbulkan dalam sumber ion selanjutnya akan diekstrak pada elektroda dan difokuskan pada kuadrupe untuk mendapatkan sensitivitas yang tinggi. Kemudian pemisahan massa ion yang telah dikeluarkan dari kuadrupe akan langsung mengenai permukaan detektor dan terjadi pemancaran elektron oleh permukaan detektor tersebut (Ratnaningsih, 2000).

Salah satu syarat suatu senyawa dapat dianalisa dengan GC-MS adalah senyawa tersebut harus bersifat mudah menguap (*volatile*). Pemisahan yang terjadi dapat disebabkan oleh perbedaan titik didih suatu senyawa dan interaksi senyawa tersebut dengan fase diam dalam kolom. Suatu asam lemak rantai panjang mempunyai titik didih yang tinggi karena mempunyai gugus karboksilat yang menyebabkan terjadinya ikatan hidrogen dan peningkatan jumlah rantai hidrokarbon akan menyebabkan peningkatan titik didihnya (Fessenden & Fessenden, 1999).

## **BAB 5**

### **PENUTUP**

#### **5.1 Simpulan**

Berdasarkan penelitian dan pembahasan yang telah dilakukan, didapatkan simpulan sebagai berikut:

1. Kondisi optimum untuk mensintesis EFAME adalah pada formula OP6 dengan rasio FAME:asam asetat 1:2, penambahan katalis Amberlit IR-120 sebanyak 3 gram dan waktu sintesis selama 3 jam
2. Nilai bilangan oksiran optimum yang diperoleh sebesar 4,26% dan nilai bilangan iod sebesar 5,42%. Densitas pada suhu 28 °C sebesar 0,92 gr/ml dan viskositas pada suhu 28 °C sebesar 1,87 cp. Analisis menggunakan FT-IR dan GC-MS menunjukkan adanya cincin oksiran dalam senyawa.

#### **5.2 Saran**

Berdasarkan penelitian ini disarankan untuk melakukan penelitian lebih lanjut sebagai berikut:

1. Dilakukan penelitian untuk aplikasi dengan polimer resin untuk mengetahui kompatibilitas dari senyawa epoksi dengan polimer resin dan membandingkan kualitas EFAME yang dihasilkan dengan DOP.
2. Dilakukan penelitian lebih lanjut untuk mendapatkan efisiensi sintesis dari rancangan percobaan menggunakan RSM.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abdulla, B. M. & Salimon, J., 2010. Epoxidation of Vegetable Oils and Fatty Acids: Catalysts, Methods and Advantages. *Journal of Applied Sciences*.
- Adhvaryu, A. & Erhan, S. Z., 2002. Epoxidized soybean oil as a potential source of high-temperature lubricants. *Jornal Industrial Crops and Products*, Volume 15, pp. 244-254.
- Alamsyah, R., Susanti, I., Siregar, N. C. & Heryani, S., 2013. Pengaruh Perbandinagn Asam Format dan Hidrogen Peroksida dalam Pembuatan Senyawa Epoksi dari Minyak Kelapa Sawit. *Warta IHP*, 30(2), pp. 55-74.
- Ariatmi, R. et al., 2010. Optimasi Proses dan Kinetika Reaksi Epoksidasi Minyak Jarak Pagar (*Jatropha Curcas L.*) dengan Hidrogen Peroksida. *J. Tek. Ind. Pert.*, 18(2), pp. 66-70.
- Baugh, P. J., 1993. *Gas Chromatography: A Pratical approach*. Oxford: Oxford University Press.
- Campanella, A. & Baltanas, M. A., 2004. Degradation of the Oxirane Ring of Epoxidized Vegetable Oils in Liquid-Liquid Systems: I. Hydrolysis and Attack by H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. *Lat. Am. Appl. Res.*, Volume 35, pp. 205-210.
- Campanella, A. & Baltanas, M. A., 2005. Degradation of The Oxirane Ring of Epoxidized Vegetable Oils in Liquid-Liquid Systems: II. Reactivity With Solvated Acetic and Peracetic Acids. *Latin American Applied Research*, Volume 35, pp. 211-216.
- Chumuang, N. & Punsuvon, V., 2017. Respon Surface Methodology for Biodiesel Production Using Calcium Methoxide Catalyst Assisted with Tetrahydrofuran as Cosolvent. *Hindawi Journal of Chemistry*.
- Creswell, C. J., Runquist, O. A. & Campbell, m. M., 1982. *Analisis Spektrum Senyawa Organik*. 2nd ed. Bandung: ITB.
- Derawi, D. & Salimon, J., 2010. Optimization on Epoxidation of Palm Olein by Using Performic Acid. *E-Journal of Chemistry*, 7(4), pp. 1440-1448.
- Derawi, D., salimon, J. & Ahmed, W. a., 2014. Preparation of Epokxidized Palm Olein as Reneable Material by Using Peroxy Acid. *The Malaysian Journal of Analytical Science*, 18(3), pp. 584-591.
- Direktorat Jendral Perkebunan., 2016. *Statistik Perkebunan Indonesia 2015-2017*, Jakarta: Kementrian Pertanian.
- Escrig, P. D. F. & Martin, J. M. C., 2000. *Process for Epoxidation of Olefinic Compound with Hydrogen Peroxide*. US, Patent No. 6,160,138.

