



Rekayasa proses produksi resin alkid dari minyak nyamplung

Ika Amalia Kartika^{1*}, Natasha Yuka Fastiana², Danu Ariono²

¹Teknologi Industri Pertanian, Institut Pertanian Bogor, Bogor, Indonesia

²Teknik Kimia, Institut Teknologi Bandung, Bandung, Indonesia

Article history

Diterima:

22 September 2023

Diperbaiki:

9 Januari 2024

Disetujui:

26 Januari 2024

Keyword

alkyd resin;
alcoholysis;
Calophyllum;
esterification;
oil;

ABSTRACT

Calophyllum is a potential plant in Indonesia where the area is very wide spread besides almost all parts of Calophyllum plants can be utilized. The study aims to produce alkyd resin from Calophyllum oil so the usefulness of Calophyllum plants can be optimized. The synthesis of alkyd resin was carried out by variations in oil to glycerol mole ratio (1:3, 1:4, and 1:5) and temperature (230 and 250 °C). Acid and iodine values, density, viscosity, drying time, color, solubility, thermal stability, and functional groups analyzed the alkyd resin quality. The oil-to-glycerol mole ratio and temperature variations affected the acid value, viscosity, color, and drying time. Higher temperatures and more glycerol affected the reaction time, and the drying time of alkyd resin became faster. In addition, its viscosity decreased, and its thermal stability was stable. With the high addition of glycerol at low temperatures, the color of alkyd resin was bright, but it became darkened at higher temperatures. Calophyllum-based resins owned the fastest alkyd resin drying time without passing through the drying and purifying process, which was 60 minutes at 50°C.



This work is licensed under a Creative Commons Attribution 4.0 International License.

* Penulis korespondensi

Email : ikaamalia@apps.ipb.ac.id

DOI 10.21107/agrointek.v19i1.22416

PENDAHULUAN

Salah satu jenis tanaman hutan yang memiliki potensi tinggi di Indonesia adalah nyamplung (*Calophyllum inophyllum* L.). Tanaman nyamplung memiliki banyak manfaat diantaranya menjadi bahan baku pembuatan *biofuel*, selain itu tanaman nyamplung juga berpotensi menghasilkan produk lain dari pemanfaatan limbahnya yaitu briket arang, asap cair untuk pengawetan kayu, bungkil untuk pakan ternak, resin atau getah untuk obat-obatan dan pewarna tekstil, sabun dan lain-lain.

Bagian biji buah nyamplung dapat menghasilkan minyak dengan rendemen tinggi. Menurut Leksono *et al.* (2014), biji buah nyamplung dari 12 populasi di Indonesia memiliki rendemen minyak sekitar 37-58%, dan rendemen ini lebih tinggi dibandingkan jarak pagar (25-40%), saga hutan (14-28%), kepuh (24-40%), dan kesambi (30-40%) (Sudrajat and Hendra 2009; Sudrajat *et al.* 2010). Satu liter minyak nyamplung dapat dihasilkan dari 2-2,5 kg biji, sedangkan jarak pagar membutuhkan 4 kg biji.

Penggunaan minyak nabati sebagai bahan baku untuk pembuatan resin polimer telah banyak dilakukan untuk substitusi minyak bumi. Resin polimer banyak digunakan dalam industri cat, pelapis, dan pembentukan film. Salah satu resin polimer yang mempunyai sifat-sifat unggul sebagai *surface coating* yang meliputi fleksibilitas, kekuatan dan durabilitas serta sifat adhesi yang baik adalah resin alkid. Hal ini dikarenakan alkid diperoleh melalui reaksi alkoholisis dilanjutkan dengan reaksi esterifikasi. Reaksi ini melibatkan asam lemak, *dibasic acid* atau asam anhidrat, dan poliol dengan gugus hidroksil. Keunggulan lainnya adalah bahwa resin alkid dapat dibuat dengan biaya yang relatif rendah. Bahan bakunya dapat berupa komoditas dengan biaya cukup rendah, investasi modal utama dan biaya sintesisnya rendah (Lanson 1982).

Dengan pertimbangan untuk menjaga kestabilan ekologi maka industri *coating* mulai terdorong untuk menghasilkan produk yang ramah lingkungan. Oleh karena itu, perlu dilakukan penelitian untuk memodifikasi resin alkid agar lebih ramah lingkungan. Penggunaan minyak nabati untuk memproduksi resin alkid memberikan efek yang baik pada hasil akhir dari resin alkid sesuai dengan pemanfaatannya, selain

itu bersifat lebih mudah untuk terdegradasi di lingkungan. Minyak akan mempercepat proses pengeringan ketika melapisi sebagai suatu film karena teroksidasi oleh udara (Stevens 2001). Oleh karena itu, banyak penelitian yang menggunakan minyak nabati dalam sintesis resin alkid seperti minyak kedelai, minyak biji bunga matahari, minyak biji karet, minyak biji tembakau, minyak dedak padi, minyak jagung, minyak *safflower*, minyak biji rami, minyak biji kapuk, dan lain-lain. Potensi yang sangat tinggi tersebut menjadi dasar untuk pengembangan pemanfaatan tanaman nyamplung.

