



UNIVERSITAS INDONESIA

**PEMBUATAN PELUMAS-BIO DARI ASAM OLEAT DENGAN
ESTERIFIKASI MENGGUNAKAN KATALIS ASAM
PHOSPHOTUNGSTAT/ZEOLIT**

SKRIPSI

**MUHAMMAD SANNY MAWARDI
0606043162**

**FAKULTAS TEKNIK
PROGRAM EKSTENSI TEKNIK KIMIA
DEPOK
DESEMBER 2008**



UNIVERSITAS INDONESIA

**PEMBUATAN PELUMAS-BIO DARI ASAM OLEAT DENGAN
ESTERIFIKASI MENGGUNAKAN KATALIS ASAM
PHOSPHOTUNGSTAT/ZEOLIT**

SKRIPSI

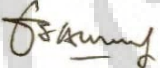
Diajukan sebagai salah satu syarat memperoleh gelar Sarjana Teknik

**MUHAMMAD SANNY MAWARDI
0606043162**

**FAKULTAS TEKNIK
PROGRAM STUDI EKSTENSI TEKNIK KIMIA
DEPOK
DESEMBER 2008**

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

**Skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri,
dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk
telah saya nyatakan dengan benar.**

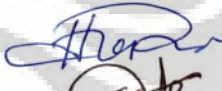
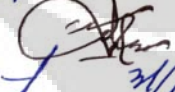
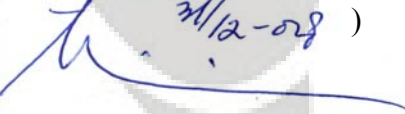
Nama : Muhammad Sanny Mawardi
NPM : 0606043162
Tanda Tangan : 
Tanggal : 19 Desember 2008

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :
Nama : Muhammad Sanny Mawardi
NPM : 0606043162
Program Studi : Ekstensi Teknik Kimia
Judul Skripsi : Pembuatan Pelumas-bio dari Asam Oleat dengan Esterifikasi menggunakan Katalis Asam Phosphotungstat/Zeolit

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik pada Program Studi Ekstensi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia

DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Ir. Bambang Heru Susanto, MT. ()
Penguji : Dr. Ir. Slamet, MT. ()
Penguji : Ir. Tilani Hamid, MSi. ()

Ditetapkan di : Depok
Tanggal : 23 Desember 2008

KATA PENGANTAR

Bismillaahirrohmaanirrohiim,

Alhamdulillah, puji syukur terpanjatkan kepada Allah SWT, Pencipta alam semesta yang telah memberikan berbagai kenikmatan kepada umat manusia, termasuk penulis sehingga dapat menyelesaikan skripsi ini dengan sebaik-baiknya. Shalawat dan salam semoga tercurahkan kepada Rasulullah SAW, keluarga, sahabat dan juga para pengikutnya hingga akhir zaman.

Dalam penulisan skripsi ini, penulis sadar akan bantuan dan dukungan yang telah diberikan oleh berbagai pihak kepada penulis. Maka dari itu, penulis ingin mengucapkan terima kasih yang sedalam-dalamnya kepada :

1. Mama (alm), Papa, Kakak, Adik dan Tamara tersayang atas semua dukungan doa dan kasih sayang serta segala yang telah diberikan.
2. Bapak Ir. Bambang Heru Susanto, MT. atas bimbingan dan ilmu yang bermanfaat serta sebagai pembimbing akademik penulis.
3. Bapak Prof. Dr. Ir. Widodo Wahyu Purwanto, DEA. selaku ketua Departemen Teknik Kimia (DTK) Fakultas Teknik Universitas Indonesia.
4. Bapak Ir. Setiadi, M.Eng. selaku pembimbing dan koordinator mata kuliah Seminar atas segala ide, kritikan, serta sarannya kepada penulis.
5. Rekan-rekan mahasiswa DTK UI angkatan 2006 atas semua kerjasamanya.
6. Rekan-rekan karyawan Chevron Geothermal Salak atas dukungannya.
7. Semua staf dan karyawan di jurusan DTK UI atas bantuannya.
8. Serta berbagai pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu untuk segala kontribusinya.

Semoga skripsi ini dapat berguna suatu saat kelak bagi setiap orang yang membacanya. Kritik dan saran yang membangun sangat diharapkan oleh penulis agar perbaikan demi perbaikan dapat terus dilakukan untuk mencapai hasil yang lebih baik lagi.

Depok, 19 Desember 2008

Penulis

HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Muhammad Sanny Mawardi
NPM : 0606043162
Program Studi : Ekstensi Teknik Kimia
Departemen : Teknik Kimia
Fakultas : Teknik
Jenis Karya : Skripsi

demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia **Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty-Free Right*)** atas karya ilmiah saya yang berjudul :

Pembuatan Pelumas-bio dari Asam Oleat dengan Esterifikasi menggunakan Katalis Asam Phosphotungstat/Zeolit.

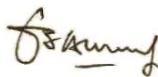
beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/format-kan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat, dan memublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada tanggal : 19 Desember 2008

Yang menyatakan



(Muhammad Sanny Mawardi)

ABSTRAK

Nama : Muhammad Sanny Mawardi
Program Studi : Ekstensi Teknik Kimia
Judul : Pembuatan Pelumas-bio dari Asam Oleat dengan Esterifikasi menggunakan Katalis Asam Phosphotungstat/Zeolit

Pelumas merupakan bagian yang tak terpisahkan dari mesin. Pelumas dibutuhkan mesin untuk melindungi komponen-komponen mesin dari keausan. Prinsip dasar dari pelumasan itu sendiri adalah mencegah terjadinya gesekan antara dua permukaan logam yang bergerak, sehingga gerakan dari masing-masing logam dapat lancar tanpa banyak energi yang terbuang.

Hingga saat ini, di Indonesia, penelitian sintesis pelumas dari minyak nabati khususnya minyak sawit belum menarik minat penelitian, apalagi menjadi kebijakan nasional dan diproduksi secara komersial. Penelitian ini bertujuan mendapatkan pelumas-bio skala laboratorium setara pelumas mineral dengan mereaksikan asam oleat dengan oktanol dan mendapatkan teknologi pembuatan katalis asam phosphotungstat (APT)/zeolit (Z), dan menyederhanakan rangkaian proses dari 3 (tiga) tahapan proses menjadi 1 (satu) tahapan proses melalui esterifikasi.

Penelitian ini akan melalui beberapa tahapan metode sebagai berikut: preparasi dan APT/Z, uji reaksi katalitik pada reaktor semi kontinyu bersirkulasi skala lab volume 100 mL, dengan variasi berat katalis terhadap asam oleat, rasio molar, suhu (150–180°C) dan waktu reaksi (1–7 jam). Hasil sintesis pelumas-bio selanjutnya dikarakterisasi untuk melihat selektivitas, konversi dan yieldnya.

Pemakaian katalis APT/Z pada reaksi asam oleat dengan oktanol mampu memperoleh pelumas-bio skala lab yaitu oktil ester. Hasil uji reaksi menunjukkan bahwa penggunaan katalis APT₂₀/Z granula menghasilkan konversi asam oleat (75,69%) lebih kecil dari penelitian sebelumnya di DTK-FTUI. Konversi asam oleat dipengaruhi oleh jumlah katalis dan rasio mol asam oleat/oktanol.

Kata kunci : pelumas-bio, esterifikasi, asam phosphotungstat dan zeolit

ABSTRACT

Name : Muhammad Sanny Mawardi
Study Program : Ekstention Chemical Engineering
Title : Make of Biolubricant from Oleic Acid by Esterification with Catalyst Phosphotungstat Acid/Zeolit

Lubricant is indivisible part from machine. Lubricant is required machine to protect machine components from abrasion. Elementary principle from lubrication of itself is prevent the happening of friction between two surfaces of peripatetic metal, so that movement from each metal earns is fluent without many energies which castaway.

The existing finite, in Indonesia, research of lubricant synthesis from vegetable oil especially palm oil has not drawn research enthusiasm, more than anything else become national policy and produced commercially. This research aim to get biolubricant of mineral lubricant equivalent laboratory scale and gets making technology of catalyst phosphotungsta acid (APT)/zeolit (Z), and answers research problems of biolubricant before all using homogeneous catalyst and makes moderate process network from three process step becomes one process step through esterification.

This research will pass some method steps as follows: preparation and characterisation of catalyst APT/Z, catalytic reaction test at reactor is having churn cirkulation flow semi continuous volume laboratory scale 100 mL, with various weight catalyst by oleic acid, molar ratio, temperature (150–180°C) and various reaction time (1–7 hours). Result of vegetable Lubricant synthesis herein after characterisated to see selectivity, conversion and yield.

Using APT/Z catalyst in reaction of oleic acid with octanol can give scale laboratory biolubricant it called octil ester. Result of reaction test shown that the use APT20/Z granul catalyst has oleic acid convection (75,69%) was less than previous research in DTK-FTUI. Convection oleic acid was influenced by loading catalyst and mole ratio oleic acid/octanol

Keyword : biolubricant, esterification, phosphotungstat acid and zeolit

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN	iv
KATA PENGANTAR	v
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH	vi
ABSTRAK	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xii
1. PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Ruang Lingkup Masalah	4
1.5 Sistematika Penulisan	4
2. TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1 Pelumas	6
2.1.1 Bahan Dasar Pelumas.....	6
2.1.2 Fungsi Pelumas	9
2.1.3 Sifat Pelumas.....	10
2.1.4 Pelumas nabati (Pelumas-bio).....	13
2.2 Minyak Sawit	14
2.3 Asam Oleat.....	17
2.4 Proses Pembuatan Pelumas dari Minyak Nabati.....	17
2.4.1 Esterifikasi	17
2.4.2 Estolida.....	18
2.4.3 Ester Sintesis	19
2.5 Katalis	19
2.5.1 Katalis Homogen.....	19
2.5.2 Katalis Heterogen.....	20
2.6 Reaksi Katalis Asam	21
2.7 Zeolit	22
2.7.1 Pengelompokan dan Jenis Zeolit.....	23
2.7.2 Aktivasi Zeolit.....	24
2.7.3 Zeolit sebagai Penyangga (<i>support</i>).....	25
3. METODOLOGI PENELITIAN	26
3.1 Diagram Alir Penelitian	26
3.2 Peralatan dan Bahan	27
3.2.1 Peralatan.....	27
3.2.2 Bahan	27
3.2.3 Peralatan Karakterisasi Pelumas-bio	
3.3 Prosedur Penelitian.....	27
3.3.1 Preparasi Zeolit	27
3.3.2 Sintesis Pelumas-bio	28

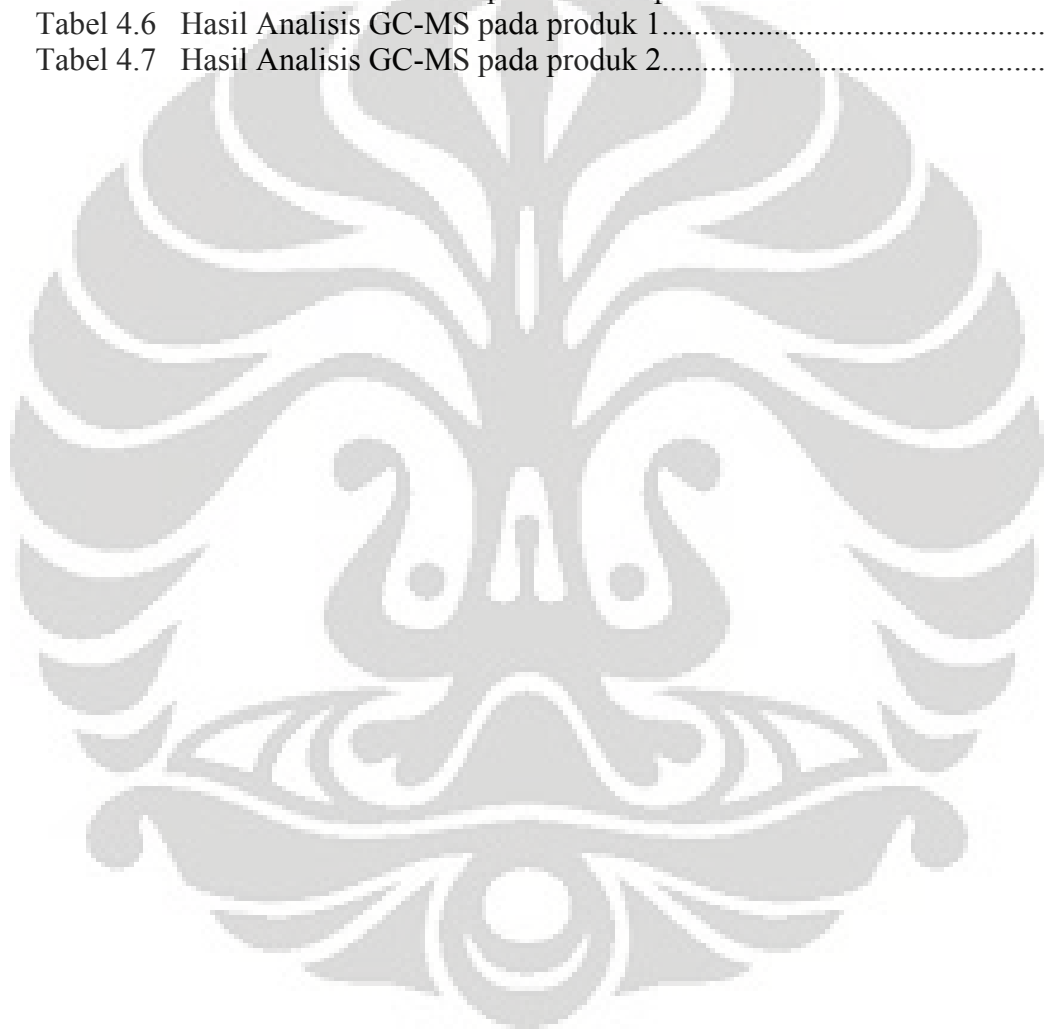
3.4 Tahap Analisis Hasil Reaksi	29
3.4.1 Penentuan Konversi Asam Oleat dengan Metode Titrasi	29
3.4.2 Penentuan Viskositas Kinematik.....	30
3.4.3 Penentuan Densitas	31
3.4.4 Analisis FTIR.....	31
3.4.5 Analisis GC-MS	32
4. HASIL DAN PEMBAHASAN	33
4.1 Pengujian Esterifikasi Asam Oleat dengan Oktanol.....	33
4.1.1 Pengaruh Jumlah Penggunaan Katalis	34
4.1.2 Pengaruh Rasio Mol Reaktan.....	35
4.1.3 Pengaruh Suhu Reaksi	37
4.1.4 Perbandingan Penelitian ini dengan sebelumnya.....	39
4.2 Penampilan Fisik Produk Esterifikasi.....	39
4.3 Karakterisasi Pelumas-bio.....	40
4.3.1 Uji Viskositas dan Densitas	40
4.3.2 Analisis FTIR.....	43
4.3.3 Analisis GC-MS.....	45
5. KESIMPULAN.....	49
DAFTAR REFERENSI	50
LAMPIRAN.....	53

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur kimia trigliserida	16
Gambar 2.2	Ikatan β -H pada struktur kimia trigliserida	16
Gambar 2.3	Reaksi esterifikasi dari asam lemak menjadi ester.....	17
Gambar 2.4	Reaksi esterifikasi dari asam oleat dengan oktanol menjadi oktil ester	17
Gambar 2.5	Mekanisme reaksi katalis asam homogen pada transesterifikasi	20
Gambar 2.6	Tetrahedral alumina dan silikat.....	22
Gambar 3.1	Diagram alir tahapan metode penelitian.....	26
Gambar 3.2	Reaktor semi kontinyu	28
Gambar 4.1	Pengaruh waktu reaksi terhadap konversi asam oleat pada reaksi esterifikasi dengan $W_k = 2\%$ dan $W_k = 5\%$ [Kondisi operasi $T=150^\circ\text{C}$, asam oleat:oktanol = 1:3]	35
Gambar 4.2	Pengaruh waktu reaksi terhadap konversi asam oleat pada reaksi esterifikasi dengan rasio mol 1:3 dan 1:6 [Kondisi operasi $T=150^\circ\text{C}$, berat katalis 5%]	36
Gambar 4.3	Pengaruh waktu reaksi terhadap konversi asam oleat pada reaksi esterifikasi dengan suhu 150°C dan 180°C [Rasio molar 1:6, berat katalis 5%].....	37
Gambar 4.4	Pengaruh perubahan suhu reaksi terhadap konversi asam oleat	38
Gambar 4.5	Penampilan fisik secara visual a)oktanol; b)asam oleat; c)produk ester	39
Gambar 4.6	Spektrum FTIR untuk produk 1	43
Gambar 4.7	Spektrum FTIR untuk produk 2	44
Gambar 4.8	Grafik GC-MS produk 1	45
Gambar 4.9	Grafik GC-MS produk 2	46

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Klasifikasi dan Spesifikasi Pelumas berdasarkan SNI.....	11
Tabel 2.2	Kandungan asam lemak yang terikat pada trigliserida	15
Tabel 2.3	Sifat fisika oktanol	18
Tabel 2.4	Jenis mineral zeolit.....	24
Tabel 4.1	Kode katalis setelah preparasi.....	33
Tabel 4.2	Variabel penelitian dan kondisi reaksi	34
Tabel 4.3	Pengaruh suhu reaksi 150°C terhadap viskositas produk 1.....	41
Tabel 4.4	Pengaruh suhu reaksi 180°C terhadap viskositas produk 2.....	41
Tabel 4.5	Densitas dan viskositas produk ester penelitian.....	42
Tabel 4.6	Hasil Analisis GC-MS pada produk 1.....	46
Tabel 4.7	Hasil Analisis GC-MS pada produk 2.....	47



BAB 1 PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pelumas merupakan zat yang tidak dapat terpisahkan dari mesin. Baik buruknya kualitas pelumas ataupun benar tidaknya penggunaan pelumas secara langsung akan mempengaruhi kemampuan operasi dan efisiensi mesin. Pelumas dibutuhkan mesin untuk melindungi komponen-komponen mesin dari keausan. Tanpa pelumas bisa dimungkinkan mesin tidak dapat bekerja, karena fungsi utama pelumas adalah mengurangi gesekan dan keausan (*wear*) antara dua bidang atau permukaan yang bersinggungan, sebagai media pembawa panas/pendingin, mencegah karat serta sebagai penerus gaya (*media hidrolis*). Prinsip dasar dari pelumasan itu sendiri adalah mencegah terjadinya gesekan antara dua permukaan logam yang bergerak, sehingga gerakan dari masing-masing logam dapat lancar tanpa banyak energi yang terbuang.