- Fessenden, R. J. & Fessenden, J. S., 1999. "Kimia Organik", a.b.: Pudjaatmaka, A. H.. Jilid 2, Edisi ketiga ed. Jakarta: Erlangga.
- Frank, G., 2002 Blackwell Publishing. *Vegetable Oils in Food Technology*. s.l.:s.n.
- Galli, F., Nucci, S., Pirola, C. & Bianchi, C. L., 2014. Epoxy Methyl Soyate as Bio-Plasticizer: Two Different Preparation Strategies. *Chemical Engineering Transactions*, Volume 37.
- Gan, L., Goh, S. & Ooi, K., 1995. Effects of Epoxidation on the Thermal Oxidative Stabilities of Fatty Acid Esters Derived from Palm Olein. *JAOCS*, Volume 72, p. 439 – 442.
- Gan, L. H., Goh, S. H. & Ooi, K. S., 1992. Kinetics Studies of Epoxidation and Oxirane Cleavage of Palm Olein methyl Esters. *J. Amer. Oil. Chem. Soc.*, Volume 69, pp. 347-351.
- Gaspers, 1994. *Metode Perancangan Percobaan*. Bandung: Armico.
- Ghorbani, F. et al., 2008. Application of Respon Surface Methodology for Optimization of Cadmium Biosorption in An Aqueous Solution by *Saccharomyces cerevisiae*. *chem. Eng. J.*, Volume 145, pp. 267-275.
- Greenspan, F. P. & Gall, R. J., 1953. Epoxy Fatty Acid Ester Plasticizers. *Industrial and Engineering Chemistry*, 45(12), pp. 2722-2726.
- Irawan, D. & Astuti, S. P., 2006. *Mengolah Data Statistik dengan Mudah Menggunakan Minitab 14*. Yogyakarta: Andi.
- Kale, A. E., Goswami, D. G., Zade, P. & Mandake, M. B., 2017. Recent Advantages in Epoxidation of Vegetable Oils. *JETIR*, 4(4).
- Kirk, R. E. & Othmer, D. F., 1982. *Encyclopedia of Chemical Technology*. Vol 8-9 Third Edition ed. New York: John Wiley and Sons.
- Lane, B. S. & Burgess, K., 2002. Metal-catalyzed Epoxidation of Alkenes with Hydrogen Peroxide. *J Am Chem Soc.*, Volume 103, pp. 2457-2474.
- McNair, H. & Bonelli, E., 1998. *Dasar Kromatografi gas*. Bandung: ITB.
- Montgomery, D. & Runger, G., 2003. *Applied Statistis and Probability for Engineers. Design and Analysis of Experiment*. Chicago: John Wiley and Sons Inc.
- Navaro, R., M, P. P., M, G. T. & Reinecke, H., 2010. Phthalate plasticizers covalently bound to PVC: Plasticization with suppressed migration. *Macromolecules*, 43(5), pp. 2377-2381.
- Pan, X., Sengupta, P. & Webster, D. C., 2011. *Biomacromolecules*, Volume 12, p. 2416–2428.