Biji nyamplung memiliki potensi pemanfaatan yang cukup luas, namun penelitian pemanfaatan minyak biji nyamplung lebih banyak mengarah sebagai bahan bakar yang digunakan dalam bentuk biodiesel ataupun untuk kesehatan sehingga belum dilakukan penelitian mengenai sintesis minyak nyamplung menjadi polimer khususnya resin alkid. Di industri, bahan resin alkid yang umum digunakan adalah minyak *castor*, *linseed*, dan kedelai. Produktivitas tanaman nyamplung lebih tinggi dibanding ketiga tanaman di atas. Selain itu, minyak nyamplung juga memiliki asam lemak yang mirip dengan ketiga tanaman tersebut. Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis resin alkid dari minyak biji nyamplung dengan menganalisis pengaruh suhu dan rasio mol gliserol terhadap minyak pada mutu resin alkid, selain untuk menentukan kondisi sintesis resin alkid terbaik.

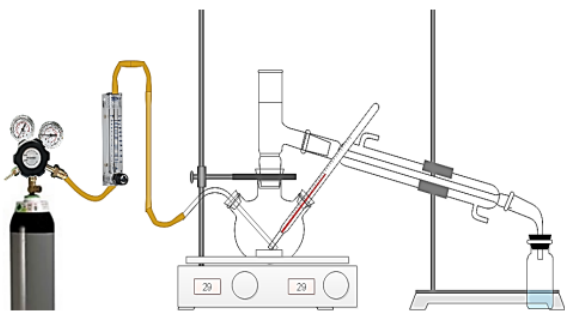
METODE

Bahan dan Alat

Pada sintesis resin alkid dari minyak nyamplung, bahan utama yang digunakan adalah minyak yang diperoleh dari ekstraksi biji nyamplung dengan pelarut heksan, gliserol, ftalat anhidrat (*pure analysis*), dan kalsium karbonat (*pure analysis*). Biji nyamplung yang digunakan merupakan hasil pengupasan buah nyamplung segar yang telah dikeringkan selama 1 minggu. Buah nyamplung segar diperoleh dari daerah sekitar KHDTK Carita, Banten.

Peralatan utama yang digunakan untuk sintesis resin alkid adalah *soxhlet*, *water bath*, *heating plate*, labu leher 3, pengaduk magnetik, termometer, pompa, *flowmeter* nitrogen dan kondensor. Peralatan lainnya yang digunakan adalah oven, timbangan, *rheometer*, viskometer Oswald, piknometer, *stopwatch* dan alat-alat

gelas. Rancangan peralatan untuk sintesis resin alkid dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1 Rancangan peralatan sintesis resin alkid dari minyak nyamplung

Peralatan utama yang digunakan pada sintesis alkid resin dari minyak nyamplung adalah *soxhlet*, *water bath*, *heating plate*, labu leher tiga, pengaduk magnetik, termometer, *flowmeter* nitrogen, pompa *submerged* dan kondensor.

Sintesis Resin Alkid

Sintesis resin alkid dari minyak nyamplung dilakukan dengan variasi rasio mol gliserol terhadap minyak (3:1, 4:1, 5:1), suhu alkoholisis dan suhu esterifikasi (230°C, 250°C). Minyak nyamplung diperoleh dari ekstraksi biji nyamplung menggunakan pelarut heksan selama 3 jam pada suhu 80°C. Dalam pra-pelakuan biji terdapat 2 variasi yaitu biji kering dan biji basah. Biji kering adalah biji nyamplung yang telah dikeringkan menggunakan oven selama 1 jam, sedangkan biji basah adalah biji nyamplung yang langsung digunakan setelah dikupas dari cangkang.

Minyak hasil ekstraksi selanjutnya dimurnikan melalui proses *degumming* dengan penambahan larutan asam fosfat 85% sebanyak 0,1%, suhu pemanasan 80°C selama 15 menit. Kemudian minyak dicuci dengan aquades beberapa kali pada suhu yang sama selama 30 menit.

Pemurnian minyak nyamplung dilanjutkan dengan menetralkan minyak hasil proses *degumming* melalui penambahan larutan KOH ke dalam minyak dengan suhu pemanasan 80°C selama 30 menit, dilanjutkan dengan pencucian menggunakan aquades pada suhu yang sama selama 30 menit. Penambahan KOH pada minyak sebesar 1% dari kadar asam lemak bebas minyak yang dihasilkan pada proses *degumming*.

Karakterisasi minyak nyamplung yang dihasilkan dari proses ekstraksi biji basah dan biji kering dilakukan melalui pengujian densitas, viskositas, bilangan asam dan iod. Resin alkid yang disintesis dikarakterisasi melalui pengujian bilangan asam dan iod, waktu pengeringan, warna, kelarutan, viskositas, dan analisis gugus fungsi menggunakan FTIR dan stabilitas termal menggunakan *thermogravimetric analysis* (TGA).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis resin alkid dilakukan melalui beberapa tahapan, yaitu ekstraksi dan pemurnian minyak nyamplung, alkoholisis minyak nyamplung murni, serta esterifikasi produk hasil dari alkoholisis.

Ekstraksi dan pemurnian minyak

Ekstraksi biji nyamplung bertujuan untuk mendapatkan minyak sebagai bahan baku untuk sintesis resin alkid. Pada penelitian ini ekstraksi minyak nyamplung dilakukan menggunakan pelarut. Ekstraksi minyak dengan menggunakan pelarut pada prinsipnya adalah melarutkan minyak yang terkandung dalam bahan dengan pelarut organik. Pelarut yang digunakan untuk ekstraksi minyak harus mempunyai kelarutan tinggi dalam minyak, tidak meninggalkan residu, murah, tidak korosif, dan mempunyai titik didih rendah sehingga mudah untuk *direcycle* dan digunakan kembali. Heksan merupakan pelarut yang paling banyak digunakan untuk ekstraksi minyak.

