UJI COBA PEMBUATAN PELUNAK KARET ALAMI BERBASIS MINYAK JARAK PAGAR EPOKSI

Manufacturing Trial of Natural Rubber Plasticizer Based on Epoxidized Jatropha Curcas Oil

Norma A. KINASIH dan Adi CIFRIADI

Pusat Penelitian Karet Jalan Salak No. 1 Bogor 16151 Email: norma.kinasih88@gmail.com

Diterima: 9 Januari 2015 / Direvisi: 28 Maret 2015 / Disetujui: 7 Mei 2015

Abstract

Preliminary investigation shown that epoxidized jatropha curcas oil was compatible with NBR vulcanizate and able to replace Dioctyl Phthalate (DOP). The production of epoxidized jatropha curcas oil has to be scale up depend on plasticizer compatibility and high market opportunity up to 50 thousand tons per year. The production condition in this research was held based on laboratory investigation. Scale up production was done by batch system. The research was described about condition and characteristic (yield) on scale up production, quality of epoxidized product and product stability during one month storage in room temperature. The scale up production was producing 65.11% of yield and 1.43% of oxirane number. Epoxidized product shown unstable during one month storage. Statistical analysis showed that production process by batch system and one month storage was significantly influence to epoxidized product quality.

Key words : Plasticizer, epoxidized jatropha curcas oil, laboratory, scale up

Abstrak

Hasil penelitian pendahuluan diketahui bahwa penggunaan minyak jarak pagar epoksi memiliki kompatibilitas yang baik dengan vulkanisat karet NBR dan mampu menggantikan pelunak dioktil ftalat (DOP). Kompatibilitas yang baik, serta besarnya peluang pasar minyak nabati epoksi yang mencapai 50 ribu ton per tahun maka perlu dilakukan upaya untuk memproduksi minyak jarak pagar epoksi dalam skala lebih besar. Pada penelitian ini akan digunakan hasil percobaan laboratorium sebagai acuan peningkatan skala produksi minyak jarak pagar epoksi. Proses produksi peningkatan skala dilakukan dengan sistem batch. Penelitian ini mendeskripsikan mengenai kondisi dan karakteristik produksi tahap peningkatan skala (rendemen produksi), kualitas produk yang dihasilkan serta stabilitas kualitas produk selama masa penyimpanan 1 bulan di suhu ruang. Peningkatan skala menghasilkan rendemen minyak jarak pagar epoksi murni sebesar 65,11% dan nilai oksiran sebesar 1,43%. Kestabilan mutu produk epoksi selama 1 bulan penyimpanan cenderung tidak stabil. Hasil analisa statistik menunjukkan bahwa proses produksi sistem *batch* dan penyimpanan selama 1 bulan berpengaruh signifikan terhadap mutu produk epoksi.

Kata kunci: pelunak, minyak jarak pagar epoksi, laboratorium, peningkatan skala

PENDAHULUAN

Minyak nabati epoksi merupakan salah satu alternatif pengganti pelunak kelompok ftalat (DOP, DINP, DIDP, DEHA dan DEHP) dalam pembuatan barang jadi karet NBR dan plastik PVC. Berdasarkan kompatibilitasnya, minyak nabati epoksi sesuai digunakan sebagai pemlastis dalam karet NBR (Riyanti, 1992) dan PVC baik sebagai pelunak dan penstabil tambahan (secondary plasticizer and stabilizer) ataupun pemlastis utama (primary plasticizer) (Gall dan Greenspan, 1958; Gan et al., 1994; dan Karmalam et al., 2009). Selain itu minyak nabati epoksi juga memiliki keunggulan sebagai pelunak yang berbahan dasar terbarukan dan bersifat alami sehingga aman untuk lingkungan dan kesehatan.

Kompatibilitas dan sifat permanen merupakan kunci yang dipertimbangkan dalam pemilihan *plasticizer*. Pada karet yang bersifat polar seperti NBR dan CR diperlukan pelunak yang bersifat polar pula. Kepolaran minyak nabati epoksi tampak pada sejumlah asam yang bergabung dengan grup karbon (Kuriakose dan Vargashe, 1999). Berdasarkan hasil penelitian pendahuluan diketahui bahwa penggunaan minyak jarak pagar epoksi memiliki kompatibilitas yang baik pada vulkanisat karet NBR, serta mampu menggantikan pelunak DOP. Minyak jarak pagar epoksi yang memiliki sifat fisika lebih baik atau hampir sama dengan DOP dihasilkan dari reaksi epoksidasi yang berlangsung pada suhu 40°C selama 3 jam (Cifriadi dan Kinasih, 2013).

