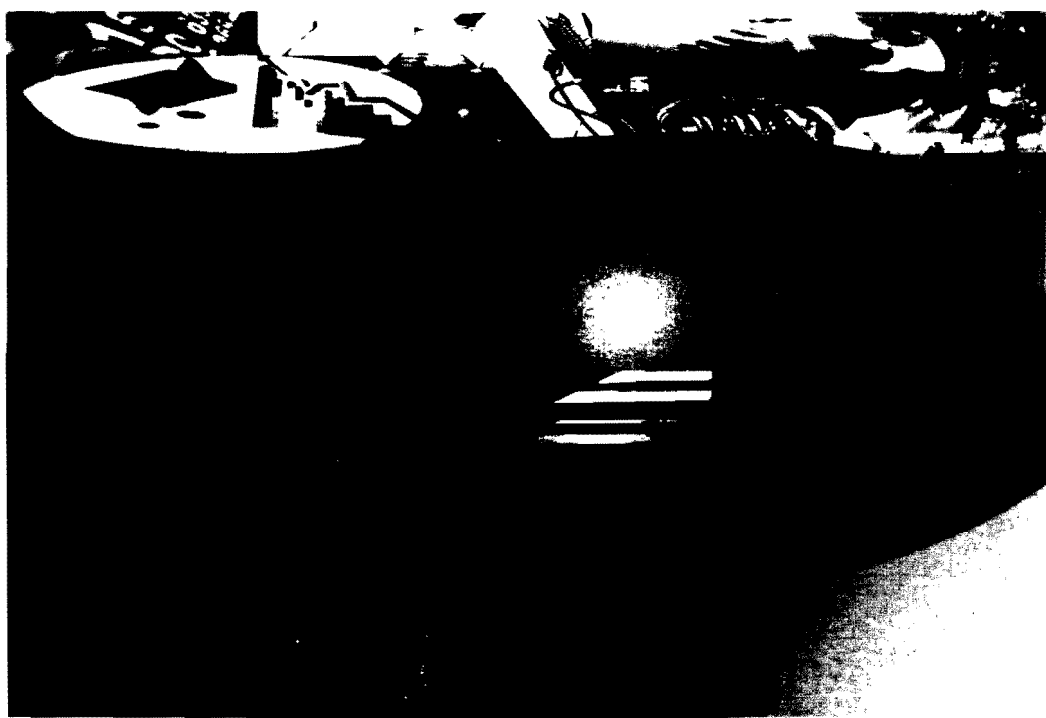


**Sains Sebagai Landasan Inovasi dalam Bidang
Energi, Lingkungan dan Pertanian Berkelanjutan**



BUKU 2
**Geofisika dan Meteorologi, Biologi, Kimia,
Biokimia**

Diterbitkan Oleh :



Institut Pertanian Bogor
Fakultas Matematika dan
Ilmu Pengetahuan Alam

ISBN: 978-979-95093-8-3

Seminar Nasional Sains V

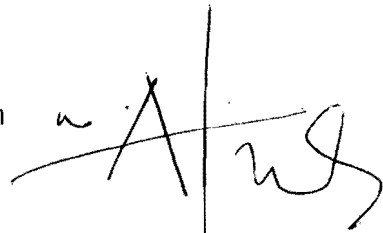
10 November 2012

Sains Sebagai Landasan Inovasi dalam
Bidang Energi, Lingkungan dan Pertanian
Berkelanjutan

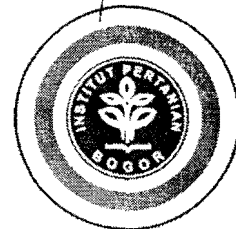
Prosiding

Dewan Editor

Dr. Kiagus Dahlan
Dr. Sri Mulijani
Dr. Endar Hasafah Nugrahani
Dr. Suryani
Dr. Anang Kurnia
Dr. Tania June
Dr. Miftahudin
Dr. Charlena
Dr. Paian Sianturi
Sony Hartono Wijaya, M Kom
Dr. Tony Ibnu Sumaryada
Waras Nurcholish, M Si.
Dr. Indahwati
Drs. Ali Kusnanto, M Si.



Fakultas Matematika dan
Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Pertanian Bogor
2012



Copyright© 2012

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Pertanian Bogor
Prosiding Seminar Nasional Sains V " Sains Sebagai Landasan Inovasi dalam Bidang Energi,
Lingkungan dan Pertanian Berkelanjutan" di Bogor pada tanggal 10 November 2012

Penerbit : FMIPA-IPB, Jalan Meranti Kampus IPB Dramaga, Bogor 16680

Telp/Fax: 0251-8625481/8625708

<http://fmipa.ipb.ac.id>

Terbit 10 November 2012

xi + 866 halaman

ISBN: 978-979-95093-8-3.