Bahan dasar pelumas yang umumnya digunakan saat ini berasal dari minyak bumi disebut pelumas mineral. Konsumsi pelumas mineral untuk otomotif dan industri di dunia telah mencapai 30 – 40 juta ton per tahunnya dan sekitar 55% dari total pemakaiannya terbuang ke lingkungan.¹⁾ Pemakaian pelumas mineral berlebih akhirnya menyebabkan masalah pencemaran dan tidak dapat terdegradasi di lingkungan. Selain itu ketersediaan minyak bumi yang merupakan sumber daya alam yang tidak dapat diperbaharui (*unrenewable energy*) di alam akan semakin menipis. Saat ini dengan adanya keinginan untuk memperpanjang usia mesin industri, kebijakan penghematan energi dan perubahan peraturan-peraturan terkait dengan kepedulian lingkungan tentang pencemaran akibat gas buang yang ramah lingkungan, maka perlu diupayakan dan dicarikan kebijakan spesifikasi untuk menciptakan rekayasa serta perwujudan spesifikasi karakteristik baru yang dapat memperpanjang usia peralatan dan dapat bekerja secara optimal.

Berdasarkan pertimbangan kelestarian lingkungan hidup saat ini, maka pelumas yang berasal dari minyak nabati atau pelumas-bio akhirnya kembali digunakan dan dikembangkan. Selain itu salah satu persyaratan utama bagi penggunaan dan pembuangan pelumas ke lingkungan menyebabkan manusia

mulai menggunakan bahan-bahan yang ramah lingkungan dan mudah terdegradasi secara alami (*biodegradable*). Pelumas-bio banyak diminati karena mempunyai tingkat biodegradabilitas dan karakteristik viskositas yang baik, tidak beracun ke lingkungan serta tingkat volatilitasnya yang rendah. Peraturan yang ketat terhadap kelestarian lingkungan membuat permintaan pelumas-bio di dunia meningkat dimana terbesar masih berada di Eropa (10–20% atau 0,5–1 juta ton/tahun), dengan Jerman mengkonsumsi 4–5% darinya.²⁾

Pelumas-bio bisa didapat dari asam lemak minyak nabati seperti minyak sawit, minyak lobak, minyak kacang kedelai, minyak bunga matahari, minyak zaitun dan minyak jagung. Pelumas-bio dari salah satu hasil alam yang terus dikembangkan, yaitu minyak kelapa sawit (*Crude Palm Oil* = CPO). CPO merupakan hasil bumi yang banyak ditemukan diberbagai penjuru dunia dan Indonesia yang termasuk negara produsen CPO di dunia. Berdasarkan data tahun 2006, Indonesia telah menjadi negara penghasil CPO terbesar di dunia dengan total produksi sekitar 16,05 juta ton. Sedangkan produksi CPO Indonesia tahun 2007 mencapai 16,7 juta ton meningkat 4% dari sebelumnya. Bahkan menurut laporan Oil World, produksi CPO dunia di tahun 2008 ini diprediksi mencapai 41,40 juta ton, naik 8,5% dibanding tahun sebelumnya yang 38,15 juta ton. Hal ini berdampak positif bagi bidang perekonomian Indonesia, baik dari segi kontribusinya terhadap anggaran pendapatan negara dan banyaknya tenaga kerja yang terserap di sektor industri ini serta meningkatkan kesejahteraan hidup masyarakat disekitar perkebunan sawit.

Ada cara yang telah dilakukan untuk mengkonversi minyak nabati dengan metode esterifikasi, diantaranya adalah yang dilakukan oleh para peneliti dari Brazil, mampu mengubah asam lemak dari minyak nabati dengan metanol menjadi metil ester dengan bantuan beberapa tipe katalis seperti katalis asam, alkalina, alkoksida, karbonat dan basa.³⁾ Kemudian dengan mengkonversi asam oleat dengan metanol atau etanol menghasilkan konversi *biofuels* 26,5% dan *biolubricant* 69,7% dengan menggunakan katalis heterogen H_3PO_4/Al_2O_3 , pada tekanan 1 atm dan suhu 623 K, menggunakan *fixed bed continuous flow reactor*.⁴⁾

Penelitian pelumas-bio dari minyak sawit di Departemen Teknik Kimia FTUI telah berlangsung sejak tahun 2005, yang merupakan bagian dari *roadmap*

penelitian “CPO Sebagai Pengganti Minyak Bumi”.⁵⁾ Berikutnya penelitian dilakukan Susanto yang melakukan penelitian pelumas-bio pada tahun 2008 dari asam oleat minyak sawit dengan metode esterifikasi menghasilkan konversi pelumas-bio 80,73% menggunakan katalis heterogen HPA 20%/zeolit pada suhu 180°C dengan reaktor *batch* berpengaduk.⁶⁾

Pada penelitian ini dilanjutkan kembali penelitian pelumas-bio dari asam oleat minyak sawit dengan oktanol menggunakan katalis heterogen asam phosphotungstat (APT)/zeolit dengan metode esterifikasi, tetapi menggunakan zeolit bergranula dengan reaktor semi kontinyu bersirkulasi sehingga mendapatkan perbandingan hasil konversi oktil ester sebagai pelumas-bio dengan penelitian sebelumnya.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan permasalahan penelitian ini adalah sampai seberapa besar pengaruh katalis heterogen zeolit bergranula yang diimpregnasikan dengan asam phosphotungstat dan reaktor semi kontinyu bersirkulasi untuk mendapatkan pelumas-bio skala laboratorium dengan harapan menghasilkan gugus oktil ester dengan memodifikasi penelitian yang telah dilakukan sebelumnya⁶⁾, baik dari persentase berat katalis terhadap asam oleat, variasi rasio molar dan suhu reaksi.

1.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah:

- Mendapatkan kualitas karakteristik pelumas-bio skala laboratorium
- Membuat katalis heterogen APT/zeolit dengan metode impregnasi.
- Mengetahui pengaruh penggunaan katalis APT/zeolit bergranula dalam mensintesis asam oleat minyak sawit menjadi pelumas-bio.
- Mengidentifikasi jenis reaksi yang terjadi dan hasil yang terbentuk melalui prosedur karakterisasi.
- Membandingkan hasil konversi asam oleat penelitian ini dengan penelitian sebelumnya di DTK FT UI.⁶⁾

1.4 Ruang Lingkup Masalah

Ruang lingkup dari permasalahan yang akan dibahas adalah sebagai berikut :

- Umpan yang digunakan adalah asam oleat dari minyak nabati (minyak sawit) dan alkohol berantai panjang (oktanol).
- Zeolit jenis klinoptilolit, yaitu zeolit alam Lampung (ZAL) yang telah dimodifikasi dengan impregnasi asam phosphotungstat (APT).
- Variasi berat katalis terhadap asam oleat adalah 2% dan 5%.
- Variasi APT yang diimpregnasikan adalah 5%, 10% dan 20%.
- Variasi suhu yang digunakan adalah 150°C dan 180°C.
- Karakterisasi katalis dan produk dilakukan dengan beberapa metode seperti viskositas, densitas, FTIR dan GC-MS.
- Reaksi konversi katalitik dilakukan dalam reaktor semi kontinyu skala 100 mL.

1.5 Sistematika Penulisan

Sistematika penulisan dalam makalah ini adalah sebagai berikut:

BAB 1 PENDAHULUAN

Menjelaskan mengenai latar belakang, perumusan masalah, tujuan penelitian, ruang lingkup permasalahan dan sistematika penulisan.

BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

Bagian ini menjelaskan mengenai dasar-dasar teori yang mendukung penelitian.

BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN

Bagian ini menjelaskan mengenai metode penelitian, alat dan bahan yang digunakan dalam penelitian dan prosedur penelitian.

BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN

Menampilkan hasil-hasil yang diperoleh selama penelitian dan menganalisis hasilnya.

BAB 5 KESIMPULAN

Berisi kesimpulan dari penelitian yang dilakukan dan saran untuk pengembangan penelitian selanjutnya agar lebih baik.

DAFTAR REFERENSI

BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Pelumas

Pelumas yang selama ini banyak beredar di pasaran merupakan pelumas yang berasal dari produk minyak bumi yang termasuk pada fraksi destilat berat, yang mempunyai titik didih di atas 300°C (572°F) dan biasanya berbentuk cairan. Pelumas terdiri dari komponen-komponen hidrokarbon dengan berat molekul tinggi yang mempunyai atom karbon antara 20 sampai 40 buah dan umumnya mengandung satu sampai dua inti nafta dan aromatik dengan rantai panjang parafin.^{7,8)} Hidrokarbon ini mempunyai isomer-isomer yang jumlahnya bertambah dengan bertambahnya berat molekul, sehingga untuk menentukan struktur dari komponen-komponen pelumas tersebut akan kompleks dan sulit.⁹⁾

2.1.1 Bahan Dasar Pelumas¹⁰⁾

Material yang dapat digunakan sebagai bahan dasar untuk pembuatan pelumas adalah sebagai berikut:

1). Minyak Mineral

Minyak mineral merupakan minyak yang diperoleh dari hasil pengolahan minyak bumi yang termasuk pada fraksi destilat berat, yang mempunyai titik didih lebih dari 300°C. Minyak bumi yang diperoleh diproses sehingga menghasilkan *lube base oil* bersama dengan produk yang lain, seperti bahan bakar dan aspal. *Lube base oil* ini diproses kembali menjadi bahan dasar minyak mineral.¹¹⁾

Minyak mineral merupakan minyak yang paling banyak digunakan sebagai bahan dasar pelumas. Hal ini disebabkan karena minyak mineral memiliki segala kemampuan dasar yang dibutuhkan dalam pelumasan. Antara lain menimbulkan gesekan yang rendah, merupakan penghantar panas yang baik, dan mampu memberikan perlindungan terhadap korosi, disamping itu juga memiliki keunggulan yaitu:

- Pada saat ini harganya paling murah.
- Sifat-sifat fisika dan kimianya mudah dikontrol.
- Tidak beracun.

- Jangkauan suhu operasinya relatif luas, meliputi hampir seluruh pemakaian mesin industri, mesin-mesin transportasi, mesin perkakas dan sebagainya.
- Mudah bercampur dengan aditif.
- Tidak merusak sekat dan saluran.
- Mempunyai jangkauan waktu yang ekonomis dalam pelumasan mesin.
- Hampir tidak membentuk emulsi dengan air.

2). Minyak Sintetis (*Synthetic Oil*)¹²⁾

Minyak sintetis merupakan minyak yang dibuat melalui sintesis kimiawi dengan memadukan senyawa-senyawa yang memiliki berat molekul yang rendah dan memiliki viskositas yang memenuhi syarat untuk digunakan sebagai bahan dasar pelumas.

Pelumas sintetis memiliki banyak perbedaan dengan pelumas yang terbuat dari minyak mineral. Minyak mineral terbuat dari campuran senyawa kompleks hidrokarbon yang terbentuk secara alami. Sifat-sifat yang dihasilkan merupakan sifat rata-rata dari campuran yang sudah mencakup sifat yang baik untuk pelumasan dan juga sifat-sifat yang tergolong buruk untuk pelumasan. Sedangkan pelumas sintetis merupakan pelumas buatan manusia yang dirancang sedemikian rupa sehingga struktur molekul dari campuran yang terbentuk dapat diatur sesuai dengan sifat-sifat yang diharapkan atau diinginkan. Pelumas sintetis juga dapat diolah sehingga memiliki sifat-sifat yang unik yang tidak dimiliki oleh pelumas dari minyak mineral, misalnya sifat-sifat yang nonflammable, dapat terlarut dalam air, dan lain-lain. Dengan begitu, penggunaan pelumas sintetis dapat meminimalkan biaya tambahan yang harus dikeluarkan apabila menggunakan pelumas dari minyak mineral yang tentunya tidak dapat memiliki sifat-sifat seperti yang dimiliki oleh pelumas sintetis.

Keuntungan penggunaan pelumas sintetis lainnya adalah kestabilannya yang tinggi terhadap suhu. Pelumas sintetis tetap stabil pada suhu yang sangat tinggi dan memiliki karakteristik aliran yang menonjol walaupun pada suhu yang sangat rendah. Pelumas sintetis dapat terbuat dari bahan-bahan seperti hidrokarbon sintetis, ester-ester organik, poliglikol, ester-ester fosfat, dan fluida

sintetis lainnya. Ada tujuh jenis *base oil* untuk pelumas sintetis yang paling banyak digunakan, yaitu:

- *Polyalphaolefins*
- *Alkylated aromatics*
- *Polybutenes*
- *Aliphatic diesters*
- *Polyolesters*
- *Polyalkyleneglycols*
- *Phosphate ester*

3). Minyak Natural (Minyak Nabati dan Lemak Hewani)

Pelumas hewani dan nabati merupakan minyak yang diperoleh dari lemak hewan dan tumbuh-tumbuhan. Bahan pelumas dari minyak natural ini diperkirakan merupakan pelumas yang paling tua umurnya. Berbeda dengan pelumas mineral, pelumas hewani dan nabati mengandung senyawa yang tidak jenuh. Senyawa-senyawa ini tidak stabil, mudah teroksidasi dan membentuk asam-asam lemak yang dapat menyebabkan bagian-bagian mesin terserang karat. Oksidasi itu diperhebat oleh tekanan dan suhu tinggi jika dipakai dalam sistem pelumasan paksa (*forced feed lubrication system*), sehingga kadar asam juga meningkat, warna menjadi lebih tua, berat jenis dan viskositasnya naik serta daya lumasnya berkurang.¹³⁾

Selain itu minyak nabati dan hewani sangat mudah membentuk emulsi dengan air dan agak sulit untuk memisahkan minyak dari emulsi tersebut. Semakin banyak ikatan rangkap yang terdapat dalam minyak nabati, maka kecendrungan minyak tersebut untuk deposit akan semakin besar. Pembentukan deposit pada pelumas mesin sangat dihindarkan karena menyebabkan aliran pelumas dan dapat berakibat fatal bagi mesin.¹³⁾

Disamping hal-hal yang merugikan tersebut, ada beberapa hal yang menguntungkan dari minyak natural, yaitu memiliki daya lumas yang sangat baik dan dapat melekat lebih baik pada bidang-bidang basah dan lembab dibandingkan minyak mineral. Adanya lapisan yang menempel tersebut dapat memberikan

perlindungan efektif terhadap gesekan. Selain itu minyak pelumas yang disintesa dari minyak nabati diharapkan mempunyai produk yang ramah lingkungan.⁹⁾

Beberapa keuntungan dari minyak nabati yang telah diketahui, dibandingkan dengan minyak mineral, diantaranya:

- Dapat diperbaharui.
- Mudah terbiodegradasi.
- Tidak beracun.
- Aman.
- Mengurangi emisi mesin.
- Melekat lebih baik pada permukaan logam.
- Melekat lebih baik pada bidang-bidang basah dan lembab dibanding minyak mineral.

2.1.2 Fungsi Pelumas^{7,12)}

Prinsip dasar pelumasan yaitu untuk mencegah terjadinya *solid friction* atau gesekan antara dua permukaan logam yang bergerak, sehingga gerakan dari masing-masing logam dapat lancar tanpa banyak energi yang terbuang. Bagian-bagian mesin yang membutuhkan pelumasan adalah semua bagian yang bergerak, yang terdiri dari bantalan-bantalan peluncur (*plain bearing*), bantalan-bantalan pelor (*ball bearing*), roda-roda gigi, silinder-silinder kompresor, silinder-silinder pompa dan silinder hidrolis. Karena semua bagian yang bergerak pada mesin membutuhkan pelumasan maka dengan mereduksi friksi, keausan juga akan berkurang, begitu juga dengan jumlah energi yang diperlukan untuk kerja (efisiensi meningkat).

Gesekan terjadi akibat adanya kekasaran pada permukaan. Karena tidak adanya permukaan bahan yang benar-benar mulus maka permukaan dari kedua bahan yang saling berhadapan akan memiliki suatu puncak yang akan saling berkontak satu dengan yang lainnya, yang disebut *asperities*. Idealnya, pelumas akan memisahkan *asperities* ini secara fisika dengan adanya lapisan film dari minyak. Hal ini disebut *Full Fluid Film Lubrication*. Bila jumlah pelumas yang digunakan sesuai dengan beban yang ada, *asperities* tidak akan mengalami kontak dan tidak akan menghasilkan keausan.

Bila pelumas yang digunakan kurang atau beban meningkat, maka lapisan film minyak akan menjadi kurang tebal untuk memisahkan *asperities* sepenuhnya. *Mixed Lubrication* terjadi bila ketebalan lapisan film seimbang dengan rata-rata ketinggian *asperities*. Makin banyak *asperities* yang bersentuhan akan meningkatkan keausan. Banyak pelumas yang dilengkapi dengan aditif anti aus untuk mengurangi keausan pada kondisi seperti ini.

Bila beban terus meningkat atau pelumas terdegradasi, *bondary lubrication* akan terjadi. Ketebalan lapisan film minyak tidak mampu memisahkan permukaan yang bergesekan dan terjadi kontak antar permukaan. Pada kondisi ini *asperities* akan cenderung menempel satu dengan lainnya dan mengakibatkan keausan pada komponen. Kondisi ini seringkali terjadi ketika ada beban berat secara periodik, kondisi saat *start-up* atau *shut down*. Aditif tekanan ekstrim biasa digunakan pada pelumas yang sering mengalami kerja pada kondisi diatas.