Kompatibilitas yang sesuai antara minyak jarak pagar epoksi dengan NBR, melimpahnya sumber daya minyak jarak pagar dan meningkatnya kesadaran manusia akan kesehatan membuat peluang industri minyak jarak pagar epoksi sebagai subsitusi pelunak kelompok ftalat semakin terbuka. Perkembangan industri minyak nabati golongan ester epoksi menguasai 7% dari total pasar pelunak. Potensi pasar pelunak berbahan nabati mencapai 50 ribu ton per tahun (Priyde dan Rothfus, 1999). Oleh karena itu diperlukan usaha untuk memproduksi minyak jarak pagar epoksi dalam skala besar. Hulbert (1998) menyatakan bahwa peningkatan skala merupakan tindakan menggunakan hasil penelitian yang diperoleh dari laboratorium untuk mendesain prototipe produk dan proses dalam sebuah *pilot plant*.

Pada penelitian ini akan digunakan hasil percobaan laboratorium sebagai acuan peningkatan skala produksi minyak jarak pagar epoksi. Peningkatan skala dilakukan sebesar 1L/batch produksi. Hasil penelitian diharapkan dapat memberikan informasi mengenai kondisi dan karakteristik produksi skala ganda (rendemen produksi), kualitas produk yang dihasilkan serta stabilitas kualitas produk selama masa penyimpanan 1 bulan.

BAHAN DAN METODE

Pelaksanaan penelitian epoksidasi minyak jarak pagar dilaksanakan di Laboratorium penelitian Pusat Penelitian Karet pada bulan Agustus hingga Desember 2014. Bahan baku minyak jarak pagar diperoleh dari Pabrik Gula Jatitujuh, Indramayu. Bahan-bahan kimia yang digunakan sebagai reaktan reaksi epoksidasi (HCOOH 90,25% dan H₂O₂ 48%) dan larutan untuk pemurnian (Na₂CO₃) berspesifikasi teknis. Katalis reaksi (H₂SO₄ 96%) dan semua bahan penganalisa seperti; asam asetat glasial (Merck KGaA), hidrogen bromida (Merck KGaA), kloroform (Merck KGaA), Wijs (Merck KGaA), sodium tio sulfat (Merck KGaA), potassium dikromat (Merck KGaA) dan starch (Merck KGaA) berspesifikasi pure analysis. Peralatan yang dibutuhkan antara lain: piknometer, pH meter (Metrohm), viskositimeter (Brookfield), dan spectroscopy FTIR (Thermo ScientificTM NicoletTM iSTM5) dan hot plate (Scilogex).

Karakterisasi minyak jarak pagar

Karakterisasi minyak jarak pagar meliputi nilai iod (SNI 01-3555-1998), oksiran (AOCS Cd 9-57), pH, viskositas (Brookfield) dan densitas minyak (piknometer). Profil minyak jarak pagar dianalisa menggunakan FTIR pada panjang gelombang 4000-400 cm⁻¹.

Reaksi epoksidasi minyak jarak pagar epoksi

Produksi minyak jarak pagar epoksi pada tahap peningkatan skala dilakukan secara bertahap, menggunakan sistem *batch* sebanyak delapan kali produksi. Peningkatan skala dilakukan sebesar lima kali dari skala laboratorium. Jumlah minyak jarak pagar yang digunakan sebanyak 1.062,15 ml/batch. Minyak jarak pagar kemudian direaksikan dengan pereaksi asam format dan hidrogen peroksida dengan perbandingan mol C=C: HCOOH: H₂O₂ sebesar 0,214: 0,107: 0,428 mol (Hawash et al., 2011). Kondisi reaksi disesuaikan dengan kondisi optimum skala laboratorium vang menghasilkan vulkanisat terbaik vaitu suhu 40°C selama 3 jam (Cifriadi dan Kinasih, 2013).

Epoksidasi minyak jarak pagar dilakukan secara insitu menggunakan asam perkarboksilat dalam reaktor gelas berkapasitas 2L (Gambar 1). Reaktan hidrogen peroksida ditambahkan sedikit demi sedikit dengan laju tetes berkisar 0,89 ml/menit. Kecepatan pengadukan disesuaikan dengan kondisi skala laboratorium yaitu 750 rpm. Pengamatan kondisi reaksi dilakukan selama



Gambar 1. Reaksi epoksidasi minyak jarak pagar Figure 1. Epoxidation reaction of jatropha curcas oil

berlangsungnya reaksi. Pengamatan yang dilakukan meliputi; terbentuknya gas, buih, peningkatan suhu yang terjadi serta perubahan warna yang tampak. Suhu reaksi dikontrol menggunakan termokopel.