Kimia

SINTESIS POLIOL SEBAGAI BAHAN DASAR PEMBENTUK POLIURETAN BERBASIS MINYAK JARAK PAGAR

Harjono¹, Purwantiningsih Sugita², and Zainal Alim Mas'ud²

¹ Departmen Kimia, Universitas Negeri Semarang
Kampus Sekaran Gunungpati Semarang Central Java 50229

² Departemen Kimia, Institut Pertanian Bogor, Jalan Agatis
IPB Campus Darmaga Bogor West Java 16680

¹Corresponding author. Email: harjono_hanis@yahoo.com

ABSTRAK

*In the recent years, vegetable oil based polyol is an alternative polyol that have been developed as bio-based product that can reduce the widespread dependence on the petroleum feed stocks. A study on polyol synthesis from *Jatropha curcas* oil was conducted. The objectives of this research were to create a polyol from *Jatropha curcas* oil via epoxidation process followed by opening ring reaction of epoxidized *Jatropha curcas* oil (EJP). The epoxidation of *Jatropha curcas* oil was carried out with in-situ peroxyacetic acid formation in the present of Amberlite IR-120 catalyst, at 70°C for 12 hours. The opening ring reaction of EJO were conducted by variation of acrylic acid (AA) to EJP ratio (1.4%, 2.9%, and 4.3%), percentage of triethylamine (0%, 1%, 2%, and 3%) and time reaction (60, 120, 180, and 240 minute) at 50°C. The results showed that the polyol have hydroxyl number around 70.234 – 134.915 mg KOH/g with average 97.418 mg KOH/g. The hydroxyl number increase significantly with the addition of %AA and % triethylamine, conversely increasing reaction time have inferior impact on the hydroxyl number of polyol.*

Keywords: epoxidation, EJP, opening ring reaction, polyol

1 PENDAHULUAN

Poliol adalah salah satu bahan yang digunakan dalam industri pelapis/cat jenis poliuretan. Poliuretan adalah produk polimer yang dibuat dengan cara mereaksikan alkohol dengan isosianat. Dewasa ini ada beberapa jenis poliuretan yang telah dibuat antara lain: elastomer, perekat, busa, cat, *sealant* dan lain-lain. Dalam industri cat, poliuretan merupakan salah satu jenis cat yang memiliki banyak kelebihan dibandingkan jenis cat lainnya antara lain: daya tahan terhadap cuaca, daya kilap tinggi, tingkat kekerasan yang cukup baik, dan daya rekat yang baik pada berbagai jenis bahan (logam, plastik dan kayu) [1].

Konsumsi poliuretan dunia mengalami peningkatan dari tahun ke tahun dengan kenaikan rata-rata 5,1% sampai dengan tahun 2005. Konsumsi poliuretan di Indonesia dari tahun 1989 sampai dengan tahun 1995 mengalami kenaikan kurang lebih 37% dari

1.160 ton menjadi 6.159 ton [2]. Kebutuhan poliuretan Indonesia pada tahun 2004 telah mencapai 17.465 ton/tahun dan diprediksi mencapai 35 ribu ton pertahun pada tahun 2014 [3]. Seluruh kebutuhan poliuretan di Indonesia tersebut masih dipenuhi melalui impor dari luar negeri.

Sebagian besar poliuretan dibuat dari polioliol yang bersumber dari turunan minyak bumi. Munculnya isu lingkungan terkait penggunaan minyak bumi mendorong semua pihak untuk mencari bahan baku produksi polioliol alternatif [4, 5, 6]. Minyak nabati merupakan salah satu alternatif bahan baku yang dapat digunakan untuk memproduksi polioliol. Minyak nabati yang dapat digunakan sebagai bahan baku polioliol antara lain: minyak kedelai, minyak castor, minyak palm, minyak bunga matahari, dan minyak linseed. Dibandingkan dengan polioliol berbahan baku minyak bumi (petrokimia), polioliol berbahan baku minyak nabati memiliki keunggulan karena mudah terurai dan terbarukan.

Di Eropa dan Amerika, polioliol berbasis minyak kedelai telah digunakan oleh industri dalam skala besar menggantikan polioliol petrokimia dalam produksi poliuretan [7]. Minyak nabati dapat ditransformasi menjadi polioliol melalui berbagai cara diantaranya: hidroksilasi, epoksidasi dilanjutkan dengan pembukaan cincin epoksida, ozonolisis dilanjutkan dengan hidrogenasi dan hidroformilasi dilanjutkan dengan reduksi. Pembuatan polioliol dari minyak nabati melibatkan perubahan ikatan rangkap pada rantai samping trigliserida menjadi gugus hidroksil. Sintesis polioliol secara langsung dari minyak sawit telah dilakukan dengan cara hidroksilasi menggunakan reagen H_2O_2 dan $HCOOH$ [8]. Berdasarkan hasil penelitian lainnya, polioliol dapat disintesis dari minyak nabati melalui epoksidasi dilanjutkan dengan pembukaan cincin epoksida [7, 9, 10].

Sintesis polioliol dari epoksida minyak nabati dilakukan dengan mereaksikan epoksida minyak nabati dan alkohol atau asam yang memiliki berat molekul (BM) rendah. Kondisi reaksi yang digunakan akan menentukan produk yang terbentuk yaitu pada reaksi sempurna akan dihasilkan polioliol dengan kandungan OH yang tinggi sedangkan pada reaksi parsial akan dihasilkan epoksi polioliol ester dengan sisa gugus epoksida [11]. Konversi epoksida minyak nabati menjadi polioliol telah berhasil dilakukan dengan menggunakan alkohol, gliserol, etilen glikol [6, 11, 12, 13], karbon dioksida [14] dan asam akrilat [13,15].

