

PENGHASILAN STOK ASAS BIOLUBRIKAN BERASASKAN TRIMETILOLPROPANA, ASID 2,2-BIS(HIDROKSIMETIL) PROPIONIK DAN ASID OLEIK SEBAGAI BAHAN PELINCIRAN HIPERCABANG

PRODUCTION OF BIOLUBRICANT BASESTOCK FROM TRIMETILOLPROPANE, 2,2-BIS(HYDROXYMETHYL) PROPANOIC ACID AND OLEIC ACID AS HYPERBRANCHED LUBRICANT

Azira Abdul Razak¹, Jumat Salimon¹, Darfizzi Derawi^{1*}

¹Jabatan Sains Kimia, Fakulti Sains dan Teknologi, Universiti Kebangsaan Malaysia, 43600 UKM Bangi, Selangor, Malaysia

*Pengarang utama: darfizzi@ukm.edu.my

Abstrak

Dalam kajian ini, biolubrikan hipercabang berasaskan ester sintetik dihasilkan melalui tindak balas pengesteran dengan kehadiran pemangkin asid sulfurik. Trimetilolpropana (TMP) telah dilakukan tindak balas dengan asid 2,2-bis(hidroksimetil)propionik untuk menghasilkan trimetilolpropana tri-2,2-bis(hidroksimetil)propionat (TMPTP) dan diikuti tindak balas dengan asid oleik untuk menghasilkan trimetilolpropana tri-2,2-bis(hidroksimetil)propionat heksaoleat (TMPTPHO). Tindak balas pengesteran dijalankan pada suhu 140°C selama 5jam dengan nisbah mol 1:3.5 dan 1:6.5 dengan kehadiran 2 %wt pemangkin asid sulfurik. Hasil TMPTP dan TMPTPHO dianalisis dengan menggunakan spektroskopi inframerah (FTIR) dan spektroskopi resonans magnetik nukleus proton dan karbon (¹H dan ¹³C NMR) bagi menentukan struktur molekulnya. Analisis spektrum FTIR dan NMR membuktikan bahawa kedua-dua tindak balas pengesteran telah berjaya dilakukan. Hasil TMPTPHO juga didapati mempunyai indeks kelikatan 138, takat tuang -20°C dan takat kilat 270°C. Produk sintetik biolubrikan yang terhasil boleh digunakan sebagai bahan pelinciran untuk mesin.

Kata Kunci: biolubrikan; pengesteran; trimetilolpropana; asid oleik

Abstract

In this study, synthetic esters based hyperbranched biolubricant produced through an esterification reaction with the presence of a sulfuric acid catalyst. Trimethylolpropane (TMP) reacted with propionic 2,2-bis (hydroxymethyl) acid to produce tri-2,2-bis (hydroxymethyl) propionate (TMPTP) trimethylolpropane (TMPTP), afterward reacted with oleic acid to produce trimethylolpropane tri-2, 2-bis (hydroxymethyl) propionate hexaoleate (TMPTPHO). The reaction was carried out at 140 ° C for 5 h with a mol ratio of 1:3.5 and 1:6.5 in the presence of 2 %wt sulfuric acid catalyst. The results of TMPTP and TMPTPHO were analyzed using infrared spectroscopy (FTIR) and proton and carbon nuclear magnetic resonance spectroscopy (¹H and ¹³C NMR) to confirm their molecular structure. All IR, proton and carbon spectrum proved the final product successfully synthesized and characterized. TMPTPHO results found to have a viscosity index of 138, a pour point of -20 ° C and a flashpoint of 270 ° C. The resulting synthetic biolubricant has the potential to be used as machining lubricant.

Keywords: biolubricant; esterification; trimethylolpropane; oleic acid

Pengenalan

Penggunaan bahan pelinciran berasaskan minyak mineral telah menyumbang kepada pencemaran alam sekitar dan mendorong pada penggunaan bahan pelinciran berasaskan minyak tumbuhan dan ester sintetik yang lebih mesra alam dan terbiodegradasi. Bahan pelinciran ini dikenali sebagai biolubrikan. Lubrikan merupakan suatu bahan yang digunakan untuk mengurangkan kadar kehausan, di mana ia memberikan suatu lapisan filem yang melindungi dua permukaan logam daripada berlakunya geseran (Shahnazar et al. 2015). Antara kegunaan lubrikan adalah mengurangkan kadar kehausan antara dua

permukaan logam, mencegah pengaratn logam dan mengurangkan pengoksidaan (Singh et al. 2017).

Minyak mineral berasaskan petroleum telah digunakan sebagai lubrikan untuk jangka masa yang lama. Kebergantungan yang tinggi terhadap sumber ini akan mendatangkan masalah sekiranya sumber ini telah habis digunakan kerana ia merupakan sumber yang tidak boleh diperbaharui dan memerlukan ribuan tahun untuk terbentuk (Heikal 2017). Minyak mineral juga akan menyebabkan pencemaran udara apabila terbebas dan tumpahan minyak ini juga berbahaya kepada alam sekitar kerana ia adalah toksik (Hamizah and Jumat 2014). Oleh itu, kesedaran terhadap alam sekitar telah membawa kepada pelbagai kajian untuk menggantikan penggunaan minyak mineral ini dengan minyak tumbuhan untuk digunakan sebagai biolubrikan.