Dengan terbentuknya lapisan film di antara dua permukaan logam tersebut maka selain mereduksi friksi antar komponen, pelumas sekaligus berfungsi sebagai:

1. Penghantar panas untuk mencegah peningkatan suhu atau suhu mesin. Pada mesin-mesin dengan kecepatan putaran tinggi, panas akan timbul pada bantalan-bantalan sebagai akibat dari adanya gesekan, sebab pelumas dialirkan di dalam mesin melalui sistem sirkulasi yang memiliki sistem pendingin, sehingga dapat menyerap panas dari logam yang dilaluinya.
2. Pencegahan terbentuknya karat sebagai hasil oksidasi logam tersebut yang diakibatkan oleh kelembaban, reaksi dengan oksigen dan kontaminasi.
3. Pencegahan keausan lebih lanjut dengan mengalirkan kotoran dan partikulat dari permukaan yang bergesekan.

2.1.3 Sifat Pelumas¹²⁾

Pelumas mineral atau pelumas hidrokarbon merupakan campuran kompleks ikatan organik yang juga dilengkapi dengan unsur-unsur anorganik yang memiliki sifat-sifat fisika dan kimia. Agar dapat memberikan fungsi pelumasan yang baik, maka pelumas harus memiliki sifat-sifat sebagai berikut:

a. Viskositas yang sesuai

Viskositas merupakan suatu ukuran sifat alir fluida dibawah keadaan gravitasi, atau ukuran dari besar tahanan yang diberikan oleh pelumas untuk mengalir, atau dengan kata lain ukuran kekentalan dari pelumas.

Terjadinya perubahan suhu maupun tekanan akan berpengaruh terhadap ikatan molekul fluida, sehingga akan merubah daya alir/viskositasnya. Untuk pelumasan diperlukan karakteristik viskositas yang sesuai, karena akan memungkinkan pelumas tersebut untuk membentuk lapisan film pada bagian yang dilumasi. Terutama apabila pelumas tersebut digunakan untuk mesin-mesin yang bekerja pada kondisi operasi berat. Viskositas yang baik adalah penyesuaian untuk mencapai sirkulasi pelumas yang lancar dalam arti tenaga luar yang diperlukan ringan dan kedua permukaan yang dilumasi bergerak bebas.

Tabel 2.1 Klasifikasi dan Spesifikasi Pelumas berdasarkan SNI ¹⁴⁾

Klasifikasi viskositas	Viskositas kinematik (cSt) pada suhu (T)	Penggunaan	SNI
ISO VG 15	13,5–16,5 (40°C)	mesin roda gigi industri (<i>gear</i>)	06-7069.10-2005
ISO VG 15	13,5–16,5 (40°C)	mesin hidrolis industri anti aus (logam, gear & rantai)	06-7069.9-2005
SAE 70 W	4,1 (100°C)	mesin roda gigi transmisi manual dan gardan	06-7069.6-2005
SAE 20–30	5,6–12,3 (100°C)	mesin motor diesel putaran/kecepatan tinggi	06-7069.5-2005
NMMA TC-W	6,5–12,5 (100°C)	mesin motor berpendingin air	06-7069.4-2005
API TB	6,5–12,5 (100°C)	mesin motor berpendingin udara	06-7069.3-2005
SAE 20 W	5,6 (100°C)	mesin motor sepeda motor	06-7069.2-2005
SAE J300	5,6 (100°C)	mesin motor kendaraan bermotor	06-7069.1-2005

b. *Pour point* yang rendah

Pour point menunjukkan titik (suhu) terendah dimana pelumas masih dapat mengalir. Jika *pour point* suatu material rendah maka pada suhu rendah material berwujud cair (dapat mengalir/dituang). Sehingga bila *pour point* pelumas rendah

berarti minyak lumas dapat berfungsi dengan baik meskipun kondisi operasi dingin dan pada kondisi mesin akan dihidupkan.

c. Volatilitas rendah

Volatilitas adalah sifat kemudahan menguap. Untuk minyak lumas diperlukan sifat volatilitas rendah agar pada suhu operasi penguapan pelumas dapat dihindari. Bila terjadi penguapan maka fungsi pelumas menjadi tidak optimal karena jumlahnya akan berkurang sehingga tidak sesuai dengan kebutuhan pelumas yang diperlukan oleh mesin dan uap yang terbentuk akan mengganggu kerja mesin.

d. *Total Base Number (TBN)*

TBN adalah kemampuan pelumas untuk menetralkan asam kuat (sulfat) yang terjadi dari proses perubahan dalam silinder, begitu pula dalam pendinginan gas hasil pembakaran tidak menyebabkan korosi dinding/permukaan silinder, piston, ring dan lainnya. Angka TBN pada minyak bekas lebih rendah dari pada pelumas baru, karena sebagian besar telah digunakan untuk menetralkan asam-asam yang terbentuk atau untuk menghancurkan kotoran.

e. *Foaming Tendency*

Foaming Tendency adalah angka yang menunjukkan kecenderungan pelumas untuk berbusa pada saat pelumas mengalami sirkulasi atau kocokan per jam. Timbulnya busa sangat mempengaruhi kualitas pelumas (turun) dan membahayakan *bearing*. Pelumas yang baik adalah yang tidak berbusa, dan sekaligus dapat memisahkan diri dari udara/oksigen atau mengurangi oksigen pelumas.

f. Stabil terhadap panas dan oksidasi

Kemampuan kerja pelumas sangat ditentukan oleh kestabilan senyawa komponen-komponen penyusunnya. Senyawa hidrokarbon penyusun diharapkan tidak berubah akibat perubahan suhu, tekanan, kontaminasi, oksidasi, ataupun reaksi dengan logam. Senyawa kimia yang stabil berarti akan :

- Memelihara lapisan film yang baik sehingga dapat mencegah keausan.
- Tidak membentuk *slurry* atau meninggalkan endapan yang akan menyumbat saluran.
- Memberikan interval waktu yang lama untuk pengantiannya.

g. Mampu mengurangi friksi dengan baik.

Pelumas yang baik adalah pelumas yang mampu menahan atau mengurangi friksi antar dua logam yang kontak pada beban dan putaran tinggi sehingga keausan dapat dikurangi dan otomatis suhu juga akan menurun.

2.1.4 Pelumas nabati (Pelumas-bio)¹³⁾

Pelumas-bio adalah pelumas yang berfungsi untuk melindungi dan melumasi bagian yang bergerak dari mesin dalam proses manufaktur dimana kontak yang tidak disengaja antara pelumas dan makanan mungkin terjadi. Seperti pelumas pada umumnya, pelumas-bio juga harus memiliki kemampuan memberikan perlindungan terhadap keausan (*wear*), gesekan (*friction*), korosi, oksidasi, transfer panas dan tenaga, dan juga kompatibel terhadap karet dan bahan penyekat.

Pada industri makanan dan obat-obatan, pelumas-bio dituntut untuk tahan terhadap makanan, bahan kimia air / uap dan tidak merusak plastik, elastomer, dan dapat melarutkan gula, tergantung dimana digunakan. Selain itu juga penting bagi pelumas-bio untuk memenuhi standar kesehatan dan keamanan, seperti tidak beracun, tidak berasa dan tidak berbau.

Persamaan pelumas-bio dengan pelumas konvensional adalah dalam hal fungsinya, yaitu melindungi dan melumasi bagian mesin, dan juga dalam hal penyusunnya yang terdiri dari minyak dasar dan aditif. Perbedaannya adalah minyak dasar yang digunakan untuk pelumas-bio haruslah *white mineral oil* atau sintetik. Selain itu, aditif yang digunakan untuk pelumas-bio harus disetujui oleh FDA (*Food and Drug Association*) sebagai bahan pelumas nabati.

Beberapa syarat pelumas yang dapat menjadi minyak dasar (*base oil*) pelumas-bio adalah :

- Tidak mengandung senyawa aromatik
- Tidak mengandung sulfur
- Tidak mengandung logam
- Tidak berbau dan lebih baik jika bening

Sebagaimana sifat-sifat pelumas pada umumnya, pelumas-bio juga harus mempunyai sifat seperti diatas, namun yang perlu diperhatikan adalah tingkat

ketahanan oksidasinya harus lebih tinggi dan mempunyai sifat anti toksinnya harus baik, sehingga bila terkontaminasi dengan makanan tidak beracun dan ramah lingkungan. Dimana untuk mendapatkan sifat-sifat tersebut berhubungan erat dengan bahan-bahan yang akan digunakan untuk pembuatannya.

2.2 Minyak Sawit

Secara teknologi proses daging sawit dapat diolah menjadi CPO (*crude palm oil*), sedangkan buah sawit diolah menjadi PK (*kernel palm*). Melalui proses fraksinasi CPO akan dihasilkan 2 (dua) macam produk, yaitu *stearin* (fraksi padat), dan *olein* (fraksi cair). Selanjutnya dengan proses *Refining, bleaching & deodorizing* dihasilkan produk murni *RDB Olein* dan *RDB Stearin*. *RDB Olein* merupakan bahan baku utama dalam industri oleokimia dan pembuatan minyak goreng, sedangkan *RDB Stearin* terutama digunakan untuk margarin dan *shortening*, disamping untuk bahan baku industri sabun dan deterjen.

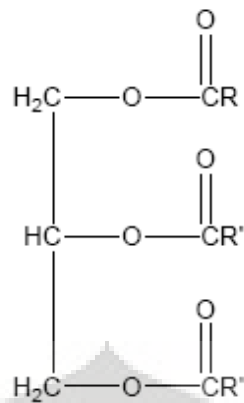
Minyak sawit tersusun sebagian besar atas trigliserida (Gambar 2.1) yang mengikat asam lemak dengan jumlah rantai karbon yang bervariasi, mulai dari 4 hingga 35. Asam-asam lemak tersebut ada yang memiliki ikatan jenuh dan ikatan yang tidak jenuh. Adapun kandungan asam lemak yang terkandung pada minyak sawit dapat dilihat pada Tabel 2.2.

Senyawa trigliserida pada minyak sawit mengandung hidrokarbon, seperti halnya minyak bumi. Sehingga apabila dianalogikan dengan proses pengilangan minyak bumi, maka minyak sawit dapat pula menghasilkan produk-produk turunan yang dapat dihasilkan dari pengolahan minyak bumi, diantaranya adalah solar (diesel), gasoline, kerosin, dan termasuk pelumas.

Minyak sawit sendiri merupakan sumber bahan baku minyak nabati yang baik untuk memproduksi pelumas nabati, dikarenakan memiliki rantai asam lemak bebas (FFA, *free fatty acid*) rendah dan potensi sifat pelumasan yang baik. Selain itu juga *edible* dan *biodegradable*, sehingga dapat dimanfaatkan untuk pelumas-bio *foodgrade* (pada industri makanan dan farmasi) yang aman bagi kesehatan manusia dan kelestarian lingkungan.¹⁵⁾

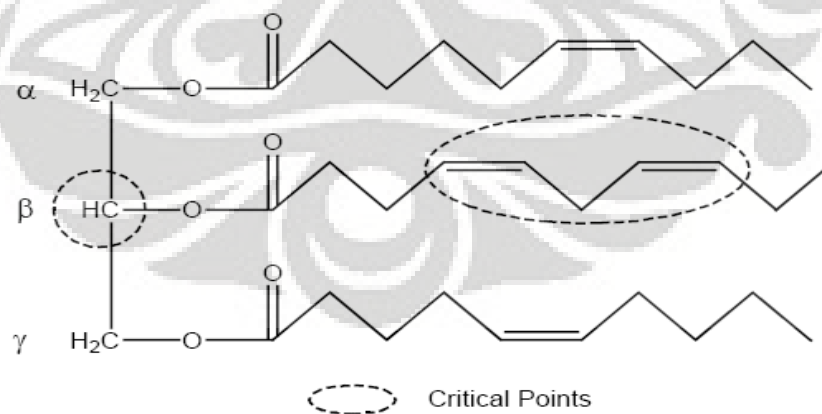
Tabel 2.2 Kandungan asam lemak yang terikat pada trigliserida minyak sawit¹⁶⁾

Asam Lemak	Struktur
Asam Laurat (12:0)	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{CH}_3(\text{CH}_2)_{10}\text{COH} \end{array}$
Asam Palmitat (16:0)	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{COH} \end{array}$
Asam Stearat (18:0)	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COH} \end{array}$
Asam Oleat (18:1)	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COH} \end{array}$
Asam Linoleat (18:2)	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{CH}_3(\text{CH}_2)_4(\text{CH}=\text{CH} \text{ CH}_2)_2(\text{CH}_2)_6\text{COH} \end{array}$
Asam Linolenat (18:3)	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{CH}_3\text{CH}_2(\text{CH}=\text{CH} \text{ CH}_2)_2(\text{CH}_2)_6\text{COH} \end{array}$
Asam Eruseat (22:1)	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_{11}\text{COH} \end{array}$
Asam Risinoleat (19:2)	$\begin{array}{c} \text{OH} \qquad \qquad \qquad \text{O} \\ \parallel \qquad \qquad \qquad \parallel \\ \text{CH}_3(\text{CH}_2)_5\text{CH} \text{ CH}_2 \text{ CH}=\text{CH}=\text{CH} (\text{CH}_2)_7\text{COH} \end{array}$



Gambar 2.1 Struktur kimia trigliserida

Minyak kelapa sawit memiliki kelemahan, yaitu lebih mudah rusak karena oksidasi pada suhu tinggi jika dibandingkan dengan minyak pelumas mineral. Bagian yang lemah pada struktur kimia trigliserida adalah β -H pada rantai gliserol ikatan rangkap pada rantai asam lemak (Gambar 2.2). Oleh karena ketahanan oksidasi minyak kelapa sawit yang rendah maka perlu dilakukan modifikasi kimia, melalui reaksi pemotongan dan penyambungan ikatan kimia, untuk mendapatkan struktur kimia yang lebih tahan terhadap oksidasi.¹⁷⁾ Diantara metode dan prosedur yang dikenal dapat mengatasi permasalahan tersebut sekaligus menghasilkan produk pelumas nabati, maka transesterifikasi masih merupakan metode kunci dan terpenting.

Gambar 2.2 Ikatan β -H pada struktur kimia trigliserida

2.3 Asam Oleat

Asam oleat atau asam 9-oktadekenoat merupakan asam lemak tak jenuh yang banyak dikandung dalam minyak nabati. Asam ini tersusun dari 18 atom C dengan satu ikatan rangkap di antara atom C ke-9 dan ke-10, dengan rumus kimia $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CHCH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$. Asam lemak ini pada suhu ruang berupa cairan kental dengan warna kuning pucat atau kuning kecokelatan, beraroma khas, tidak larut dalam air, titik leburnya $15,3^\circ\text{C}$ dan titik didihnya 360°C .

2.4 Proses Pembuatan Pelumas-bio dari Asam Oleat Minyak Sawit

Ada beberapa jalur metode yang dapat digunakan untuk membuat pelumas-bio, diantaranya:

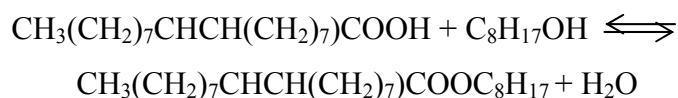
2.4.1 Esterifikasi

Esterifikasi adalah tahap konversi dari asam lemak bebas menjadi ester. Esterifikasi mereaksikan minyak lemak dengan alkohol. Katalis-katalis yang cocok adalah zat berkarakter asam kuat dan, karena ini, asam sulfat, asam sulfonat organik atau resin penukar kation asam kuat merupakan katalis-katalis yang biasa terpilih dalam praktek industrial. Untuk mendorong agar reaksi bisa berlangsung ke konversi yang sempurna pada suhu rendah (misalnya paling tinggi 120°C), reaktan metanol harus ditambahkan dalam jumlah yang sangat berlebih (biasanya lebih besar dari 10 kali nisbah stoikiometrik) dan air produk ikutan reaksi harus disingkirkan dari fasa reaksi, yaitu fasa minyak. Melalui kombinasi-kombinasi yang tepat dari kondisi-kondisi reaksi dan metode penyingkiran air, konversi sempurna asam-asam lemak ke ester metilnya dapat dituntaskan dalam waktu 1 sampai beberapa jam. Reaksi esterifikasi dapat dilihat pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Reaksi esterifikasi dari asam lemak menjadi ester¹⁸⁾

Mekanisme reaksi asam oleat dengan oktanol pada penelitian ini dapat dilihat pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Reaksi esterifikasi dari asam oleat dengan oktanol menjadi oktil ester

Pada saat proses terjadi ada beberapa aspek yang berpengaruh, yaitu jenis katalis, rasio alkohol/minyak nabati, suhu, waktu, kandungan air dan kandungan asam lemak bebas.²⁾ Sifat-sifat dari oktanol yang digunakan dalam reaksi dapat dilihat pada Tabel 2.3.

Tabel 2.3 Sifat fisika oktanol ¹⁹⁾

Sifat	Nilai
Rumus Kimia	C ₈ H ₁₇ OH
Berat Molekul (g/gmol)	130
Titik didih (°C)	195
Titik beku (°C)	-16
Densitas (g/mL)	0,8255
<i>Flash point</i> (°C)	80
<i>Ignition temperature</i> (°C)	270

Proses transesterifikasi biasanya dilakukan dengan menggunakan katalis asam atau basa. Jenis katalis homogen yang dipakai seperti *p-toluena sulphonic acid*, *phosporic acid*, *sulfuric acid*, *sodium hydroxide*, *sodium ethoxide* dan *sodium methoxide*.²⁾ Tapi ada kecenderungan akhir-akhir ini penelitian yang intensif dalam penggunaan katalis heterogen untuk sintesis pelumas nabati, seperti menggunakan *Sn-Oxalate*, *cation exchange resins*, *Fe-Zn double metal cyanide (DMC)*, *ZnO-Al₂O₃*, *Al₂O₃*, dan *H₃PO₄/Al₂O₃*.^{2,4,20)}

2.4.2 Estolida

Estolida adalah dimer yang dibentuk oleh asam lemak yang mengesterifikasi asam lemak hidroksi. Estolida disintesis dari asam oleat yang direaksikan dengan alkohol rantai panjang yang dibantu dengan katalis (asam perklorat atau asam sulfat).