Minyak jarak pagar epoksi yang dihasilkan kemudian dipisahkan dengan reaksi sampingnya melalui pencucian bertahap menggunakan corong pemisah. Minyak jarak pagar epoksi dicuci menggunakan aquades (30°C) sebanyak lima kali dan aquades hangat (50°C) sebanyak tiga kali. Masing-masing pencucian berselang selama 15 menit. Pemurnian kemudian dilanjutkan dengan penambahan larutan Na₂CO₃ hangat (50°C) (Pérez *et al.*, 2009). Minyak jarak pagar epoksi didiamkan selama 1 jam dalam larutan tersebut, kemudian dipisahkan. Hasil pemisahan tiap batch kemudian ditampung dan dihitung rendemennya, kemudian dianalisis karakteristiknya.

Karakterisasi minyak jarak pagar epoksi

Karakterisasi minyak jarak pagar epoksi dilakukan pada minyak jarak pagar epoksi sebelum dan setelah pemurnian. Pengujian dilakukan pada masa penyimpanan 0 bulan dan 1 bulan pada suhu ruang. Kontinuitas kualitas produk merupakan landasan dapat tidaknya produk tersebut diproduksi dalam skala pilot plant. Analisis karakteristik minyak jarak pagar epoksi sebelum dan setelah dimurnikan meliputi; nilai iod, nilai oksiran dan % terepoksidasi, pH, densitas dan viskositas.

Penentuan nilai iod, oksigen oksiran dan % terepoksi

Nilai iod minyak jarak pagar dan minyak jarak pagar epoksi dihitung untuk mengestimasi komposisi ikatan tak jenuh (C=C) yang terdapat dalam rantai molekul minyak. Nilai iod minyak jarak pagar dan minyak jarak pagar epoksi dihitung dengan metode Wijs (SNI 01-3555-1998).

Analisis spektroscopy FTIR

Pembentukan cincin oksiran dan penurunan ikatan tak jenuh minyak jarak pagar epoksi secara kualitatif dianalisa menggunakan spectroscopy FTIR. Analisa dilakukan pada panjang gelombang 4000-400 cm⁻¹ menggunakan software OMNIC versi 8.0 (ThermoFisher Scientific, Madison, Wisc.).

<u>pH</u>

Pengukuran pH untuk mengukur derajat keasaman bahan. Pengukuran dilakukan menggunakan pH meter (Metrohm).

Viskositas

Viskositas minyak jarak pagar dan minyak jarak pagar epoksi dihitung menggunakan viskometer *Brookfield*.

Densitas

Pengukuran densitas sampel diawali dengan mengetahui densitas aquades pada suhu tertentu pada *Perry's Chemical Handbook*. Nilai tersebut sebagai landasan penentuan volume piknometer.

Analisis statistik

Analisis karakteristik minyak jarak pagar epoksi dilakukan sebanyak tiga kali ulangan. Data yang dihasilkan kemudian diolah menggunakan software SAS 9.1.3. Uji sigifikansi dilakukan menggunakan uji lanjut Duncan dengan tingkat kepercayaan 95% dan α = 0,05.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakterisasi minyak jarak pagar

Hasil karakteristik minyak jarak pagar yang akan digunakan sebagai bahan baku pada reaksi epoksidasi disajikan pada Tabel 1. Nilai iod pada minyak nabati yang tinggi menunjukkan ikatan tak jenuh atau ikatan rangkap pada rantai molekulnya. Ikatan rangkap yang tinggi pada minyak jarak pagar menunjukkan besarnya ikatan oksiran yang akan terbentuk pada minyak jarak pagar epoksi. Berdasarkan perhitungan rumus Pérez et al (2009) nilai optimum % terepoksidasi yang dapat terbentuk sebesar 6,36%.

Nilai oksiran minyak jarak pagar sebesar 0,015%, hasil nilai oksiran yang berkisar 0% tersebut menunjukkan bahwa belum ada gugus epoksi yang terbentuk di minyak jarak pagar. Profil minyak jarak hasil analisa FTIR (Gambar 3) juga menunjukkan bahwa belum terbentuk puncak pada panjang gelombang 824 cm²¹ dan besarnya serapan pada panjang gelombang 3007 cm²¹, yang menunjukkan regangan ikatan tak jenuh minyak.

Nilai densitas minyak jarak pagar menunjukkan 0,906 g/ml. Hasil ini sesuai dengan studi literatur yang menyebutkan bahwa nilai densitas minyak jarak pagar berkisar 0,90317 g/ml (Akbar *et al.*, 2009). Sedangkan pH bahan baku lebih bersifat asam.

