



SINTESIS PELUMAS *BIODEGRADABLE* DARI LIMBAH MINYAK GORENG MELALUI PENDEKATAN RESPON PERMUKAAN

Siti Maretia Benu^{a*}, Eka Putra Dairi Boangmanalu^a, Angga Bahri Pratama^b, Muhammad Anhar Pulungan^a

^aProgram Studi Teknologi Rekayasa Manufaktur, Jurusan Teknik Mesin, Politeknik Negeri Medan, Jl. Almamater No.1, Padang Bulan, Kec. Medan Baru, Kota Medan, Sumatera Utara 20155, Indonesia

^bProgram Studi Teknik Konversi Energi, Jurusan Teknik Mesin, Politeknik Negeri Medan, Jl. Almamater No.1, Padang Bulan, Kec. Medan Baru, Kota Medan, Sumatera Utara 20155, Indonesia

*Corresponding authors at: sitimaretia@polmed.ac.id (Siti) Tel.: +62811-7310-315

INFO ARTIKEL

Riwayat artikel:

Diajukan pada 30 September 2024

Direvisi pada 24 Februari 2025

Disetujui pada 25 Februari 2025

Tersedia daring pada 01 Maret 2025

Kata kunci:

Biopelumas, limbah minyak goreng, metode respon permukaan, sifat fisikokimia

Keywords:

Biolubricants, cooking oil waste, surface response methods, physicochemical properties

ABSTRAK

Limbah minyak goreng digunakan untuk sintesis biopelumas melalui reaksi poliesterifikasi. Biopelumas dibuat dari *fatty acid methyl esters* (FAMES) limbah minyak goreng dengan etilen glikol (EG). Reaksi dilakukan dengan menggunakan katalis Natrium Methoxide. Biopelumas adalah pelumas *biodegradable* potensial yang dapat digunakan dalam aplikasi pelumas industri. Efek dari perubahan kondisi operasi seperti suhu, rasio molar reaktan, waktu reaksi dan pembebanan katalis dipelajari. Dalam penelitian ini, model yang digunakan untuk sintesis bio-pelumas melalui reaksi transesterifikasi melibatkan desain eksperimen menggunakan *software Stat-Ease Design-Expert-10* dengan desain eksperimen yang mencakup tiga faktor input numerik (*ethylene glycol*, konsentrasi katalis, dan waktu) dan satu *output* respons (*yield* biopelumas). Dengan menentukan tiga level untuk setiap faktor *input*, penelitian bertujuan untuk mencari kombinasi optimal dari faktor-faktor tersebut. Penelitian ini mengoptimalkan variabel proses pada produksi bahan dasar pelumas *biodegradable* dari minyak goreng limbah. Desain komposit sentral digunakan untuk memaksimalkan interaksi kimia antara *J. curcas methyl ester* dan *ethylene glycol* (EG) sebagai polioli. Sebanyak 20 uji coba dilakukan untuk memeriksa suhu reaksi, waktu, dan rasio molar etilenglikol-tofattyacidmethylester (EG-ke-FAME). Sebuah model statistik menunjukkan bahwa hasil konversi maksimum biopelumas minyak goreng limbah (BL WCO) adalah 92,48% dalam kondisi reaksi optimal berikut: 128,95°C, 202,40 menit, dan rasio molar etilen glikol terhadap asam lemak metil ester (EG-ke-FAME) sebesar 3,87:1. Pada kondisi optimal ini, rata-rata hasil biopelumas *jatropha* (JBL) sebesar 94,12% dicapai dalam kondisi eksperimental, dan nilai ini berada dalam kisaran yang diprediksi (92,48%) oleh model. Model kuadrat memprediksi keluaran biopelumas ($R^2 = 0,9919$). Biopelumas yang disintesis memenuhi persyaratan *Viscosity Grade 62* (ISO VG 62) yang ditetapkan oleh Organisasi Internasional untuk Standardisasi.

ABSTRACT

The polymerization procedure is utilized to create biolubricants from used cooking oil. Fatty acid methyl esters (FAMES) of used cooking oil combined with ethylene glycol (EG) are used to make biolubricants. A catalyst made of sodium methoxide is used to carry out the reaction. Potentially biodegradable lubricants for use in industrial lubricant applications are known as biolubricants. Changes in operating parameters, including temperature, catalyst loading, reaction time, and reactant molar ratio, are examined. Three numerical input factors (ethylene glycol, catalyst concentration, and time) and one response output (biolubricant yield) were included in the experimental design of the model used in this study for the synthesis of bio-lubricants through transesterification reactions. The design was created using Stat-Ease Design-Expert-10 software. The study seeks to identify the best possible combination of these factors by assigning three levels to each input factor. In this work, the process factors for turning used cooking oil into biodegradable lubricants are optimized. To optimize the chemical

interaction between ethylene glycol (EG), a polyol, and J. curcas methyl ester, a central composite design is employed. The reaction temperature, duration, and molar ratio of ethylene glycol-tofattyacidmethylester (EG-to-FAME) were investigated in a total of 20 trials. According to a statistical model, waste cooking oil biolubricator's (BL WCO) maximum conversion yield is 92.48% when the following ideal reaction conditions are met: EG-to-FAME (ethylene glycol to methyl ester fatty acid) has a molar ratio of 3.87:1 at 128.95°C and 202.40 minutes. Under these ideal circumstances, the average production of jatropha biolubricant (JBL) under experimental settings was 94.12%, which was within the range that the model predicted (92.48%). The biolubricant output is predicted by the quadratic model ($R^2 = 0.9919$). The produced biolubricant satisfies the International Organization for Standardization's Viscosity Grade 62 (ISO VG 62) standards.

1. PENGANTAR

Konsumsi energi dunia terus meningkat sementara penurunan bahan bakar fosil terjadi dengan cepat, selain dampak negatif bahan bakar fosil terhadap lingkungan. Akhir-akhir ini, organisasi lingkungan hidup mengeluarkan peraturan untuk membatasi pencemaran berlebihan terhadap lingkungan (Perera dkk., 2022; Prasannakumar dkk., 2022). Peraturan tersebut tegas di wilayah yang sangat mencemari air dan tanah. Oleh karena itu, para peneliti menargetkan untuk menemukan pengganti produk berbasis fosil terlepas dari kendala seperti biaya produksi yang tinggi dan keterbatasan kinerja (Syahri dkk., 2017; Wulandari dkk., 2020). Produk berbahan dasar minyak nabati merupakan alternatif ramah lingkungan yang paling menantang. Hal ini disebabkan sifat dan sifat luar biasa dari minyak nabati seperti; polaritas yang berarti memiliki pelumasan tinggi, indeks viskositas tinggi, titik nyala tinggi, volatilitas sangat rendah dan terbarukan dan yang paling penting adalah menjadi *biodegradable*. Pelumas berbahan dasar minyak nabati diperkirakan dapat menggantikan sekitar 90% pelumas yang digunakan di seluruh dunia. Limbah minyak goreng merupakan bahan baku yang menantang bagi produk berbahan dasar minyak nabati. Penyebabnya adalah meningkatnya konsumsi minyak nabati di industri pangan akibat pertumbuhan dunia populasi. Selain itu, dalam industri apa pun, ketersediaan dan biaya bahan baku utamanya merupakan faktor kunci dalam produksi atau biaya produksi.