Minyak tumbuhan seperti sawit, kelapa dan bunga matahari merupakan antara minyak tumbuhan yang sesuai digunakan sebagai bahan asas kepada penghasilan biolubrikan (Samarth and Mahanwar 2015). Ini kerana struktur triasilgliserol minyak tumbuhan boleh menghasilkan lapisan filem lubrikan yang memberikan perlekatan yang kuat terhadap permukaan logam (Kania et al. 2015). Walau bagaimanapun, penggunaan minyak tumbuhan secara terus sebagai biolubrikan boleh memberikan sifat yang kurang baik sebagai lubrikan. Ini kerana sifat kurang kestabilan oksidatif dan takat tuang yang lemah merupakan faktor penghalang daripada penggunaan lubrikan berasaskan minyak tumbuhan (Syahir et al. 2017).

Triasilgliserol (TAG) minyak tumbuhan merupakan triester yang terdiri daripada tiga molekul asid lemak dan satu molekul gliserol (Syahir et al. 2017), di mana TAG sangat mudah untuk musnah pada suhu tinggi. Keadaan ini disebabkan oleh kehadiran hidrogen β pada struktur gliserol. Hidrogen β ini menyebabkan minyak tumbuhan mudah membentuk radikal bebas dan menjadikan lubrikan yang dihasilkan kurang kestabilan oksidatif (Salimon et al. 2015). Keadaan ini dapat ditangani dengan menggantikan komponen gliserol pada tulang belakang triasilgliserol dengan alkohol polihidrik seperti Trimetilolpropana (TMP) dan Pentaritritol (PE) di mana alkohol polihidrik ini tidak mempunyai atom β -hidrogen (Hamizah et al. 2015).

Pengubahsuaian struktur minyak tumbuhan telah dilakukan untuk meningkatkan kestabilan lubrikan yang terhasil, di mana pengubahsuaian ini merupakan minyak sintetik yang terhasil melalui tindak balas kimia (Cavalcantia et al. 2017). Minyak sintetik seperti poliester merupakan jenis minyak sintetik yang biasa digunakan sebagai lubrikan, di mana ia dihasilkan melalui tindak balas di antara asid lemak dan poliol seperti trimetilolpropana (TMP) dan pentaritritol (PE) yang masing-masing mempunyai tiga dan empat kumpulan berfungsi alkohol (-OH) (Nowicki et al. 2016). Poliester mengandungi kumpulan berfungsi ester yang memberikan kestabilan termal yang lebih baik kepada lubrikan tersebut (Ahmed et al. 2015; Ho et al. 2019). Di dalam kajian ini, TMP dipilih untuk digunakan kerana ia lebih murah berbanding PE dan penggunaan TMP di dalam kajian ini adalah bertujuan untuk meningkatkan kelikatan biolubrikan melalui penghasilan biolubrikan hipercabang.

Penghasilan ester melalui tindak balas pengesteran menghasilkan biolubrikan dengan ciri-ciri yang berbeza bergantung kepada pemilihan asid lemak, bilangan ikatan ganda dua dan kepanjangan rantai alifatik (Hamizah et al. 2015). Secara teorinya, molekul asid lemak yang mempunyai struktur bercabang akan menghasilkan biolubrikan dengan takat tuang dan kestabilan hidrolitik yang baik (Qiao et al. 2017). Struktur asid oleik memberikan kelebihan ke atas sifat pelinciran kerana ia menghasilkan keadaan berongga dalam struktur biolubrikan. Struktur berongga ini membolehkan biolubrikan ini untuk tetap berada dalam keadaancecair walaupun pada suhu rendah (Masudi and Muraza 2018). Pemangkin homogen seperti HCl, H₂SO₄ dan H₃PO₄ yang biasanya digunakan di dalam tindak balas pengesteran bersifat menghakis dan berbahaya (Soltani et al. 2016). Oleh itu, penggunaan pemangkin ini digantikan dengan pemangkin heterogen yang lebih mudah dipisahkan daripada tindak balas (Martinez et al. 2018) dan boleh digunakan semula untuk tindak balas yang lain (Gopinath et al. 2017). Pemangkin heterogen asid sulfurik telah dipilih untuk digunakan di dalam tindak balas pengesteran ini.