Indonesia memiliki banyak sumber minyak nabati, diantaranya kelapa sawit, kemiri, saga, kapuk, karet dan jarak pagar. Jarak pagar merupakan tanaman yang sekarang ini banyak diteliti. Shah *et al.* (2003) [16] melaporkan bahwa kandungan minyak biji jarak pagar sekitar 40-60% (b/b). Minyak jarak pagar memiliki kandungan

asam lemak yang mirip dengan minyak kedelai. Penggunaan minyak nabati sebagai bahan bakar sudah cukup berkembang di Indonesia, tetapi penggunaan minyak nabati sebagai bahan baku polioliol belum dikembangkan, padahal di Amerika dan Eropa sudah memasuki skala industri. Di Eropa dan Amerika, polioliol berbasis minyak kedelai telah digunakan oleh industri dalam skala besar menggantikan polioliol petrokimia dalam produksi poliuretan [7].

Pengembangan minyak jarak pagar sebagai bahan baku polioliol merupakan salah satu cara mendapatkan bahan baku pelapis poliuretan yang selama ini masih diimpor dan berasal dari bahan baku tidak terbarukan. Oleh karena itu, diperlukan penelitian untuk menghasilkan polioliol dari minyak jarak pagar yang nantinya dapat dimanfaatkan sebagai bahan dasar pembentuk poliuretan.

2 METODE PENELITIAN

2.1 Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah: minyak jarak pagar, asam akrilat (AA) (Sigma), natrium hidrogen karbonat (E.Merck), natrium sulfat anhydrous (E.Merck), toluena (E. Merck), KOH, trietilamine (TEA), NaOH, H₃PO₄, asam asetat, anhidrida asetat, dan H₂O₂.

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah: satu set alat refluk, rotary evaporator, set alat titrasi, erlenmeyer, bekglass, mantel heater, pengaduk magnetik, hot plate, dan spektrofotometer FTIR Thermo Nicolet AVATAR 360.

2.2 Prosedur

Sintesis polioliol berbasis minyak jarak pagar dilakukan melalui reaksi epoksidasi yang dilanjutkan dengan reaksi pembukaan cincin epoksida. Epoksidasi minyak jarak pagar dilakukan sesuai prosedur yang telah dikembangkan oleh Sugita *et al.* [17], sedangkan reaksi pembukaan cincin epoksida menggunakan modifikasi prosedur yang dilaporkan oleh Chasar *et al.* [4].

2.2.1 Sintesis Epoksidasi minyak jarak pagar (EJP) [17]

Sebanyak 100 g minyak jarak pagar, 8 ml asam asetat glasial, 29 ml toluena, dan katalis Amberlite IR-120 sebanyak 3% (b/b) dimasukkan kedalam labu leher tiga yang dilengkapi pengaduk magnet, kemudian larutan kedua yaitu 57,8 g H₂O₂ 35% dalam

corong pisah dimasukkan tetes demi tetes kedalam campuran reaksi. Campuran dipanaskan dalam penangas air pada suhu 70°C selama 12 jam. Hasil reaksi dinetralkan dengan larutan NaHCO₃, kemudian dipisahkan dengan corong pisah. Setelah fraksi air dibuang, epoksida minyak jarak pagar (EJP) dicuci dengan aquades dan dikeringkan dengan Na₂SO₄ anhidrat. EJP yang dihasilkan dianalisis bilangan Iod, bilangan oksirana, bilangan peroksida.

2.2.2 Sintesis polioliol dari epoksida minyak jarak pagar [4]

Sebanyak 100 g EJP dimasukkan kedalam labu leher tiga, ditambahkan sejumlah tertentu toluena dan TEA sebagai katalis. Campuran dipanaskan dan diaduk dalam penangas air pada suhu 50°C. Setelah campuran homogen, dan suhu konstan pada 50°C selanjutnya ditambahkan sejumlah AA. Reaksi dilakukan dengan waktu bervariasi yaitu: 60, 120, 180, dan 240 menit.

Campuran polioliol yang diperoleh selanjutnya dinetralkan dengan NaHCO₃ dan dipisahkan fase organiknya dengan corong pisah. Fase organik yang diperoleh dicuci beberapa kali dengan menambahkan aquades panas kedalam campuran hasil reaksi dalam corong pisah. Campuran dikocok selama 3 menit, kemudian dibiarkan selama 30 menit agar polioliol terpisah dari air dan sisa reaktan. Lapisan yang berwarna kuning keruh di bagian atas merupakan polioliol dan lapisan putih agak bening pada bagian bawah merupakan campuran air dan sisa reaktan. Polioliol yang diperoleh selanjutnya ditambah dengan Na₂SO₄ anhidrat untuk menurunkan kandungan air yang tersisa akibat proses pencucian. Polioliol bebas air yang diperoleh dianalisis bilangan hidroksil, bilangan oksirana, rendemen, dan dianalisis dengan spektrofotometer inframerah.

Dalam pembuatan polioliol, untuk mengetahui pengaruh faktor dan atau antar faktor terhadap respon penelitian digunakan alat bantu rancangan percobaan faktorial 3x4x4 dengan tiga faktor yaitu nisbah AA terhadap EJP (%AA), %TEA dan waktu reaksi dengan setiap perlakuan dilakukan tiga kali ulangan. Faktor %AA dilakukan dengan tiga taraf, yaitu 1,4%, 2,9%, dan 4,3%, faktor %TEA dengan empat taraf yaitu, 0%, 1%, 2%, dan 3%, sedangkan faktor waktu reaksi dengan empat taraf yaitu, 60, 120, 180, dan 240 menit.