Pada penelitian ini rendemen minyak nyamplung yang dihasilkan dari proses ekstraksi biji basah adalah 44,9±1,83%. Hal ini tidak jauh berbeda dengan rendemen minyak nyamplung yang diperoleh dari proses ekstraksi biji kering, yaitu sebesar 42,9±1,54%. Karakteristik minyak yang diekstraksi dari biji nyamplung basah dan kering pun tidak berbeda, yaitu densitas sebesar 0,92 g/cm³, viskositas sebesar 53,1±2,02 cP (biji basah) dan 53,8±2,83 cP (biji kering), bilangan asam sebesar 56,2±2,75 mg KOH/g (biji basah) dan 55,9±3,57 mg KOH/g (biji kering), serta bilangan iod sebesar 60,1±3,32 g I₂/100 g (biji basah) dan 59,6±3,45 g I₂/100 g (biji kering). Penampakan minyak hasil dari penelitian ini berwarna hijau gelap, pekat dan kental.

Dibandingkan dengan rendemen minyak nyamplung yang diperoleh dari proses ekstraksi dengan pelarut biner (campuran heksan dan metanol pada perbandingan 5:2), yaitu 59,7%

(Kartika *et al.* 2022), rendemen minyak nyamplung yang diperoleh pada penelitian ini lebih rendah. Hal ini kemungkinan disebabkan karena polaritas pelarut biner ($\pm 1,53$) lebih sesuai untuk mengekstraksi minyak nyamplung dibandingkan dengan polaritas pelarut heksan (0,1) (Burke 1984). Selain itu, mutu minyak yang dihasilkan dari proses ekstraksi dengan pelarut biner lebih baik, viskositas (< 28 cP) dan bilangan asam (< 22 mg KOH/g) yang lebih rendah serta bilangan iod (> 76 g I₂/100 g) yang lebih tinggi. Hal ini menunjukkan minyak nyamplung yang dihasilkan dalam penelitian ini mengandung senyawa pengotor yang lebih banyak, terutama asam lemak bebas dan resin.

Bilangan iod minyak nyamplung yang dihasilkan dalam penelitian ini nilainya < 90 g I₂/100 g sehingga dapat diklasifikasikan sebagai *non-drying oil*. Bilangan iod yang rendah menunjukkan jumlah asam lemak dengan ikatan tidak jenuh rendah. Minyak dengan bilangan iod rendah tidak mampu mengering menjadi film keras oleh proses oksidasi-otomatis saat terpapar udara (Bobade dan Khyade 2012). Hal ini berbeda dengan minyak yang memiliki bilangan iod yang tinggi seperti minyak dari biji rami (170 g I₂/100 g). Jumlah asam lemak dengan ikatan tidak jenuh yang tinggi akan menghasilkan film dengan pengeringan yang lebih cepat dibandingkan asam

lemak jenuh (Nosal-Kovalenko *et al.* 2016). Kemampuan pengeringan dari lemak atau minyak terkait dengan tingkat ketidakjenuhan asam lemak penyusunnya sehingga pengaplikasian minyak nabati untuk resin alkid lebih disukai apabila minyak tersebut memiliki bilangan iod tinggi.

Pemurnian minyak nyamplung melalui proses *degumming* dan netralisasi bertujuan untuk mengurangi senyawa-senyawa pengotor seperti gum, resin dan asam lemak bebas yang terkandung dalam minyak kasar. Pada penelitian ini proses pemurnian menghasilkan minyak murni dengan bilangan asam yang lebih rendah (40-42 mg KOH/g) daripada minyak kasar. Hal ini menunjukkan pengotor gum dan resin dapat dikurangi dengan penambahan asam forfat pada proses *degumming* dan asam lemak bebas dapat dikurangi dengan penambahan KOH pada proses netralisasi. Asam fosfat akan mengikat gum dan resin sehingga dapat dipisahkan dari minyak berdasarkan perbedaan berat jenis, dan KOH akan bereaksi dengan asam lemak bebas membentuk sabun. Penurunan kadar asam lemak bebas ini diperlukan untuk memfasilitasi sintesis resin alkid, khususnya agar proses alkoholisis minyak dapat berjalan cepat. Rendemen minyak murni yang diperoleh dari proses pemurnian sekitar 96-98%.

Tabel 1 Kinerja proses alkoholisis minyak nyamplung pada berbagai kondisi proses

Minyak hasil ekstraksi	Suhu (°C)	Rasio mol gliserol: minyak	Kelarutan	Bilangan asam (mg KOH/g)	Kadar asam lemak bebas (%)	Waktu reaksi (menit)
Biji basah	230	3	6/7 larut	7,34	3,69	120
Biji basah	230	4	6/7 larut	7,75	3,89	90
Biji basah	230	5	6/7 larut	8,18	4,11	120
Biji basah	250	3	Larut sempurna	8,31	4,18	60
Biji basah	250	4	6/7 larut	5,91	2,97	60
Biji basah	250	5	6/7 larut	7,70	3,87	60
Biji kering	230	3	Larut sempurna	16,34	8,21	120
Biji kering	230	4	Larut sempurna	6,37	3,20	90
Biji kering	230	5	Larut sempurna	6,35	3,19	90
Biji kering	250	3	Larut sempurna	3,84	1,93	120
Biji kering	250	4	Larut sempurna	6,50	3,27	60
Biji kering	250	5	Larut sempurna	8,16	4,10	30