Bahan baku yang dapat digunakan sebagai bahan dasar estolida dapat berasal dari minyak nabati yang memiliki kandungan asam oleat diantaranya : bunga matahari, kacang kedelai, canola, biji jarak, dan minyak kelapa sawit. Estolida yang dibuat dari minyak nabati tersebut memiliki kestabilan yang baik terhadap oksidasi, dan memiliki titik alir yang rendah (*pour point* = -45°C).²⁰⁾

2.4.3 Ester Sintetis

Gliserol sebagai komponen alkohol yang terkandung dalam trigliserida dapat digantikan melalui reaksi hidrolisis atau *thermal degradation* dengan polyol lain seperti: trimethylolpropane (TMP), neopentyl glycol (NPG) atau pentaerythritol (PE) untuk memperoleh produk ester dengan kinerja pelumasan yang lebih baik.

Turunan PE dari asam karboksilat C₅–C₉ dapat digunakan dalam mesin turbin gas modern. Ester TMP dari asam oleat merupakan material yang aplikasinya paling banyak digunakan saat ini sebagai pelumas hidrolis. Ester ini menunjukkan tingkat *biodegradable* yang sangat baik, ketahanan oksidasi yang menengah, tingkat harga yang menengah, viskositas yang tinggi, dan menunjukkan tingkat ketahanan geser yang baik.⁴⁾

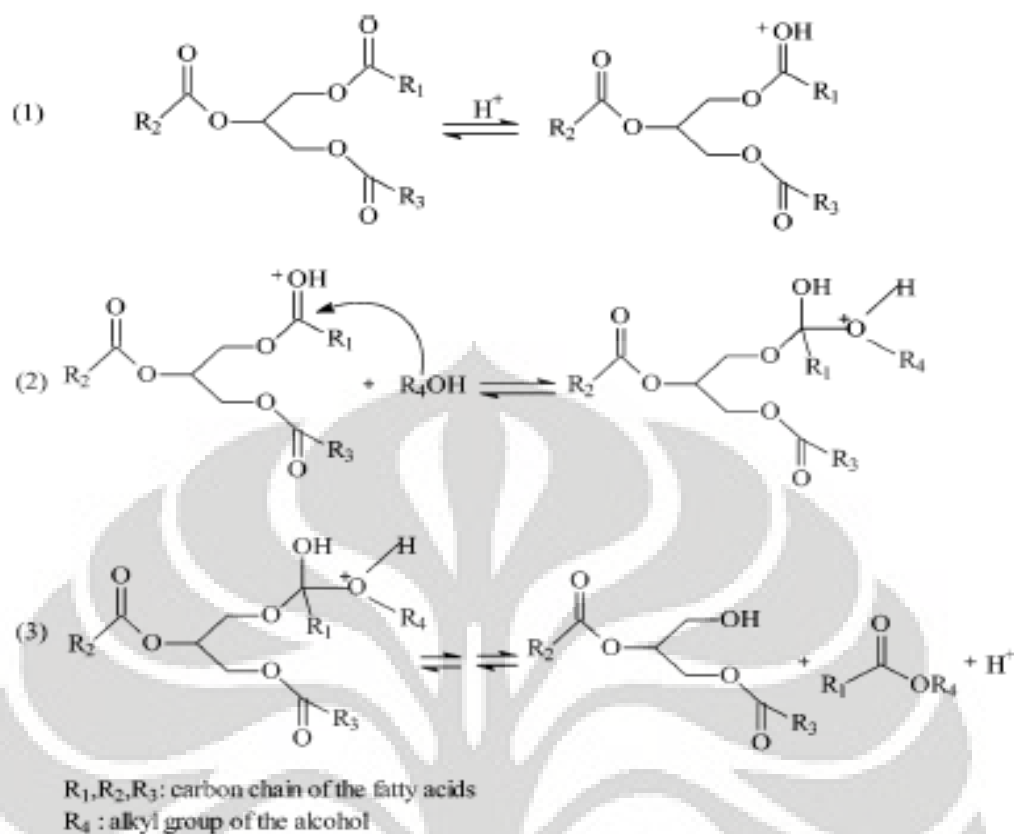
2.5 Katalis

Pada tahun 1836 J.J Berzelius menemukan katalis, yaitu sebuah komponen yang dapat terjadinya reaksi namun tidak ikut bereaksi. Bagaimanapun katalis hanya berefek pada laju reaksi dan bukan pada termodinamika dan komposisi kesetimbangan. Katalis dapat dibagi berdasarkan fasa reaktan dengan katalis menjadi 2, yaitu katalis heterogen dan katalis homogen.

2.5.1 Katalis Homogen

Pada katalis homogen, katalis berada pada fasa yang sama dengan reaktan maupun produknya. Katalis homogen memiliki fasa yang sama dengan fasa campuran reaksinya. Distribusi katalis ini secara keseluruhan bergerak ke seluruh sistem dan pergerakan katalis sama dengan komponen lainnya.

Pada penelitian yang dilakukan sebelumnya dengan menggunakan katalis homogen yang memiliki tingkat kesulitan secara teknis untuk menghilangkannya. Sehingga katalis homogen yang konvensional diharapkan dapat digantikan dengan katalis heterogen yang lebih ramah lingkungan karena lebih sederhana dalam proses.



Gambar 2.5 Mekanisme reaksi katalis asam homogen pada transesterifikasi

Pada Gambar 2.5 diatas dapat dilihat bahwa pada reaksi yang terjadi pada tahapan yang pertama yaitu terjadi protonasi dari grup karbonil dengan katalis asam, selanjutnya pada tahapan yang kedua terjadi penyerangan nukleofilik dari alkohol membentuk tetrahedral intermediete. Pada tahap yang terakhir yaitu tahap yang ketiga terjadi migrasi proton dan pemecahan dari intermediete tetrahedral.

2.5.2 Katalis Heterogen

Katalis heterogen secara umum adalah berbentuk padat dan banyak digunakan pada reaktan berwujud cair maupun gas. Penggunaan katalis heterogen mempunyai banyak keuntungan dengan beberapa alasan, yaitu:

- Selektifitas produk yang diinginkan bisa ditingkatkan.
- Aktifitas intrinsik untuk dimodifikasikan dengan struktur lain.
- Komposisi kimia pada permukaan bisa digunakan untuk meminimalisasi atau meningkatkan adsorpsi komponen tertentu.

- Mudah dipisahkan, hanya dengan penyaringan biasa.
- Bisa digunakan kembali (digunakan berulang-ulang).
- Bisa digunakan pada proses kontinyu.
- Menggantikan katalis korosi dan toksik, seperti HF, asam formiat dan asam sulfat.
- Menghilangkan atau mengurangi limbah terutama garam.

2.6 Reaksi Katalis Asam

Reaksi katalis asam merupakan reaksi-reaksi yang terjadi karena adanya pengaruh substansi katalis asam yang dapat mempercepat jalannya suatu reaksi kearah perubahan struktur suatu molekul. Reaksi katalis asam ini dapat terjadi dengan mekanisme protonisasi, yaitu pembentukan karbokation. Reaksi katalis asam dapat meliputi alkilasi, isomerisasi, perengkahan dan polimerisasi.

Jenis asam yang digunakan pada penelitian ini adalah asam phospotungstat (APT) atau $H_3PW_{12}O_{40}$ yang merupakan jenis asam heteropoli. APT merupakan asam kuat karena memiliki sifat khas dan memiliki kelebihan dibandingkan asam mineral yang umum seperti H_2SO_4 , HNO_3 dan lain-lain. APT sebagai katalis memiliki banyak keuntungan secara ekonomi dan lingkungan reaksi. APT memiliki kekuatan asam Bronsted yang tinggi mendekati *superacid* dan memiliki sifat redoks.

APT sebagai katalis dalam larutan organik secara luas telah digunakan pada industri-industri, karena memiliki sifat katalitik yang tinggi akibat sifat keasamannya dan kelarutan yang sangat tinggi dalam pelarut polar seperti alkohol tingkat rendah, keton, eter, ester dan lain-lain. Dalam pelarut organik aktifitas molar katalitik 100-1000 kali lebih tinggi dari H_2SO_4 . Ini memungkinkan reaksi katalitik pada tekanan dan suhu rendah. APT yang diimpragnasikan ke dalam karbon dapat digunakan sebagai katalis heterogen meskipun HPA/C sedikit aktif daripada katalis PW homogen, tetapi dengan mudah dipisahkan dari campuran reaksi dan digunakan kembali.²¹⁾ Hanya saja APT memiliki kelemahan sebagai katalis dilihat dari rendahnya luas permukaan ($<10m^2.g^{-1}$), dan kelarutan yang tinggi dalam sistem reaksi polar sehingga menimbulkan masalah dalam pemisahannya. Untuk mengatasi hal tersebut maka APT disanggakan pada katalis

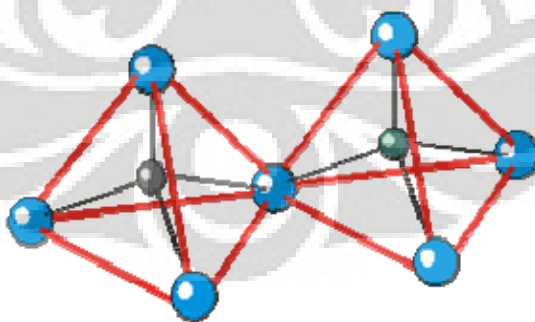
penyangga seperti pada silika, silika-alumina, karbon aktif, MCM-41, SBA-15 dan zeolit tipe Y pada esterifikasi asam asetat dengan etanol.⁶⁾

Selain daripada itu, saat ini telah dikembangkan juga penelitian sintesis ester melalui esterifikasi asam karboksilat dengan alkohol menggunakan enzim lipase. Dan juga penelitian tentang konversi asam oleat menggunakan katalis heterogen H_3PO_4/Al_2O_3 .

2.7 Zeolit

Katalis zeolit merupakan katalis kristal berpori yang memiliki struktur teratur. Pada umumnya zeolit terdiri atas silika, alumunium, oksigen dan beberapa kation pada bagian porinya.²²⁾ Struktur penting dari zeolit adalah adanya lubang dalam susunan kristalnya, yang dibentuk oleh silika alumina tetrahedron. Tiap tetrahedron memiliki empat anion oksigen dengan kation alumina atau silika ditengahnya. Dengan demikian zeolit memiliki sisi asam yang lebih besar dan kemampuan mengadsorsbsi reaktan pada permukaan katalis yang lebih kuat jika dibandingkan dengan katalis asam jenis lain.

Sisi asam pada zeolit merupakan asam Bronsted hasil dari substitusi silika dengan alumina yang dapat mendonorkan proton. Tingginya kekuatan asam zeolit didukung dengan luas permukaan yang besar menjadikan zeolit sebagai katalis yang komersil digunakan pada industri untuk reaksi heterogen. Berikut merupakan struktur zeolit:

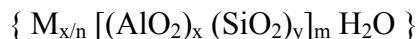


Gambar 2.6 Tetrahedral alumina dan silikat

Dalam struktur zeolit, atom Al dan Si berkoordinasi dengan seluruh atom oksigen dalam bentuk tertrahedral silika atau alumina (Gambar 2.6). Gugus

alumina AlO_4 akan bermuatan negatif dan dinetralsir oleh logam alkali atau alkali tanah untuk mencapai struktur yang stabil.²³⁾

Rumus empiris senyawa zeolit adalah:



dimana: M = kation logam yang dapat saling ditukarkan

n = valensi kation M

m = jumlah molekul air per unit sel

x,y = menyatakan banyaknya atom Al dan Si

2.7.1 Pengelompokan dan Jenis Zeolit

Secara umum zeolit dibagi menjadi dua kelompok, yaitu zeolit alam dan sintetik. Zeolit alam merupakan batuan mineral yang banyak terdapat di alam dan terjadi karena adanya proses perubahan alam dari batuan vulkanik. Perihal zeolit sintetik, proses dilakukan dengan meniru proses hidrotermal pada mineral zeolit yang terjadi di alam.^{23, 24)}

a. Zeolit Alam

Zeolit alam banyak ditemukan didalam batuan sedimen (sedimentasi) sebagai hasil alterasi debu-debu vulkanis (yang mengandung Si) oleh air asin danau. Mineral-mineral lain seperti feldspar dan kuarsa juga ikut tercampur membentuk kompleks zeolit yang tidak teratur dan tidak seragam. Sedimentasi zeolit ini berlangsung terus menerus pada dasar-dasar lautan. Jenis-jenis mineral zeolit yang ada dialam dapat dilihat pada Tabel 2.4.

b. Zeolit Sintetik

Zeolit sintetik ini banyak digunakan untuk keperluan industri karena dapat direkayasa sesuai kebutuhan. Sifatnya bergantung pada kinerjanya sebagai *support* dan perbandingan jumlah Si dan Al yang terkandung didalamnya.

Tabel 2.4 Jenis mineral zeolit ²⁵⁾

Zeolit	Rumus Kimia Unit Sel
<u>Group Analsim</u> Analsim Wairakit	$\text{Na}_{16}(\text{Al}_6\text{Si}_{31}\text{O}_{96}) \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ $\text{Ca}_8(\text{Al}_{16}\text{Si}_{31}\text{O}_{96}) \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$
<u>Group Natrolit</u> Natrolit Thomsonit	$\text{Na}_{16}(\text{Al}_6\text{Si}_{24}\text{O}_{80}) \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ $\text{Na}_{10}\text{Ca}_8(\text{Al}_{20}\text{Si}_{20}\text{O}_{80}) \cdot 24 \text{H}_2\text{O}$
<u>Group Heulandit</u> Heulandit Kinoptilolit	$\text{Ca}_4(\text{Al}_8\text{Si}_{28}\text{O}_{72}) \cdot 24 \text{H}_2\text{O}$ $\text{Na}_6(\text{Al}_6\text{Si}_{30}\text{O}_{72}) \cdot 24 \text{H}_2\text{O}$
<u>Group Filipsit</u> Filipsit Zeolit Na-P-I	$(\text{Na}, \text{K})_{10}(\text{Al}_{10}\text{Si}_{22}\text{O}_{64}) \cdot 20 \text{H}_2\text{O}$ $\text{Na}_8(\text{Al}_{31}\text{SiO}_{16}) \cdot 16 \text{H}_2\text{O}$
<u>Group Mordenit</u> Mordenit Ferrierit	$\text{Na}_8(\text{Al}_8\text{Si}_{40}\text{O}_{96}) \cdot 24 \text{H}_2\text{O}$ $\text{Na Ca}_{0.5} \text{Mg}_2 (\text{Al}_6\text{Si}_{30}\text{O}_{72}) \cdot 24 \text{H}_2\text{O}$
<u>Group Kabasit</u> Kabasit Zeolit L	$\text{C}_2(\text{Al}_2\text{Si}_8\text{O}_{24}) \cdot 13 \text{H}_2\text{O}$ $\text{K}_6 \text{Na}_3 (\text{Al}_9\text{Si}_{27}\text{O}_{72}) \cdot 21 \text{H}_2\text{O}$
<u>Group Faujasit</u> Faujasit Zeolit A	$\text{Na}_{12} \text{Ca}_{12} \text{Mg}_{11} (\text{Al}_{58}\text{Si}_{34}\text{O}_{384}) \cdot 27 \text{H}_2\text{O}$ $\text{Na}_{12}(\text{Al}_{12}\text{Si}_{12}\text{O}_{48}) \cdot 27 \text{H}_2\text{O}$

2.7.2 Aktivasi Zeolit

Untuk meningkatkan sifat tertentu dari zeolit maka diperlukan aktivasi. Adapun yang biasa digunakan adalah :

a. Aktivasi secara kimia

Dilakukan dengan pencucian zeolit menggunakan larutan asam atau basa dengan tujuan menghilangkan pengotor yang terdapat dalam rongga zeolit. Pengotor yang sifatnya asam akan larut dengan pencucian yang menggunakan larutan basa, dan sebaliknya.

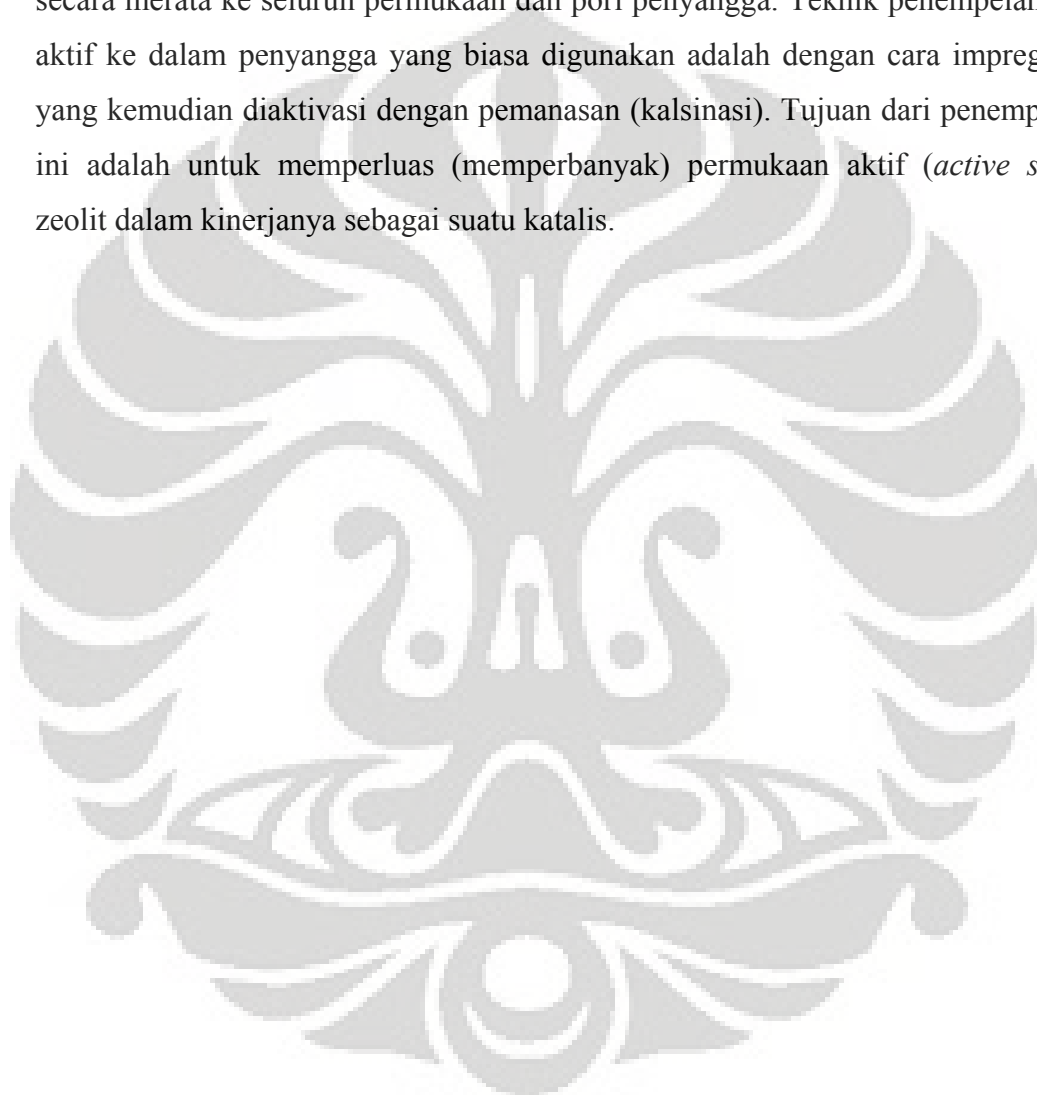
b. Aktivasi dengan pemanasan

Dilakukan dengan pemanasan, biasanya dilakukan pada suhu 300–600°C agar diperoleh zeolit dengan pori-pori yang lebih terbuka. Akibat pemanasan ini

dapat menghilangkan air yang terikat secara fisika dan mengeluarkan senyawa-senyawa organik yang terdapat dalam rongga atau pori-pori zeolit.