Dalam kajian ini, kami melaporkan bahan biolubrikan hipercabang yang telah dihasilkan melalui dua tindak balas pengesteran, di mana tiga bahan utama yang telah digunakan adalah TMP, Asid 2,2-bis-(hidroksimetil)propana dan asid oleik. Struktur TMP pada asalnya mempunyai tiga kumpulan hidroksi

yang terikat pada strukturnya, akan terubahsuai kepada trimetilolpropana tri-2,2-bis(hidroksimetil)propionat (TMPTP) yang mempunyai enam kumpulan berfungsi hidroksi setelah dilakukan tindak balas dengan asid 2,2-bis-(hidroksimetil)propionik. Seterusnya, TMPTP ini dilakukan tindak balas dengan asid oleik untuk menghasilkan bahan poliester hipercabang iaitu trimetilolpropana tri-2,2-bis(hidroksimetil)propionat heksaoleat (TMPTPHO). Struktur TMPTPHO ini mempunyai kumpulan ester yang lebih banyak pada struktur molekulnya. Kumpulan ester yang banyak ini akan memberikan perlekatan yang lebih baik pada permukaan logam. Ini kerana kumpulan ester adalah polar dan lebih banyak kumpulan ester akan meningkatkan kepolaran biolubrikan tersebut seterusnya menjadikan lapisan biolubrikan yang terhasil pada permukaan logam tahan lebih lama.

Bahan dan Kaedah

Bahan Kimia

Bahan kimia asas yang digunakan di dalam kajian ini adalah trimetilolpropana, asid 2,2-bis(hidroksimetil)propionik dan asid oleik. Kesemua bahan kimia yang digunakan di dalam kajian ini diperoleh daripada Sigma-Aldrich dan System. Semua bahan kimia telah digunakan secara terus tanpa sebarang pembersihan.

Kaedah

Penyediaan pemangkin heterogen asid sulfurik

Bagi menyediakan 15% pemangkin asid sulfurik, 25 gram silika dicampurkan ke dalam 70 mL dietil eter di dalam bekas bertutup untuk mengelakkan daripada palarut tersejat. Kemudian, 2.038 mL asid sulfurik dititiskan ke dalam bekas tersebut. Larutan ini dikacau selama 8 jam. Selepas itu, palarut dietil eter dikeluarkan dengan mengacau larutan di dalam bekas air yang bersuhu 40°C sehingga palarut tersejat sepenuhnya. Kemudian, pemangkin ini dikeringkan di dalam ketuhar vakum pada suhu 120°C dengan tekanan 300mbar selama 3 hari.

Pengesteran pertama antara TMP dan TMPTP

4.16 gram trimetilolpropana (TMP) dilakukan tindak balas dengan 18.16 gram asid 2,2-bis(hidroksimetil)propionik mengikut nisbah mol 1:3.5, di mana ia dicairkan di dalam 250 mL kelalang bulat tiga leher. Kemudian, 2% pemangkin heterogen asid sulfurik dimasukkan ke dalam kelalang. 10 mL toluena dimasukkan ke dalam kelalang dari semasa ke semasa untuk memastikan pengeluaran air iaitu bahan sampingan yang tidak diperlukan secara efisien. Larutan dikacau menggunakan pengacau magnet pada suhu 140°C selama 5 jam untuk menghasilkan TMPTP. Seterusnya, hasil TMPTP yang diperoleh telah dibersihkan dan dineutralkan dengan menggunakan larutan NaHCO₃ dan larutan NaCl.

Pengesteran kedua antara TMPTP dan TMPTPHO

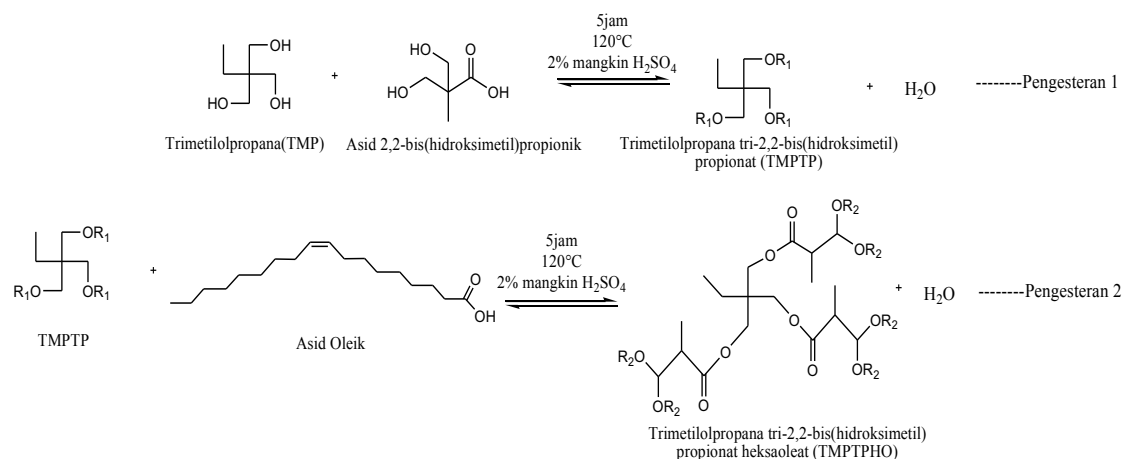
Hasil TMPTP yang diperoleh daripada pengesteran pertama dikumpulkan dan digunakan di dalam pengesteran kedua, di mana ia dilakukan tindak balas dengan asid oleik mengikut nisbah mol 1:6.5mol di dalam kelalang bulat tiga leher. 2% pemangkin heterogen asid sulfurik ditambah ke dalam kelalang dan tindak balas dilakukan selama 5 jam pada suhu 140°C. Hasil TMPTPHO yang diperoleh telah dibersihkan dan dineutralkan dengan menggunakan larutan NaHCO₃ dan larutan NaCl.