Tabel 2 Karakteristik resin alkid yang diperoleh pada berbagai kondisi proses

Minyak hasil ekstraksi	Suhu (°C)	Rasio mol gliserol: minyak	Bilangan asam (mg KOH/g)	Bilangan iod (g I ₂ /100 g)	Viskositas (mPa.s, 40 °C)
Biji basah	230	3	11,80	101,03	3,54×10 ⁶
Biji basah	230	4	6,80	74,94	4,98×10 ⁴
Biji basah	230	5	9,35	82,29	4,95×10 ³
Biji basah	250	3	7,70	55,22	3,11×10 ⁵
Biji basah	250	4	10,74	62,46	1,76×10 ⁵
Biji basah	250	5	8,01	57,59	2,86×10 ⁵
Biji kering	230	3	10,09	59,77	3,69×10 ⁵
Biji kering	230	4	8,10	57,01	2,18×10 ⁵
Biji kering	230	5	9,76	53,98	9,89×10 ⁴
Biji kering	250	3	7,19	91,86	2,67×10 ⁵
Biji kering	250	4	7,31	63,94	3,26×10 ⁵
Biji kering	250	5	9,56	61,53	9,84×10 ³

Alkoholisis minyak murni

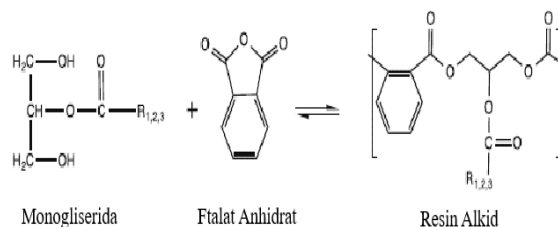
Reaksi antara trigliserida (minyak nabati) dengan gliserol (poliol) disebut reaksi alkoholisis yang menghasilkan monogliserida. Idealnya 2 mol gliserol bereaksi dengan satu mol trigliserida membentuk 3 mol monogliserida dimana monogliserida yang terbentuk dari proses alkoholisis ditandai dengan larutnya minyak dalam metanol anhidrat. Minyak yang larut dalam metanol anhidrat menghasilkan campuran bening dan menandakan bahwa konversi trigliserida menjadi monogliserida yang cukup tinggi, atau proses alkoholisis dapat dinyatakan selesai. Kinerja proses alkoholisis minyak nyamplung yang diekstraksi dari biji basah dan biji kering pada berbagai kondisi proses disajikan pada Tabel 1.

Pada proses alkoholisis, suhu sangat berpengaruh dalam menentukan waktu reaksi. Berdasarkan Tabel 1, semakin tinggi suhu yang digunakan, waktu reaksi semakin cepat dimana waktu reaksi tercepat (30 menit) teramati pada proses alkoholisis minyak nyamplung hasil ekstraksi biji kering dengan suhu 250°C dan rasio mol gliserol terhadap minyak sebesar 5:1. Peningkatan suhu umumnya akan menurunkan energi aktivasi sehingga laju dan waktu reaksi menjadi lebih cepat. Menurut Qian *et al.* (2010), suhu dapat mempengaruhi laju reaksi dan konversi bahan menjadi produk karena konstanta laju intrinsik reaksi sangat tergantung pada suhu. Selain itu, penggunaan gliserol yang berlebihan (5 mol) dari yang dibutuhkan (2 mol) juga akan

mempercepat konversi trigliserida menjadi monogliserida.

Esterifikasi produk hasil alkoholisis

Sintesis resin alkid melalui proses esterifikasi pada penelitian ini hanya dilakukan pada produk hasil proses alkoholisis (monogliserida) yang larut sempurna dalam metanol anhidrat. Resin alkid terbentuk dari reaksi antara monogliserida dan asam ftalat anhidrat (Gambar 2). Ftalat anhidrat adalah senyawa paling penting dalam sintesis resin alkid yang merupakan senyawa dari jenis asam dibasa. Selain harganya yang murah, senyawa ini memberikan sifat yang baik secara keseluruhan untuk resin alkid yang dibentuk. Struktur anhidratnya menjadikan proses esterifikasi menjadi lebih cepat untuk membentuk *half-ester* pada suhu reaksi yang rendah tanpa menghasilkan air sebagai hasil samping.



Gambar 2 Reaksi esterifikasi pembentukan resin alkid (Soucek dan Salat 2014)

Pada penelitian ini eksperimen dilakukan pada perbandingan asam ftalat anhidrat terhadap minyak sebesar 3:1 dengan katalis CaCO₃ 1%, dan suhu sebesar 230-250°C. Karakteristik resin alkid yang diperoleh pada penelitian ini disajikan pada Tabel 2.