2.7.3 Zeolit sebagai Penyangga (*support*)²⁵⁾

Komponen inti aktif (asam, basa, atau logam) dapat ditempatkan ke dalam suatu bahan penyangga berpori seperti zeolit dimana diharapkan dapat terdispersi secara merata ke seluruh permukaan dan pori penyangga. Teknik penempelan inti aktif ke dalam penyangga yang biasa digunakan adalah dengan cara impregnasi yang kemudian diaktivasi dengan pemanasan (kalsinasi). Tujuan dari penempelan ini adalah untuk memperluas (memperbanyak) permukaan aktif (*active sites*) zeolit dalam kinerjanya sebagai suatu katalis.



BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian

Penelitian yang akan dilakukan ini adalah dengan memberikan alternatif sintesis pelumas-bio melalui proses esterifikasi dengan katalis APT/zeolit. Dengan demikian diharapkan permasalahan pemisahan katalis dan pemurnian produk pelumas-bio dapat diatasi.

Penelitian yang dijalankan ditampilkan dalam diagram alir penelitian berikut :



Gambar 3.1 Diagram alir tahapan metode penelitian

3.2 Peralatan dan Bahan

3.2.1 Peralatan

Pada percobaan ini digunakan alat-alat antara lain: gelas piala 500 mL dan 1000 mL, pipet tetes, buret 10 mL, pipet ukur 10 mL, labu takar 100 mL, gelas ukur, neraca analitik, cawan porselen, kertas saring, sendok pengaduk, Oven Beschickung-Loading Modell 100-800 Memmert, *Furnace* Nabertherm (1100°C) West Germany, desikator, labu destilasi leher tiga, *hotplate* dan *condenser*.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan meliputi bahan uji dan bahan kimia antara lain; asam oleat dari minyak sawit, zeolit alam Lampung (ZAL) bergranula, asam phosphotungstat (APT atau $H_3PW_{12}O_{40}$)p.a, HF, NH_4NO_3 , etanol, KOH, indikator PP, KHP dan aquades.

3.2.3 Peralatan Karakterisasi Pelumas-bio

- Piknometer, untuk mengetahui densitas pelumas-bio.
- Viskometer Ostwald, untuk mengetahui viskositas kinematik pelumas-bio.
- FT-IR, untuk mengetahui perubahan gugus fungsi.
- GC-MS, untuk mengetahui komposisi penyusun pelumas-bio.

3.3 Prosedur Penelitian

3.3.1 Preparasi Zeolit

1. Dealuminasi

- Ditimbang 250 gram ZAL dan direndam dalam larutan HF 3% selama 20 menit sambil terus diaduk.
- ZAL dicuci dengan aquades hingga bersih dari asam sebanyak 2-3 kali dan diletakkan dalam cawan porselen.

2. Pertukaran kation

- ZAL direndam dalam NH_4NO_3 1N sambil diaduk dengan pengaduk listrik selama 50 jam dengan kecepatan 500 rpm.
- ZAL dibersihkan dengan aquades yang dibantu dengan pengering vakum dan diletakkan dalam cawan porselin.

- ZAL dikeringkan didalam oven pada suhu 110°C selama 8 jam.

3. Impregnasi APT ke dalam zeolit

- Sejumlah tertentu ZAL, masing-masing 50gram, direndam dalam senyawa APT dengan konsentrasi 5%, 10% dan 20% berat yang dilarutkan dalam aquades.
- ZAL dikeringkan didalam oven pada suhu 110°C selama 4 jam.

4. Kalsinasi

ZAL dimasukkan dalam tungku udara digital pada suhu 420°C selama 5 jam kemudian dikeringkan dalam udara terbuka.

3.3.2 Sintesis Pelumas-bio

Produksi oktil ester sebagai pelumas-bio dilakukan pada reaktor semi kontinyu volume 100 mL, dengan susunan seperti terlihat pada Gambar 3.1. Reaksi dilakukan dengan putaran sirkulasi 1100 rpm.



Gambar 3.2 Reaktor semi kontinyu

Variasi kondisi reaksi yang dilakukan adalah :

- Persentase berat katalis terhadap asam oleat : 2% dan 5%, dengan waktu reaksi 7 jam, perbandingan mol asam oleat:alkohol = 1:3 dengan suhu 150°C.
- Perbandingan Reaktan (asam oleat : oktanol) : 1:3 dan 1:6, dengan waktu reaksi 7 jam dan banyaknya katalis 5% dengan suhu 150°C.
- Suhu reaksi (T) : 150°C dan 180°C, dengan waktu reaksi 7 jam, perbandingan mol asam oleat:alkohol = 1:6 dan banyaknya katalis 5%.

3.4 Tahap Analisis Hasil Reaksi

Tahap terakhir dari penelitian ini adalah tahapan analisis terhadap sampel yang diperoleh pada masing-masing reaksi. Analisis-analisis yang dilakukan adalah sebagai berikut:

3.4.1 Penentuan Konversi Asam Oleat dengan Metode Titrasi

Konversi (x_a) adalah sebuah istilah yang digunakan untuk mengukur sejumlah massa reaktan yang bereaksi. Jadi konversi dapat didefinisikan sebagai sejumlah massa yang bereaksi ($W_{A_0} - W_A$) terhadap massa mula-mula (W_{A_0}). Dengan demikian konversi dapat didefinisikan dengan persamaan berikut:

$$x_a = \frac{C_{A_0} - C_A}{C_{A_0}} = \frac{W_{A_0} - W_A}{W_{A_0}} \quad (3.1)$$

Pada penelitian ini, penentuan seberapa besar reaktan (asam oleat) yang terkonversi menggunakan metode titrasi. Prosedurnya adalah sebagai berikut :

1. Standardisasi larutan KOH dengan titrasi terhadap asam KHP. Sebanyak 0,1 gram KHP dilarutkan ke dalam 25 mL aquades dan ditambahkan 2-3 tetes indikator PP. Larutan KHP ini kemudian dititrasi dengan KOH sampai timbul warna merah yang tidak hilang selama 30 detik.
2. Hitung konsentrasi KOH dengan rumus :

$$\text{konsentrasi KOH} = \frac{W_{\text{KHP}}}{(V_{\text{KOH}} \cdot Bst_{\text{KHP}})} \quad (3.2)$$

Dimana, W_{KHP} = berat KHP yang dilarutkan

V_{KOH} = volume KOH yang digunakan untuk menitrasi KHP

$Bst_{\text{KHP}} = 204.21$

3. Ditimbang 1 gram asam oleat kedalam erlenmeyer, kemudian dilarutkan dengan 25 mL etanol dan diberikan 2-3 tetes indikator PP.
4. Larutan kemudian dititrasi dengan KOH dengan konsentrasi yang sudah dihitung pada langkah 2.
5. Dititrasi etanol yang digunakan pada larutan di langkah 3 dengan KOH yang sama dengan penggunaan untuk menitrasi asam oleat.
6. Sampel diambil 0,5 – 1 mL pada waktu selang reaksi 30 menit pertama dan setiap 60 menit untuk waktu selang selanjutnya. Kemudian sampel di dipindahkan ke erlenmeyer 50 mL lalu ditimbang beratnya dan ditambahkan 2 mL etanol. Sampel selanjutnya dititrasi dengan KOH hingga terjadi perubahan warna.
7. Perhitungan Bilangan Asam (BA) asam oleat dengan rumus berikut :

$$BA = \frac{(a - b) \times N \times Bst_{KOH}}{w} \quad (3.3)$$

- Dimana, a = volume KOH untuk menitrasi asam oleat
 b = volume KOH untuk menitrasi blangko etanol
 N = normalitas KOH hasil perhitungan pada langkah 2
 Bst_{KOH} = 56,11
 w = berat asam oleat yang dilarutkan kedalam etanol

Jadi untuk mencari % konversi asam oleat adalah :

$$\%Konversi = \frac{BA \text{ sebelum reaksi} - BA \text{ setelah reaksi}}{BA \text{ sebelum reaksi}} \times 100\% \quad (3.4)$$

3.4.2 Penentuan Viskositas Kinematik

Penentuan viskositas dilakukan dengan menggunakan viskometer Ostwald 500 mL dan mencatat waktu yang diperlukan suatu fluida untuk mencapai batasan tertentu. Prosedur analisa adalah sebagai berikut:

1. Disiapkan *oilbath* pada suhu 40°C.
2. Diisi viskometer dengan sampel yang akan diuji dan suhu sampel dikondisikan sesuai suhu *oilbath* dengan membiarkan viskometer dengan sampel dalam *oilbath* selama beberapa waktu.

3. Digunakan penghisap (*bulb*) untuk menghisap sampel sampai batas atas dari viskometer tersebut.
4. Dicatat waktu pengaliran dari batas atas sampai batas bawah pada viskometer dan ulangi percobaan sebanyak 3 kali.
5. Dihitung waktu alir rata-rata.
6. Diulang prosedur (1)–(5) untuk semua sampel pada suhu 100°C.
7. Dicatat konstanta dan dihitung viskositas kinematik dengan rumus :

$$V = C \times t \quad (3.5)$$

Dimana , V = viskositas kinematik (cSt)

C = konstanta viskometer

t = waktu alir zat (s)

3.4.3 Penentuan Densitas

Penentuan densitas dilakukan menggunakan piknometer, dengan prosedur analisis sebagai berikut:

1. Dikeringkan piknometer yang akan dipakai.
2. Ditimbang piknometer kosong dan dicatat massanya.
3. Dimasukkan sampel hasil esterifikasi kedalam piknometer sampai penuh.
4. Ditimbang piknometer berisi sampel dan dicatat massanya.
5. Diulang prosedur (1)–(4) untuk semua sampel pada suhu 25°C.
6. Dihitung dan dicatat densitas sampel dengan rumus :

$$\text{Densitas sampel} = \frac{(\text{massa piknometer} + \text{sampel}) - \text{massa piknometer}}{\text{volume air standard}} \quad (3.6)$$

3.4.4 Analisis FTIR

Analisis ini dilakukan untuk melihat dengan jelas struktur sampel yang dihasilkan dari proses reaksi katalis asam. Prosedur analisis FTIR, adalah sebagai berikut:

1. Diaktifkan *software winfirst* dan lakukan *scanning background* pada keadaan FTIR belum terisi sampel.
2. Dioleskan sampel yang akan di uji pada wadah kaca didalam FTIR.
3. Dilakukan *scanning* sampel menggunakan *software*.

4. Hasil *scanning* dapat dilihat pada tampilan layar komputer.
5. Pembacaan gugus pada hasil *scanning*.

3.4.5 Analisis GC-MS

Pemisahan komponen-komponen senyawa produk hidrokarbon menjadi masing-masing komponen terjadi dalam kolom dimana komponen-komponen tersebut akan tertahan dalam kolom dengan tingkat yang berbeda-beda. Kemudian masuk ke dalam detektor yang berfungsi untuk menunjukkan adanya komponen dalam eluent dan mengukur kuantitas dan kualitasnya.



BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN

Untuk mendapatkan pelumas nabati pada penelitian sebelumnya dilakukan tiga tahapan proses, yaitu: transesterifikasi, epoksidasi dan ring opening, dengan menggunakan katalis homogen. Pada penelitian ini digunakan katalis APT/zeolit bergranula dimana tahapan prosesnya hanya satu tahap, yaitu esterifikasi asam oleat dengan oktanol, menggunakan reaktor semi kontinu bersirkulasi skala lab (100 mL) dan kemudian dibandingkan dengan penelitian sebelumnya yang menggunakan katalis heterogen HPA 20% yang diimpregnasikan pada serbuk zeolit dengan reaktor *batch* berpengaduk menghasilkan konversi pelumas-bio 80,73%.⁶⁾ Produk pelumas-bio yang dihasilkan akan dilakukan pengujian densitas, viskositas, FTIR dan GC-MS.

Pada penelitian ini, dilakukan variasi impregnasi asam phosphotungstat (APT) pada zeolit alam Lampung (ZAL) bergranula sehingga dihasilkan katalis asam padat. Untuk mempermudah pembahasan, katalis-katalis heterogen asam padat tersebut diberi kode sebagai berikut:

Tabel 4.1 Kode katalis setelah preparasi

No.	Jenis Katalis	Kode
1.	ZAL yang diimpregnasikan dengan APT 5%	APT5/Z
2.	ZAL yang diimpregnasikan dengan APT 10%	APT10/Z
3.	ZAL yang diimpregnasikan dengan APT 20%	APT20/Z

4.1 Pengujian Esterifikasi Asam Oleat dengan Oktanol

Esterifikasi adalah mereaksikan asam lemak atau minyak dengan alkohol untuk membentuk/menghasilkan ester. Alkohol yang digunakan pada penelitian ini adalah oktanol.

Dalam penelitian ini, asam oleat direaksikan dengan oktanol untuk menghasilkan ester sebagai pelumas-bio, dilakukan pada reaktor semi kontinu (100 mL) dengan putaran sirkulasi 1100 rpm yang ditempatkan dalam wadah minyak (gliserol), seperti telah disajikan dalam Gambar 3.2. Variasi kondisi reaksi esterifikasi sebagai berikut :

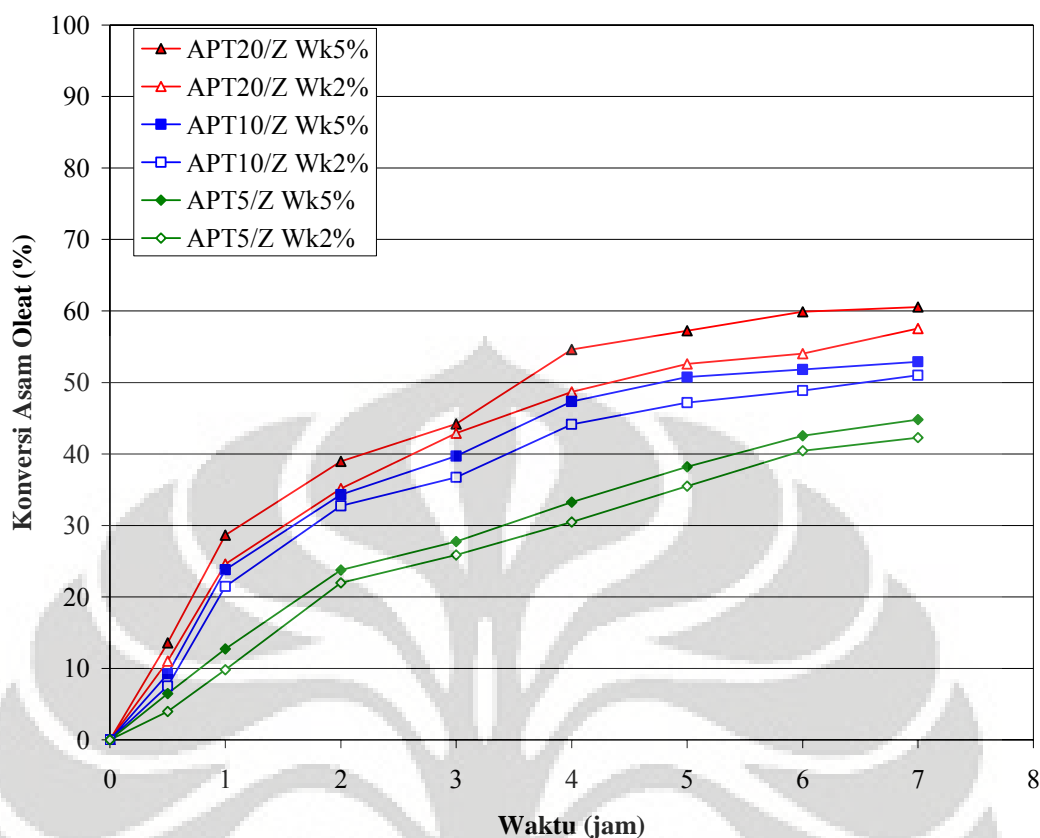
- Persentase berat katalis terhadap asam oleat : 2% dan 5%, dengan waktu reaksi 7 jam, perbandingan mol asam oleat:alkohol = 1:3 dengan suhu 150°C.
- Perbandingan reaktan (asam oleat : oktanol) : 1:3 dan 1:6, dengan waktu reaksi 7 jam dan banyaknya katalis 5% dengan suhu 150°C.
- Suhu reaksi (T) : 150°C dan 180°C, dengan waktu reaksi 7 jam, perbandingan mol asam oleat:alkohol = 1:6 dan banyaknya katalis 5%.