3 HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Epoksida minyak jarak pagar (EJP)

Minyak jarak pagar sebagai bahan baku utama penelitian diperoleh dari BPPT Serpong Jawa Barat. Minyak diambil dari hasil pengepresan biji jarak pagar menggunakan unit pengepres yang dimiliki oleh BPPT, kemudian dilanjutkan dengan

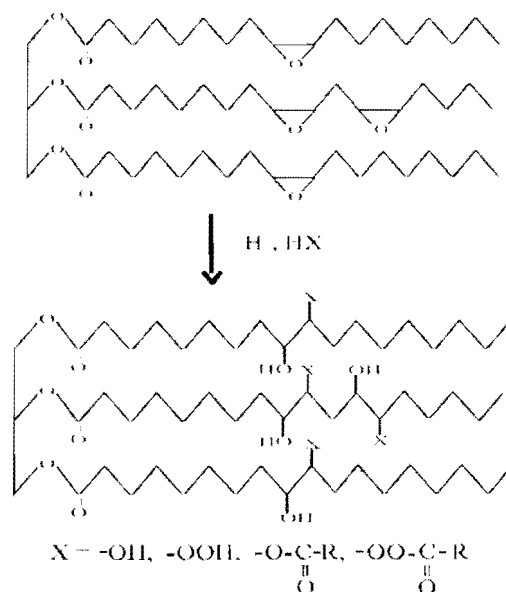
proses *degumming* sehingga diperoleh minyak jarak pagar yang terbebas dari kandungan getah/lendir yang terdiri dari fosfatida, protein, residu, karbohidrat dan resin tanpa mengurangi jumlah asam lemak bebas dalam minyak. Tabel 1 memperlihatkan nilai bilangan Iod minyak jarak pagar sebesar 108,9 g I₂/100g menurun pada EJP menjadi 10,8 g I₂/100g, sebaliknya bilangan oksirana pada EJP meningkat dibandingkan bilangan oksirana minyak menjadi sebesar 3,15%. Penurunan bilangan iod yang terjadi mengindikasikan terjadinya proses oksidasi ikatan rangkap akibat perlakuan penelitian, sedangkan peningkatan bilangan oksirana mengindikasikan telah terbentuk cincin epoksida sebagai salah satu produk oksidasi ikatan rangkap yang terdapat pada minyak jarak. Dugaan reaksi pembentukan epoksida dari minyak nabati telah dilaporkan oleh Hill [11]; Guner *et al.* [5]; Sugita *et al.* [17]; dan Meyer *et al.* [18];

Tabel 1 Kualitas Minyak Jarak Pagar dan EJP

Parameter	Minyak Jarak Pagar	EJP
Bilangan Iod (g I ₂ /100g)	108.9	10.8
Bilangan Oksirana (%)	0.04	3.15
Bilangan peroksida (eq/1000g)	13.38	22.31

Nilai bilangan oksirana EJP sebesar 3,15% yang diperoleh pada penelitian ini lebih rendah dibandingkan dengan hasil yang diperoleh oleh Meyer *et al.* [18] sebesar 4,75% menggunakan pereaksi HCOOH dan H₂O₂ 50%, suhu 50°C dan waktu reaksi 5 jam. Rendahnya bilangan oksirana diduga disebabkan oleh penggunaan H₂O₂ yang berlebih yang dapat menyebabkan reaksi pembukaan cincin epoksida dari EJP. Selain itu, pembukaan cincin juga diduga karena katalis Amberlite IR-120 yang digunakan merupakan resin asam penukar kation. Dugaan reaksi pembukaan cincin oksirana menurut Campanella dan Baltanas [19] dan Petrovic *et al.* [20]; ditampilkan pada Gambar 1.

Dugaan reaksi pembukaan cincin epoksida oleh sisa peroksida dalam campuran reaksi yang dikatalis asam didukung oleh penelitian yang dilaporkan oleh Campanella & Baltanas [19], dimana pada kondisi tersebut reaksi pembukaan cincin secara kinetik memiliki $E_a = 16,3 \pm 0,72$ kkal/mol. Waktu reaksi sebesar 12 jam yang digunakan dalam proses epoksidasi pada penelitian ini juga diduga menjadi penyebab terjadinya reaksi pembukaan cincin epoksida sebab waktu reaksi yang lazim digunakan dalam proses epoksidasi yang dapat meminimalkan reaksi pembukaan cincin adalah 4 jam seperti yang dilaporkan oleh Gan *et al.* [21], dan Rangarajan *et al.* [22].