Tabel 1. Karakteristik minyak jarak pagar Table 1. The characteristic of jatropha curcas oil

Parameter	Nilai
Parameters	Value
Bilangan oksiran (%)	0,015
Oxirane number	
Bilangan iod (gI ₂ /100g)	107,713
Iod number	
Viskositas (cp)	45,00
Viscocity	
Densitas (g/ml)	0,906
Density	
pH	5,00

Kondisi reaksi epoksidasi minyak jarak pagar

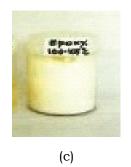
Hasil pengamatan kondisi reaksi epoksidasi menunjukkan bahwa selama berlangsungnya reaksi tidak terdapat gelembung gas ataupun buih. Penambahan katalis dan reaktan pada awal reaksi hingga 1 jam reaksi suhu reaksi cenderung eksotermis hingga 3°C. Pada reaksi eksotermis total energi di produk lebih kecil daripada reaktan sehingga nilai total entalpi negatif. Sesuai dengan hukum kekekalan energi, maka dalam reaksi eksotermis, kelebihan energi di transfer ke bahan sekitarnya yang tidak mengambil bagian dalam reaksi (lingkungan sekitar) sehingga

suhu dalam lingkungan reaksi memanas (Smith da Dwyer, 1991).

Penampakan minyak jarak pagar menunjukkan perubahan saat reaksi berlangsung hingga setelah pemurnian. Penampakan minyak jarak berubah menjadi coklat susu setelah reaksi epoksidasi dan kemudian menjadi kuning pucat setelah pemurnian (Gambar 2). Haryanti dan Siswantoro, (1992) menyatakan bahwa produk produk epoksi yang dihasilkan dari metil ester fraksi olein minyak sawit memiliki warna lebih putih. Sedangkan minyak nabati epoksi komersil berbasis minyak kedelai berwarna kuning pucat.









Gambar 2. (a) Minyak jarak pagar (b) Minyak jarak pagar epoksi setelah pemurnian (c) Minyak metil ester sawit epoksi (Haryanti dan Siswantoro, 1992) (d) Minyak kedelai epoksi komersil (Makwell Plastisizers Pvt. Ltd,2014)

Figure 2. (a) Jatropha curcas oil (b) Pure epoxidized jatropha curcas oil (c) Epoxidized metil ester of palm oil (Haryanti dan Siswantoro, 1992) (d) Commercialize of epoxidized soyabean oil (Makwell Plastisizers Pvt. Ltd, 2014)

Minyak jarak pagar epoksi kemudian dianalisis karakteristiknya dan dimurnikan melalui pencucian bertahap menggunakan corong pemisah. Pemurnian bermaksud untuk menghilangkan reaksi samping selama berlangsungnya reaksi epoksidasi. Beberapa reaksi samping yang terbentuk antara lain; air, asam format/asam asetat yang berlebih, hidrogen peroksida yang berlebih, dan minyak nabati yang tidak bereaksi. Reaksi samping tersebut dapat menyebabkan pembukaan cincin oksiran (Petrovic et al., 2002), sehingga harus dihilangkan dari reaksi karena bersifat asam (Gamage et al., 2009).

Rendemen pemurnian minyak jarak pagar epoksi sebesar 65,11% (Tabel 2). Larutan soda ash hangat mampu menghilangkan reaksi samping hingga sekitar 35%. Jumlah minyak yang diperoleh setelah delapan kali reaksi batch sebesar 5,386 L. *Soda ash* merupakan bahan kimia yang bersifat basa, yang umumnya digunakan untuk menetralkan dan meningkatkan pH. Hasil karakteristik minyak jarak pagar epoksi (Tabel 4 dan 5) menunjukkan bahwa, pemurnian mengubah pH minyak epoksi dari kondisi asam menjadi meningkat (bersifat basa). Hal ini dimungkinkan dipengaruhi oleh sifat larutan pemurnian soda ash yang bersifat basa.

