

# **PRODUCTION OF BIOLUBRICANT BASED ON *Jatropha curcas* OIL AND LINEAR ALCOHOL**

- 1. Nina Adriani, B.Sc (Hons), M.Sc**
- 2. Prof. Dr. Jumat Salimon**

- 1. Chemistry Lecturer at The Teacher Training and Education Faculty of Maritim Raja Ali Haji University*
- 2. Lecturer at Faculty of Science and Technology of National University Malaysia*

## **ABSTRACT**

The use of oils and fats for lubrication purposes has been practiced for many years. This is starting that realized since the mineral oil in a limited number. In this research, the production of biolubricant based plant oil is *Jatropha Curcas* oil and linear alcohol. Oil produced from the fruits is 44.30%. However, oxidative stability and low pour point are problem for biolubricant. The method used to overcome this problem is epoxidation process and ring opening. Epoxidation process successfully carried out by testing the oxirane value and also FTIR analysis, where the peak of alkenes is  $3007\text{ cm}^{-1}$ . Epoxy peak appeared at  $843$  and  $824\text{ cm}^{-1}$ , which is testament to the success of epoxy ring is formed. Ring opening proved successful with FTIR analysis of the appearance of hydroxyl groups at the peak of  $3444\text{ cm}^{-1}$ , the peak of ether in  $1097\text{ cm}^{-1}$ , and the loss of epoxy peak. Biolubricant which is produced in the form of alcohol ether is to produce five types of biolubricant, which are decanol ether, dodecanol ether, tetradecanol ether, hexadecanol ether and octadecanol ether.  $^1\text{H}$  dan  $^{13}\text{C}$  NMR analysis is also succeeded in proving the presence of key functional groups for the fifth type of biolubricants. In terms of viscosity and flash point, lubricant successful enhanced oil-based plants, but not succeeded to reduce the pour point.

## PENDAHULUAN

Penggunaan minyak tumbuhan dan lemak haiwan untuk tujuan pelinciran telah dipraktikkan selama bertahun-tahun. Dengan terjumpanya petroleum dan ketersediaan minyak yang murah, alternatif ini menjadi tidak menarik lagi dan dibiarkan begitu sahaja. Memfokuskan kembali perhatian kepada minyak tumbuhan selama masa perang dan masa situasi kekurangan minyak. Sebagai contoh, semasa Perang Dunia I dan Perang Dunia II, penggunaan minyak tumbuhan sebagai bahan api, lubrikan, lemak dan tenaga meningkat pesat (Achten et al 2008).

Kajian dalam penggunaan minyak *Jatropha curcas* sebagai penghasilan biolubrikan belum pernah dilakukan sebelum ini, tetapi kajian yang tertumpu kepada penyediaan biodiesel telah banyak dilakukan. Disebabkan sekarang ini biolubrikan mempunyai peranan yang lebih penting, maka penghasilan biolubrikan lebih diutamakan. Penyelidikan ini tertumpu kepada penggunaan bahan mentah yang mudah didapati di Malaysia iaitu minyak *Jatropha curcas* yang merupakan minyak tumbuhan yang akan dimodifikasi dengan alkohol berantai linear. Ini menunjukkan bahawa kajian ini mempunyai kekuatan dari segi kos pengeluaran, ekonomi negara dan alam sekitar. Kos pengeluaran dapat dikurangkan kerana memandangkan tumbuhan *Jatropha curcas* telah ditanam di Malaysia secara meluas.

Rasional kajian ialah untuk menghasilkan biolubrikan yang berasaskan minyak tumbuhan khususnya minyak *Jatropha curcas*. Minyak ini dirancang akan dimodifikasi dengan baik supaya dapat menghasilkan biolubrikan yang lebih baik lagi dari segi kualiti, daya guna, dan ketahanannya. Jadi dengan menggunakan minyak *Jatropha curcas*, diharapkan biolubrikan yang dihasilkan nantinya dapat menyaingi produk biolubrikan yang telah ada di pasaran dan dapat dimanfaatkan untuk kemajuan masa akan datang.

Penyelidikan ini mempunyai dua objektif, iaitu seperti berikut:

1. Mengepoksida minyak *Jatropha curcas* serta mengetarkan minyak terepoksid dengan alkohol berantai linear.
2. Mencirikan sifat-sifat biolubrikan yang dihasilkan.