Tabel 3 Hasil analisis FTIR resin alkid pada berbagai kondisi proses

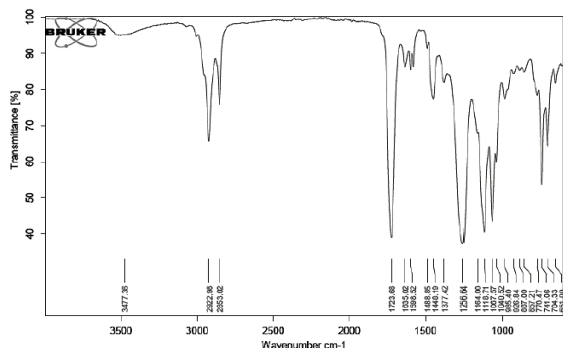
Minyak hasil ekstraksi	Suhu (°C)	Rasio mol gliserol: minyak	Wavenumber untuk gugus fungsi (cm ⁻¹)						
			Hidroksi (O-H)	Alkana (C-H)		Alkena (C=C)	Grup Oksigen (C-O)	Grup Karbonil (C=O)	Aromatik
Biji basah	230	3	3484	1380, 1447, 1489, 2852, 2922, 3008	1447, 1579, 1598, 1631	1579, 1631	1068, 1119, 1255	1724	652, 705, 741, 1579, 1598
Biji basah	230	4	3463	1375, 1447, 1485, 2852, 2922, 3004	1447, 1579, 1598, 1631	1579, 1631	1068, 1119, 1255	1721	649, 701, 740, 1579, 1598
Biji basah	230	5	3431	1377, 1447, 1485, 2854, 2922, 3008	1447, 1579, 1603, 1635	1579, 1635	1071, 1122, 1271	1721	652, 701, 743, 1579, 1603
Biji basah	250	3	3480	1375, 1447, 1488, 2852, 2922, 3006	1447, 1578, 1598, 1630	1578, 1630	1067, 1119, 1255	1724	648, 701, 741, 1579, 1598
Biji basah	250	4	3442	1377, 1447, 1485, 2854, 2922, 3008	1447, 1603, 1635	1579, 1635	1071, 1122, 1271	1721	652, 701, 743, 1579, 1603
Biji basah	250	5	3460	1376, 1447, 1489, 2852, 2922, 3005	1447, 1579, 1595, 1635	1579, 1635	1069, 1119, 1263	1721	644, 705, 741, 1579, 1595,
Biji kering	230	3	3484	1375, 1447, 1489, 2852, 2922, 3009	1447, 1579, 1599, 1632	1579, 1632	1068, 1119, 1255	1724	649, 705, 741, 1579, 1599
Biji kering	230	4	3456	1380, 1447, 1485, 2852, 2922, 3009	1447, 1579, 1595, 1632	1579, 1632	1069, 1119, 1259	1721	649, 705, 741, 1579, 1595
Biji kering	230	5	3447	1375, 1447, 1488, 2852, 2922, 3002	1447, 1578, 1598, 1634	1578, 1634	1069, 1119, 1259	1721	648, 705, 741, 1578, 1598
Biji kering	250	3	3450	1380, 1447, 1489, 2852, 2922, 3005	1447, 1579, 1599, 1632	1579, 1632	1069, 1119, 1259	1721	649, 705, 741, 1579, 1599
Biji kering	250	4	3456	1380, 1447, 1489, 2852, 2922, 3009	1447, 1583, 1595, 1632	1583, 1632	1069, 1119, 1259	1721	653, 701, 741, 1583, 1595
Biji kering	250	5	3424	1378, 1448, 1489, 2852, 2922, 3013	1448, 1579, 1599, 1636	1579, 1636	1071, 1122, 1279	1721	653, 701, 746, 1579, 1599

Pada saat sintesis resin alkid berlangsung, bilangan asam akan menurun hingga mencapai nilai yang diinginkan (8-10 mg KOH/g) dimana penurunannya lebih cepat pada tahap-tahap awal reaksi. Pola perubahan bilangan asam selama reaksi polikondensasi dikarenakan reaktivitas yang berbeda dari senyawa kelompok hidroksil primer dan sekunder gliserol. Dikarenakan gugus aproksil hidroksil bereaksi lebih cepat daripada gugus hidroksil sekunder, penurunan cepat bilangan asam pada tahap awal reaksi sesuai dengan periode ketika gugus primer hidroksil bereaksi, sedangkan tahap selanjutnya merupakan periode ketika gugus hidroksil sekunder bereaksi (Aigbodion and Okieimen 2001). Penurunan lambat bilangan asam selama reaksi polikondensasi menunjukkan awal pembentukan jaringan tiga dimensi sebagai hasil dari ikatan

silang rantai alkid (Aigbodion and Okieimen 1996). Pada tahap akhir reaksi, yaitu ketika gugus hidroksil sekunder bereaksi, ada kemungkinan ikatan silang rantai alkid meningkatkan viskositas dari media reaksi (Aigbodion and Okieimen, 2001). Selain itu tingkat poliesterifikasi juga menurun karena konsentrasi asam bebas menurun (Ogunniyi and Odetoje 2008).

Dari Tabel 2 dapat dilihat bahwa resin alkid yang dihasilkan dari proses sintesis pada suhu 230°C menunjukkan viskositas menurun dengan peningkatan gliserol yang ditambahkan. Hal ini teramati baik pada perlakuan biji basah maupun biji kering. Namun pada suhu yang lebih tinggi (250°C) khususnya untuk resin alkid yang dihasilkan dari minyak berbahan baku biji kering, viskositas meningkat dengan semakin meningkatnya gliserol yang ditambahkan, dan

kemudian viskositas menurun kembali pada rasio mol gliserol terhadap minyak 5:1. Dari Tabel 2 juga dapat diamati bahwa bilangan iod resin alkid yang dihasilkan dari proses sintesis dengan rasio mol gliserol terhadap minyak 3:1 nilainya lebih tinggi dibandingkan 4:1 dan 5:1. Hal ini teramati baik pada perlakuan suhu 230°C maupun 250°C.