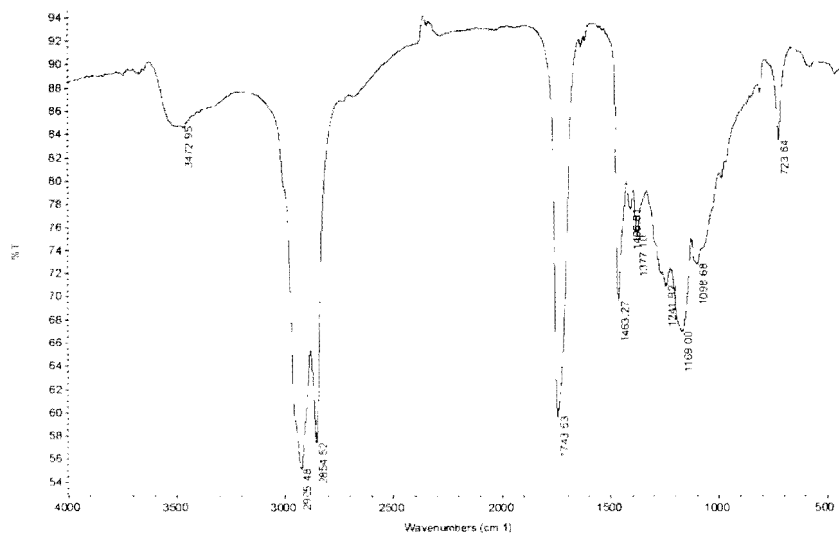
Gambar 1 Reaksi Pembukaan cincin oksirana

Reaksi epoksidasi minyak jarak pagar menjadi EJP memiliki energi aktivasi sebesar 45,43 kJ/mol [17] setara dengan 10,86 kkal/mol dan relatif lebih rendah dibandingkan energi aktivasi reaksi pembukaan cincin epoksida sebesar 16,3 kkal/mol [19]. Secara teoretis reaksi epoksidasi minyak jarak pagar menghasilkan EJP lebih dominan dibandingkan reaksi pembukaan cincinnya. Namun demikian, perbedaan energi aktivasi yang juga relatif kecil tersebut tetap memungkinkan terjadinya reaksi pembukaan cincin epoksida sehingga sebagian produk EJP telah mengalami reaksi pembukaan cincin.

Berdasarkan hasil analisis FTIR, spektrum EJP menunjukkan adanya serapan pada bilangan gelombang 3472 cm^{-1} (gugus $-OH$), 1241 cm^{-1} (gugus $C-O$); 1743 cm^{-1} (gugus $C=O$); 1169 cm^{-1} dan 723 cm^{-1} (cincin oksirana). Munculnya pita serapan yang melebar pada 3472 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus hidroksil yang kemungkinan terbentuk akibat dari reaksi samping pembukaan cincin epoksida. Keberadaan gugus $-OH$ juga didukung serapan pada bilangan gelombang 1377 cm^{-1} yang memberikan indikasi gugus hidroksil sekunder. Spektrum IR polioliol ditampilkan pada Gambar 2.

3.2 Polioliol dari EJP

Transformasi EJP menjadi polioliol pada berbagai ragam %AA, %TEA dan waktu reaksi telah berhasil dilakukan pada penelitian ini. Variasi %AA, %TEA dan waktu reaksi sebanyak 48 jenis perlakuan dengan tiga kali ulangan menghasilkan respon bilangan hidroksil, bilangan oksirana dan rendemen reaksi yang berbeda-beda.



Gambar 2. Spektrum senyawa EJP hasil sintesis

Data hasil penelitian menunjukkan bahwa bilangan hidroksil, bilangan oksirana dan rendemen polioliol berturut-turut berkisar 70,234 – 134,915 mg KOH/g, 0,029 – 0,138 % dan 58,93 – 91,53%. Data bilangan hidroksil yang lengkap digunakan untuk mempelajari pengaruh AA, katalis TEA, dan waktu reaksi terhadap pencapaian bilangan hidroksil polioliol. Bilangan hidroksil merupakan parameter utama kualitas polioliol yang digunakan untuk formulasi poliuretan.

Data bilangan oksirana polioliol pada semua ragam perlakuan menunjukkan penurunan dibandingkan dengan data bilangan oksirana sebesar 3,15% pada EJP, hal ini mengindikasikan bahwa reaksi pembukaan cincin epoksida pada penelitian ini berhasil. Salah satu bukti keberhasilan reaksi tersebut adalah terbentuknya gugus hidroksil yang ditunjukkan melalui analisis bilangan hidroksil. Namun demikian, penurunan bilangan oksirana tidak secara linier berimbas terhadap kenaikan bilangan hidroksil sebab reaksi pembukaan cincin epoksida diduga menghasilkan produk lain disamping polioliol. Dari hasil karakterisasi menggunakan FTIR juga menunjukkan bahwa produk polioliol telah terbentuk. Serapan gugus yang muncul pada polioliol mirip dengan gugus yang teridentifikasi pada EJP, perbedaannya adalah adanya penurunan % transmitansi (%T) gugus –OH yang memberikan dampak naiknya konsentrasi OH yang terbentuk, seiring dengan naiknya %T epoksida, tetapi sintesis ini belum sempurna karena masih teridentifikasi serapan pada bilangan gelombang 1169 dan 723 cm^{-1} yang menunjukkan adanya cincin epoksida. Gugus –OH teridentifikasi berkedudukan sekunder. Hasil penelitian ini memperkuat hasil penelitian Petrovic *et al.* [20], bahwa sintesis polioliol

melalui tahapan epoksida menghasilkan polioliol dengan gugus hidroksil pada posisi sekunder.