Oleh karena itu, pemanfaatan minyak goreng limbah sebagai bahan baku akan membantu mengatasi kendala tersebut (U Dabai dkk., 2018). Jumlah limbah minyak goreng yang dikumpulkan di seluruh dunia belum dapat diperkirakan secara akurat. Sedangkan negara dan wilayah besar seperti Tiongkok, Amerika Serikat, Eropa, Malaysia, Indonesia, Taiwan, Kanada, dan Jepang diperkirakan memproduksi lebih dari 16,54 juta ton WCO per tahun (U Dabai dkk., 2018). Limbah minyak goreng sepertinya bukan alternatif pengganti minyak pelumas mineral, karena stabilitas oksidasinya yang buruk dan titik tuangnya yang tinggi. Sedangkan limbah minyak goreng yang dimodifikasi beserta bahan aditif yang tepat jika diperlukan merupakan pengganti minyak pelumas mineral yang sangat baik. Ada banyak jalur modifikasi kimia yang dapat digunakan untuk memperoleh biopelumas dari limbah minyak goreng menggunakan katalisis kimia (*ethylene glycol*) dan biokimia (Appiah dkk., 2022; Karmakar dkk., 2017).

Response Surface Methodology (RSM) berdasarkan desain eksperimental Box-Behnken digunakan dalam penelitian ini. RSM adalah teknik penting untuk mengoptimalkan variabel, termasuk desain eksperimen, analisis statistik, dan pengembangan model Selvakumar and Sivashanmugam (2019). Beberapa penelitian melaporkan bahwa BBD telah efektif digunakan untuk mengoptimalkan beberapa parameter di bidang penelitian, teknik, dan teknologi (Agu dkk., 2024; Gul dkk., 2021; Milano dkk., 2018). Oleh sebab itu, RSM digunakan dalam penelitian ini untuk menyelidiki tiga variabel proses: EG (*ethylene glycol*), katalis, dan waktu. Desain RSM digunakan untuk membangun hubungan antara ketiga faktor proses dan hasil biopelumas. Selanjutnya diuji sifat fisikokimia biopelumas untuk mengeksplorasi kelayakan minyak goreng limbah sebagai alternatif bahan baku terbarukan untuk pasar biopelumas.

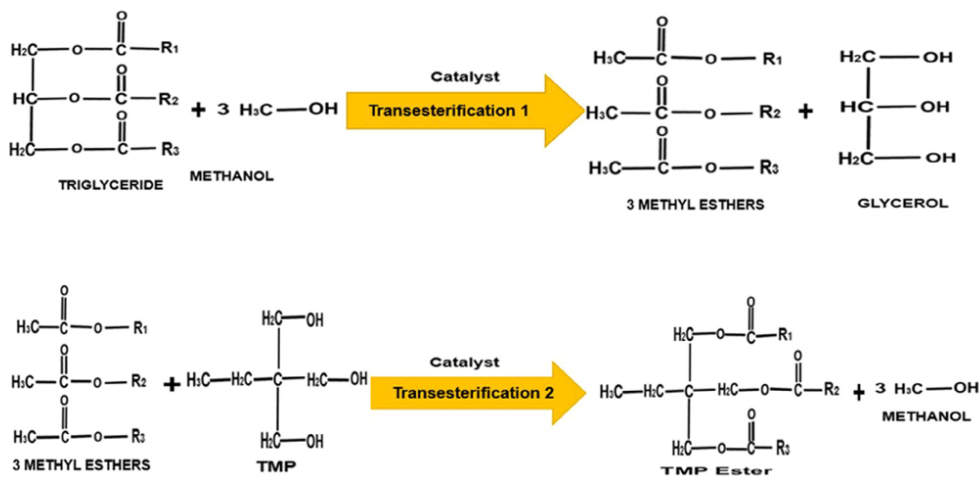
1.1 Biopelumas

Biopelumas adalah pelumas dari bahan baku *biodegradable* dan terbarukan seperti minyak nabati (Soni & Agarwal, 2014). Biopelumas sangat relevan dalam keadaan dimana perlindungan lingkungan, kebocoran, atau kontaminasi menjadi perhatian. Biopelumas digunakan sebagai oli industri, oli otomotif, dan oli khusus (Mobarak dkk., 2014). Biopelumas adalah Pelumas berbahan dasar minyak nabati atau lemak hewani dan semakin populer serta diterima karena sifatnya yang berkelanjutan dan ramah lingkungan. Karbon dioksida (CO_2) yang dihasilkan dari pemanfaatan biopelumas tidak menimbulkan dampak buruk terhadap lingkungan (Prasannakumar dkk., 2023). Dalam 15 -20 tahun lagi, pangsa pasar pelumas ramah lingkungan akan meningkat menjadi 15% bahkan hingga 30% di beberapa daerah. Karena meningkatnya penggunaan biopelumas dalam industri transportasi dan manufaktur, pasar ini diperkirakan akan mengalami pertumbuhan yang signifikan (Panchal dkk., 2017). Keuntungan utama biopelumas adalah biodegradabilitas cepat, toksisitas rendah, ramah lingkungan, indeks viskositas lebih tinggi, sifat, dan akibatnya, umur peralatan lebih lama (Otabor dkk., 2019).

Terdapat lebih dari 350 tanaman penghasil minyak yang diidentifikasi sebagai sumber potensial untuk produksi biopelumas (Syaima dkk., 2015). Tanaman penghasil minyak meliputi minyak nabati dan minyak non pangan. Indonesia memiliki potensial sumber daya alam yang besar sehingga banyak para peneliti mengeksplorasi bahan baku pelumas berbasis bio yang ramah lingkungan yaitu bahan baku nabati non pangan (Mohamed dkk., 2022; Perera dkk., 2022), seperti Minyak goreng limbah (UCO) (Joshi, Bhandari, Patel, dkk., 2023; Negi dkk., 2023), *calophyllum inophyllum oil* (Zaid dkk., 2020), *jatropha curcas oil* (Farfan-Cabrera dkk., 2017; Ude dkk., 2023), minyak biji karet (Aravind dkk., 2015). Minyak *non-edible* dianggap sebagai alternatif potensial pengganti biopelumas karena dapat mengatasi masalah terkait minyak nabati dan harganya lebih terjangkau dibandingkan biji-bijian yang dapat dimakan. Salah satu keuntungan penting penggunaan minyak yang tidak dapat dimakan adalah minyak tersebut tidak menyebabkan persaingan antara makanan manusia/pakan hewan dan penggunaan industri (Joshi, Bhandari, & Patel, 2023).