Pengecaman hasil

Ujian pengecaman struktur molekul dilakukan ke atas hasil poliester yang dihasilkan dengan menggunakan kaedah spektroskopi seperti Fourier Transform Inframerah (FTIR) (Perkin Elmer BX) dan Resonan Magnetik Nuklear (NMR) (Bruker AVANCE III 600MHz). Kaedah ini digunakan untuk menentukan ketulenan hasil poliester yang diperoleh. Selain itu, penentuan nilai iodine juga dilakukan untuk menentukan darjah ketaktepuan hasil poliester. Terdapat empat jenis kaedah pencirian telah dijalankan ke atas hasil akhir poliester. Ujian yang dijalankan seperti menentukan kestabilan oksidatif, indeks kelikatan, takat tuang dan takat kilat adalah bertujuan untuk menguji sifat pelinciran poliester yang terhasil dan menentukan kualitinya sebagai biolubrikan.

Keputusan dan Perbincangan Pengubahsuaian struktur kimia

Terdapat dua tindak balas pengesteran yang dijalankan untuk menghasilkan bahan biolubrikan TMPTPHO. Pertama, Trimetilolpropana (TMP) bertindak balas dengan Asid 2,2-bis(hidroksimetil)propionik. Kemudian, hasil pengesteran pertama ini dilakukan tindak balas pula dengan asid oleik untuk menghasilkan biolubrikan hipercabang, TMPTPHO seperti yang ditunjukkan di dalam Rajah 1.



Rajah 1. Tindak balas pengesteran untuk menghasilkan TMPTPHO (R_1 : $C(CH_2OH)_2(CH_3)COO^-$,
 R_2 : $CH_3(CH_2)_7COO^-$)

Di dalam tindak balas pengesteran pertama, TMP dilakukan tindak balas dengan Asid 2,2-bis(hidroksimetil)propionik untuk menghasilkan trimetilolpropana tri-2,2-bis(hidroksimetil)propionat (TMPTP). Tindak balas pengesteran menghasilkan air sebagai hasil sampingan dan ia disingkirkan dengan menggunakan Dean-Stark. Hasil TMPTP ini kemudian dianalisis menggunakan Spektroskopi Faurier Transformasi InfraMerah (FTIR) untuk menentukan struktur molekul hasil tersebut. Selepas struktur TMPTP dikenal pasti, TMPTP ini dilakukan tindak balas pula dengan asid oleik untuk menghasilkan trimetilolpropana tri-2,2-bis(hidroksimetil)propionat heksaoleat (TMPTPHO).

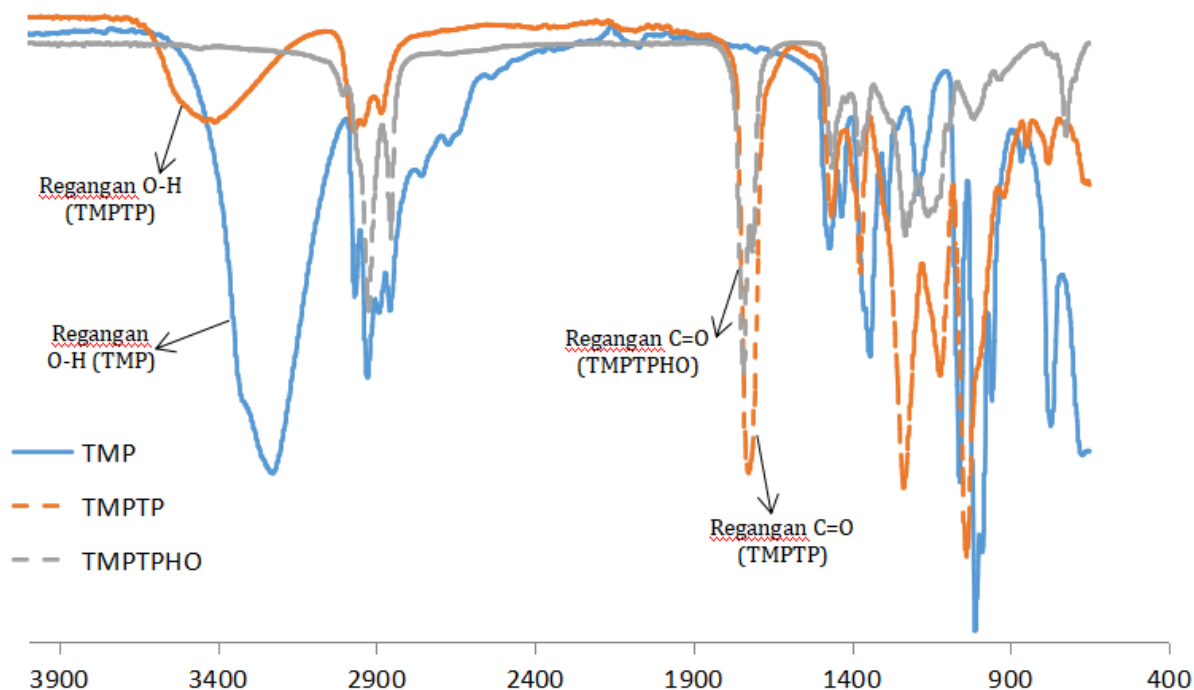
Pengecaman struktur hasil

Setiap hasil yang diperoleh daripada tindak balas telah dicirikan menggunakan Spektroskopi FTIR untuk mengenalpasti kumpulan berfungsi yang hadir di dalam struktur tersebut. Kemudian, hasil akhir juga telah dicirikan menggunakan spektroskopi Resonans Magnet Nukleus (RMN) untuk mengesahkan struktur hasil yang diperoleh adalah tulen.