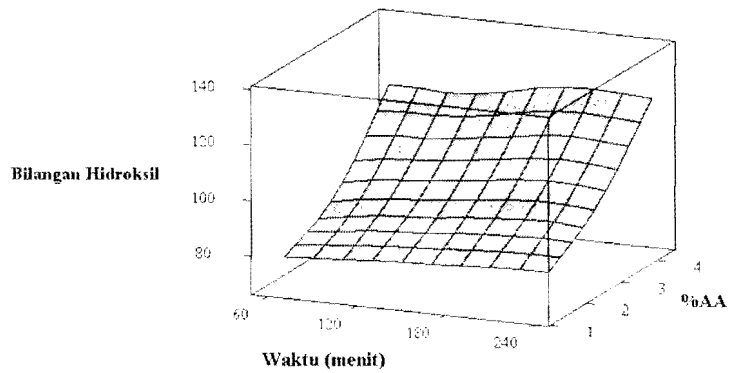
Dalam teknologi poliuretan, posisi gugus hidroksil berpengaruh terhadap reaktifitasnya dengan isosianat. Polioliol dengan gugus hidroksil primer lebih reaktif daripada polioliol dengan gugus hidroksil pada posisi sekunder. Perbedaan reaktifitas ini menentukan jenis aplikasi dari poliuretan. Polioliol dengan gugus hidroksil pada posisi sekunder berpotensi untuk dikembangkan sebagai bahan baku pelapis poliuretan, karena memiliki reaktifitas terhadap isosianat yang lebih rendah pada suhu ruang. Hasil penelitian yang dilaporkan oleh Kong dan Narine [23], polioliol dari minyak Canola dengan gugus hidroksil pada posisi primer dapat digunakan untuk bahan plastik poliuretan karena memiliki reaktifitas yang lebih tinggi daripada polioliol dengan gugus hidroksil pada posisi sekunder.

Dalam penelitian ini, rendemen polioliol yang dihasilkan berkisar antara 58,93% dan 91,53% dengan rata-rata 80,24%. Rendemen terendah terjadi pada kondisi reaksi 1,4% AA, 2% TEA dan waktu reaksi 120 menit, sedangkan kondisi tertinggi tercapai pada penggunaan 2,9% AA, 3% TEA dan waktu reaksi 180 menit. Hasil analisis keragaman terhadap bilangan hidroksil polioliol menunjukkan bahwa %AA, dan %TEA berpengaruh nyata terhadap bilangan hidroksil, sedangkan waktu reaksi tidak berpengaruh nyata terhadap bilangan hidroksil. Gambar 3 memperlihatkan respon bilangan hidroksil pada variasi %AA dan waktu reaksi. Pengaruh variasi %TEA belum bisa terlihat pada kurva tersebut, pengaruh variasi %TEA dapat dilihat secara jelas pada kurva kontur yang ditunjukkan pada Gambar 4.

Pada Gambar 3, memperlihatkan terjadinya kenaikan bilangan hidroksil polioliol apabila %AA bertambah besar, sedangkan kenaikan waktu reaksi tidak memberikan pengaruh yang signifikan terhadap kenaikan bilangan hidroksil. Kenaikan bilangan hidroksil akibat peningkatan %AA secara jelas terlihat lebih tinggi dibandingkan kenaikan bilangan hidroksil yang disebabkan oleh kenaikan waktu reaksi.

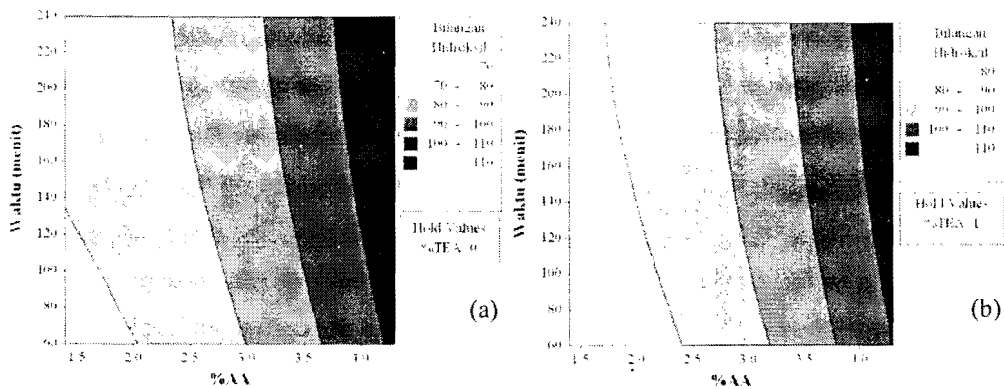
Bilangan hidroksil polioliol hasil sintesis yang dihasilkan dari penelitian ini berada pada kisaran 70.234 – 134.915 mg KOH/g, lebih rendah dari prediksi teoretis 230 – 240 mg KOH/g dengan asumsi fungsionalitas EJP memiliki 3 gugus epoksida/mol. Bilangan hidroksil polioliol yang lebih rendah diduga disebabkan oleh terjadinya reaksi-reaksi antara gugus hidroksil yang terbentuk dan gugus epoksida membentuk dimer, trimer atau oligomer. Reaksi oligomerisasi dapat terjadi lebih cepat dengan adanya H^+ dari AA.

Secara fisik, reaksi oligomerisasi ditandai dengan kenaikan viskositas polioli akibat kenaikan bobot molekul polioli.