1.2 Sintesis Biopelumas menggunakan proses Esterifikasi dan Transesterifikasi

Transesterifikasi/esterifikasi adalah reaksi dengan modifikasi gugus ester triasilgliserida (McNutt, 2016). Reaksi ini untuk memperbaiki atom hidrogen yang tidak stabil di dalam posisi seperti yang diselesaikan oleh reaksi transesterifikasi dalam gliserol (Zainal, Zulkifli, Gulzar, & Masjuki, 2018). Reaksi transesterifikasi berlangsung dalam dua tahap. Langkah pertama berkaitan dengan reaksi antara alkohol dan trigliserida untuk mensintesis FAME dan gliserol. Langkah kedua meliputi reaksi antara FAME dan alkohol polihidrat, seperti Trimethylolpropane (TMP), Neopentyl glikol (NPG), dan Pentaerythritol (PET). Di antara alkohol polihidrat yang disebutkan, TMP lebih umum digunakan karena lebih hemat biaya. Produk akhir dari tahap ini adalah metanol dan TMP tryster (TMPTE) (Kamyab dkk., 2024). Katalis basa, seperti kalsium oksida (Attia, El-Mekawi, Elardy, & Abdelkader, 2020), natrium dan kalsium metoksida (Attia dkk., 2020; Hussein, Attia, Fouad, & ElSheltawy, 2021), natrium dan kalium hidroksida (Kamalakar, Manoj, Prasad, & Karuna, 2015; Muhammad, Usman, & Agada, 2018), dan kalium karbonat (Prasannakumar dkk., 2023) pada umumnya digunakan dalam reaksi transesterifikasi. Esterifikasi adalah jenis reaksi lain yang terjadi antara metanol dan asam lemak bebas untuk menghasilkan ester. Dalam reaksi esterifikasi, katalis asam seperti hidrogen klorida (HCl) dan asam sulfat (H_2SO_4) yang umum digunakan (Annisa & Widayat, 2018). Para peneliti telah melaporkan bahwa modifikasi kimia trigliserida melalui esterifikasi/transesterifikasi lebih murah dibandingkan metode lainnya. Reaksi esterifikasi/ transesterifikasi menghasilkan ketahanan termo-oksidatif yang lebih tinggi, sifat minyak yang lebih baik pada suhu rendah, pelumasan yang lebih baik, dan pengurangan keausan dan COP (Gupta, Zaid, Kumar, & Singh, 2020). Reaksi transesterifikasi/esterifikasi memerlukan bahan baku dengan asam oleat tinggi dan suhu reaksi tinggi (Syahir dkk., 2017). Kelebihan utama penggunaan polioli adalah tidak adanya α -hidrogen yang meningkatkan stabilitas termal biopelumas pada suhu tinggi dengan mencegah polimerisasi mandiri membentuk asam lemak bebas (Appiah dkk., 2022). Gambar 1. menunjukkan proses reaksi esterifikasi dan transesterifikasi (yaitu dua tahap) menggunakan alkohol tersier T.



Gambar 1: Reaksi esterifikasi dan transesterifikasi (dua tahap) menggunakan polioli TMP

2. METODE

2.1. Material dan eksperimental

Limbah minyak goreng (WCO) yang digunakan untuk penelitian ini dikumpulkan dari restoran lokal di sekitar kota Medan, Indonesia. Reagen berikut digunakan dalam sintesis bio-pelumas: metanol (CH_3OH , 99%), asam sulfat (H_2SO_4 , 96%), kalium hidroksida (KOH, 85%), *Ethylene Glycol* (EG) dan kelas reagen natrium metoksida (CH_3NaO , 95%) diperoleh dari reagen kelas murni dari pemasok lokal.

2.2. Pretreatment limbah minyak goreng (WCO)

Selama tahap pertama prosedur, minyak goreng limbah goreng (WCO) disaring untuk menghilangkan sisa makanan, seperti makanan dan partikel padat dalam minyak. Selanjutnya, dipanaskan hingga suhu 100–110 °C selama 30 menit untuk menghilangkan kadar air. Selanjutnya, jumlah yang setara dari limbah minyak goreng yang disaring dan dipanaskan dipindahkan ke gelas kimia. Gelas kimia kaca kemudian dipanaskan hingga suhu 100 °C sambil diaduk dengan kecepatan yang konsisten selama satu jam. Limbah minyak goreng mengandung lebih banyak asam lemak bebas dibandingkan dengan minyak segar. Peningkatan konsentrasi asam lemak bebas menyebabkan pembentukan sabun dan air. Ketika konsentrasi asam lemak bebas melebihi 3%, penggunaan katalis basa homogen menjadi tidak efektif untuk reaksi transesterifikasi. Untuk mengatasi masalah ini, limbah minyak goreng dikenai pra-pengolahan yang meliputi proses esterifikasi dan transesterifikasi untuk menghasilkan FAME (*fatty acid methyl ester*). Oleh karena itu, langkah pertama adalah mengurangi jumlah asam lemak bebas dalam limbah minyak goreng dilakukan melalui proses esterifikasi. Selama prosedur ini, larutan yang mengandung 1% (v/v) asam sulfat (H_2SO_4) dan rasio molar metanol-ke-minyak 25% (v/v) dimasukkan ke 1.000 mL limbah minyak goreng. Campuran kemudian dipindahkan ke reaktor kaca berjaket ganda yang dilengkapi dengan pengaduk yang beroperasi pada kecepatan 600 rpm. Suhu disesuaikan menjadi 60 °C. Durasi reaksi adalah 90 menit. Setelah reaksi selesai, produk dipindahkan ke corong pemisahan dan dibiarkan selama 6 jam untuk memfasilitasi pemisahan kontaminan dan minyak. Selanjutnya, minyak yang telah mengalami esterifikasi dikumpulkan dan dimasukkan ke dalam evaporator putar, di mana ia mengalami kondisi vakum pada suhu 60 °C selama 30 menit. Proses ini bertujuan untuk menghilangkan sisa jejak metanol yang ada dalam minyak esterifikasi.

2.3. Sintesis limbah minyak goreng metil ester dari limbah minyak goreng.

Limbah minyak goreng, yang telah diubah menjadi bentuk ester, diukur, dan dipanaskan hingga suhu 60 °C menggunakan reaktor mandi sirkulator. Dari sini, 1% (w/w) katalis alkali kalium hidroksida (KOH) dibuat dengan melarutkannya dalam metanol dengan rasio metanol terhadap minyak 1:4. Selanjutnya, larutan katalis metanol dimasukkan ke dalam minyak yang dipanaskan, dan reaksi berlangsung selama durasi maksimum 1,5 jam. Selama proses transesterifikasi, campuran minyak terus diputar dengan kecepatan 500 rpm menggunakan pengaduk di atas kepala, sambil mempertahankan suhu konstan 60 °C. Setelah selesai reaksi, metil ester biodiesel yang berasal dari limbah minyak goreng dipindahkan ke dalam corong pemisah dan dibiarkan dalam corong pemisah selama 6 jam untuk memisahkan gliserol dari metil ester.

Selama fase ini, lapisan bawah, yang terdiri dari gliserol, metanol, dan berbagai kontaminan, diekstraksi dari corong pemisah. Selanjutnya, metil ester berulang kali dibilas dengan air suling untuk menghilangkan sisa gliserol dan kontaminan yang ada dalam minyak. Selama prosedur ini, 50% (v/v) air suling hangat dalam kisaran suhu 50–60 °C didistribusikan secara merata di atas permukaan metil ester. Selanjutnya, metil ester dimasukkan ke dalam evaporator putar dengan bantuan pompa vakum pada suhu 60 °C selama 15 menit untuk menghilangkan metanol dan air yang tersisa.