## KAJIAN KEPUSTAKAAN

### Biolubrikan

Lubrikan, khususnya cecair hidraulik, adalah relatif besar dan kebanyakan berasaskan pada minyak mineral. Lubrikan berasaskan minyak tumbuhan masih terdiri daripada segmen sempit, namun lubrikan ini mempunyai pelbagai aplikasi seperti pengerudian minyak, industri makanan, cecair hidraulik, pelincir enjin, minyak traktor, dan lainnya. Cecair hidraulik yang digunakan sekitar 5 juta metrik tan per tahun di Amerika Syarikat, mempunyai keperluan tertinggi terhadap biolubrikan yang bersifat mesra alam (Achten et al 2008).

### Minyak tumbuhan

Minyak tumbuhan didapati menjadi satu sumber yang berpotensi sebagai bahan asas biolubrikan (Gunstone 2004). Ini disebabkan ia mempunyai sifat biodegradasi yang tinggi terhadap persekitaran dan sifat mesra alam yang sangat baik. Biolubrikan adalah minyak pelincir yang dihasilkan daripada sumber semula jadi seperti minyak tumbuhan. Tingginya tahap

pengoksidaan dan kestabilan haba menyebabkan ia berpotensi tinggi dalam bidang pelincir perindustrian (Jumat & Rozaini 2009). Disamping itu minyak tumbuhan mudah untuk diperbaharui berbanding dengan minyak mineral yang sekarang ini banyak menjadi bahan asas yang digunakan sebagai lubrikan di pasaran dunia.

Minyak tumbuhan boleh dan telah digunakan sebagai biolubrikan dalam bentuk semulajadi. Mereka mengalami beberapa keuntungan dan kerugian apabila minyak tumbuhan digunakan dalam bidang industri dan sebagai lubrikan. Di sisi positif, minyak tumbuhan mempunyai sifat pelinciran yang sangat baik, jauh lebih unggul dibandingkan dengan minyak mineral. Yang paling penting, minyak tumbuhan bersifat mesra alam, pada umumnya kurang beracun, boleh diperbaharui dan mengurangkan pergantungan pada minyak petroleum import.

Dari sisi negatif, minyak tumbuhan dalam bentuk semulajadi adalah kurang dari segi kestabilan oksidatifnya jika digunakan sebagai biolubrikan. Modifikasi kimia ke atas minyak tumbuhan atau penggunaan antioksidan boleh mengatasi masalah ini, tetapi harus meningkatkan kos.

### Tumbuhan *Jatropha curcas*

Dalam kajian ini, biolubrikan dihasilkan dengan bahan asas minyak *Jatropha curcas* dan alkohol berantai linear. *Jatropha curcas* termasuk ke dalam kategori keluarga *Euphorbiaceae*. Di Malaysia, tanaman *Jatropha curcas* turut dikenali sebagai jarak pagar iaitu terutama di kawasan Semenanjung Malaysia.



Rajah 1. Buah *Jatropha curcas*

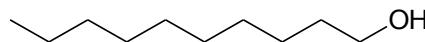
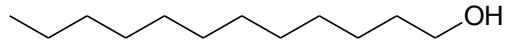
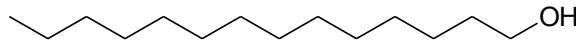
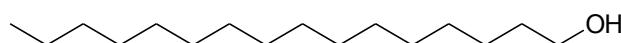
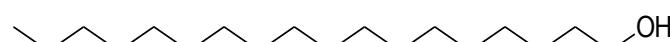
Biji *Jatropha curcas* adalah salah satu sumber yang baik untuk penghasilan minyak, yang boleh digunakan sebagai pengganti bahan api. Bagaimanapun, biji ini secara umumnya toksik kepada manusia dan juga haiwan. *Curcin*, merupakan satu protein yang toksik yang terkandung di dalam bijinya, didapati menghalang sintesis protein dalam kajian *in vitro*. Ester phorbol yang berkepekatan tinggi dalam biji *Jatropha curcas* dikenalpasti sebagai agen toksik utama dalam minyak *Jatropha curcas*. Komposisi bagi minyak *Jatropha curcas* daripada Nigeria mengandungi asid lemak utama seperti asid palmitik (13%), asid stearik (2.53%), asid oleik (48.8%) dan asid linoleik (34.6%) (Jumat & Rozaini 2009). Minyak *Jatropha curcas*

mengandungi peratusan asid lemak tak tepu yang tinggi kira-kira 78- 84%. Ini membuat minyak sesuai untuk pengeluaran biodiesel.