Tabel 2. Rendemen pemurnian minyak jarak pagar epoksi *Table 2. Yield of epoxidized jatropha curcas oil purification*

Rendemen tiap tahap pemisahan							
Batch	Y1	eld of each stage pu	Jumlah minyak yang				
reaksi ke-	Aquades	Aquades hangat	larutan Na ₂ CO ₃	dihasilkan (ml)			
Batch	(30°C)	(50°C)	hangat (50°C)	Amount of oil			
reaction on-	Aquadest	Warm aquadest	Warm Na ₂ CO ₃	production (ml)			
	(30°C)	(50°C)	solution (50°C)				
1	81,30	86,65	61,11	572			
2	91,25	88,67	65,21	656			
3	95,85	93,44	65,93	683			
4	95,51	89,98	67,70	723			
5	91,90	90,22	65,36	702			
6	93,98	90,25	70,08	733			
7	90,38	82,55	63,68	675			
8	96,44	93,26	61,85	642			
Rata-rata	92,08	89,38	65,11	673,25			
Average							

Karakteristik minyak jarak pagar sebelum dan setelah pemurnian dianalisis untuk melihat pengaruh pemurnian pada peningkatan skala. Pemurnian mampu meningkatkan % terepoksidasi sebesar 2,08% pada skala laboratorium, sedangkan pada peningkatan skala pemurnian hanya mampu meningkatkan 1,29%. Peningkatan yang lebih kecil ini diakibatkan karena parameter reaksi (kecepatan pengadukan) pada peningkatan skala disesuaikan dengan skala laboratorium sehingga pada volume reaksi yang lebih besar jumlah partikel yang bertumbukan semakin sedikit, maka % terepoksidasi yang dihasilkan semakin menurun. Nilai oksiran yang dihasilkan memiliki nilai yang lebih rendah dibanding dengan produk minyak kedelai epoksi (Vikoflex® 7190 dan 7170- ARKEMA dan ESBO- Makwell Plastisizers Pvt. Ltd) yang mempersyaratkan minimal oksiran sebesar 6,0 %. Hal ini dikarenakan besarnya kandungan ikatan tak jenuh minyak pada minyak kedelai, sehingga semakin besarnya kemungkinan terbentuknya oksiran pada produk epoksinya.

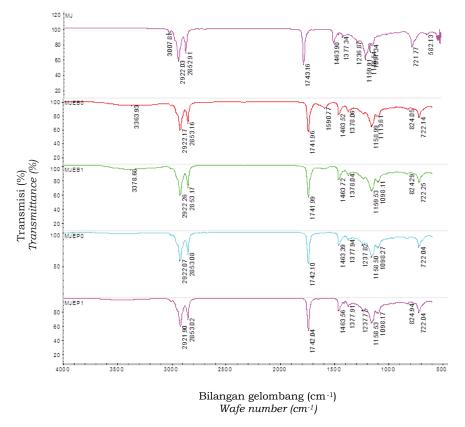
Hasil analisa FTIR (Gambar 3) menunjukkan luas serapan pada panjang gelombang 824 cm⁻¹ yang merupakan regangan gugus oksiran meningkat setelah dilakukan pemurnian. Peningkatan serapan gugus oksiran sebanding dengan penurunan serapan gugus ikatan tak jenuh minyak pada panjang gelombang 3007 cm⁻¹. Pérez et al (2009) menyatakan bahwa penurunan intensitas serapan pada panjang gelombang 3007 cm⁻¹ setara dengan penurunan jumlah ikatan rangkap dalam rantai molekul minyak nabati. Selain itu, pemurnian mampu menurunkan reaksi samping epoksidasi pada panjang gelombang 3459 cm⁻¹. Saremi et al (2012) menyatakan bahwa pembentukan puncak serapan (peak) baru pada minyak kedelai epoksi di panjang gelombang 3459,8 cm⁻¹ menunjukkan peregangangan gugus hidroksi O-H, yang mengindikasikan kemungkinan terbukanya gugus epoksi (oksiran). Hal ini menunjukkan bahwa pemurnian mampu mengurangi reaksi samping dan meningkatkan kualitas minyak jarak pagar epoksi yang dihasilkan.

Tabel 3. Karakteristik minyak pagar epoksi sebelum pemurnian selama penyimpanan *Table 3. Characteristic of epoxidized jatropha curcas oil before purification during storage*