2.4. Produksi biopelumas menggunakan metil ester yang berasal dari limbah minyak goreng.

Sintesis bio-pelumas melibatkan pemanfaatan metode ester trimethylolpropana. Metode ini menggunakan penggunaan *Ethylene Glycol* (EG) dan sodium methoxide, bersama dengan limbah minyak goreng methyl ester (WCOME) yang diperoleh sebelumnya, melalui katalisis heterogen oleh trimethylolpropana ester. Minyak metil ester dilakukan dalam labu dua leher 500 mL yang memiliki mantel pemanas dan pengaduk. Pengaturan percobaan termasuk termometer dan kondensator. Pertama, minyak goreng metil ester bekas dimasukkan ke dalam reaktor labu tiga leher dan dipanaskan hingga suhu 125 °C. Setelah mencapai suhu yang diinginkan, percobaan dilanjutkan dengan EG dan natrium metoksida sebagai katalis, mengikuti waktu dan parameter yang ditetapkan dalam metodologi permukaan respon (RSM) untuk 17 percobaan.

2.5. Mengoptimalkan sintesis ester trimethylolpropane melalui metodologi respon permukaan.

Sebelum melakukan eksperimen, beberapa faktor dapat mempengaruhi percobaan dengan menggunakan *Response Surface Methodology* (RSM) untuk menghindari pemborosan waktu dan biaya. Pengaruh parameter variabel diselidiki dan dimodelkan menggunakan perangkat lunak *Design Expert 13* dan *Design Box Behnken* sebelum produksi poliesterifikasi biopelumas. Dalam produksi biopelumas, faktor-faktor seperti waktu, katalis dan *Ethylene Glycol* (EG) ditampilkan di Tabel 1. RSM berdasarkan desain eksperimen *Box-Behnken* digunakan untuk menentukan parameter proses optimal (variabel independen) dan mempelajari pengaruh masing-masing parameter pada hasil metil ester (variabel terikat). Desain eksperimental dilakukan pada saat proses transesterifikasi dua Langkah.

Tabel 1: Level kode variabel independen yang digunakan untuk transesterifikasi konvensional

Parameter	Unit	Range and Levels		
		-1	0	1
Rasio Molar (X_1)	%	1	3	5
Waktu (X_2)	Min	60	180	300
Temperature (X_3)	°C	100	130	160

Terdapat tiga parameter proses dengan tiga level kode untuk setiap parameter, jumlah total percobaan yang dijalankan adalah 20. Variabel respon (variabel terikat) yang dipilih dalam penelitian ini adalah eksperimen hasil rendemen biopelumas limbah minyak goreng. Studi literatur dilakukan produksi biopelumas dengan metode respon permukaan. Uji coba akan dilakukan dengan menggunakan parameter yang di lakukan sebanyak sepuluh kali pada hasil rendemen (%) yang di rumuskan dengan persamaan 1-3.

$$\text{Rendemen (\%)} = \frac{\text{Total rendemen dari metil ester}}{\text{Total berat dari sampel}} \times 100\% \quad (1)$$

Hasil rendemen (%) yang di dapat kemudian akan di hitung standar deviasinya dan *coefficient standard error* untuk mengetahui keakuratan dari hasil produksi. Standar deviasinya dan koefisien standar error di hitung dengan rumus:

$$s\text{deviasi} = \sqrt{\frac{n \sum_{i=1}^n x_i^2 - (\sum_{i=1}^n x_i)^2}{n(n-1)}} \quad (2)$$

Dimana: sdeviasi = standar deviasi, scof = koefisien standar error, x_i = nilai x ke I dan n = ukuran sampel. Rancangan percobaan dengan *Box behken* dilakukan dengan menggunakan program *design expert* bertujuan untuk menentukan variabel tetap (X) dan variabel bebas (Y). Variabel respon (Y) yang didapatkan kemudian dianalisis menggunakan ANOVA. Analisis data dilakukan dengan analisis multiple regresi untuk mendapatkan model optimasi yang dipresentasikan dengan persamaan 3:

$$Y = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_{11} X_1^2 + \beta_{22} X_2^2 + \beta_{12} X_1 X_2 + \epsilon \quad (3)$$

Dimana: Y sebagai estimasi respon, β_0 sebagai parameter konstan, β_1 dan β_2 parameter linier, β_{11} dan β_{22} sebagai parameter variabel kuadrat, β_{12} sebagai interaksi dan ϵ sebagai random error. Berdasarkan hasil olah data menggunakan *design expert* 17 respon permukaan optimum yaitu titik stasioner dan nilai respon optimum ditunjukkan berdasarkan *surface plot*.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1. Sifat biodiesel dan biopelumas yang berasal dari minyak goreng limbah

ASTM D6751 digunakan untuk mengkarakterisasi biodiesel yang dimurnikan. Viskositas pelumas adalah salah satu karakteristiknya yang paling penting karena pelumas tidak akan melumasi komponen secara memadai jika viskositasnya sedikit berbeda dari apa yang diperlukan untuk komponen dan aplikasi tersebut. Akibatnya, ini dapat menyebabkan kerusakan parah dan bahkan kegagalan perangkat. Secara khusus, viskositas kinematis diukur pada 40°C dan 100°C. Viskositas kinematik biopelumas limbah minyak goreng diukur sebesar 40,08 cSt pada 40°C dan 9,21 cSt pada 100°C. Beberapa penulis telah melaporkan viskositas kinematik yang bervariasi

pada 40°C untuk pelumas berbasis bio. Minyak wijen telah dilaporkan memiliki nilai cSt 35,43 (Ocholi, Menkiti, Auta, & Ezemagu, 2018). Selain itu, kualitas biopelumas berbasis limbah minyak goreng sesuai dengan persyaratan spesifikasi standar ISO VG 68 untuk pelumas roda gigi ringan.

Viskositas yang stabil pada berbagai suhu lebih disukai saat memilih oli. Salah satu indikator numerik tentang bagaimana suhu memengaruhi viskositas oli adalah indeks viskositas oli (VI). Jika indeks viskositas rendah, ketergantungan suhu viskositas tinggi, yang berarti oli akan menjadi sangat encer pada suhu tinggi dan cukup kental pada suhu rendah. Namun, VI yang tinggi menunjukkan bahwa viskositas sedikit berubah di rentang suhu yang luas. Sederhananya, VI yang lebih tinggi menunjukkan kualitas pelumas yang lebih baik. Indeks viskositas biopelumas limbah minyak goreng (BL WCO) dihitung menjadi 205 berdasarkan pembacaan viskositas kinematiknya pada 40°C dan 100°C.