### Alkohol berantai linier

Bagi penyelidikan dalam penghasilan biolubrikan berasaskan biji *Jatropha curcas*, modifikasi dilakukan terhadap strukturnya dengan menggunakan alkohol berantai linear yang panjang. Modifikasi ke atas biolubrikan dilakukan untuk meningkatkan kualiti daripada lubrikan itu sendiri, iaitu dari segi kestabilan oksidatif, ketahanan terhadap pelbagai faktor dan juga dapat menghasilkan biolubrikan yang berciri baru. Alkohol yang digunakan ada lima jenis alkohol.

Jadual 1 . Pelbagai jenis alkohol linear dan struktur kimianya

Alkohol	Struktur alkohol
Dekanol	
Dodekanol	
Tetradekanol	
Heksadekanol	
Oktadekanol	

## KAEDAH MODIFIKASI

### Proses Pengepoksidaan

Proses pengepoksidaan mempunyai kegunaan meluas disebabkan ia boleh mengubah kereaktifan kimia, yang timbul kerana daya tarikan yang tinggi ke atas cincin oksirana. Disebabkan kegunaannya yang sangat komersial, pengepoksidaan olefin berantai panjang dan terbitan asid lemak tak tepu seperti kacang soya dan minyak tumbuhan lainnya, digunakan dalam industri. Kajian sebelumnya telah dilakukan ke atas minyak tumbuhan, terutama minyak kacang soya, penghasilan dunia mencapai sekitar 200,000 t / tahun (Oliveira et al 2009).

## **Proses pengeteran**

Diketahui bahawa gelang oksirana adalah tidak stabil, maka ia selanjutnya harus ditindakbalaskan dengan alkohol untuk membuka gelang melalui proses pengeteran. Pembentukan eter dan kumpulan hidroksil pada lubrikan memberikan ciri-ciri yang lebih baik bagi suatu lubrikan. Setelah dilakukan proses pengeteran, maka beberapa ujian akan dilakukan ke atas biolubrikan yang telah dimodifikasi seperti ujian kelikatan, takat tuang, dan takat kilat. Beberapa analisis juga akan dilakukan untuk menentukan struktur biolubrikan yang telah diperoleh.

## **METODOLOGI**

### **KAEDAH MODIFIKASI**

#### **Pengekstrakan Minyak**

Biji *Jatropha curcas* diambil dari plot “biobased lubricant” rumah tumbuhan UKM, Teres T dan Teres B. Setelah diambil, maka kulitnya dibuang, dan bijinya dikeringkan di bawah sinaran matahari selama 2 hari. Setelah kering, bijinya dikisar, dimasukkan ke dalam karung dan ditimbang terlebih dahulu sebelum diekstrak dengan alat ekstraksi Sokhlet. Dilakukan selama 8 jam pada suhu 85°C dengan menggunakan pelarut heksana yang berasaskan petroleum. Pelarut heksana mempunyai sifat untuk membentuk ikatan dengan minyak, sehingga akan menarik minyak daripada pelarut yang digunakan untuk membasuh, dan pelarut heksana dipisahkan dari minyak dengan menggunakan pemutar wap melalui proses penyejatan. Minyak yang terkumpul selepas proses penyejatan dikeringkan di dalam ketuhar vakum bersuhu 100°C selama 1 jam.

#### **Proses Pengepoksidaan**

Proses pengepoksidaan dilakukan ke atas minyak *Jatropha curcas* iaitu untuk menghilangkan ikatan ganda dua yang terdapat dalam asid lemaknya, secara ringkas iaitu untuk menurunkan darjah ketaktepuan minyak itu sendiri. Proses ini dilakukan dengan menggunakan asid formik, dengan tujuan untuk menghasilkan asid performik melalui kaedah *in situ*. Ikatan ganda dua menjadi punca kepada kestabilan oksidatif yang rendah, sehingga perlu dilakukan pengepoksidaan dan ia juga boleh menurunkan takat tuang minyak.