FTIR

Melalui spektrum FTIR (Rajah 2), tindak balas berjaya dibuktikan. Ini kerana terdapat beberapa kumpulan berfungsi utama yang hadir di dalam spektrum tersebut seperti kumpulan berfungsi alkohol dan ester.

Berdasarkan perbandingan di antara spektrum FTIR bagi TMP dan TMPTP, terdapat dua kumpulan berfungsi utama iaitu kumpulan berfungsi alkohol dan ester yang membuktikan bahawa pengesteran pertama telah berjaya dilakukan. Pertama, terdapat puncak regangan O-H bagi kumpulan berfungsi alkohol didalam spektrum TMP dan TMPTP pada 3226cm^{-1} dan 3438cm^{-1} . Selain itu, puncak regangan C-O bagi alkohol juga dijumpai pada 1058cm^{-1} di dalam struktur TMP dan pada 1038cm^{-1} di dalam struktur TMPTP. Oleh itu, dapat dibuktikan bahawa terdapat kumpulan berfungsi alkohol di dalam struktur TMPTP seperti yang telah dijangkakan. Puncak regangan C=O dijumpai pada 1726cm^{-1} bagi struktur TMPTP. Selain itu, struktur TMPTP juga mempunyai puncak regangan C-O pada 1235 , 1120 dan 1038cm^{-1} . Kedua-dua puncak ini tidak dijumpai di dalam spektrum FTIR bagi struktur TMP yang membuktikan bahawa tindak balas pengesteran pertama telah berjaya dilakukan.



Rajah 2. Spektrum FTIR TMP, TMPTP dan TMPTPHO

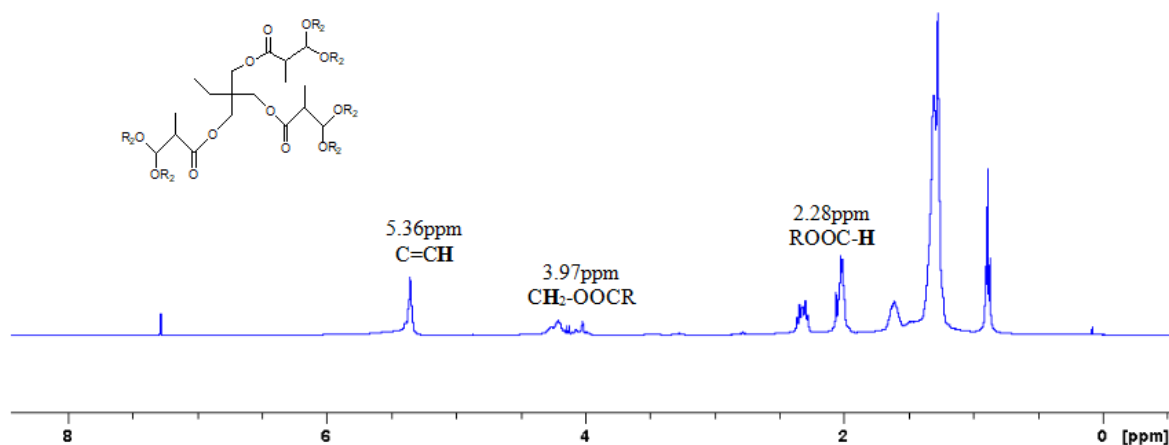
Pengesteran kedua telah berjaya dibuktikan dengan kehadiran puncak regangan C=O ester pada 1741cm^{-1} dan puncak regangan C-O ester pada $1230, 1217$ dan 1159cm^{-1} . Kehadiran puncak regangan alkena ($=\text{CH}$) pada 3100cm^{-1} juga membuktikan bahawa terdapat ikatan ganda dua di dalam struktur hasil TMPTPHO yang diperolehi daripada asid oleik. Puncak regangan OH yang muncul pada 3438cm^{-1} untuk struktur TMPTP, telah hilang sepenuhnya di dalam spektrum FTIR bagi struktur TMPTPHO. Ini menunjukkan bahawa hasil akhir TMPTPHO tidak mempunyai kumpulan berfungsi hidroksil. Oleh itu, dapat dibuktikan bahawa pengesteran kedua telah berjaya dilakukan dan berjaya menghasilkan struktur TMPTPHO seperti yang telah dijangka.