Dalam kondisi yang sangat dingin, fluiditas pelumas pada suhu rendah sangat penting. Saat mengevaluasi kualitas aliran pada suhu rendah, titik tuang, atau suhu di mana pelumas berhenti mengalir, sangat penting. Memilih pelumas di antara banyak alternatif dengan fitur serupa dapat menjadi elemen penentu. Suhu di mana pelumas mulai mengalir, yang dikenal sebagai "titik tuang", adalah perubahan suhu sekecil apa pun yang dapat dideteksi. Tabel 2. menunjukkan bagaimana BL WCO mengukur pelumas nabati lainnya dan persyaratan tingkat viskositas ISO dalam hal titik tuang, viskositas (pada 40°C dan 100°C), dan indeks viskositas. Minyak goreng limbah(WCO) dibandingkan dengan BL WCO dalam hal titik tuang dan viskositasnya. Suhu -15°C adalah titik tuang untuk BL WCO, sedangkan suhu -7°C ditemukan untuk JSO. Akibatnya, titik tuang ditingkatkan dengan proses transesterifikasi. Selanjutnya, ditemukan bahwa BL WCO memiliki titik tuang yang mirip dengan biopelumas nabati lainnya. Penelitian ini menunjukkan bahwa nilai biodiesel dan biopelumas yang diperoleh semuanya berada dalam batas uji

Tabel 2: Sifat Fisikokimia Biopelumas dari Limbah minyak goreng

Properties	BL WCO	ISO VG32	ISO VG46	ISO VG68
Viskositas (Cst) 40 °C	61,08	>28,8	>41,4	>61,4
Viskositas (Cst) 100 °C	9,21	>4,1	>4,1	>4,1
Indeks viskositas (VI)	205	>90	>90	>198
Flash Point °C	215	-	-	-
Pour Point	-15	<-10	<-10	<-10
Density	0,86	-	-	-

3.2. Optimisasi dan Analisis varians untuk biopelumas dari limbah minyak goreng

Tabel 3. menampilkan hasil analisis varians (ANOVA) menggunakan uji F yang dilakukan pada *Design Expert* 13.0 untuk menetapkan signifikansi statistik model. Studi ini menunjukkan bahwa model regresi signifikan secara statistik dengan nilai F yang dihitung sebesar 135,54, yang divalidasi oleh nilai-p kurang dari 0,0001 (Ude dkk., 2023). Oleh karena itu, peluang untuk melihat "nilai Model F" yang begitu tinggi karena peluang acak hanya 0,01%. Signifikansi model dapat disimpulkan dari nilai probabilitas rendahnya (0,0001). Kepentingan masing-masing istilah model juga diperiksa. Jika nilai p untuk model yang tidak memiliki 0,05, itu memiliki dampak yang signifikan secara statistik pada respons. Jika lebih dari 0,1, modelnya tidak signifikan secara statistik. Sesuai dengan temuan ANOVA, komponen model mole ratio (A), waktu (B), dan suhu (C) semuanya signifikan. Instatistik, nilai-F mewakili signifikansi dari efek dari parameter independen yang diberikan pada variabel dependen. Tabel ANOVA tabel menunjukkan bahwa suhu (C) memiliki pengaruh paling signifikan pada produksi biopelumas dari limbah minyak goreng.

Nilai Model F 135,54 menunjukkan bahwa model tersebut signifikan secara statistik. Ada probabilitas 0,01% bahwa nilai-F sebesar ini mungkin disebabkan oleh kebisingan. nilai-p kurang dari 0,05 menunjukkan istilah model yang signifikan. Istilah model A, B, C, AB, BC, A2, dan C2 relevan dalam situasi ini. Nilai di atas 0,1000 menyiratkan bahwa suku model tidak signifikan secara statistik. Jika model Anda memiliki banyak istilah yang tidak signifikan (tidak termasuk yang penting untuk mempertahankan hierarki), pengurangan model dapat meningkatkannya.

Koefisien determinasi (R2) model adalah 0,9919 (Tabel 3.); ini menunjukkan bahwa model tersebut secara memuaskan mewakili hubungan antara variabel independen (rasio mol, Waktu, Suhu) dan respons (hasil biopelumas *Jatropha*). R2 menunjukkan bahwa variabilitas 99,19% dijelaskan oleh model, sedangkan model tidak dapat menjelaskan 0,81%. Koefisien variasi (CV) adalah rasio kesalahan standar perkiraan terhadap nilai rata-rata. Ini menunjukkan tingkat ketepatan yang digunakan untuk melakukan percobaan.

Pada penelitian ini, nilai CV yang diperoleh adalah 3,77% yang menunjukkan keandalan dan ketepatan eksperimen yang tinggi. Nilai presisi yang memadai mengukur rasio *signal-to-noise*. Rasio yang lebih besar dari 4 diinginkan. Nilai 37,1419 yang diperoleh dalam penelitian ini menunjukkan sinyal yang memadai, seperti yang ditunjukkan pada Tabel 3.

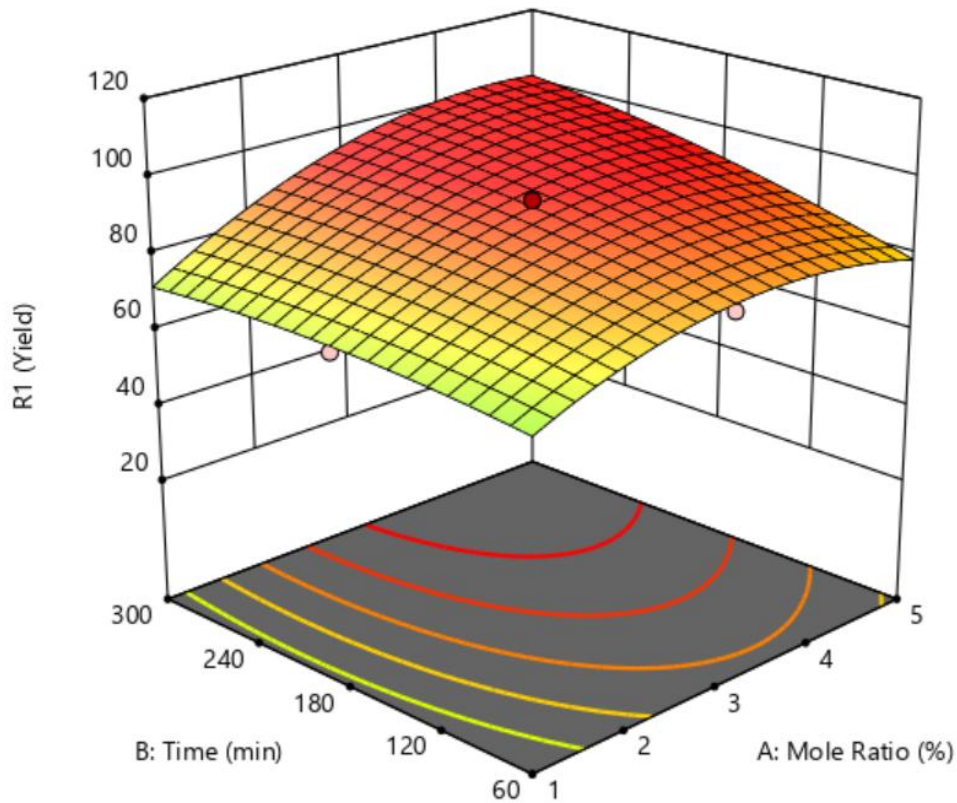
Tabel 3: Analisa Varians (ANOVA) untuk model kuadrat biopelumas minyak goreng limbah