Gambar 3 Kurva respon bilangan hidroksil pada variasi %AA dan waktu reaksi

Dalam penelitian ini, upaya untuk mencegah terjadinya reaksi oligomerisasi telah dilakukan dengan menambahkan katalis TEA yang bersifat basa sehingga diharapkan dapat menurunkan konsentrasi H^+ dalam campuran reaksi. Mannari V. *et al.* [24], melaporkan polioli yang dihasilkan dari epoksida minyak kedelai yang secara teoretis memiliki bilangan hidroksil 440-450 mg KOH/g, tetapi akibat dari terjadinya reaksi oligomerisasi polioli yang dihasilkan hanya memiliki bilangan hidroksil pada kisaran 200 – 250 mg KOH/g. Hasil tersebut sebanding dengan capaian bilangan hidroksil polioli yang dihasilkan dalam penelitian ini. Penggunaan TEA selain berfungsi sebagai katalis dan mencegah terjadinya reaksi oligomerisasi, juga berfungsi lebih lanjut dalam mengkatalis reaksi polioli dengan isosianat dalam formulasi poliuretan.

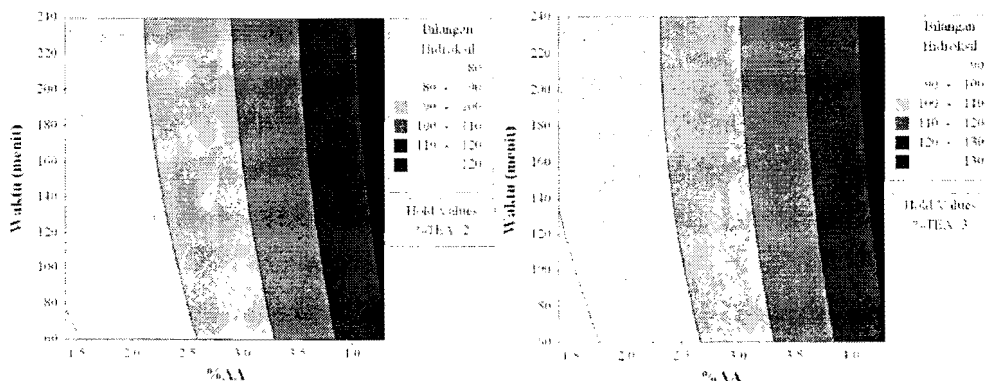


(a)

(b)

(c)

(d)



Gambar 3 Pengaruh waktu reaksi dan %AA pada %TEA 0% (a), 1% (b), 2% (c) dan 3% (d) terhadap bilangan hidroksil

Gambar 4 memperlihatkan pengaruh waktu reaksi dan %AA pada variasi penggunaan katalis TEA. Kenaikan %TEA secara konsisten menyebabkan kenaikan bilangan hidroksil. Pada kondisi AA 4.0% dan waktu reaksi 60 menit, penggunaan TEA 0% menyebabkan kisaran bilangan hidroksil 90 – 100 mg KOH/g (Gambar 4a), sedangkan pada penggunaan TEA 1% ternyata bilangan hidroksil berada pada kisaran 100-110 mg KOH/g (Gambar 4b). Pola yang sama terjadi pada penggunaan TEA 2% dan 3% yang secara berturut-turut menghasilkan bilangan hidroksil pada kisaran 110-120 mg KOH/g dan 120-130 mg KOH/g (Gambar 4c dan 4d).

Kenaikan waktu reaksi pada %AA dan %TEA tetap berpengaruh kecil terhadap peningkatan bilangan hidroksil polioliol. Gambar 4a menunjukkan bahwa pada kondisi TEA 0%, dan AA 1,5%, kenaikan waktu reaksi tidak memberikan kenaikan bilangan hidroksil. Pada penggunaan TEA 3% (Gambar 4d), kenaikan empat kali waktu reaksi dari 60 menit menjadi 240 menit juga hanya menaikkan bilangan hidroksil sebesar 10 mg KOH/g. Pada konsentrasi AA dan TEA yang tinggi, kenaikan waktu reaksi tidak menghasilkan kenaikan bilangan hidroksil.

KESIMPULAN

Sintesis polioliol dari minyak jarak pagar melalui epoksidasi dilanjutkan dengan reaksi pembukaan cincin epoksida telah berhasil dilakukan dalam penelitian ini. Transformasi EJP menjadi polioliol pada berbagai ragam %AA, %TEA dan waktu reaksi menghasilkan polioliol dengan bilangan hidroksil, bilangan oksirana dan rendemen berturut-turut pada kisaran 70.234 – 134,915 mg KOH/g, 0,029 – 0,138 % dan 58,93 – 91,53%. Rata-rata bilangan hidroksil, bilangan oksirana, dan rendemen polioliol yang dihasilkan berturut-turut adalah 97,418 mg KOH/g, 0,067% dan 80,24%. Kenaikan bilangan

hidroksil polioliol secara signifikan dipengaruhi oleh kenaikan %AA dan %TEA, sementara kenaikan waktu reaksi tidak signifikan berpengaruh.