#### **Proses Pengeteran**

Proses pengeteran seperti bertujuan untuk membuka gelang epoksida yang terbentuk sebelumnya kerana sebatian yang mengandungi epoksida kurang stabil. Proses ini dijalankan dalam kelalang berleher tiga dengan isipadu 250mL. Pengaduk magnet dimasukkan ke dalam kelalang dan diletakkan dalam pemanas. Kondenser refluks disambungkan pada leher bahagian tengah, sedangkan termometer di letakkan pada leher bahagian kiri ataupun kanan untuk mengetahui suhu tindak balas. Minyak terepoksida yang dihasilkan akan ditindakbalaskan sebanyak 5g dengan alkohol linear dengan menggunakan nisbah mol 1:2 bagi (minyak terepoksida : alkohol linear), dimasukkan kedalam kelalang dan dipanaskan. Setelah suhu mencapai 70-80°C, maka asid sulfurik ( $H_2SO_4$ ) yang bertindak sebagai mangkin dititiskan ke dalam campuran dan ditindakbalaskan pada suhu 110°C. Penyejukan dilakukan dengan menggunakan ais dan menambahkan 20mL natrium bikarbonat akueus ke dalam campuran. Selepas itu campuran dikumpulkan dan diekstrak menggunakan etil asetat dan dikeringkan dengan natrium sulfat

kontang ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ). Akhir sekali, ekstrak eter ini disejat dengan menggunakan pemutar wap pada suhu ruang.

## **KAEDAH PENCIRIAN**

### **Pengukuran Kelikatan**

Pengukuran kelikatan adalah pengukuran untuk mengetahui sejauh mana minyak boleh digunakan sebagai pelincir iaitu mengukur kerintangan aliran cecair. Di dalam penyelidikan ini, alat viskometer model Brookfield dengan pemutar jenis 4 telah digunakan. Pemilihan pemutar (spindle) adalah berdasarkan kelikatan sampel. Pengukuran kelikatan dilakukan di dalam suhu bilik dengan kelajuan pemutar 100rpm selama 1 minit. Bacaan diambil sebanyak 3 kali bagi memperoleh keputusan yang jitu.

### **Pengukuran Takat Tuang**

Pengukuran takat tuang untuk mengetahui batas minyak boleh mengalir pada suhu terendah. Dalam pengukuran ini, digunakan tiub U untuk memudahkan pengaliran minyak terjadi. Sebanyak 15mL minyak diletakkan ke dalam tiub U dengan meletakkan termometer di salah satu bagian tiubnya. Hujung termometer tidak boleh menyentuh dasar tiub, sehingga suhu yang terbaca merupakan suhu minyak. Setelah itu tiub tersebut diletakkan ke dalam peti sejuk yang bersuhu  $-80^{\circ}\text{C}$ . Pengukuran takat tuang dijalankan dengan melihat suhu paling minimum sampel mula mengalir pada suhu bilik. Tiub U diterbalikkan bagi memudahkan untuk melihat pengaliran sampel. Suhu apabila sampel mula mengalir dicatat sebagai takat tuang sampel.

### **Pengukuran Takat Kilat**

Pengukuran takat kilat untuk mengetahui sejauh mana sesuatu minyak tahan untuk terbakar. Semakin tinggi nilai takat kilat minyak, maka semakin bagus kualiti minyak itu sendiri. Dalam ujian ini, sampel yang digunakan hanya sedikit, iaitu sekitar 5mL. Sampel diletakkan dalam mangkuk pijar yang bertutup dan direndam di dalam minyak silikon sebagai perantara untuk memanaskan minyak. Minyak silikon dipilih sebagai perantara untuk memindahkan haba kerana takat didihnya yang tinggi. Sekiranya air yang digunakan sebagai bahan perantara, air akan meruap jika takat kilat sampel melebihi suhu  $100^{\circ}\text{C}$ . Termometer diletakkan ke dalam minyak silikon untuk mengukur nilai takat kilat minyak. Setelah suhu mencapai  $100^{\circ}\text{C}$ , maka takat tuang mulai diukur setiap kenaikan  $10^{\circ}\text{C}$ .