		3 2		3	1 0	Ü	Ü
			Penyimpana 0 month s				
Batch reaksi ke- Batch reaction on	Oksiran Oxirane (%)	% Terenoksidasi	Luas serapan 824 cm ⁻¹ Wide of 824 cm ⁻¹ absorption	Bilangan iod Iod number (gI ₂ /100g)	Viskositas Viscosity (cp)	Densitas Density (g/ ml³)	pН
1	1,31 ef	20,65 Ef	14,232	74,65 ab	57,67 1	0,935 efg	3,02
2	1,46 c	22,92 C	15,380	73,98 ab	72,50 h	0,934 ce	3,52
3	1,4 d	21,98 D	15,484	63,75 ef	80,00 g	0,934 cef	2,25
4	1,28 fg	20,17 fg	13,857	65,16 de	62,50 k	0,933 fg	2,88
5	1,45 c	23,33 с	14,011	68,47 cd	65,83 i	0,934 cef	2,06
6	1,25 gh	19,6 gh	15,079	67,15 ab	63,33 jk	0,935 efg	2,47
7	1,32 ef	20,7 ef	13,916	74,23 bc	65,00 ij	0,934 efg	3,08
8	1,23 h	19,33 h	13,718	69,01 cd	73,33 h	0,937 c	1,65
Rata-rata <i>Average</i>	1,34	21,09	14,46	69,55	67,52	0,935	2,62
			Penyimpana 1 month s				
1	1,15 i	18,00 i	12,858	76,69 a	85,00 e	0,933 ce	3,28
2	1,48 bc	23,32 bc	15,326	69,34 cd	93,33 cd	0,934 b	3,07
3	1,51 ab	23,8 ab	15,322	60,02 fg	91,67 d	0,934 a	2,37
4	1,34 e	21,14 e	13,358	70,28 bc	82,50 f	0,933 c	2,68
5	1,55 a	24,91 a	16,055	56,33 g	153,33 a	0,933 a	1,71
6	1,4 d	22,09 d	14,623	62,17 ef	95,00 с	0,934 b	2,84
7	1,34 e	21,04 e	13,157	60,44 fg	92,50 d	0,935 c	4,05
8	1,32 ef	20,76 ef	14,814	60,99 ef	99,17 b	0,932 g	1,89
Rata-rata <i>Average</i>	1,39	21,88	14,439	64,53	99,06	0,934	2,73

Tabel 4. Karakteristik minyak pagar epoksi setelah pemurnian selama penyimpanan *Table 4. Characteristic of epoxidized jatropha curcas oil after purification during storage*

		3 1	-	<i>y</i> 1	3		
			Penyimpanan 0				
Batch reaksi ke- Batch reaction on	Okisiran Oxirane (%)	% Terepoksidasi <i>% Epoxidized</i>	Luas serapan 824 cm ⁻¹ Wide of 824 cm ⁻¹ absorption	Bilangan iod <i>Iod number</i> (gI ₂ /100g)	Viskositas Viscosity (cp)	Densitas <i>Density</i> (g/ml³)	рН
1	1,40 fg	21,98 fg	15,118	48,55 f	69,00 hi	0,935 b	10,76
2	1,48 e	23,05 e	15,876	71,93 a	78,33 c	0,934 bc	8,25
3	1,43 f	22,42 f	15,407	62,51 bcd	67,50 i	0,934 bc	9,31
4	1,40 fg	22,02 fg	14,157	67,23 abc	75,00 de	0,933 cd	9,87
5	1,48 e	23,33 е	14,011	67,45 abc	72,50 f	0,934 bc	10,58
6	1,40 fg	22,06 fg	14,328	70,78 a	73,33 ef	0,935 bc	10,71
7	1,38 g	21,7 g	14,058	71,67 a	75,00 de	0,934 bc	10,83
8	1,43 f	22,48 f	13,718	64,32 bcd	75,00 de	0,937 a	10,51
Rata-rata	1,43	22,38	14,584	65,56	73,21	0,935	10,10
			Penyimpanan 1	bulan			
			1 month stor	rage			
1	1,34 h	21,03 h	14,651	59,26 de	71,67 fg	0,933 cd	9,64
2	1,69 a	26,07 a	16,724	68,70 ab	98,33 a	0,934 bc	9,93
3	1,41 fg	22,23 fg	15,311	64,20 bcd	72,50 f	0,934 bc	9,45
4	1,53 d	24,08 d	14,612	66,97 abc	70,00 gh	0,933 cd	9,96
5	1,58 b	24,91 b	14,727	54,61 e	69,17 hi	0,933 cd	10,2
6	1,59 b	25,06 b	14,224	57,89 de	76,67 cd	0,934 bc	10,2
7	1,57 bc	24,74 bc	13,577	58,76 de	91,67 b	0,935 bc	10,01
8	1,55 cd	24,36 cd	13,906	61,70 cd	70,00 gh	0,932 d	9,77
Rata-rata	1,53	24,06	14,715	61,51	77,50	0,934	9,89



Gambar 3. Spektrum FTIR minyak jarak pagar, minyak jarak pagar epoksi sebelum dan setelah pemurnian

Figure 3. FTIR spectrum of jatropha curcas oil, epoxidized jatropha curcas oil before and after purification

Keterangan spektrum FTIR (Remarks of FTIR spectrum):

MJ : Minyak jarak pagar (Jatropha curcas oil)

MJEB 0: Minyak jarak pagar epoksi batch ke-5 sebelum pemurnian dengan masa penyimpanan 0 bulan (Batch 5 epoxidized jatropha curcas oil before purification in 0 month storage)