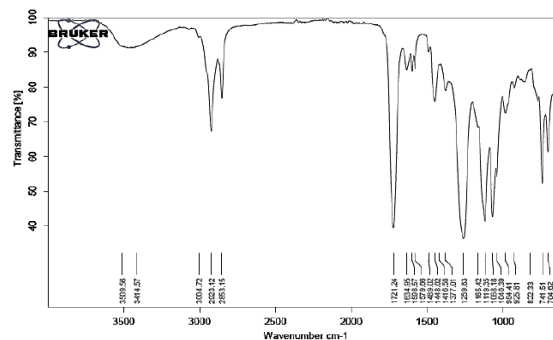


Gambar 3 Hasil FTIR resin alkid yang diperoleh dari minyak berbahan baku biji basah dengan perlakuan suhu 230°C

Hasil analisis FTIR (Gambar 3) terhadap resin alkid yang diperoleh dari minyak berbahan baku biji basah dengan perlakuan rasio mol gliserol terhadap minyak 3:1 dan suhu 230°C menunjukkan adanya gugus O-H *stretching vibration* pada 3477,36 cm⁻¹ dan senyawa alifatik C-H *stretching* pada 2853,02-2922,98 cm⁻¹. Gugus C=O *stretching* pada 1723,68 cm⁻¹ menunjukkan kehadiran ester trigliserida, C=C *stretching* teramati pada 1635,02 cm⁻¹ dan C-H *bending* teramati pada 1448,19 cm⁻¹. Puncak pada 1164,00 cm⁻¹ menunjukkan adanya gugus C-O-C *stretching* dari ester dan 770 cm⁻¹ menunjukkan adanya senyawa aromatik.

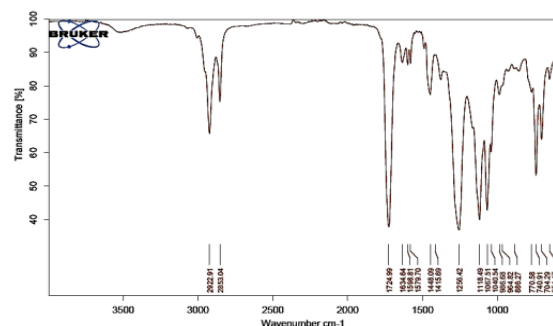
Hasil analisis FTIR (Gambar 4) terhadap resin alkid yang diperoleh dari minyak berbahan baku biji basah dengan perlakuan rasio mol gliserol terhadap minyak 3:1 dan suhu 250°C menunjukkan gugus O-H *stretching* berada pada puncak 3414,57-3509,56 cm⁻¹, C-H aromatik pada 3004,72 cm⁻¹. Puncak 2923,12-2853,15 cm⁻¹ menunjukkan adanya senyawa alifatik C-H *stretching*. C=O *stretching* berada pada 1721,24 cm⁻¹. C=C *stretching* berada pada 1634,95 cm⁻¹, dan C-H *bending* berada pada 1448,02 cm⁻¹. Puncak pada 1165,42 cm⁻¹ dikarenakan adanya gugus C-O-C *stretching* dari ester, dan 741,51 cm⁻¹ menunjukkan adanya senyawa aromatik. Pada proses yang sama dengan suhu yang berbeda menunjukkan gugus fungsi yang sama

dikarenakan tidak ada perbedaan yang cukup signifikan pada gugus fungsinya.



Gambar 4 Hasil analisis FTIR resin alkid yang diperoleh dari minyak berbahan baku biji basah dengan perlakuan suhu 250°C

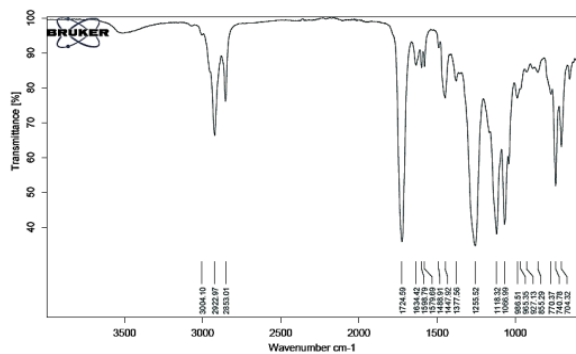
Hasil analisis FTIR (Gambar 5) terhadap resin alkid yang diperoleh dari minyak berbahan baku biji kering dengan perlakuan rasio mol gliserol terhadap minyak 3:1 dan suhu 230°C menunjukkan adanya senyawa alifatik C-H *stretching* pada 2853,04-2922,91 cm⁻¹. Adanya C=O *stretching* pada 1724,99 cm⁻¹ menunjukkan kehadiran ester trigliserida, C=C *stretching* berada pada 1634,64 cm⁻¹, dan C-H *bending* pada 1448,09 cm⁻¹. Gugus C-O-C *stretching* dari ester berada pada 1118,49 cm⁻¹, dan puncak pada 770,58 cm⁻¹ menunjukkan adanya senyawa aromatik.