## **ANALISIS HASIL ETER**

### **Nilai Iodin (IV)**

Nilai iodin (IV) adalah nilai untuk mengetahui darjah ketaktepuan sesuatu minyak berdasarkan kehadiran ikatan ganda dua. Terdapat dua kaedah yang biasa digunakan untuk menentukan nilai iodin sesuatu minyak atau lemak. Dua kaedah itu ialah kaedah Wijs dan kaedah Hanus. Kedua-dua kaedah ini berbeza dari segi agen penghalogenan yang digunakan di mana, kaedah Wijs menggunakan monoklorida (ICI) dan kaedah Hanus menggunakan monobromida (IBr) sebagai agen penghalogenan

### **Nilai Asid (AV)**

Nilai asid (AV) digunakan untuk mengetahui kuantiti asid lemak yang hadir di dalam minyak. Hal ini boleh disebabkan oleh proses hidrolisis triasilgliserol kepada diasilgliserol dan monoasilgliserol sehingga dapat menurunkan kualiti minyak itu sendiri. Oleh sebab itu, penting untuk menguji nilai asid minyak, terutama yang akan digunakan dalam penghasilan biolubrikan. Tingginya nilai asid ke atas minyak yang telah dimurnikan menandakan bahawa proses penapisan tidak lengkap atau proses pemisahan minyak dan lemak berlaku ketika penyimpanan. Sedangkan tingginya nilai asid ke atas minyak mentah, iaitu untuk mengetahui kuantiti minyak yang hilang ketika mengasingkan asid lemak bebas di dalam proses penapisan.

### **Nilai Oksirana (OOC)**

Pengukuran nilai oksirana (OOC) dijalankan bagi melihat kejayaan proses pengepoksidaan. Proses pengepoksidaan dianggap berjaya apabila nilai oksirana menghampiri nilai oksirana teori. Prosedur nilai oksirana dimulakan dengan menimbang sebanyak 0.3-0.5g sampel yang hampir kepada 0.0001g di dalam 50mL kelalang kon. Sampel kemudiannya dilarutkan dengan menambah sebanyak 10mL asid asetik glasial. Beberapa titik penunjuk kristal violet ditambahkan sebagai indikator tindak balas. Seterusnya, campuran di dalam kelalang dititrat dengan larutan piawai hidrogen bromida (HBr). Kelalang digoncang sepanjang petitratan berjalan. Pentitratan berakhir apabila campuran yang mengandungi sampel berubah warna kepada warna biru kehijauan, dan warna tersebut bertahan sekurang-kurangnya selama 30 saat.

### **Kromatografi Cecair Berprestasi Tinggi (HPLC)**

Kromatografi cecair berprestasi tinggi juga dikenali sebagai kromatografi cecair bertekanan tinggi. Ia merupakan satu kaedah kromatografi turus yang mantap dan meluas digunakan dalam analisa kimia. Partikel yang memegang fasa pegun dalam kolumn adalah sangat kecil iaitu  $3\text{-}10\mu\text{m}$ . HPLC mempunyai fleksibiliti di mana dengan hanya mengubah fasa pegun atau bergerak, kaedah pemisahan yang berlainan dapat dilakukan. HPLC fasa berbalik pula dijalankan dengan menggunakan fasa bergerak yang berikutub dan fasa pegun yang tidak berikutub.

### **Kromatografi Gas (GC)**

Kromatografi gas merupakan salah satu prosedur analitikal yang sering digunakan bagi menganalisis sampel minyak dan lemak. Alat ini digunakan bagi mengasing dan mengenalpasti komponen asid lemak yang hadir di dalam sampel. Fasa pegun alat ini merupakan kolumn yang terdiri daripada cecair atau polimer yang diletakkan di dalam tiub kapilari silika sepanjang 10-100m.

### **Spektroskopi Inframerah-Fourier Transform (FTIR)**

Spektrometer inframerah ini dari jenis model Spektrum BX jenama Perkin Elmer dijalankan ke atas biolubrikan. Alat kromatografi ini mampu membuktikan kehadiran kumpulan berfungsi epoksida selepas proses pengepoksidaan dijalankan dan kumpulan berfungsi eter dan alkohol

selepas proses pembukaan gelang berlaku. Selepas proses pengepoksidaan dijangka, kumpulan berfungsi epoksida akan memberikan tiga puncak. Manakala, selepas proses pengeteran pula dijangka, alkohol eter yang terbentuk memberikan puncaknya.