Tabel 4.2 Variabel penelitian dan kondisi reaksi

Jumlah Percobaan (kali)	Oktanol (mL)	Asam Oleat (mL)	Katalis (gram)	Rasio Molar Asam Oleat : Oktanol	Suhu (°C)
3	40	26,1848	2% = 0,4679	1:3	150
3	40	26,1848	5% = 0,7311	1:3	150
3	50	16,3655	5% = 0,7311	1:6	150
3	50	16,3655	5% = 0,7311	1:6	180

4.1.1 Pengaruh Jumlah Penggunaan Katalis

Pengaruh penggunaan jumlah katalis sebesar 2% dan 5% pada reaksi esterifikasi asam oleat dan oktanol diperlihatkan pada Gambar 4.1. Pada Gambar 4.1. berikut ini memperlihatkan perbandingan jumlah penggunaan katalis berat reaktan dari katalis APT/Z pada suhu operasi 150°C dengan perbandingan molar asam oleat:oktanol = 1:3. Dari grafik terlihat bahwa konversi reaksi dipengaruhi oleh berat katalis yang digunakan, dimana pada waktu reaksi 7 jam dengan penggunaan katalis sebesar 2% dihasilkan konversi asam oleat sebesar : 42,29% (untuk APT5/Z), 51,02% (APT10/Z) dan 57,55% (APT20/Z) sedangkan dengan penggunaan berat katalis sebesar 5% dihasilkan konversi asam oleat sebesar : 44,80% (APT5/Z), 52,89% (APT10/Z) dan 60,54% (APT20/Z). Jadi pengaruh penggunaan jumlah katalis 2% dan 5% pada katalis APT20/Z menghasilkan konversi asam oleat yang paling besar. Dengan menaikkan berat katalis APT20/Z pada reaksi yang sama menghasilkan peningkatan konversi sebesar 2,99% selama 7 jam.



Gambar 4.1 Pengaruh waktu reaksi terhadap konversi asam oleat pada reaksi esterifikasi dengan Wk = 2% dan Wk = 5% [Kondisi operasi $T=150^{\circ}\text{C}$, asam oleat:oktanol = 1:3]

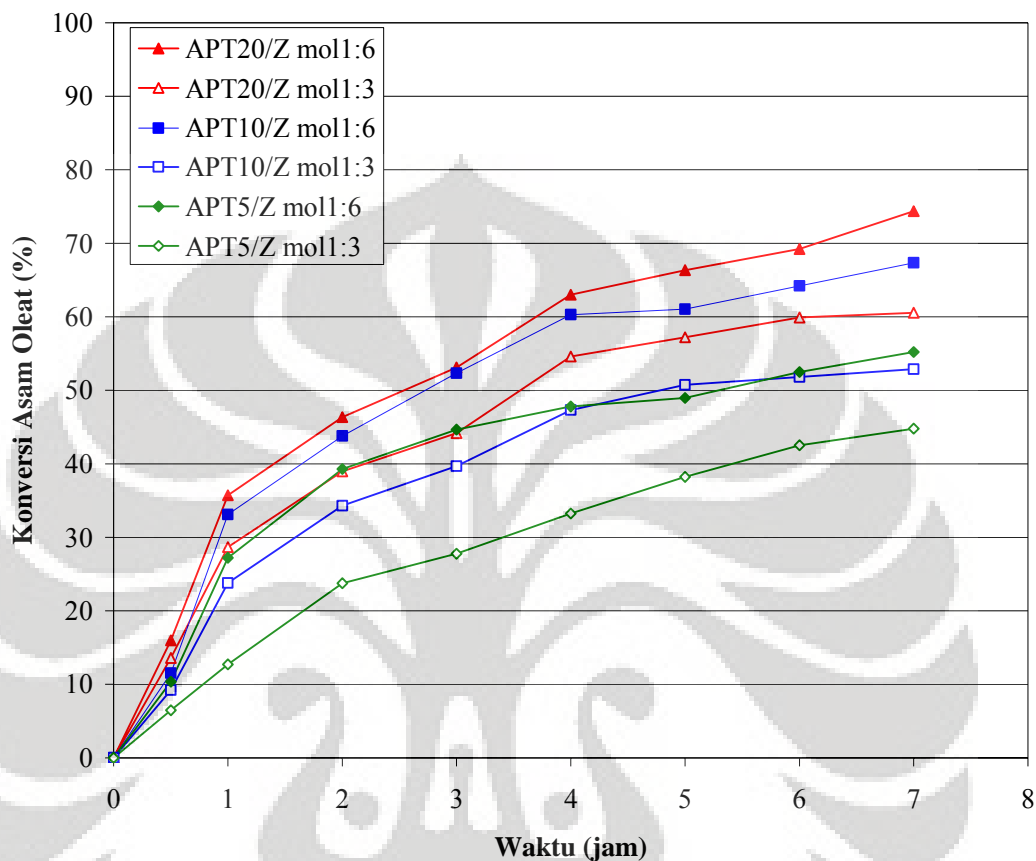
4.1.2 Pengaruh Rasio Mol Reaktan

Rasio molar reaktan merupakan salah satu parameter penting yang dapat mempengaruhi yield dari ester yang dihasilkan. Secara teoritis, dalam reaksi esterifikasi 1 mol asam oleat memerlukan 1 mol oktanol. Karena reaksi esterifikasi adalah reversibel, maka oktanol berlebih dapat menggeser kesetimbangan kearah pembentukan ester.

Proses esterifikasi dengan katalis asam heterogen memiliki laju reaksi yang lambat. Oleh karena itu untuk meningkatkan laju reaksi tersebut, maka penggunaan oktanol berlebih adalah merupakan pilihan yang lebih baik.

Reaksi esterifikasi merupakan reaksi yang dapat dikatalisis dengan asam dan kekuatan asam dari katalis akan memberikan pengaruh yang besar terhadap aktivitas katalitiknya. Pada Gambar 4.2 berikut ini memperlihatkan perbandingan

jumlah mol asam oleat:oktanol sebesar 1:3 dan 1:6 dengan penggunaan berat katalis APT/Z terhadap asam oleat sebesar 5% pada suhu 150°C dan waktu reaksi selama 7 jam.

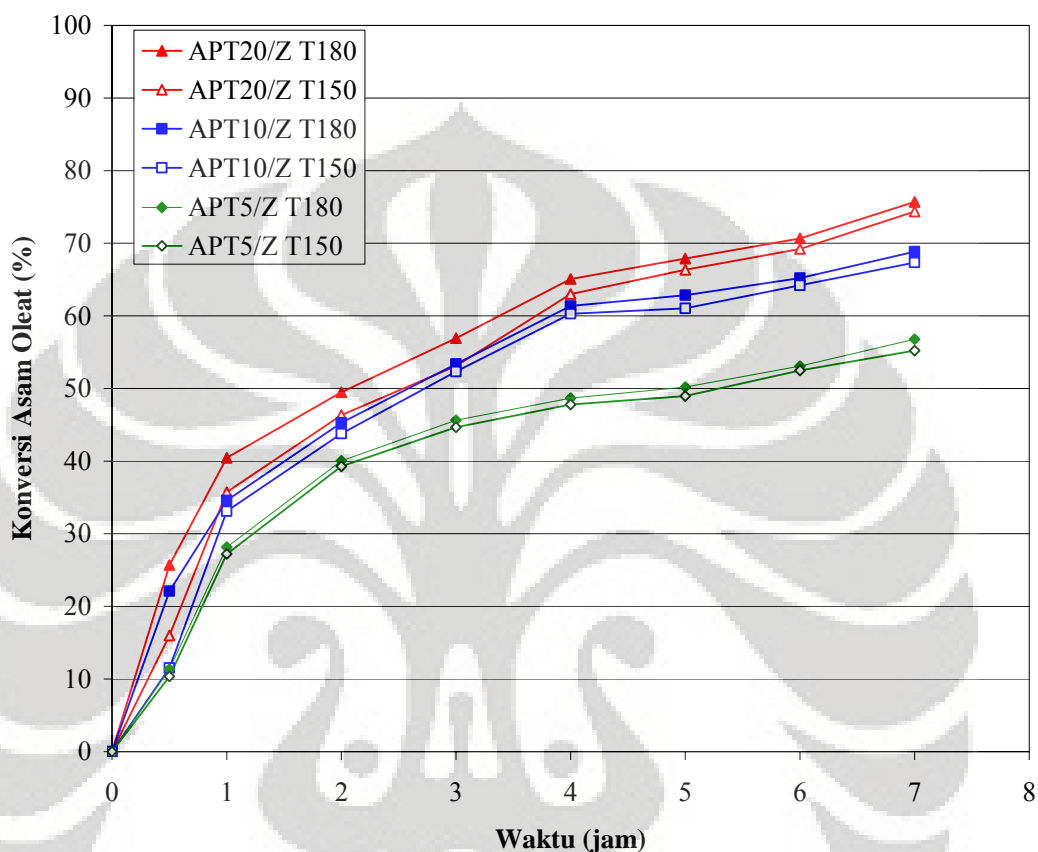


Gambar 4.2 Pengaruh waktu terhadap konversi asam oleat pada reaksi esterifikasi dengan rasio mol 1:3 dan 1:6 [Kondisi operasi $T=150^{\circ}\text{C}$, berat katalis 5%]

Dari Gambar 4.2 terlihat bahwa konversi reaksi dipengaruhi oleh rasio molar yang digunakan, dimana pada waktu reaksi 7 jam dengan penggunaan rasio molar asam oleat dengan alkohol 1:3 dihasilkan konversi asam oleat sebesar : 44,80% (untuk APT5/Z), 52,89% (APT10/Z) dan 60,54% (APT20/Z), sedangkan dengan penggunaan rasio molar asam oleat dengan alkohol 1:6 dihasilkan konversi asam oleat sebesar : 55,20% (APT5/Z), 67,34% (APT10/Z) dan 74,37% (APT20/Z). Jadi pengaruh rasio molar 1:3 dan 1:6 pada katalis APT20/Z menghasilkan konversi asam oleat yang paling besar dengan peningkatan konversi 13,83% selama 7 jam.

4.1.3 Pengaruh Suhu Reaksi

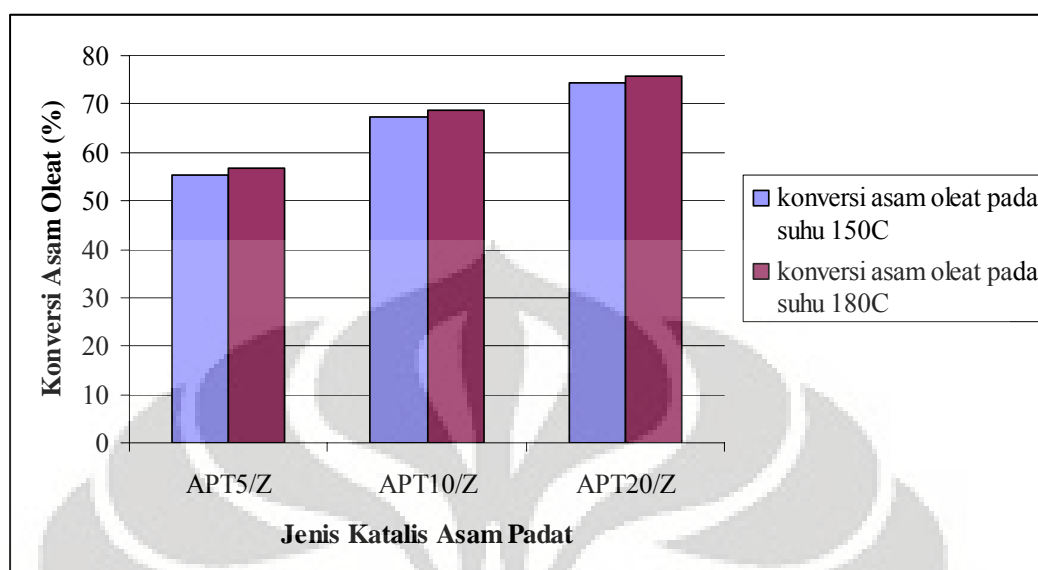
Reaksi esterifikasi berlangsung lambat dan bersifat endotermis. Jadi dalam penelitian ini, variasi suhu reaksi esterifikasi yang dilakukan adalah pada suhu 150°C dan 180°C.



Gambar 4.3 Pengaruh waktu terhadap konversi asam oleat pada reaksi esterifikasi dengan suhu 150°C dan 180°C [Rasio molar 1:6, berat katalis 5%]

Dari Gambar 4.3 terlihat bahwa konversi reaksi dipengaruhi oleh rasio molar yang digunakan, dimana pada waktu reaksi 7 jam dengan penggunaan rasio molar asam oleat:alkohol = 1:6 pada suhu reaksi 150°C dihasilkan konversi asam oleat sebesar : 55,20% (untuk APT5/Z), 67,34% (APT10/Z) dan 74,37% (APT20/Z), sedangkan dengan penggunaan suhu reaksi 180°C dihasilkan konversi asam oleat sebesar : 56,81% (APT5/Z), 68,85% (APT10/Z) dan 75,69% (APT20/Z). Jadi pengaruh kenaikan suhu akan meningkatkan konversi asam oleat.

Pengaruh suhu reaksi dengan katalis APT20/Z menghasilkan konversi asam oleat yang paling besar dengan peningkatan konversi 1,32% selama 7 jam.



Gambar 4.4 Pengaruh perubahan suhu reaksi terhadap konversi asam oleat

Dari Gambar 4.4 terlihat bahwa pengaruh perbedaan suhu reaksi sebesar 30°C ternyata tidak begitu signifikan memperlihatkan perbedaan konversi.

Pada penelitian ini, reaksi dilakukan dalam medium polar dimana oktanol yang digunakan merupakan golongan alkohol sebagai reaktan dan terjadinya produksi air selama reaksi berlangsung. Kehilangan air dalam APT didalam katalis selama proses reaksi dikompensasi oleh struktur Keggin dari anion phosphotungstat, sehingga mengakibatkan keasaman dari katalis tidak berubah signifikan, sehingga perubahan konversi antara suhu 150°C dan 180°C tidak begitu signifikan.

Dari Gambar 4.1, 4.2 dan 4.3 terlihat bahwa penggunaan katalis-katalis APT/Z berpengaruh besar terhadap kenaikan konversi reaksi asam oleat. Demikian juga penggunaan jumlah APT yang diimpregnasikan pada ZAL akan berpengaruh besar terhadap konversi reaksi dari asam oleat. Dimana dengan semakin besarnya APT yang diimpregnasikan, maka aktivitas katalis akan meningkat dengan pengaruh langsung pada peningkatan konversi reaksi dari asam oleat. Hal ini mengindikasikan bahwa aktivitas katalis dipengaruhi oleh besarnya APT yang diimpregnasikan pada ZAL dan juga karena APT memiliki tingkat keasaman yang tinggi, maka aktivitas katalis sangat dipengaruhi oleh

tingkat keasaman dari katalis APT/Z yang digunakan, sehingga tingkat keasaman dari katalis-katalis yang digunakan dapat dikelompokkan sebagai berikut : $APT20/Z > APT10/Z > APT5/Z$.

4.1.4 Perbandingan Penelitian ini dengan sebelumnya⁶⁾

Produk hasil penelitian ini dengan penggunaan katalis APT20/Z bergranula menghasilkan konversi tertinggi 75,69% lebih kecil dibandingkan dengan penggunaan katalis asam heteropoli pada serbuk zeolit pada penelitian Susanto⁶⁾ yang menghasilkan konversi 80,73%. Hal ini disebabkan karena penelitian ini menggunakan zeolit bergranula sehingga ukuran partikel zeolit menjadi lebih besar. Dengan demikian luas permukaan areanya lebih kecil bila dibandingkan serbuk zeolit, maka zat yang teradsorpsi oleh zeolit bergranula juga kurang baik. Selain itu zeolit dengan ukuran partikel yang lebih besar (bergranula), luas permukaan kontak dengan reaktan lebih kecil sehingga laju reaksi menjadi lebih lambat dibandingkan dengan serbuk zeolit. Selanjutnya dari faktor putaran sirkulasi, penelitian ini menggunakan 1100 rpm sehingga kontak reaktan dengan katalis berlangsung cepat dibandingkan dengan reaksi batch berpengaduk dengan kecepatan 480 rpm.⁶⁾

4.2 Penampilan Fisik Produk Esterifikasi

Produk hasil penelitian pelumas-bio skala laboratorium hasil dari reaksi esterifikasi asam oleat dengan oktanol dapat dilihat pada Gambar 4.5.



(a)

(b)

(c)

Gambar 4.5 Penampilan fisik secara visual a)oktanol; b)asam oleat; c)produk ester

4.3 Karakterisasi Pelumas-bio

Uji sifat fisika-kimia untuk produk ester yang dihasilkan meliputi pengukuran viskositas, densitas, analisis FTIR dan GC-MS. Pengukuran viskositas dan viskositas, yang merupakan alat analisis paling mudah, dimaksudkan untuk identifikasi awal perubahan sifat fisik dari proses konversi kimia. Pengambilan spektrum FTIR dimaksudkan untuk mengidentifikasi ada tidaknya perubahan serapan gugus fungsi, yang memperlihatkan telah terjadinya konversi kimia sedangkan analisis GC-MS untuk mengetahui komposisi penyusun dari produk.

Berdasarkan hasil konversi asam oleat terhadap waktu reaksi yang terbaik dari penelitian, maka data produk yang disajikan adalah data pengaruh suhu reaksi: 150°C (sebagai produk 1) dan 180°C (sebagai produk 2) pada waktu reaksi 7 jam dengan perbandingan mol asam oleat:alkohol = 1:6 dan banyaknya berat katalis 5% APT20/Z terhadap asam oleat.

4.3.1 Uji Viskositas dan Densitas

Viskositas adalah sifat yang penting. Pelumas digunakan untuk hal-hal yang berbeda tergantung viskositasnya. Viskositas menyatakan banyaknya energi yang dibutuhkan untuk mengalirkannya melalui pipa dan lainnya. Pengukuran viskositas kinematik dilakukan pada suhu 40°C dan 100°C, dari pengukuran viskositas dapat ditentukan indeks viskositas. Nilai viskositas suatu pelumas akan menunjukkan seberapa besar hambatan suatu fluida (pelumas) untuk dapat mengalir. Makin besar nilai viskositas suatu pelumas (makin kental) berarti makin besar hambatannya untuk mengalir. Ada dua hal yang harus diketahui tentang viskositas. Yang pertama adalah viskositas merupakan ukuran dari interaksi yang kompleks dari molekul-molekul dalam cairan. Yang kedua adalah viskositas berubah dengan cepat terhadap suhu.