Gambar 5 Hasil analisis FTIR resin alkid yang diperoleh dari minyak berbahan baku biji kering dengan perlakuan suhu 230°C

Hasil analisis FTIR (Gambar 6) terhadap resin alkid yang diperoleh dari minyak berbahan baku biji kering dengan perlakuan rasio mol gliserol terhadap minyak 3:1 dan suhu 250°C memiliki puncak C-H aromatik pada 3004,10 cm⁻¹, puncak 2853,01-29223 cm⁻¹ menunjukkan C-H *stretching* alkan, puncak C=O terdapat pada 1724,59 cm⁻¹, 1634,02 cm⁻¹ menunjukkan gugus C=C, dan C-O *stretching* pada 1118,32 cm⁻¹ serta C-O-C *stretching* memiliki puncak di 1067 cm⁻¹.

Hasil analisis FTIR resin alkid pada berbagai kondisi proses dapat dilihat pada Tabel 3.



Gambar 6 Hasil analisis FTIR resin alkid yang diperoleh dari minyak berbahan baku biji kering dengan perlakuan suhu 250°C

Kemampuan pengeringan suatu film merupakan salah satu persyaratan yang paling penting apabila kegunaannya ditujukan di bidang industri pelapis, seperti cat kayu, cat, *binder*, dll. Seperti yang sudah dibahas sebelumnya, bahwa minyak nyamplung memiliki bilangan iod yang cukup rendah yaitu kurang dari 90 g I₂/100 g. Hal ini menyebabkan resin alkid berbasis minyak nyamplung tidak dapat mengering walaupun sudah terpapar dengan udara dalam waktu yang cukup panjang (± 48 jam). Resin alkid berbasis minyak nyamplung dicampur dengan bahan lain agar dapat mengering dengan diekspos ke udara contohnya yaitu resin epoksi. Dalam proses pengeringannya resin alkid dicampur dengan resin epoksi, *epoxy hardener*, dan *accelerator* serta dipanaskan dalam oven dengan kenaikan suhu 10°C setiap 30 menit.

Dari Tabel 4 dapat dilihat bahwa semakin besar rasio mol gliserol terhadap minyak maka

waktu pengeringan resin alkid semakin cepat pula. Pada perlakuan biji basah, peningkatan suhu dan rasio mol gliserol mempercepat waktu pengeringan. Pada perlakuan biji kering, waktu pengeringan paling cepat diperoleh dari perlakuan suhu dan rasio mol gliserol tertinggi.

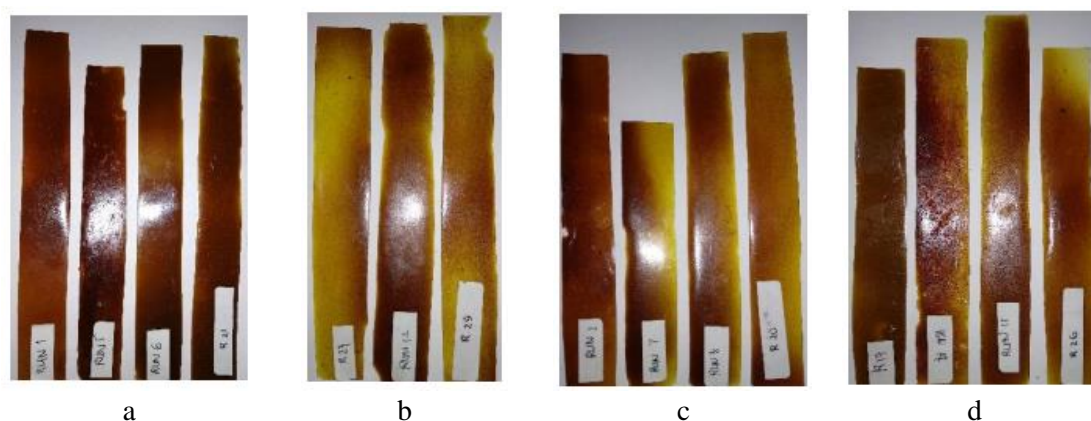
Resin alkid yang dihasilkan memiliki tingkatan warna yang sedikit berbeda, namun hampir semua resin alkid yang dihasilkan menghasilkan warna coklat bening. Warna coklat pada resin biasanya terjadi pada resin dengan bahan baku minyak yang memiliki warna kuning. Gambar 7 menunjukkan bahwa seiring meningkatnya suhu dan rasio gliserol, maka warna yang dihasilkan semakin terang. Warna coklat yang dimiliki oleh resin alkid berbasis minyak nyamplung ini dikarenakan oleh warna asli bahan baku yang berwarna kuning. Pemucatan warna minyak dapat mempengaruhi hasil warna dari resin alkid (Odetoye et al. 2010).

Hasil analisis kelarutan resin alkid pada berbagai pelarut menunjukkan bahwa resin alkid yang dihasilkan dari seluruh perlakuan larut sempurna dalam aseton (+++), larut cukup baik dalam *xylene* (++) , dan kurang larut dalam butanol (+). Hal ini sesuai yang teramati oleh Bora et al. (2014) pada kasus resin alkid dari minyak karanja.

Hasil analisis stabilitas termal menunjukkan bahwa resin alkid yang dihasilkan dari seluruh perlakuan stabilitas termalnya masih baik pada suhu yang diamati pada pengujian ini ($\leq 180^\circ\text{C}$). Menurut Bora et al. (2014), dekomposisi resin alkid mulai terjadi pada suhu 280°C, dan kehilangan berat (*weight loss*) tertinggi terjadi pada lebih tinggi dari 300°C.