### **Spektroskopi Resonans Magnetik Nukleus (NMR)**

Analisis menggunakan spektroskopi resonans magnetik nukleus (NMR) bagi menentukan struktur dan juga sebatian yang dihasilkan daripada biolubrikan. Alat spektroskopi NMR yang digunakan dalam penyelidikan ini bagi mendapatkan spektrum  $^1\text{H}$  dan  $^{13}\text{C}$  NMR ialah JEOL 400 MHz dengan pelarut  $\text{CDCl}_3$ . Di dalam penyelidikan ini, analisis NMR dijalankan sebagai salah satu ujian pengecaman terhadap lima hasil pengeteran alkohol eter. Molekul alkohol eter terdiri daripada elemen hidrogen, karbon, dan oksigen. Elemen-elemen ini memiliki isotop yang boleh menghasilkan spektrum NMR apabila molekul alkohol eter diletakkan di antara medan magnet serta dikenakan dengan sinaran elektromagnet dalam kawasan frekuensi radio.

## **KEPUTUSAN DAN PERBINCANGAN**

### **Minyak *Jatropha curcas***

Biji *Jatropha curcas* dalam penyelidikan ini dapat menghasilkan minyak sebanyak 44.30%.

### **Nilai Iodin(IV)**

Nilai iodin bagi minyak *Jatropha curcas* untuk penyelidikan ini ialah 96.44. Nilai ini masih termasuk dalam julat minyak *Jatropha curcas* di Malaysia iaitu 90-105. Berdasarkan nilai iodin ini, maka diketahui kualiti minyak yang didapati untuk penyelidikan ini harus dimodifikasi dengan baik untuk menghasilkan biolubrikan yang dicadangkan memiliki nilai iodin yang rendah. Darjah ketaktepuan yang tinggi bermaksud rendahnya kestabilan oksidatif minyak.

### **Nilai Asid(AV)**

Nilai asid yang didapati bagi minyak *Jatropha curcas* ialah 2.24 dengan perkiraan pada Lampiran 5, dimana nilai asid bagi *Jatropha curcas* di Malaysia ialah 2.30. Hal ini membuktikan bahawa kualiti minyak *Jatropha curcas* adalah baik disebabkan rendahnya kandungan asid lemak bebas. Bahan asas harus dipastikan kualitinya supaya tidak menjelaskan kualiti produk akhir. Nilai asid yang tinggi menandakan kualiti minyak yang rendah kerana kaya dengan asid lemak bebas.

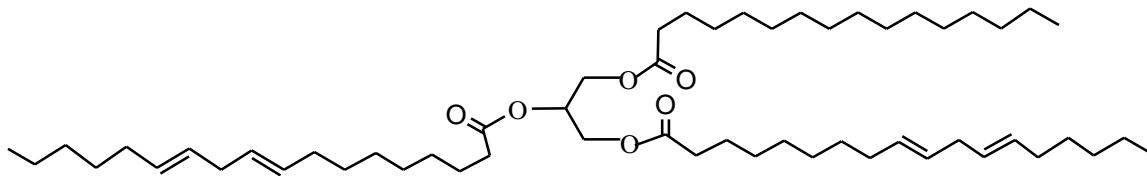
### **Analisis kromatografi gas (GC)**

Membuktikan bahawa minyak *Jatropha curcas* kaya dengan asid lemak tak tepu sebanyak 79.09% iaitu asid oleik dan asid linoleik. Sedangkan 20.91% adalah asid tak tepu, iaitu asid palmitik dan asid stearik. Darjah ketaktepuan yang disebabkan oleh asid lemak tak tepu inilah yang menjadi faktor kepada modifikasi lubrikan untuk mengurangkan darjah tak tepu pada struktur minyaknya.

### **Analisis kromatografi cecair berprestasi tinggi( HPLC)**

Diketahui bahawa kandungan triasilglicerol yang paling dominan ialah PLL (22.28%). Walaupun asid lemak yang paling tinggi kandungannya ialah asid oleik, tetapi dalam bentuk molekul yang

lebih besar, PLL merupakan TAG yang paling banyak terdapat dalam minyak *Jatropha curcas*. Selanjutnya TAG yang terdapat dalam minyak ialah OLL (17.67%), OOL (16.93%), POP (14.04%), OOO (12.33%), SLL (5.26%), PPP (3.40%), PPL (2.72%), POS (1.17%), SSS (0.68), LSS (0.55%) dan PLS (0.22%).