Jadual 1. Perbandingan nombor gelombang di antara TMP, TMPTP dan TMPTPHO

Kumpulan berfungsi	Nombor Gelombang (cm^{-1})			
	Rujukan	TMP	TMPTP	TMPTPHO
Alkohol				
O-H (regangan)	3600-3200	3226	3438	-
C-O (regangan)	1150-1050	1058	1038	-
Alkana				
C-H (regangan)	3000-2800	2966, 2967	2969, 2883	2853, 2923
C-H (propionic5)	1378	-	1373	1376
Alkena				
$=\text{CH}$ (regangan)	3100-3000	-	-	3100
Ester				
C=O (regangan)	1735	-	1726	1741
C-O (regangan)	1200-1100	-	1235, 1120, 1038	1230, 1217, 1159

Spektroskopi Resonans Magnet Nukleus (RMN)

Bagi membuktikan hasil yang diperoleh mempunyai kumpulan berfungsi ester, terdapat tiga anjakan utama yang perlu muncul di dalam spektrum ^1H RMN bagi trimetilolpropana tri-2,2-bis(hidroksimetil)propionat heksaoleat (TMPTPHO) (Rajah 3).



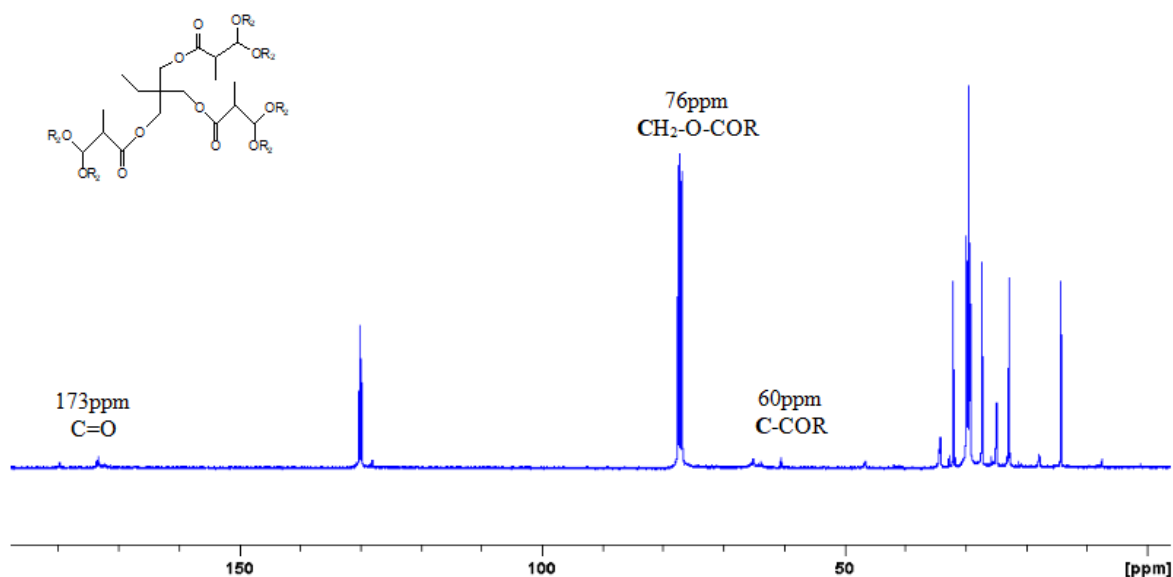
Rajah 3. Spektrum ^1H RMN bagi TMPTPHO

Pertama, anjakan kimia di antara 3.5-4.8 ppm bagi hidrogen pada karbon yang terikat dengan oksigen dan bersambung dengan kumpulan karbonil ester ($\text{CH}_2\text{-O-COR}$) dan anjakan kimia pada julat 2.1-2.5 ppm menunjukkan kehadiran hidrogen α di dalam ester. Bagi membuktikan kehadiran asid oleik di dalam struktur TMPTPHO, anjakan kimia yang mewakili kumpulan berfungsi alkena telah muncul pada 5.36 ppm (Jadual 2)

Jadual 2. Interpretasi data ^1H NMR bagi TMPTPHO

Kawasan anjakan kimia (ppm)	Anjakan kimia TMPTPHO (ppm)	Penjelasan
0.7-1.3	0.89	CH_3 Kumpulan metil pada hujung poliester
1.2-1.4	1.27	$\text{R-CH}_2\text{-R}$ Kumpulan metilena pada pertengahan rantai bahagian asid dalam ester
1.6-2.6	2.01-2.06	$\text{R-C}=\text{C-CH}_2$ Hidrogen alilik
2.1-2.5	2.28-2.36	$\text{ROOC-H}_2\text{-R}$ Hidrogen α ester
3.5-4.8	3.97-4.26	$\text{CH}_2\text{-OOCR}$
4.5-6.5	5.36	$\text{C}=\text{C-H}$ Hidrogen vinil

Spektrum ^{13}C RMN digunakan untuk mengenal pasti jenis karbon yang terdapat di dalam sebatian berdasarkan anjakan kimianya. Terdapat tiga puncak utama yang menentukan kehadiran kumpulan karbonil ester (Rajah 4).