Model	9369,39	9	1041,04	135,54	< 0,0001	significant
A-Mole Ratio	972,98	1	972,98	126,68	< 0,0001	
B-Time	394,23	1	394,23	51,33	< 0,0001	
C-Temperature	1694,16	1	1694,16	220,57	< 0,0001	
AB	203,31	1	203,31	26,47	0,0004	
AC	7,62	1	7,62	0,9927	0,3426	
BC	319,92	1	319,92	41,65	< 0,0001	
A ²	248,45	1	248,45	32,35	0,0002	
B ²	19,33	1	19,33	2,52	0,1438	
C ²	1800,14	1	1800,14	234,37	< 0,0001	
Residual	76,81	10	7,68			
Lack of Fit	76,81	5	15,36			

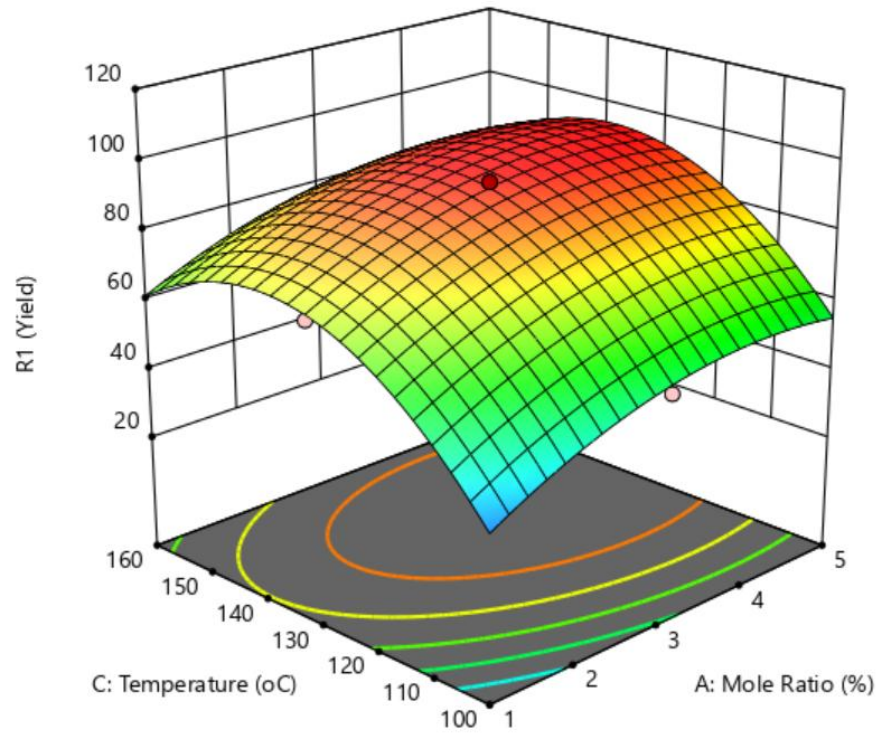
Pure Error	0,0000	5	0,0000
Cor Total	9446,20	19	

3.3. Plot permukaan respons 3-D untuk proses optimasi

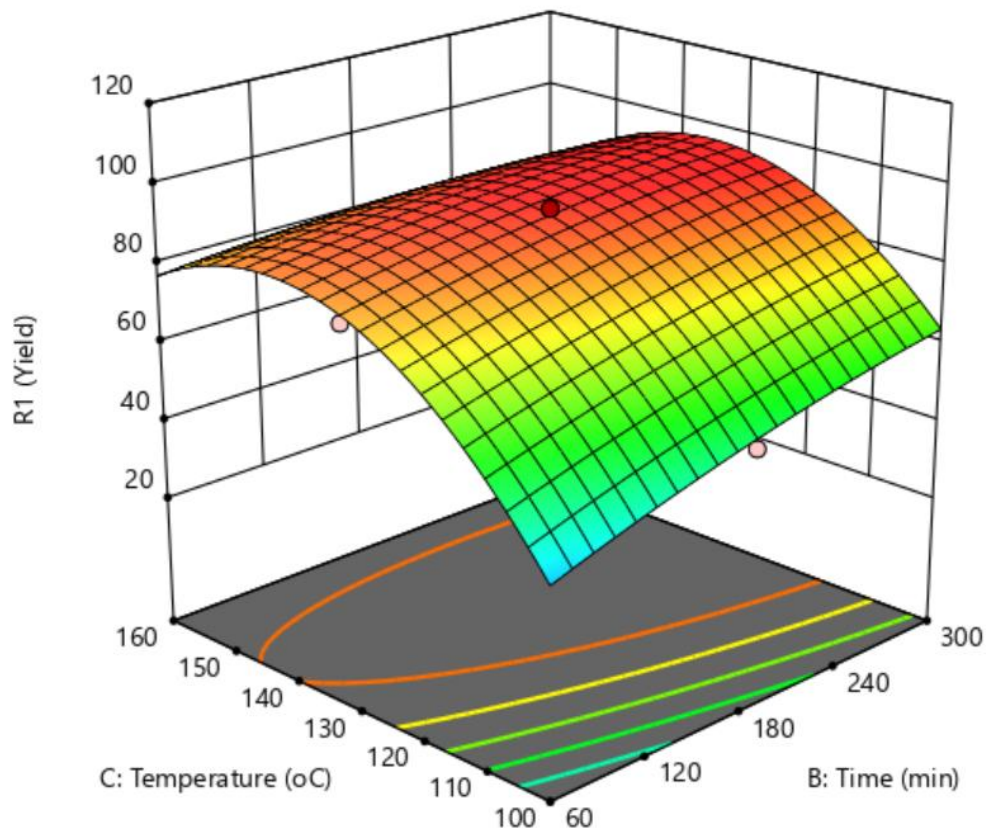
Analisis statistik hanya dapat mengukur sejauh mana variabel independen memengaruhi respons tetapi tidak menjelaskan efeknya, plot permukaan respons diperlukan (positif, negatif, atau lainnya). Interaksi antara dua variabel dapat direpresentasikan secara grafis menggunakan plot permukaan respons tiga dimensi. Interaksi antar komponen dapat dilihat dalam bentuk kurva permukaan respons. Bentuk melingkar menunjukkan tidak ada hubungan antara kedua variabel, sedangkan yang anelis menunjukkan hubungan antara variabel. Data dihasilkan dalam perangkat lunak RSM dengan menyimpan dua variabel independen pada tingkat tetap (pusat) sambil memvariasikan dua lainnya dalam parameter percobaan. Hubungan antara variabel independen dan dependen digambarkan secara grafis pada Gambar 2-4 yang menunjukkan plot permukaan respons 3 dimensi untuk persamaan model yang dipilih. Gambar 2-4 mengilustrasikan dampak hasil biopelumas dari interaksi antara rasio EG-TO-FAME, suhu, dan waktu. Gambar 2. menggambarkan plot permukaan hasil biopelumas sebagai fungsi dari rasio dan waktu molar EG-TO-FAME (Mansourpoor, 2012). Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2., waktu dan rasio molar EG-TO-FAME secara langsung mempengaruhi hasil polioli tri-ester (bio-pelumas). Hasil turun seiring waktu dan rasio molar EG-TO-FAME meningkat. Gambar 2, 3. menunjukkan bahwa produksi biopelumas meningkat seiring dengan meningkatnya konsentrasi FAME. Akibatnya, kenaikan, misalnya, rasio mol ke FAME meningkatkan konversi biopelumas, menjaga rasio molar reaktan di atas nilai stoikiometri dan meningkatkan hasil produk karena reaksi didorong lebih dekat ke penyelesaian. Akibatnya, FAME yang berlebihan dapat digunakan untuk mempercepat reaksi terhadap pelengkapan. Gambar 2. menunjukkan bahwa konsentrasi FAME menghasilkan konversi biopelumas yang lebih baik dalam waktu yang lebih singkat. Rasio mol (EG/FAME) sangat penting dalam proses transesterifikasi biopelumas (Appiah dkk., 2022).