- Purwanto, E., Savitri, E. & Sivananda, C. A., 2011. Optimasi Suhu dan Konsentrasi Asam Asetat pada Reaksi Epoksidasi Metil Ester Minyak Sawit. *Jurnal Teknik Kimia*, 5(1).
- Rahardjo, J., 2002. Optimasi Produksi dengan Metode Response Surface. *Jurnal Teknik Industri*, 4(1), Pp. 36 - 44.
- Ratnaningsih, D., 2000. *Pengetahuan Umum Tentang Kromatografi Gas Spektrometri Massa (GCMS)*. Jakarta: Pesar Pedal-Bapedal.
- Rios, L. A., 2003. Heterogeneously Catalyzed Reaction with Vegetable Oil: Epoxidation and Nucleophilic Epoxide Ring-Opening with Alcohol. Dissertation, University of Technology RWTH-Aachen
- Sanchez, C., 2003. *Development Of Methods For Solventless or Low Volume Solvent Extraction*. Stockholm: Departement Of Analytical Chemistry: Stockholm University.
- Sastrohamidjoyo, H., 1982. *Spektrometri Massa*. Yogyakarta: Gajah Mada University Press.
- Scala, J. L. & Wool, R. P., 2002. Effect of FA Composition on Epoxidation Kinetics of TAG. *JAACS*, 79(4).
- Selviany, N., Fajrin, D. & Melwita, E., 2015. Pengaruh Temperatur dan Waktu Pada Pembuatan Plastisizer dengan Reaksi Epoksidasi Minyak Limbah Ikan Patin. *Jurnal Teknik Kimia*, 21(2).
- Shah, M. Y. & Ahmad, S., 2012. Waterborne vegetable oil epoxy coatings: Preparation and characterization. *Progress in Organic Coatings*, Volume 75, p. 248– 252.
- Shah, S., Shanna, S. & Gupta, M., 2003. Biodiesel preparation by lipase-catalyzed transesterification of Jatropha oil. *Energy & Fuels*, Volume 18, pp. 154-159.
- Sharma, B. K., Doll, K. M. & Erhan, S. Z., 2007. Oxidation, friction reducing, and low temperature properties of epoxy fatty acid methyl esters. *Green Chem.*, Volume 9, pp. 469-474.
- Shuangfei, C. & Lisheng, W., 2011. Epoxidation of Unsaturated Fatty Acid Methyl Esters in The Presence of SO<sub>3</sub>H-functional Bronsted Acidic Ionic Liquid as Catalyst. *Chinese Journal of Chemical Engineering*, 19(1), pp. 57-63.
- Silverstein, R. M., Webster, F. X. & Kiemle, D., 2005. *Spectrometric Identification of Organic Compounds*. 7th ed. USA: John Wiley & Sons Inc.
- Sinaga, M. S., 2007. Pengaruh Katalis H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pada Reaksi Epoksidasi Metil Ester PFAD (Palm Fatty Acid Distillate). *Jurnal Teknologi Proses*, 6(1), pp. 70-74.
- Solomons, T., 1980. *Organic Chemistry*. 2 ed. New York: J Wiley.

- Srikanta, D., Anand, V., Vaibhab, V. & Narayan, C., 2008. Epoxidation of Cottonseed Oil by Aqueous Hydrogen Peroxide Catalysed by Liquid Inorganic Acids. *Bioresource Technology*, Volume 99, pp. 3737-3744.
- Thet, K. & Woo, N., 2015. Analytical Chemistry Instrumental Analysis Chromatography Gas. *chemwiki.ucdavis.edu*.
- Torres, S., 2005. *Improved Detection of TNT using SPME- TEEM-GC/MD Mode Immersion in water dan soil. Thesis Master of Science*. Puerto Rico: University of Puerto Rico. Mayaguez Campus.
- Tullo, H., 2005. Cutting out phthalates. polyvinyl chloride applications haven't been flexible enough to accept alternatives to phthalate esters. *Chem & Eng News*, Volume 83, pp. 29-31.
- Vyas, A. P., Verma, J. L. & Subrahmanyam, N., 2010. A review on FAME production processes. *Fuel*, Volume 89, pp. 1-9.
- Wang, J., Zhao, X. & Liu, D., 2017. Preparation of Epoxidized Fatty Acid Methyl Ester with in situ Auto-Catalyzed Generation of Performic Acid and the Influence of Impurities on Epoxidation. *Springer*.
- Witek-Krowiak, A. et al., 2014. Application of Respon Surface Methodology and Artificial Neural Network Methods in Modelling and Optimization of Biosorption Process. *Bioresource Technology*.
- Xie, Z., 2014. Effects of bio-based plasticizers on mechanical and thermal properties of PVC/Wood Flour Composites. *BioResources*, 9(4), pp. 7389-7402.
- Zhang, Y., Zhao, L. & Chen, Y., 2015. Synthesis and Characterization of Starch-g-Poly(acrylic acid)/Organo-Zeolite 4A Superabsorbent Composites With Respect to Their Water-Holding Capacities and Nutrient-Release Behavior. *Society of Plastics Engineers*.