Pengukuran pelumas dilakukan pada suhu 40°C dan 100°C, hal ini dimaksudkan untuk menghitung indeks viskositas. Indeks viskositas adalah suatu ukuran dari perubahan viskositas terhadap suhu. Viskositas pelumas akan turun jika suhu naik, sebaliknya viskositas akan naik jika suhu turun. Perubahan ini tidak akan sama untuk semua pelumas.

Struktur molekul mempengaruhi viskositas dari senyawa tersebut. Semakin besar struktur molekulnya, semakin besar pula hambatan yang dimilikinya untuk mengalir. Gaya tarik menarik antar molekul juga mempengaruhi viskositas suatu senyawa. Semakin besar gaya tarik menarik antar molekul, viskositasnya akan semakin besar. Adanya gugus polar ($-OH$) menyebabkan adanya gaya tarik-menarik antar molekul yang lebih besar.

Tabel 4.3 Pengaruh suhu reaksi 150°C terhadap viskositas produk 1

Jenis Katalis	Viskositas (cSt)		Indeks Viskositas (cSt/°C)
	T = 40°C	T = 100°C	
APT5/Z	13,8388	7,8696	0,0995
APT10/Z	14,7447	8,5194	0,1038
APT20/Z	15,3193	8,8843	0,1073

Tabel 4.4 Pengaruh suhu reaksi 180°C terhadap viskositas produk 2

Jenis Katalis	Viskositas (cSt)		Indeks Viskositas (cSt/°C)
	T = 40°C	T = 100°C	
APT5/Z	15,5683	9,4897	0,1013
APT10/Z	16,1325	9,7613	0,1062
APT20/Z	17,1840	10,2501	0,1156

Produk pelumas-bio hasil reaksi esterifikasi asam oleat dengan oktanol yang telah diukur densitas dan viskositas disajikan kembali dalam Tabel 4.5 sebagai perbandingan dengan data-data viskositas dan densitas hasil penelitian yang telah dilakukan oleh Susanto⁶⁾, Sukirno dkk.⁵⁾ serta Dormo dkk.²⁵⁾ Produk 1 dan produk 2 adalah produk yang dihasilkan dalam penelitian dengan suhu reaksi $T_1 = 150^\circ\text{C}$ dan $T_2 = 180^\circ\text{C}$ dengan kondisi operasi rasio molar asam oleat:oktanol = 1:6 dan APT20/Z = 5%.

Dari Tabel 4.5 dapat terlihat bahwa produk 2 memiliki densitas lebih besar dari produk 1 karena produk 2 memiliki persentase metil ester lebih besar dari produk 1 yang ditunjukkan dari hasil uji GC-MS yang disajikan pada tabel 4.7 sehingga bobot molekulnya besar dan mengakibatkan densitas produk 2 lebih

besar juga. Selain itu gaya tarik-menarik antar molekul (gaya dipol) juga mempengaruhi dimana semakin besar gaya tarik-menarik, maka densitas akan semakin besar. Produk 2 dianggap lebih baik dibanding produk 1 karena densitas dan viskositasnya lebih besar. Dimana untuk menjadi suatu pelumas yang memenuhi syarat harus mempunyai batasan kekentalan minimum.

Tabel 4.5 Densitas dan viskositas produk ester penelitian

Bahan/produk	Densitas (g/cm ³)	Viskositas (cSt)		Indeks Viskositas (cSt/°C)
		40°C	100°C	
produk 1	0,8608	15,3193	8,8843	0,1073
produk 2	0,8644	17,1840	10,2501	0,1156
oktil oleat 1 ⁺	0,837	7,073	2,82	0,071
oktil oleat 2 ⁺	0,824	7,544	3,76	0,063
EPOME gliserol ⁺⁺	0,882	35,4	6,9854	0,47
EPOME heksadekanol ⁺⁺	-	21,76	5,3446	0,27
HVI 160 S ⁺⁺	-	96,29	11,0035	1,42
Pelumas-bio (oleat ester) ⁺⁺⁺	0,864	6,39	2,28	0,0685
Pelumas sintetik DB-32 ⁺⁺⁺	0,925	9,03	2,70	0,1055

Sumber : ⁺ = hasil penelitian Susanto⁶⁾

⁺⁺ = hasil penelitian Sukirno dkk.⁵⁾

⁺⁺⁺ = hasil penelitian Dormo dkk.²⁶⁾

Dari Tabel 4.5 dapat terlihat juga produk hasil penelitian jika dibandingkan dengan produk hasil penelitian yang dilakukan Sukirno dkk.⁵⁾ yang menggunakan 3 tahapan reaksi yaitu transesterifikasi epoksidasi dan pembukaan cincin guna mendapatkan pelumas dasar bio (EPOME gliserol dan heksadekanol), maka terlihat lebih encer. Namun indeks viskositas kedua produk sintesis ternyata lebih baik. Sedangkan bila dibandingkan dengan produk ester hasil penelitian oleh Susanto⁶⁾ dan Dormo dkk.²⁶⁾ maka viskositas produk 1 dan 2 tidak berbeda signifikan. Dengan demikian mengacu pada hasil kesimpulan penelitian Dormo dkk.²⁶⁾ dan SNI pelumas¹⁴⁾, maka produk ester hasil penelitian ini kemungkinan

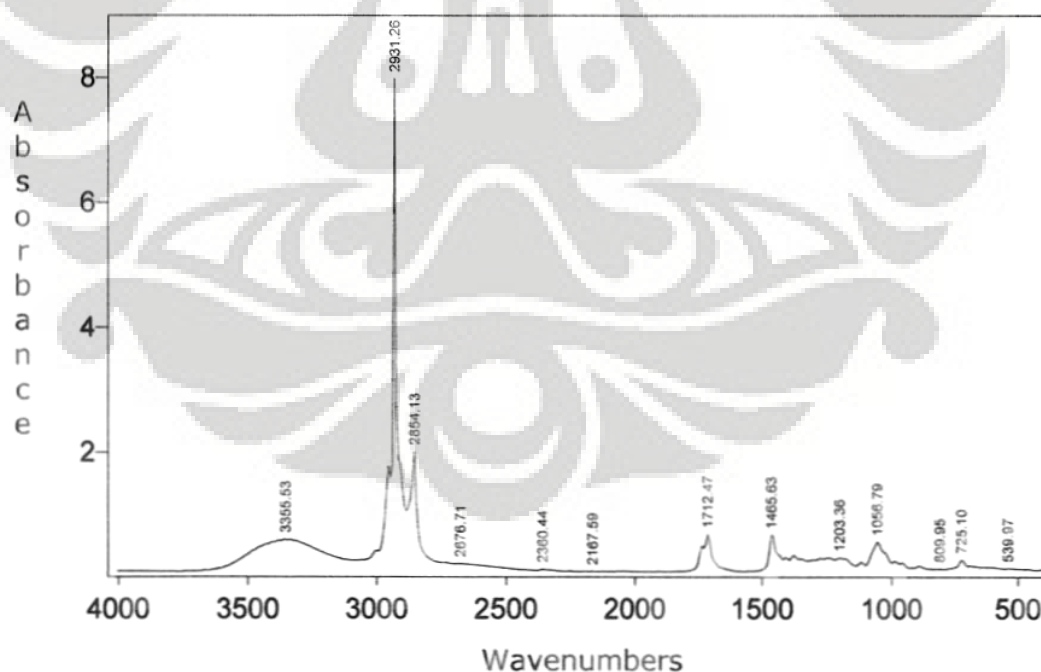
dapat digunakan pada kondisi peralatan berkecepatan tinggi dan rentang beban rendah seperti untuk mesin pendingin dan mesin pembuatan logam dan rantai.²⁶⁾ Akan tetapi perlu diperhatikan juga parameter yang lain seperti pengujian *total base number* (TBN), *foaming*, *total acid number* (TAN), keausan logam dan lain-lain apakah menyatakan suatu nilai dalam batasan yang aman atau tidak.

4.3.2 Analisis FTIR

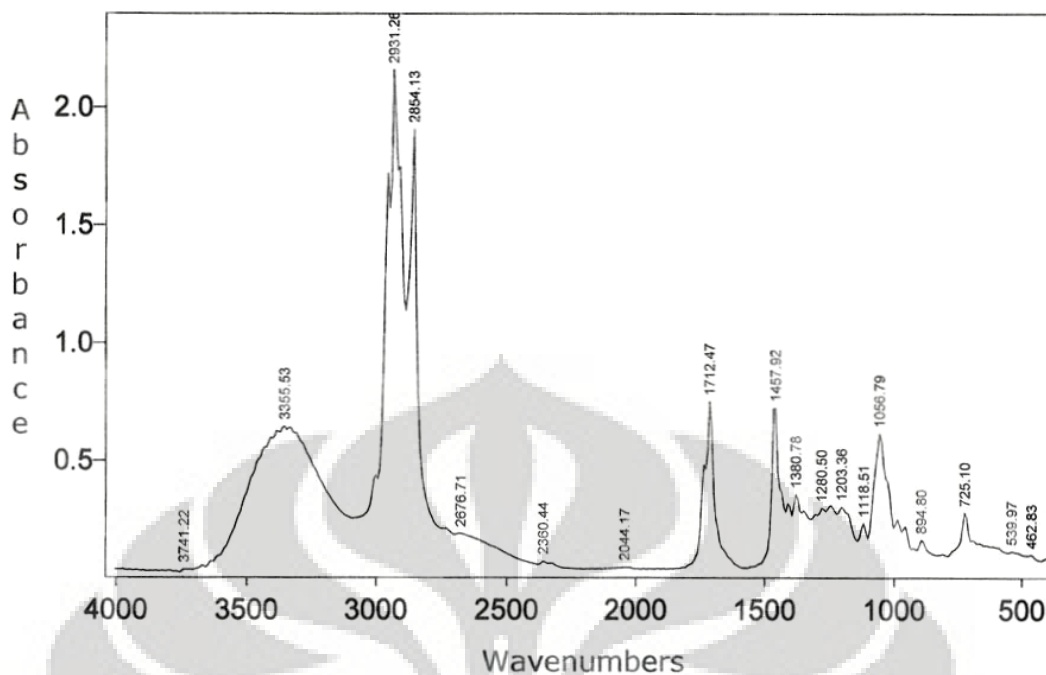
Pada penelitian ini digunakan FTIR (*Fourier Transform InfraRed Spectroscopy*) merupakan suatu alat untuk mengetahui atau mengidentifikasi jenis ikatan yang terbentuk berdasarkan panjang gelombang penyerapan (cm^{-1}).

Uji ini dilakukan untuk mengetahui perubahan gugus yang terjadi dengan modifikasi yang telah dilakukan. *Peak* yang terbentuk menunjukkan gugus yang ada pada struktur molekul dari produk tersebut.

Produk 1 dan produk 2 adalah produk yang dihasilkan dalam penelitian dengan suhu reaksi $T_1 = 150^\circ\text{C}$ dan $T_2 = 180^\circ\text{C}$ dengan kondisi operasi rasio molar asam oleat:oktanol = 1:6 dan APT20/Z = 5%.



Gambar 4.6 Spektrum FTIR untuk produk 1



Gambar 4.7 Spektrum FTIR untuk produk 2

Dari Gambar 4.6 dan 4.7 dapat dilihat bahwa produk hasil reaksi pada suhu 150°C dan 180°C, teridentifikasi *peak-peak* sebagai berikut:

- Gugus C–OH pada daerah panjang gelombang 3300–3600 cm^{-1} . Gugus C–OH tersebut berasal dari oktanol yang digunakan pada reaksi esterifikasi antara asam oleat dengan oktanol.
- Gugus karbonil (C=O) pada daerah panjang gelombang 1600–1820 cm^{-1} .
- Gugus C–O pada daerah panjang gelombang 1000–1300 cm^{-1} .

Gugus C=O dan C–O tersebut membuktikan bahwa terdapat senyawa ester pada produk hasil penelitian.

Dapat dilihat juga bahwa tidak terdapat gugus rangkap C=C yang biasanya berada pada daerah panjang gelombang 1600–1680 cm^{-1} sehingga mengindikasikan bahwa semua gugus C=C dari asam lemak tak jenuh yang terdapat pada asam oleat minyak sawit telah bereaksi.

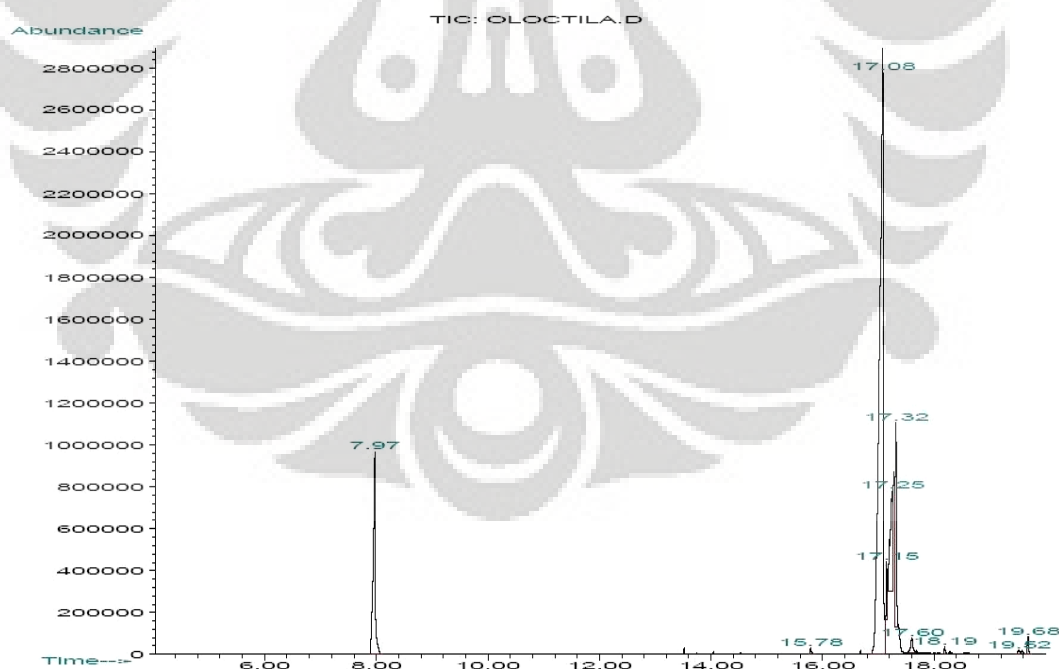
Hal lain yang dapat diperhatikan dari spektrum FTIR ini adalah perbandingan luas dari *peak* gugus –OH dengan luas *peak* gugus C=O dapat digunakan untuk menunjukkan besarnya konsentrasi gugus –OH yang terdapat pada senyawa tersebut. Dari spektrum FTIR yang dihasilkan dari senyawa produk hasil reaksi pada suhu 180°C dan suhu 150°C, dapat dilihat bahwa perbandingan

luas dari *peak* gugus –OH dengan luas *peak* gugus C=O untuk produk hasil reaksi pada suhu 180°C lebih besar daripada produk hasil reaksi pada suhu 150°C. Hal ini mengindikasikan gugus –OH yang terkandung dalam produk pelumas-bio yang direaksikan pada suhu 180°C lebih banyak kandungannya dibandingkan produk hasil reaksi pada suhu 150°C.

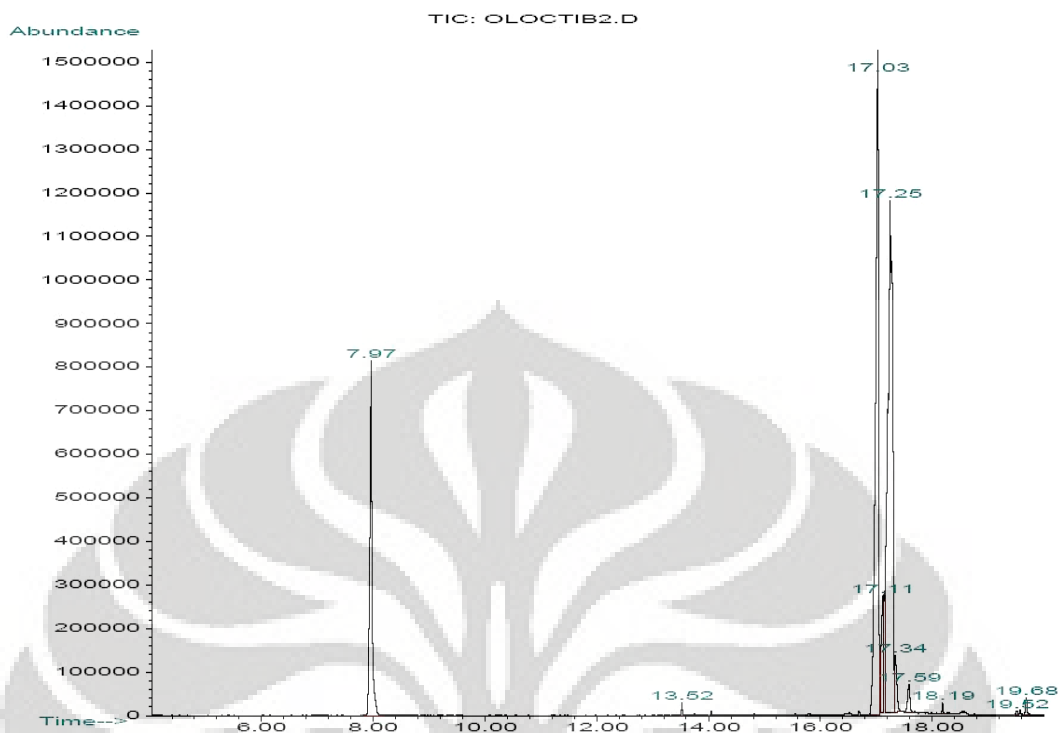
4.3.3 Uji GC-MS

Uji GC-MS dilakukan untuk mengetahui kandungan dari produk hasil ester yang terbentuk. Dari hasil analisis dengan GC-MS didapatkan hasil komponen-komponen yang terkandung didalam produk yang beraneka ragam dan juga konsentrasi masing-masing senyawa tersebut. Secara kualitatif dan kuantitatif GC-MS memberikan informasi kandungan hidrokarbon sesuai dengan berat molekulnya, kemudian dari berbagai macam senyawa hidrokarbon yang terdapat di dalamnya dapat diklasifikasikan menurut panjang rantai hidrokarbon.