DAFTAR PUSTAKA

- [1]. Cowd, 1991. *Kimia Polimer. Bandung* : Penerbit ITB
- [2]. [BPS] Biro Pusat Statistik 1998. *Statistik Perdagangan Luar Negeri Indonesia Vol 2, 1989 – 1998*.
- [3]. Wijanarko A, Alfa A, Budi S. 2004. Perancangan Awal Pabrik Polyurethane Berbasis Minyak Jarak di Indonesia. *Jurnal Teknologi*. 2:109-119.
- [4]. Chasar DW, Sagamore H, Hughes MJ, penemu; Noveon Inc. Method of Making Oleochemical Oil-based Poliols. US Patent. US 2003/0088054 A1. 8 Mei 2003.
- [5]. Guner FS, Yusuf Y dan AT. Erciyes, 2006. Polymers from triglyceride oils. *Prog. Polym. Sci.* 31 (2006) 633-670. DOI:10.1016/j.progpolymsci. 2006.07.001
- [6]. Lye OT, Norin ZKS, dan Salmiah A. 2006. Production of Moulded Palm-Based Flexible Poliuretanan Foams. *Journal of Palm Research*. Vol.18 June 2006 p.198-203.
- [7]. Rupilius W dan Ahmad S 2007. The changing world of oleochemical. Malaysian Palm Oil Board. [terhubung berkala] <http://mpob.gov.my> [02 Juli 2007].
- [8]. Budi FS. 2001. Pengembangan Proses Konversi Minyak Sawit (CPO) menjadi Poliuretanan. [Thesis] Bandung: Jurusan Teknik Kimia, Intitut Teknologi Bandung.
- [9]. Petrovic ZS, Zhang W, Javni I (2005) Structure and properties of poliuretanan prepared from triglyceride polioliols by ozonolysis. *Biomacromolecules* 6:713–719.
- [10]. Rios LA. 2003. Heterogeneously catalysed reactions with vegetable oils: epoxidation and nucleophilic epoxide ring-opening with alcohol [disertasi]. Aachen: The Institute of Chemical Technology and Heterogeneous Catalysis. University RWTH.
- [11]. Hill K. 2000. Fats and Oils as Oleochemical raw materials. *Pure Appl. Chem.* Vol.72, No.7, pp. 1255-1264
- [12]. Prociak AF, Bagdal D. 2006. [Abstract] Microwave-Enhanced Synthesis of Vegetable Oil-Based Polioliols for Poliuretanan Applications. Cracow University of Technology, Department of Chemistry and Technology of Polymers, ul. Warszawska 24, Krakow 31-155 Poland.
- [13]. Wool RP. and Khot SN. 2007. Bio-based Resins and Natural Fibers. Publication is copyrighted by ASM International. Material Park, Ohio, USA. [terhubung berkala] <http://www.asminternational.org> [14 April 2007]

- [14]. Wilkes GL, Sohn S, and Tamami B. penemu; Virginia Tech Intellectual Properties, Inc. Nonisocyanate poliuretan materials, and their preparation from epoxidized soybean oils and related epoxidized vegetable oils, incorporation of carbon dioxide into soybean oil, and carbonation of vegetable oils. US Patent. 7,045,557 B2. 16 Mei 2006.
- [15]. Fies M, Endres H, and Ronald K. 2007. UV Curing resins based on renewable raw materials. Germany: Cognis Deutschland GmbH.
- [16]. Shah S, Shanna S, Gupta MN. 2003. Biodiesel preparation by lipase-catalysed transesterification of jatropha oil. *Energy & Fuels* 18:154-159.
- [17]. Sugita P, Sjahriza A, Arifin B, Suharto J. 2007. Optimization of *Jatropha curcas L.* methyl ester epoxidation with Amberlite IR-120 catalyst. Prosiding Seminar Internasional ICOWOBAS UNAIR Surabaya 7-8 Agustus 2007
- [18]. Meyer P, *et al.* 2008. Epoxidation of Soybean Oil and Jatropha Oil. *Thammasat Int J Sc Tech* Vol 13 Special edition, November 2008.
- [19]. Campanella A dan Baltanas MA. 2005. Degradation of the Oxirane Ring of Epoxidized Vegetable Oils in Liquid System: I. Hydrolysis and Attack by H₂O₂. *Latin American Applied Research*. 35:205-210.
- [20]. Petrovic ZS, Zlatanic A, Lava CC, Sinadinovic-Fiser S. 2001. *Epoxidation of soybean oil in toluene with peroxyacetic and peroxyformic acids – Kinetics and side reactions*. Kansas: Pittsburg State University, Kansas Polymer Research Center.
- [21]. Gan LH, Ooi KS, Gan LM, Goh SH. 1995. Effect of epoxidation on thermal oxidative stabilities of fatty acid esters derived from palm olein. *J Am Oil Chem Soc* 72:439-442.
- [22]. Rangrajan B, Havey A, Grulke EA, Culnan PD. 1995. Kinetic parameter of a two phase model for *in-situ* epoxidation of soybean oil. *J Am Oil Soc* 72:1161-1169.
- [23]. Kong X. dan Narine SS 2007. Physical properties of polyurethane plastic sheets produced from polyols from Canola oil. *Biomacromolecules*, 8, 2203-2209.
- [24]. Mannari V, Y. Guo, J. Hardski and J. Maddingill, Jr. 2003. *Proceedings of the 94th American Oil Chemists Society Annual Meeting*, Kansas City, MI, USA.