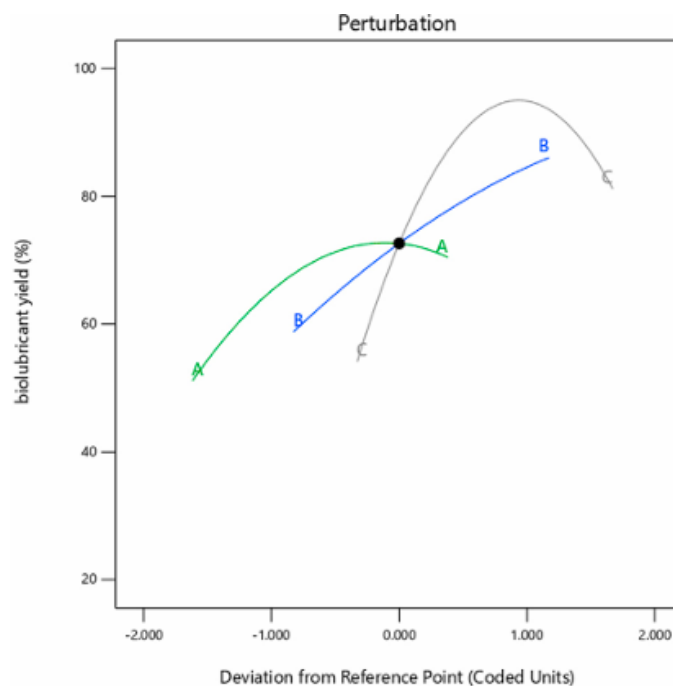
Gambar 2: Efek dari interaksi waktu dan molaratio (EG-TO-FAME) pada hasil biopelumas



Gambar 3: Efek dari interaksi suhu dan molaratio (EG-TO-FAME) pada *biolubricant yield*



Gambar 4: Efek dari interaksi suhu dan waktu pada hasil biopelumas



Gambar 5: Plot pertubasi untuk hasil biopelumas minyak goreng limbah (%) fungsi MoleRatio (A), Time (B) dan Temperature (C)

Ilustrasikan efek dari memvariasikan suhu reaksi pada respons. Suhu memiliki efek yang terus menerus dan cukup menguntungkan pada produksi biopelumas. Terungkap bahwa peningkatan dalam suhu reaksi mempercepat pembentukan biopelumas dalam waktu yang lebih singkat. Namun, memperpanjang waktu reaksi pada suhu rendah tidak meningkatkan aktivitas katalitik. Sementara itu, peningkatan suhu memfasilitasi dispersi partikel katalis dalam media cair dan meningkatkan perpindahan massa antara reaktan. Plot kontur mengungkapkan bahwa tingkat suhu reaksi yang lebih tinggi dengan tingkat panjang reaksi rendah atau menengah dipilih untuk memproduksi biopelumas dengan hasil tinggi. Output biopelumas menurun ketika rasio molar EG-TO-FAME melebihi 3:1 (Gambar 3.); karena interaksi antara FAME dan metanol menurun dengan meningkat, misalnya, konsentrasi, itu mengakibatkan penurunan produksi biopelumas dan juga menghasilkan kesulitan terkait pemisahan fase tambahan (Heikal dkk., 2017).

Gambar 4. menampilkan plot gangguan untuk model. Perturbasi memberikan garis besar karakteristik reaksi. Untuk desain permukaan respons, plot gangguan menunjukkan perubahan inrespons ketika salah satu parameter menyimpang dari titik referensi, dengan semua komponen lain tetap konstan pada nilai referensi. Pada Gambar 5, ditunjukkan bahwa faktor C (Suhu) memiliki pengaruh yang lebih signifikan pada respons daripada faktor A (MoleRatio) dan B (Waktu) karena faktor C hasa lebih curam lereng daripada faktor A dan B. 3-D respons plot permukaan dalam Gambar 2-5. menunjukkan bahwa efek yang lebih signifikan ini positif. Plot perturbasi juga mengungkapkan bahwa faktor A berdampak pada hasil biopelumas, tetapi komponen B (Waktu) memiliki dampak yang paling dapat diabaikan.

4. KESIMPULAN

Kondisi optimal untuk mensintesis biopelumas dari minyak goreng limbah diperoleh melalui metode respon permukaan, yaitu pada suhu 128,95°C, waktu 202.40 menit, dan rasio mol 3.87:1 (EG ke FAME). Kondisi ini menghasilkan rata-rata biopelumas WCO sebesar 94,12 %, sesuai dengan prediksi model (92,48%). Model polinomial kuadrat dan ANOVA menggambarkan hubungan variabel proses dengan baik. Hasil ANOVA menunjukkan suhu (faktor C) memiliki pengaruh terbesar terhadap hasil biopelumas dibandingkan rasio mol (faktor A) dan waktu reaksi (faktor B). Waktu reaksi memiliki dampak paling kecil, sedangkan suhu memberikan efek positif yang signifikan, seperti ditunjukkan dalam plot permukaan respons 3D. Analisis fisikokimia menunjukkan bahwa biopelumas WCO memenuhi standar ISO VG62, sehingga layak digunakan sebagai pengganti pelumas berbasis minyak bumi pada mobil tanpa modifikasi mesin.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terimakasih banyak kepada Politeknik Negeri Medan atas pendanaan yang diberikan melalui Kontrak: (B/355/PL5/PT.01.05/2024) yang berasal dari dana DIPA POLMED tahun 2024.