Rajah 15. Struktur TAG PLL bagi minyak *Jatropha curcas*

## PROSES MODIFIKASI

### Proses Pengepoksidaan

Dari nilai oksirana teori yang telah diketahui dengan menggunakan maklumat nilai iodin, maka nilai oksirana untuk minyak terepoksida didapati. Nisbah 1:1:2.5 bagi (minyak : asid performik : hidrogen peroksida) hanya memberikan sumbangan 65.34% terhadap pembentukan gelang oksirana. Bagi nisbah 1:2:2.5 (minyak : asid performik : hidrogen peroksida) juga diuji, dan nilai oksirana yang didapat iaitu 77.62%.

Gelang oksirana yang terbentuk iaitu sebanyak 88.24% dalam mengubah tapak tak tepu menjadi gelang epoksida. Pengoptimuman komposisi bagi proses ini didapati pada nisbah 1:3:2.5 bagi (minyak : asid performik : hidrogen peroksida). Jadi dengan nisbah 1:3:2.5, nilai oksirananya ialah 5.056, iaitu mendekati nilai oksirana teori, gelang epoksida terbentuk sebanyak 88.24%.

### Analisis Spektroskopi Inframerah (FTIR)

Puncak yang membuktikan keberjayaan epoksida terbentuk ialah munculnya puncak – puncak epoksida pada  $843$  dan  $824\text{cm}^{-1}$ . Selain itu puncak alkena yang terbentuk pada spektrum minyak *Jatropha curcas* tidak muncul pada spektrum minyak terepoksida, kerana ikatan ganda dua pada minyak telah membentuk gelang oksirana sebanyak 88.24% dan sisa lainnya tidak cukup untuk membentuk puncak alkena.

### Proses Pengeteran

Selepas proses pembukaan gelang, nilai oksirana diuji kembali untuk mengetahui apakah pembukaan gelang berjaya dilakukan atau tidak. Asid bromik digunakan sebagai larutan penitrat untuk menentukan jumlah titratannya. Dalam proses ini, nilai oksirana ialah mendekati sifar, kerana hanya satu titisan asid bromik yang digunakan. Hal ini menyebabkan larutan langsung berubah warna menjadi hijau kebiru-biruan. Ini membuktikan bahawa gelang oksirana telah terbuka secara lengkap.

## **Analisis Spektroskopi Inframerah (FTIR)**

Puncak-puncak yang terlihat iaitu puncak alkohol yang terbentuk, puncak eter dan juga puncak gelang epoksida yang sudah hilang. Ketiga-tiga puncak ini membuktikan keberjayaan dalam proses pengeteran dan penghasilan biolubrikan yang dicadangkan sebelumnya dalam penyelidikan ini. Puncak alkohol dihasilkan pada julat  $3200\text{-}3500\text{cm}^{-1}$ , puncak eter pada julat  $1000\text{-}1300\text{cm}^{-1}$ , dan kehilangan puncak kumpulan berfungsi epoksida pada  $843$  dan  $824\text{cm}^{-1}$ .

## **Spektroskopi Resonans Magnetik Nukleus (NMR)**

Eter alkohol yang menggunakan dodekanol, tetradekanol, heksadekanol dan oktadekanol yang dianalisis spektrum-spektrumnya untuk melihat perbezaan di antara lima alkohol telah terbukti berjaya menghasilkan kumpulan eter dan hidroksil yang terbentuk dalam struktur eter alkohol melalui hasil spektrum NMR  $^1\text{H}$  dan  $^{13}\text{C}$ .

## **Kelikatan**

Semakin tinggi nilai kelikatan, maka semakin bagus kualiti minyak tersebut. Hasil tes kelikatan dari eter dekanol hingga eter oktadekanol menunjukkan bahawa eter alkohol yang dihasilkan berjaya dengan meningkatkan nilai kelikatan minyak.

## **Takat Tuang**

Diketahui bahawa takat tuang minyak *Jatropha curcas* ialah  $-15^\circ\text{C}$ , di mana takat tuang bagi eter dekanol dan eter dodekanol ialah  $-26$  dan  $-19^\circ\text{C}$ . Ini menunjukkan bahawa proses pengeteran berjaya menurunkan takat tuang minyak *Jatropha curcas*. Tetapi takat tuang bagi eter alkohol yang lainnya berada pada nilai yang lebih tinggi daripada takat tuang minyak *Jatropha curcas*. Ini mungkin disebabkan oleh tingkat ketepuan biolubrikan yang dihasilkan. Penambahan jisim molekul dan darjah ketepuan selepas proses modifikasi, akan meningkatkan nilai takat tuang minyak tumbuhan, walaupun proses pengeteran dilakukan dengan tujuan untuk menurunkan takat tuang minyak selepas minyak kehilangan ikatan ganda duanya.