MJEB 1: Minyak jarak pagar epoksi batch ke-5 sebelum pemurnian dengan masa penyimpanan 1 bulan (Batch 5 epoxidized jatropha curcas oil before purification in 1 month storage)

MJEP0: Minyak jarak pagar epoksi batch ke-5 setelah pemurnian dengan masa penyimpanan 0 bulan (Batch 5 epoxidized jatropha curcas oil after purification in 0 month storage)

MJEP 1: Minyak jarak pagar epoksi batch ke-5 setelah pemurnian dengan masa penyimpanan 1 bulan Batch 5 epoxidized jatropha curcas oil after purification in 1 month storage)

Hasil pengujian karakteristik minyak jarak pagar epoksi setelah penyimpanan 1 bulan menunjukkan bahwa karakteristik produk epoksi sebelum dan setelah pemurnian cenderung tidak stabil. Nilai oksiran dan % terepoksidasi cenderung meningkat setelah penyimpanan, namun pada produksi minyak jarak pagar epoksi batch ke-1 dan 3 menunjukkan nilai yang menurun. Hasil perhitungan ini didukung pula dari hasil luas serapan pada panjang gelombang 824 cm⁻¹ yang cenderung menurun (Tabel 3 dan 4). Karakteristik viskositas cenderung meningkat, sedangkan densitas dan pH produk epoksi menurun, baik sebelum ataupun setelah pemurnian. Hasil ini menunjukkan bahwa seiring waktu penyimpanan kualitas produk epoksi menjadi semakin kental dan bersifat asam. Keasaman ini kemungkinan menunjukkan terbukanya gugus oksiran yang disebabkan oleh reaksi samping epoksi yang bersifat asam. Penurunan ataupun peningkatan nilai viskositas, densitas dan pH minyak jarak pagar epoksi murni lebih kecil dibandingkan produk epoksi sebelum pemurnian. Hasil penyimpanan ini menunjukkan bahwa pemurnian

menstabilkan kualitas produk selama penyimpanan.

Hasil analisa statistik pengaruh produksi peningkatan skala secara batch terhadap karakteristik produk epoksi menunjukkan bahwa karakteristik produk yang dihasilkan tidak kontinu. Hasil uji lanjut *Duncan* dengan tingkat kepercayaan 95% dan α = 0,05 menunjukkan bahwa karakteristik minyak jarak pagar epoksi sebelum dan setelah pemurnian berbeda nyata antar batch produksinya. Namun hasil uji keragaman produksi terhadap nilai oksiran dan % terepoksidasi pada minyak jarak pagar epoksi setelah pemurnian lebih rendah dibandingkan sebelum pemurnian .Hasil analisis statistik tersebut menunjukkan bahwa karakteristik minyak jarak pagar epoksi setelah pemurnian memiliki keragaman yang lebih kecil dibandingkan produk epoksi tanpa pemurnian.

Hasil analisis statistik menunjukkan bahwa penyimpanan berpengaruh nyata terhadap karakteristik produk epoksi sebelum dan setelah pemurnian. Karakteristik minyak jarak pagar epoksi sebelum pemurnian berbeda signifikan terhadap produksi antar batch. Karakteristik minyak jarak pagar epoksi murni yaitu oksiran, % terepoksi, iod, densitas dan viskositasnya berbeda signifikan, namun densitasnya tidak berbeda signifikan terhadap produksi antar batchnya. Kesamaan karakteristik produk epoksi murni setelah penyimpanan 1 bulan tampak pada produksi batch ke-5, 6, dan 7. Produk epoksi murni yang memiliki kesamaan karakteristik ini menunjukkan bahwa produksi peningkatan skala sistem batch tidak mempengaruhi karakteristik produk yang dihasilkannya.

KESIMPULAN DAN SARAN

Produksi minyak jarak pagar epoksi pada tahap peningkatan skala dilakukan secara bertahap menggunakan sistem *batch* sebanyak delapan kali produksi menghasilkan rendemen sebesar 65,11% dengan karakteristik 22,38% terepoksidasi, 65,56 gI₂/100g iod 73,21 cp viskositas, 0,935 g/ml³ densitas dan pH sebesar 10,10.