Rajah 4. Spektrum ^{13}C RMN bagi TMPTPHO

Pertama, anjakan kimia pada 173 ppm yang menunjukkan kehadiran karbon kumpulan karbonil ester (RO-C=O). Anjakan kimia bagi kumpulan karbonil mempunyai anjakan kimia yang paling besar disebabkan oleh atom elektronegatif (oksigen) yang terikat secara terus kepada karbon tersebut. Ini menyebabkan karbon ternyahlindung dan mempunyai anjakan kimia yang besar. Selain itu, anjakan kimia bagi karbon kumpulan eter pada bahagian alkohol dalam ester ($\text{CH}_2\text{-O-COR}$) juga muncul pada julat 77-76 ppm menunjukkan kewujudan kumpulan karbonil ester. Terdapat juga anjakan kimia pada 60-64 ppm yang menunjukkan kehadiran karbon α yang terikat dengan karbonil (C-COR). Berdasarkan ketiga-tiga puncak ini, kehadiran kumpulan karbonil ester di dalam struktur TMPTPHO telah dibuktikan (Jadual 3).

Jadual 3. Interpretasi data ^{13}H NMR bagi TMPTPHO

Kawasan anjakan kimia (ppm)	Anjakan kimia TMPTPHO (ppm)	Penjelasan
8-30	14	Karbon kumpulan metil pada hujung poliester (R-CH_3)
15-55	22-34	Karbon kumpulan metilena (R-CH_2)
20-60	46	Karbon kuaternari ($\text{R}_4\text{-C}$)
40-80	60-64	Karbon α yang terikat dengan karbonil (C-COR)
40-80	77-76	Karbon kumpulan eter pada bahagian alkohol dalam ester ($\text{CH}_2\text{-O-COR}$)
100-150	130	Karbon ikatan ganda dua pada bahagian asid (C=C)
150-185	173	Karbon kumpulan karbonil ester (RO-C=O)

Pencirian fizikal

Beberapa ujian pencirian telah dijalankan kepada hasil trimetilolpropana tri-2,2-bis(hidroksimetil)propionat heksaoleat (TMPTPHO) untuk menguji kualiti hasil TMPTPHO tersebut sebagai biolubrikan. Ujian yang telah dijalankan adalah indeks kelikatan, takat tuang dan takat kilat. Dengan penambahan asid 2,2-bis(hidroksimetil)propionik kepada struktur TMP telah menghasilkan biolubrikan hipercabang TMPTPHO yang mempunyai ciri-ciri biolubrikan yang baik (Jadual 4).

Jadual 4. Perbandingan pencirian di antara TMPTO dan TMPTPHO.

Ciri-ciri	TMPTPHO
Indeks Kelikatan	138
Takat Tuang	-20°C
Takat Kilat	270°C

Poliester TMPTPHO menunjukkan indeks kelikatan yang baik iaitu 138, di mana ini menunjukkan bahawa keupayaan kelikatan TMPTPHO untuk berkurang adalah rendah apabila suhu semakin meningkat. TMPTPHO juga menunjukkan takat tuang yang rendah iaitu -20°C. Kehadiran struktur bercabang yang banyak di dalam struktur TMPTPHO membantu mengurangkan takat tuangnya. Selain itu, kehadiran ikatan ganda dua di dalam struktur TMPTPHO mempengaruhi takat tuang molekul tersebut. Ini kerana struktur asid oleik yang mempunyai ikatan ganda dua memberikan struktur berongga kepada penghasilan TMPTPHO yang telah menyebabkan takat tuang yang rendah. Berdasarkan analisis yang telah dijalankan, hasil TMPTPHO menunjukkan takat kilat yang tinggi iaitu 270°C. Takat kilat ini dipengaruhi oleh bilangan atom karbon yang terkandung di dalam molekul tersebut. Semakin tinggi bilangan atom karbon, semakin tinggi takat kilat yang dihasilkan. Selain itu, takat kilat juga mempunyai hubungan dengan kadar penguapan lubrikan. Biolubrikan yang mudah meruap mempunyai takat kilat yang lebih tinggi. Nilai takat kilat yang tinggi bagi hasil TMPTPHO menunjukkan bahawa ia selamat digunakan pada suhu tinggi kerana keupayaan biolubrikan tersebut untuk terbakar adalah rendah.

Kesimpulan

Poliester TMPTPHO telah berjaya dihasilkan melalui dua langkah tindak balas pengesteran di antara trimetilolpropana(TMP), asid 2,2-bis(hidroksimetil)propionik dan asid oleik. Ujian pengecaman telah dilakukan kepada hasil pengesteran pertama dan kedua dengan menggunakan Spektroskopi Transformasi Infra Merah (FTIR) dan Spektroskopi Resonans Magnet Nukleus (RMN). Melalui analisis ini, struktur hasil berjaya dibuktikan dan menunjukkan bahawa pengubahsuaian struktur TMP untuk menghasilkan biolubrikan hipercabang telah berjaya dilakukan. Selain itu, poliester TMPTPHO juga menunjukkan ciri-ciri fizikal yang baik, dan membuktikan bahawa poliester hipercabang yang dihasilkan sesuai untuk digunakan sebagai bahan biolubrikan.