## **Takat Kilat**

Semua eter alkohol yang dihasilkan memiliki nilai takat kilat  $>290^\circ\text{C}$ . Ini menunjukkan bahawa proses pengeteran berhasil menaikkan takat kilat minyak dengan cara memodifikasinya dengan pelbagai jenis alkohol linear. Mungkin untuk penyelidikan selanjutnya boleh untuk mengetahui nilai takat kilat yang lebih tepat, mungkin dengan menukar standar pengukuran dan bahan perantara untuk memanaskannya.

## **KESIMPULAN DAN CADANGAN**

### **Kesimpulan**

Proses pengoksidaan berjaya dibuktikan dengan penghasilan gelang oksirana, yang ditentukan dengan nilai oksirana yang tinggi. Proses pengeteran berjaya dilakukan dengan penghasilan kumpulan hidroksil yang disebabkan oleh kehadiran alkohol linear dan hilangnya gelang oksirana. Analisis HPLC, GC, FTIR dan NMR dilakukan untuk membuktikan kejayaan biolubrikan yang dihasilkan. Ujian pengecaman seperti nilai kelikatan, takat tuang dan takat kilat juga dilakukan untuk mencirikan sifat-sifat biolubrikan yang dihasilkan.

## Cadangan

Langkah penambahbaikan dilakukan ke atas biolubrikan dengan mengoptimumkan tindak balas mangkin yang digunakan, faktor masa, suhu tindak balas tekanan dan nisbah mol. Sifat pengaliran bagi biolubrikan berbanding dengan bahan sintetik adalah lebih tinggi. Kelikatan bagi biolubrikan meningkat sejalan dengan penambahan rantai di dalam struktur biolubrikan. Secara keseluruhan, kaedah pengubahsuaian dapat menghasilkan stok asas biolubrikan. Pada masa yang akan datang, diharapkan ujian terhadap kestabilan oksidatif dapat dijalankan dengan menggunakan analisis dan instrumen khusus, supaya dapat mencirikan biolubrikan dengan lebih baik lagi.

## RUJUKAN

- Achten, W.J.M., Verchot, L., Franken, Y.J., Mathijs.E., Singh, V.P., Aerts, R. & Muys.B. 2008. *Jatropha bio-diesel production and use. Biomass and Bioenergy* 32. 1063-1084.
- Erhan, S.Z. & Asadauskas, S. 2000. Lubricant basestocks from vegetable oils. *Journal of Industrial Crops and Products* 11 : 277–282.
- Gunstone, F.D. 2004. *The Chemistry of Oils and Fats: Sources, Composition, Properties and Uses*. U.K.: Blackwell Publishing Ltd.
- Jumat Salimon, Mamot Said, Suria Ramli, Mohamad Azwani Shah Mat Lazim. 2006. *Oil And Fats Analysis*. Fakulti Sains dan Teknologi Universiti Kebangsaan Malaysia Bangi.
- Jumat, S. & Rozaini, A. 2009. Physicochemical Properties of Malaysian *Jatropha curcas* Seed Oil. *Sains Malaysiana* 37(4) : 379-382.
- Lathi, P.S. & Mattiasson, B. 2007. Green approach for the preparation of biodegradable lubricant base stock from epoxidized vegetable oil. *Journal of Applied Catalysis B: Environmental* 69 : 207–212.
- Nedyia, C.O.T., Aranda, D.A.G., Carneiro, J.W.M., Antunes, O.A.C. 2008. Transesterification of *Jatropha curcas* oil glycerides: Theoretical and experimental studies of biodiesel reaction. *Fuel* 87: 2286–2295
- Sarin, R., Sharma, M., Sinharay, S. & Malhotra. R.K. 2007. Jatropha-Palm biodiesel blends: An optimum mix for Asia. *Journal of Fuel* 86. 1365-1371.
- Wu, X., Zhang, X., Yang, S., Chen, H. & Wang, D. 2000. The Study of Epoxidized Rapeseed Oil Used as a Potential Biodegradable Lubricant. *JAOCs* 77. 561-563.