Hasil analisa stabilitas produk epoksi menunjukkan bahwa karakteristik produk epoksi sebelum dan setelah pemurnian tidak stabil selama penyimpanan 1 bulan, dengan nilai stabilitas produk epoksi setelah pemurnian yang lebih kecil dibanding sebelum pemurnian. Hasil uji lanjut *Duncan* dengan tingkat kepercayaan 95% dan α = 0,05 menunjukkan bahwa produksi tahap peningkatan skala secara batch dan penyimpanan terhadap karakteristik produk epoksi berpengaruh nyata dan karakteristik produk yang dihasilkan tidak kontinu. Namun, produk epoksi murni memiliki keragaman yang lebih kecil dibandingkan produk epoksi tanpa pemurnian. Produksi minyak jarak pagar epoksi tahap penggandaan skala sebaiknya dilakukan dengan sistem kontinu, sehingga mampu menghasilkan produk dengan karakteristik yang lebih seragam. Kondisi penyimpanan perlu dikaji kembali untuk memperoleh kondisi penyimpanan terbaik, sehingga dapat menjaga stabilitas produk selama penyimpanan.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih disampaikan kepada Pusat Penelitian Karet atas bantuan dana in house sehingga dapat terlaksananya penelitian ini. Disampaikan pula ucapan terimaksih kepada Dr. Dadi R. Maspanger dan M. Irfan Faturrohman, MSi atas bimbingannya dalam melaksanakan penelitian dan penyusunan naskah publikasi. Disampaikan pula ucapan terimakasih kepada Yati Nurhayati,S.Si dan Woro Andriani,S.Si dan Tri Haryani, S.Si selaku teknisi atas masukan dan bantuannya dalam penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Cifriadi, A. dan N. A. Kinasih. 2013. Studi Minyak Jarak Pagar (*Jatropha curcas L*) Epoksi sebagai Bahan Pelunak Kompon Karet NBR. *Prosiding Seminar Nasional XVI Kimia dalam Pembangunan*. Yogyakarta, 20 Juni 2013. Jaringan Kerjasama Kimia Indonesia.: 799-806
- Gall, R. J. and F. P. Greenspan, 1958. Vinyl Epoxy Plasticizers. *J. Industrial and* Engineering Chemistry 50 (6): 865-867

- Gamage, P. K., M. O'Brien, and L. Karunanayake. 2009. Epoxidation of Some Vegetable Oils and Their Hydrolised Products With Peroxyformic Acid-optimised to Industrial Scale. J. Natn Sci. Foundation Srilanka 37 (4): 229-240.
- Gan, L. H, K. S. Ooi, S. H. Goh, L. M. Gan, and Y. C. Leong. 1994. Epoxsidized esthers of Palm Olein as Plasticizers for Poly(vinyl chloride). *J. Eur. Polym* 31 (8): 719-724.
- Haryanti, T. dan O. Siswantoro. 1992. Epoksidasi Metil Ester Asam Lemak dari Fraksi Olein. *Menara Perkebunan* 60(3): 90-94.
- Hawash S, G. El. Diwani dan E. A. Kader. 2011. Optimization of Biodiesel Production of Jatropha Oil by Heterogeneous Base Catalysed Transesterification. International J. of Engineering Science and Technology 0975-5462 (3): 5242-5251.
- Hulbert, G. 1998. Design and Contruction of Food Processing Operations. In Agricultural Development Center (Ed.). ADC Information Sheets. The Universities of Tennessee Institute of Agriculture., 18
- Kuriakose, A. P. and M. Varghese. 1999. The Compounding of Nitrile and Polychloroprene Rubbers With Rice Bran Oil. *Irian Polymer Journal* 8(4): 247-255.
- Makwell Plastisizers Pvt. Ltd. 2014. Epoxidised soyabean oil. www.makwellplastisizers.com, diakses tanggal 30 Desember 2014
- Pérez J. D. E. P., D. M. Haagenson, S. W. Priyor, C. A. Ulven, and D. P. Wiensenborn. 2009. Production and Characterization of Epoxidized Canola Oil. American Society of Agricultural and Biological Engineers 52 (4): 1289-1297.
- Priyde E. and J. Rothfus. 1999. *Industrial* and Nonfood Uses of Vegetable Oils. McGraw Hill. New York, USA

- Riyanti, N., 1992. Minyak Epoksi dari CPO sebagai Processing Aid pada Pembuatan Barang Jadi Karet Nitril-Butadiena-PVC. Skripsi. Departemen Teknologi Industri Pertanian Fakultas Teknologi Pertanian, Institut Pertanian Bogor, Bogor.
- Saremi, K., T. Tabarsab, A. Shakeric, and A. Babanalbandi. 2012. Epoxidation of Soyabean Oil. *Annals of Biological Research* 3 (9): 4254-4258.
- Smith, A. and C. Dywer. 1991. Key Chemistry: Investigating Chemistry in the Contempory World. Melbroune University Press, Carlton.