DAFTAR PUSTAKA

- Agu, C. M., Ani, K. A., Ani, O. N., Nnaji, P. C., Kadurumba, C. H., & Esonye, C. (2024). Application of efficient soft computing approaches for modeling methyl ester yield from *Azadirachta Indica* (Neem) seed oil: A comparative study of RSM, ANN and ANFIS. *Green Technologies and Sustainability*, 2(1), 100057. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.grets.2023.100057>
- Appiah, G., Tulashie, S. K., Akpari, E. E. A., Rene, E. R., & Dodoo, D. (2022). Biolubricant production via esterification and transesterification processes: Current updates and perspectives. *International Journal of Energy Research*, 46(4), 3860-3890. <https://doi.org/https://doi.org/10.1002/er.7453>
- Aravind, A., Joy, M., & Nair, K. P. (2015). Lubricant properties of biodegradable rubber tree seed (*Hevea brasiliensis* Muell. Arg) oil. *Industrial crops and products*, 74, 14-19. <https://doi.org/http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2015.04.014>

- Farfan-Cabrera, L. I., Gallardo-Hernández, E. A., & Pérez-González, J. (2017). Compatibility study of common sealing elastomers with a biolubricant (Jatropha oil). *Tribology International*, *116*, 1-8. <https://doi.org/http://dx.doi.org/10.1016/j.triboint.2017.06.039>
- Gul, M., Zulkifli, N. W. M., Kalam, M. A., Masjuki, H. H., Mujtaba, M. A., Yousuf, S., Bashir, M. N., Ahmed, W., Yusoff, M. N. A. M., & Noor, S. (2021). RSM and Artificial Neural Networking based production optimization of sustainable Cotton bio-lubricant and evaluation of its lubricity & tribological properties. *Energy Reports*, *7*, 830-839. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.egy.2021.01.033>
- Heikal, E. K., Elmelawy, M., Khalil, S. A., & Elbasuny, N. (2017). Manufacturing of environment friendly biolubricants from vegetable oils. *Egyptian Journal of Petroleum*, *26*(1), 53-59.
- Joshi, J. R., Bhandari, K. K., & Patel, J. V. (2023). A review on bio-lubricants from non-edible oils-recent advances, chemical modifications and applications. *Journal of the Indian Chemical Society*, *100*(1), 100849. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jics.2022.100849>
- Joshi, J. R., Bhandari, K. K., Patel, J. V., & Karve, M. (2023). Chemical modification of waste cooking oil for the biolubricant production through transesterification process. *Journal of the Indian Chemical Society*, *100*(3), 100909. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jics.2023.100909>
- Karmakar, G., Ghosh, P., & Sharma, B. K. (2017). Chemically modifying vegetable oils to prepare green lubricants. *Lubricants*, *5*(4), 44. <https://doi.org/https://doi.org/10.3390/lubricants5040044>
- McNutt, J. (2016). Development of biolubricants from vegetable oils via chemical modification. *Journal of industrial and Engineering Chemistry*, *36*, 1-12. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jiec.2016.02.008>
- Milano, J., Ong, H. C., Masjuki, H. H., Silitonga, A. S., Chen, W.-H., Kusumo, F., Dharma, S., & Sebayang, A. H. (2018). Optimization of biodiesel production by microwave irradiation-assisted transesterification for waste cooking oil-Calophyllum inophyllum oil via response surface methodology. *Energy conversion and management*, *158*, 400-415. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.enconman.2017.12.027>
- Mobarak, H., Mohamad, E. N., Masjuki, H. H., Kalam, M., Al Mahmud, K., Habibullah, M., & Ashraful, A. (2014). The prospects of biolubricants as alternatives in automotive applications. *Renewable and sustainable energy reviews*, *33*, 34-43.
- Mohamed, N., Hamidon, M. L. H., Jumadi, R., Khalid, A., Jaat, N., Salleh, H., & Samion, S. (2022). Analysis of the Biodegradable Lubricant in Internal Combustion Engine. *Journal of Automotive Powertrain and Transportation Technology*, *2*(1), 47-55.
- Negi, R. S., Singh, R. K., Atray, N., & Singh, S. K. (2023). Potential valorization of used cooking oil into novel biolubricating grease through chemical modification and its performance evaluation. *Industrial crops and products*, *205*, 117555. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2023.117555>
- Otabor, G., Ifijen, I., Mohammed, F., Aigbodion, A., & Ikhuoria, E. (2019). Alkyd resin from rubber seed oil/linseed oil blend: A comparative study of the physicochemical properties. *Heliyon*, *5*(5), e01621.
- Panchal, T. M., Patel, A., Chauhan, D., Thomas, M., & Patel, J. V. (2017). A methodological review on bio-lubricants from vegetable oil based resources. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, *70*, 65-70. <https://doi.org/http://dx.doi.org/10.1016/j.rser.2016.11.105>
- Perera, M., Yan, J., Xu, L., Yang, M., & Yan, Y. (2022). Bioprocess development for biolubricant production using non-edible oils, agro-industrial byproducts and wastes. *Journal of Cleaner Production*, *357*, 131956. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2022.131956>
- Prasannakumar, P., Edla, S., Thampi, A. D., Arif, M., & Santhakumari, R. (2022). A comparative study on the lubricant properties of chemically modified Calophyllum inophyllum oils for bio-lubricant applications. *Journal of Cleaner Production*, *339*, 130733. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2022.130733>
- Prasannakumar, P., Sankarannair, S., Bose, C., Santhakumari, R., & Jyothi, S. N. (2023). Influence of techniques on synthesizing cashew nut shell oil as a prospective biolubricant on its physicochemical, tribological, and thermal behaviors. *Journal of Cleaner Production*, *401*, 136717. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2023.136717>
- Selvakumar, P., & Sivashanmugam, P. (2019). Ultrasound assisted oleaginous yeast lipid extraction and garbage lipase catalyzed transesterification for enhanced biodiesel production. *Energy conversion and management*, *179*, 141-151.
- Soni, S., & Agarwal, M. (2014). Lubricants from renewable energy sources—a review. *Green Chemistry letters and reviews*, *7*(4), 359-382.
- Syahir, A., Zulkifli, N., Masjuki, H., Kalam, M., Alabdulkarem, A., Gulzar, M., Khuong, L., & Harith, M. (2017). A review on bio-based lubricants and their applications. *Journal of Cleaner Production*, *168*, 997-1016. <https://doi.org/http://dx.doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.09.106>
- Syaima, M., Ong, K., Noor, I. M., Zamratul, M., Brahim, S., & Hafizul, M. (2015). The synthesis of bio-lubricant based oil by hydrolysis and non-catalytic of palm oil mill effluent (POME) using lipase. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, *44*, 669-675. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.rser.2015.01.005>
- U Dabai, M., J Owuna, F., A Sokoto, M., & L Abubakar, A. (2018). Assessment of quality parameters of ecofriendly biolubricant from waste cooking palm oil. *Asian Journal of Applied Chemistry Research*, *1*(4), 1-11. <https://doi.org/10.9734/AJACR/2018/v1i49691>
- Ude, C. N., Igwilo, C. N., Nwosu-Obieogu, K., Nnaji, P. C., Oguanobi, C. N., Amulu, N. F., Eze, C. N., & Omenihu, U. C. (2023). Optimization of dual transesterification of jatropha seed oil to biolubricant using hybridized response surface methodology (RSM) and adaptive neuro fuzzy inference system (ANFIS)-genetic algorithm (GA). *Sustainable Chemistry for the Environment*, *4*, 100050. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.scenv.2023.100050>
- Wulandari, W. N., Darsin, M., & Wibowo, R. K. K. (2020). Study on characteristics of calophyllum inophyllum oil as a new alternative cutting fluid. *AIP Conference Proceedings*,
- Zaid, M., Singh, Y., Kumar, A., & Gupta, S. (2020). Development of the Calophyllum inophyllum based biolubricant and their tribological analysis at different conditions. *Materials Today: Proceedings*, *26*, 2582-2585. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.02.546>