Tabel 4 Waktu pengeringan resin alkid pada berbagai kondisi proses

Minyak hasil ekstraksi	Suhu (°C)	Rasio mol gliserol: minyak	Waktu pengeringan (menit)	Suhu pengeringan (°C)
Biji basah	230	3	210	90
Biji basah	230	4	150	70
Biji basah	230	5	60	50
Biji basah	250	3	180	80
Biji basah	250	4	90	50
Biji basah	250	5	90	60
Biji kering	230	3	120	60
Biji kering	230	4	120	60
Biji kering	230	5	90	60
Biji kering	250	3	120	60
Biji kering	250	4	150	70
Biji kering	250	5	60	50



Gambar 7 Warna resin alkid yang dihasilkan pada berbagai kondisi proses (a) biji basah dan suhu 230°C, (b) biji basah dan suhu 250°C, (c) biji kering dan suhu 230°C, (a) biji kering dan suhu 250°C

KESIMPULAN

Pada penelitian ini resin alkid berhasil disintesis dari minyak biji nyamplung pada kondisi proses terbaik suhu 230°C dan rasio mol gliserol terhadap minyak 5:1 untuk minyak yang dihasilkan dari biji nyamplung tanpa proses pengeringan sebelumnya, serta suhu 250°C dan rasio mol gliserol terhadap minyak 5:1 untuk minyak yang dihasilkan dari biji nyamplung yang dikeringkan terlebih dahulu. Semakin tinggi suhu dan rasio mol gliserol yang ditambahkan ke dalam minyak, waktu reaksi alkoholisis dan esterifikasi semakin cepat. Semakin tinggi suhu dan rasio mol gliserol terhadap minyak, mutu resin alkid yang dihasilkan juga semakin baik.

UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih penulis ucapkan kepada Kemenristekdikti khususnya Direktorat Riset dan Pengabdian Masyarakat, Direktorat Jenderal Penguatan Riset dan Pengembangan untuk dukungan dana (Penelitian Kompetitif Nasional, Skema Penelitian Terapan dengan nomor kontrak 4297/IT3.L1/PN/2019) dalam pelaksanaan penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Aigbodion, A.I., Okieimen, F.E., 1996. Kinetics of the preparation of rubber seed oil alkyds. *European Polymer Journal* 32, 1105-1108.
- Aigbodion, A.I., Okieimen, F.E., 2001. An investigation of the utilization of African locustbean seed oil in the preparation of alkyd resins. *Industrial Crops and Products* 13, 29-34.
- Bora, M.M., Deka, R., Ahmed, N., Kakati, D.K., 2014. Karanja (*Milletia pinnata* (L.) Panigrahi) seed oil as a renewable raw material for the synthesis of alkyd resin. *Industrial Crops and Products* 61, 106-114.
- Bobade, S.N., Khyade, V.B., 2012. Detail study on the properties of *Pongamia pinnata* (karanja) for the production of biofuel. *Research Journal of Chemical Sciences* 2, 16-20.
- Burke, J., 1984. *Solubility Parameters: Theory and Application*. The American Institute for Conservation.
- Kartika, I.A., Fataya, I., Yunus, M., Yuliana, D.W., 2022. Optimasi proses ekstraksi minyak dan resin nyamplung dengan pelarut biner menggunakan *response surface method*. *Jurnal Teknologi Industri Pertanian* 32, 21-31.
- Lanson, H.J., 2007. Alkyd Resins. Dalam Kirk-Othmer. *Encyclopedia of Chemical Technology*. Wiley, New York.
- Leksono, B., Hendrati, R.L., Windyarini, E., Hasnah, T., 2014. Variation of biofuel potential of 12 *Calophyllum inophyllum* populations in Indonesia. *Indonesian Journal of Forestry Research* 1, 127-138.
- Nosal-Kovalenko, H., Nowicki, J., Warjala, M., Semeniuk, I., 2016. Synthesis and characterization of alkyd resins based on *Camelina sativa* oil, glycerol and selected epoxidized vegetable oils as functional modifiers. *Progress in Organic Coatings* 101, 553-568.
- Odetoye, T.E., Ogunniyi, D.S., Olatunji, G.A., 2010. Preparation and evaluation of

- Jatropha curcas* L. seed oil alkyd resins. *Industrial Crops and Products* 32, 225-230.
- Ogunniyi, D.S., Odetoeye, T.E., 2008. Preparation and evaluation of tobacco seed oil-modified alkyd resins. *Bioresource Technology* 99, 1300-1304.
- Qian, J., Shi, H., Yun, Z., 2010. Preparation of biodiesel from *Jatropha curcas* L. oil produced by two-phase solvent extraction. *Bioresource Technology* 101, 7025-7031.
- Stevens, M.P., 2001. *Kimia Polimer*. Terjemahan Iis Sopyan. Pradnya Paramita, Jakarta.
- Sudrajat, R., D. Hendra, D., 2009. Pengolahan Biofuel Nyamplung dan Pemanfaatan Hasil Lainnya Nyamplung: Nyamplung (*Calophyllum inophyllum* L.) Sumber energi biofuel yang potensial (Edisi Revisi). Badan Penelitian dan Pengembangan Kehutanan, Jakarta.
- Sudrajat, R., Yogie, S., Hendra, D., Setiawan, D., 2010. Pembuatan biodiesel kepuh dengan proses transesterifikasi. *Jurnal Penelitian Hasil Hutan* 28, 145-155.
- Soucek, M.D., Salata, R.R., 2014. *Alkyd Resin Synthesis*. Springer-Verlag, Berlin.