Penghargaan

Pengarang ingin mengucapkan terima kasih kepada Universiti Kebangsaan Malaysia kerana telah memberikan bantuan geran penyelidikan GUP-2017-008.

Rujukan

- Ahmed, W. A., Yarmo, A., Salih, N., Derawi, M. D., Yusop, M. R. & Salimon, J., 2015, Synthesis and Lubricity Properties Analysis of Branched Dicarboxylate Esters based Lubricant, *The Malaysian Journal of Analytical Sciences*, 19, 106 - 117.
- Cavalcantia, E. D. C., Aguiar, E. C. G., Silva, P. R. D., Duarte, J. G., Cipolatti, E. P., Lafuenteb, R. F., Silvaca, J. A. & Freire, D. M. G., 2017, Improved production of biolubricants from soybean oil and different polyols via esterification reaction catalyzed by immobilized lipase from *Candida rugosa*, *Fuel*, 705-713.
- Gopinath, S. et al., 2017, Efficient mesoporous SO₄ 2/Zr-KIT-6 solid acid catalyst for green diesel production from esterification of oleic acid, *Fuel*, 203, 488-500.
- Hamizah, A. M & Jumat, S., 2014, Optimization of Esterification of Oleic acid and Trimethylolpropane (TMP) and Pentaerythritol (PE), *American Institute of Physics Publishing*, 230-236.
- Hamizah, A. M., Nadia, S. & Jumat, S., 2015, Oleic acid based polyesters of trimethylolpropane and pentaerythritol for biolubricant application, *Malaysian Journal of Analytical Sciences*, 19, 97- 105.
- Heikal, E. K., Elmawly, M. S., Khalil, S. A. & Elbasuny, N. M., 2017, Manufacturing of environment friendly biolubricants from vegetable oils, *Egyptian Journal of Petroleum*, 26, 53-59.
- Ho, C. K., McAuley, K. B & Peppley, B. A., 2019, Biolubricants through renewable hydrocarbons: A perspective for new opportunities, *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 1364.

- Kania, D., Yunus, R., Omar, R., Rashid, S. A. & Jan, B. M., 2015, A review of biolubricants in drilling fluids: Recent research, performance and applications, *Journal of Petroleum Science and Engineering*, 15, 920-4105.
- Kuzminska, M., Backov, R. & Gaigneaux, E. M., 2014, Complementarity of Heterogeneous and Homogeneous Catalysis for Oleic Acid Esterification with Trimethylolpropane Over Ion-Exchange Resins, *Catalysis Communication*, 14, 566-736.
- Martinez, A. et al., 2018, A novel green one-pot synthesis of biodiesel from *Ricinus communis* seeds by basic heterogeneous catalysis, *Journal of Cleaner Production*, 196,340-349.
- Masudi, A. & Muraza, K., 2018, Vegetable oil to Biolubricants: Review on Advanced Porous Catalysts, *Energy and Fuels*, 1-45.
- Nowicki, S., Stanczyk, D., Drabik, J., Mosiewski, J. M., Woszczyński, P. & Warząła, M., 2016, Synthesis of Fatty Acid Esters of Selected Higher Polyols Over Homogeneous Metallic Catalysts, *Journal of American Oil's Chemists' Society*, 93,973-981.
- Qiao, S., Shi, Y., Wang, X., Lin, Z & Jiang, Y., 2017, Synthesis of Bio-Lubricant Trimethylolpropane Trioleate and Its Lubricant Base Oil Properties, *Energy and Fuels*, 1-22.
- Salimon, J., Ahmed, W. A., Salih, N., Yarmo, M. A. & Derawi, D., 2015, Lubricity and Tribological Properties of Dicarboxylic Acid and Oleyl Alcohol Based Esters, *Sains Malaysiana*, 44(3),405-412.
- Samarth, N. B & Mahanwar, P. A., 2015, Modified Vegetable Oil Based Additives as a Future Polymeric Material-Review, *Scientific Research Publishing*, 5,1-22.
- Shahnazar, S., Bagheri, S. & Hamid, S. B. A., 2015, Enhancing lubricant properties by nanoparticles additives, *International Journal of Hydrogen Energy*, 1-18.
- Singh, Y., Farooq, A., Raza, A., Mahmood, M. A & Jain, S., 2017, Sustainability of a non-edible vegetable oil based bio-lubricant for automotive applications: A review, *Process Safety and Environment Protection*, 111,701-713.
- Soltani, S., Rashid, U., Al-Resayes, S.I & Nehdi, I.A., 2016, Recent progress in synthesis and surface functionalization of mesoporous acidic heterogeneous catalysts for esterification of free fatty acid feedstocks: A review, *Energy Conversion and Management*, 141,183-205.
- Syahir A. Z., Zulkifli N. W. M., Masjuki H. H., Kalam M. A., Abdullah, A., Gulzar M., Khuong L. S & Harith., M. H., 2017, A review on bio-based lubricants and their applications, *Journal of Cleaner Production*, 17,32096-6.