Grafik uji GC-MS pada produk 1 diperlihatkan pada Gambar 4.8 sedangkan pada produk 2 diperlihatkan pada Gambar 4.9.



Gambar 4.8 Grafik GC-MS produk 1



Gambar 4.9 Grafik GC-MS produk 2

Tabel 4.6 Hasil Analisis GC-MS pada produk 1

No.	Senyawa	Konsentrasi (%)
1.	Acetic acid, trifluoro-, octyl ester	13,41
2.	Hexadecanoic acid	0,27
3.	9-Hexadecenoic acid, Oleic Acid	68,35
4.	Octadecanoic acid, Oleic Acid	1,50
5.	9-Octadecenoic acid (Z)-, octadecyl e	7,07
6.	Oleic acid, eicosyl ester ; 15-Octadecenoic acid, methyl ester ; 10-Octadecenoic acid, methyl ester	7,29
7.	1-Octadecanethiol	0,96
8.	Octane, 2-iodo-	0,21
9.	1,13-Tetradecadiene	0,21
10.	Cyclooctane	0,74

Tabel 4.7 Hasil Analisis GC-MS pada produk 2

No.	Senyawa	Konsentrasi (%)
1.	1-Octanol, 4-Heptenal	14,25
2.	Heptadecane,	0,19
3.	9-Hexadecenoic acid, Oleic Acid	33,73
4.	9-Oxabicyclo[6.1.0]nonane, Oleic Acid	3,46
5.	15-Octadecenoic acid, methyl ester ; Oleic Acid; 10-Octadecenoic acid, methyl ester	44,26
6.	Oleic Acid, Cyclohexane	2,02
7.	1-Octadecanethiol; Cyclooctane; 1-Tridecene	1,32
8.	Cyclopentanol, 3-methyl- Decane, 2-methyl- Hydroxylamine, O-(2-methylpropyl)-	0,21
9.	Oxirane, tetradecyl-; 8-Dodecenol	0,13
10.	Cyclohexanone, 4-methyl-	0,43

Dari Tabel 4.6 hasil analisis GC-MS untuk produk hasil reaksi esterifikasi dengan rasio molar asam oleat:oktanol adalah 1:6 menggunakan katalis APT20/Z pada suhu 150°C dapat dilihat bahwa produk yang diharapkan terbentuk yaitu gugus oktil ester teridentifikasi sebesar 13,41% dan gugus metil ester dengan rantai C-panjang (C₁₉) sebesar 7,29% sehingga total ester pada produk 1 adalah 20,70%.

Dari Tabel 4.7 hasil analisis GC-MS untuk produk hasil reaksi esterifikasi dengan rasio molar asam oleat:oktanol adalah 1:6 menggunakan katalis APT20/Z pada suhu 180°C dapat dilihat bahwa produk yang diharapkan terbentuk yaitu gugus oktil ester tidak ada yang teridentifikasi, gugus yang teridentifikasi adalah gugus metil ester sebesar 44,26%, tetapi dari total rantai C-nya (C₁₉) masuk dalam klasifikasi sebagai pelumas-bio.⁴⁾ Beberapa faktor yang mungkin menyebabkan tidak teridentifikasinya gugus oktil ester pada hasil reaksi suhu 180°C, diantaranya adalah terjadinya peristiwa pemutusan ikatan hidrokarbon tidak jenuh dari asam oleat oleh katalis APT20/Z. Pemutusan pada ikatan oleat disebabkan adanya serangan elektron oleh ikatan rangkap terhadap H⁺ atau asam Bronsted yang terdapat pada permukaan katalis. Hal tersebut mengakibatkan terbentuknya

karbokation pada atom karbon ikatan rangkap yang kekurangan elektron, serangan tersebut juga disebabkan adanya ikatan antara hidrogen pada katalis dengan karbon ikatan rangkap. Selain itu adalah munculnya reaksi samping, seperti dehidrasi alkohol.¹⁸⁾ Dehidrasi alkohol ini dapat terjadi dengan adanya kehadiran katalis asam kuat dan pemanasan sehingga menghasilkan alkena pada suhu tinggi (180°C), eter pada suhu sedang (140°C) dan ester pada suhu rendah. Alkena atau olefin ini dapat bergabung dengan gugus karbonil maupun berpolimerisasi.



BAB 4 KESIMPULAN

1. Dari berbagai macam variasi kondisi reaksi, memperlihatkan bahwa penggunaan katalis APT20/Z memiliki pengaruh terbesar pada konversi asam oleat. Dimana konversi terbesar, yaitu 75,69% dihasilkan dengan rasio mol asam oleat:oktanol = 1 : 6, berat katalis Wk = 5% pada suhu reaksi T = 180°C selama 7 jam dengan putaran sirkulasi 1100 rpm.
2. Peningkatan jumlah katalis APT20/Z yang digunakan dari 2% ke 5% berat asam oleat, memberikan pengaruh terhadap peningkatan konversi asam oleat sebesar 2,99%.
3. Pengaruh peningkatan rasio molar 1:3 dan 1:6, memberikan pengaruh konversi asam oleat terbesar dengan penggunaan berat katalis APT20/Z terhadap asam oleat sebesar 5% pada suhu 150°C.
4. Perubahan suhu reaksi dari 150°C ke 180°C, ternyata tidak memberikan pengaruh signifikan pada konversi asam oleat. Hal ini disebabkan karena struktur Keggin dari anion asam phosphotungstat yang merupakan jenis asam heteropoli mengkompensasi kehilangan H⁺ dari air ataupun organik polar, sehingga tingkat keasaman dari APT dapat diindikasikan tidak berubah.
5. Penampilan visual produk pada penelitian ini berwarna kuning muda keruh dibandingkan warna asam oleat dengan viskositas 15,3193 cSt (T=40°C) dan 8,8843 cSt (T=100°C) serta densitas 0,8608 g/cm³ untuk produk 1 dan 17,1840 (40°C) dan 10,2501 cSt (100°C) serta densitas 0,8644 g/cm³ untuk produk 2.
6. Analisis FTIR didapatkan gugus C=O dan C-O yang membuktikan bahwa terdapat senyawa ester pada produk hasil penelitian.
7. Analisis GC-MS didapatkan kandungan oktil ester pada produk 1, sedangkan pada produk 2 adalah metil ester, tetapi masih masuk ke dalam klasifikasi ester pelumas-bio.
8. Konversi asam oleat dengan katalis APT20/Z bergranula memberikan hasil 75,69% lebih rendah dibandingkan penelitian sebelumnya di DTK FT UI dengan katalis serbuk HPW20/Z yang memberikan konversi 80,73%.

DAFTAR REFERENSI

- [1] Mang T., (2001), "Lubricants in The Environment, in Lubricants and Lubrication", ed. by Mang T and Dresel W. Wiley-VCH, Weinheim, hlm.1-6.
- [2] Wagner, H., dkk., (2001), "Lubricant Base Fluids Based On Renewable Raw Materials Their Catalytic Manufacture And Modification", Applied Catalysis A: General 221, hlm.429-442.
- [3] Schuchardt, U., dkk., (1998), "Transesterification of Vegetable Oils: A Review", J. Braz. Chem. Soc., Vol. 9, No. 1, hlm.199-210.
- [4] Araujo, L.R.R., dkk., (2006), " $\text{H}_3\text{PO}_4/\text{Al}_2\text{O}_3$ Catalyst: Characterization And Catalytic Evaluation Of Oleic Acid Conversion To Biofuels And Biolubricants", Material Research, Vol.9 No.2, hlm.181-184.
- [5] Sukirno, dkk., (2006), "Formulasi Pelumas berbasis Minyak Sawit Sawit", Laporan penelitian RUSNAS Industri Hilir Kelapa Sawit.
- [6] Susanto, B.H., (2008), "Sintesis Pelumas Dasar Bio Melalui Esterifikasi Asam Oleat Menggunakan Katalis Asam Heteropoli/Zeolit, Tesis, DTK FT UI, Depok.
- [7] Hardjono, A., (2001), "Teknologi Minyak Bumi", Gadjah Mada University Press, Yogyakarta.
- [8] Klaus, E.E, C.C.J, Wang, and J.L. Duda., (1992), "Thin Film Deposition Behavior Of Lubricants as A Function Of Temperature", Jurnal The Society Of Trybologists and Lubrication Engineer.
- [9] Mortier, R.M., dan Orszurik S.T., (1997), "Chemistry and Technology of Lubricant", Blackie Academic and Profesional an Imprint of Chapman & Hall. Glasgow London.

- [10] Ilham, M. Aris. P dan Zaenal A., (2000),” Pengendalian Mutu Pelumas Dengan Analisa Laboratorium”, Laporan Kerja Praktek Jurusan DTK FTUI, Depok.
- [11] Sreepersanth, P.S., dkk., (2006), “Hydrophobic, Solid Acid Catalysts For Production Of Biofuel And Lubricants”, Applied Catalysis A : General.
- [12] Fenjery, Yunita, (2006), “Pembuatan dan Karakterisasi Epome Gliserol dan Epome Monoalkohol sebagai Pelumas Foodgrade”, Skripsi, DTK FTUI, Depok.
- [13] Sukirno, (2005), “Pembuatan Pelumas Dasar Foodgrade Berbasis Minyak Sawit untuk Industri Pangan”, Proposal Hibah Bersaing Perguruan Tinggi (XIV), Depok.
- [14] _____, (2008), “SNI Pelumas”,<http://www.bsn.or.id/files/sni/SNI%2006-7069.1-10-2005.pdf>.
- [15] Masjuki, H., dan M.A.Maleque, M.A., (1999), “Investigation Of Antiwear Charasterictic Of Palm Oil Methyl Ester Using a Four Ball Tribometer Test”, Elsevier Science Press.
- [16] Solomos, G., (1978), “Organic Chemistry”, John Wiley & Sons, New York.
- [17] Fox, N.J. dan Stachowiak, G.W., (2006), “Vegetable Oil-Based Lubricants - A Review Of Oxidation”, Trybology International.
- [18] Fessenden, R.J., dan Fessenden, J.S., (1990), “Kimia Organik”, Edisi ke-1, Penerbit Erlangga.
- [19] _____, (2008), “Octanol”, <http://en.wikipedia.org/wiki/octanol.html>.
- [20] Sreepersanth, P.S., dkk., (2006), “Hydrophobic, Solid Acid Catalysts For Production Of Biofuel And Lubricants”, Applied Catalysis A : General.

- [21] Andriyani, (2005), “Senyawa Heteropolyacid Sebagai Katalis Pada Sistem Homogen Dalam Pelarut Organik”, Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Sumatera Utara.
- [22] Anna, (2004), “Pembuatan Zeolit dari Kaolin dan Aplikasinya Sebagai Penyaring Beberapa Kelas Molekul Hidrokarbon”, FMIPA UI, Depok.
- [23] Breck, D.W., (1974), “Zeolite Molecular Sieves”. Wiley-Interscience, New York.
- [24] Dyer, A., (1988), “Introduction to Zeolite Molecular Sieves”, John Willey and Sons, Chichester.
- [25] Suryani, I., (1998), “Kemampuan Zeolit Alam Malang dalam Menyerap Ion Pb^{2+} dan Uji Aplikasinya Sebagai Campuran Limbah Padat Untuk Pembuatan Batako”, FMIPA UI, Depok: xii + 45 hlm.
- [26] Dermo, N., dkk., (2004),. “Manufactur of an Environmental-Safe Biolubricant from Fusel Oil by Enzymatic Esterification in Solvent-Free System”, Biochemical Engineering Journal, 21.



LAMPIRAN

LAMPIRAN A

1. Perhitungan Jumlah Reaktan Dan Katalis Yang Diperlukan Dalam Reaksi

a. Reaksi Esterifikasi pada rasio molar 1:3 dan berat katalis 2%.

Jumlah reaktan :

$$V \text{ oktanol} = 40 \text{ mL}$$

$$\rho \text{ oktanol} = 0.8255 \text{ g/mL}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa 98\% g oktanol} &= 0.98 \times 25 \text{ mL} \times 0.8255 \text{ g/mL} \\ &= 32.3596 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol oktanol} &= \frac{32.3596 \text{ g}}{130.23 \text{ g/mol}} \\ &= 0.24848 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\text{Mol as.oleat} = \frac{1}{3} \times \text{Mol oktanol}$$

$$= \frac{1}{3} \times 0.24848 \text{ mol}$$

$$= 0.0828 \text{ mol}$$

$$\text{Massa as.oleat} = 282.47 \text{ g/mol} \times 0.0828 \text{ mol}$$

$$= 23.3961 \text{ g}$$

$$\rho \text{ as.oleat} = 0.8935 \text{ g/mL}$$

$$\begin{aligned} V \text{ as.oleat} &= \frac{23.3961 \text{ g}}{0.8935 \text{ g/mL}} \end{aligned}$$

$$= 26.1848 \text{ mL}$$

Jumlah Katalis Yang Diperlukan :

$$\text{Massa katalis zeolit} = 2\% \times 23.3961 \text{ g}$$

$$= 0.4679 \text{ g}$$

b. Reaksi Esterifikasi pada rasio molar 1:6 dan berat katalis 5%.

Jumlah reaktan :

$$\begin{aligned} V \text{ oktanol} &= 50 \text{ mL} \\ \rho \text{ oktanol} &= 0.8255 \text{ g/mL} \\ \text{Massa 98\% g oktanol} &= 0.98 \times 50 \text{ mL} \times 0.8255 \text{ g/mL} \\ &= 40.4495 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol oktanol} &= \frac{40.4495 \text{ g}}{130.23 \text{ g/mol}} \\ &= 0.3106 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol as.oleat} &= \frac{1}{6} \times \text{Mol oktanol} \\ &= \frac{1}{6} \times 0.3106 \text{ mol} \\ &= 0.0518 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa as.oleat} &= 282.47 \text{ g/mol} \times 0.0518 \text{ mol} \\ &= 14.6226 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\rho \text{ as.oleat} = 0.8935 \text{ g/mL}$$

$$\begin{aligned} V \text{ as.oleat} &= \frac{14.6226 \text{ g}}{0.8935 \text{ g/mL}} \\ &= 16.3655 \text{ mL} \end{aligned}$$

Jumlah Katalis Diperlukan :

$$\begin{aligned} \text{Massa katalis zeolit} &= 5\% \times 14.6226 \text{ g} \\ &= 0.7311 \text{ g} \end{aligned}$$

2. Perhitungan Bilangan Asam dan Persentase Konversi

a. Standardisasi KOH

Pengulangan	w KHP (g)	V KOH(mL)	N KOH (N)	N KOH (N)
1.	105.1	12.14	0.0424	0.0424
2.	113.7	13.12	0.0424	
3.	108.2	12.50	0.0424	

Contoh Perhitungan :

$$\text{konsentrasi KOH} = \frac{W_{\text{KHP}}}{(V_{\text{KOH}} \cdot Bst_{\text{KHP}})}$$

$$\begin{aligned} \text{konsentrasi KOH} &= \frac{105.1}{(12.14 \times 204.21)} \\ &= 0.0424\text{N} \end{aligned}$$

b. Perhitungan Bilangan Asam (BA) pada Asam Oleat

$$\text{BA} = \frac{(V_t - V_b) \cdot N \cdot \text{Bst}_{\text{KOH}}}{W_s}$$

$$\begin{aligned} V_t &= 88 \text{ mL} \\ V_b &= 0.4 \text{ mL} \\ N &= 0.0424 \text{ N} \\ W_s &= 1.0329 \text{ gram} \\ \text{BA} &= 201.77 \\ \text{BA} &= \frac{(88 - 0.4) \times 0.0424 \times 56.11}{1.0329} \\ &= 201.77 \end{aligned}$$

Jadi BA sebelum reaksi adalah 201.77

c. Perhitungan Persentase Konversi

$$\% \text{Konversi} = \frac{\text{BA sebelum reaksi} - \text{BA setelah reaksi}}{\text{BA sebelum reaksi}} \times 100\%$$

Volume blangko sample 2 mL etanol setelah reaksi = 0.04 mL

Contoh perhitungan BA dan %Konversi produk (APT5/Z dengan rasio molar 1:3, $W_k = 2\%$ dan $T = 150^\circ\text{C}$) setelah reaksi :

$$\begin{aligned} \text{BA} &= \frac{\left(\frac{(5.18 - 0.04) \times 0.0424 \times 56.11}{0.0631} \right) + \left(\frac{(5.36 - 0.04) \times 0.0424 \times 56.11}{0.0653} \right)}{2} \\ &= 193.81 \end{aligned}$$

Jadi BA setelah reaksi adalah 193.81

$$\begin{aligned} \% \text{Konversi} &= \frac{201.77 - 193.81}{201.77} \times 100\% \\ &= 3.95\% \end{aligned}$$

- APT5/Z dengan rasio molar 1:3, Wk = 2% dan T = 150°C

Pengulangan I		Pengulangan II		BA	% Konversi (%)
w (g)	V (mL)	w (g)	V (mL)		
0.0631	5.18	0.0653	5.36	193.81	3.95
0.0536	4.14	0.0557	4.30	181.97	9.81
0.0582	3.90	0.0606	4.04	157.41	21.99
0.0690	4.38	0.0684	4.34	149.60	25.86
0.0562	3.36	0.0554	3.30	140.27	30.48
0.0536	2.98	0.0557	3.08	130.17	35.49
0.0582	3.00	0.0606	3.08	120.17	40.44
0.069	3.46	0.0836	4.08	116.44	42.29

- APT10/Z dengan rasio molar 1:3, Wk = 2% dan T = 150°C

Pengulangan I		Pengulangan II		BA	% Konversi (%)
w (g)	V (mL)	w (g)	V (mL)		
0.0584	4.62	0.0574	4.54	186.54	7.55
0.0597	4.02	0.0613	4.12	158.47	21.46
0.0659	3.80	0.0568	3.28	135.72	32.73
0.0525	2.86	0.0780	4.22	127.64	36.74
0.0598	2.88	0.0622	2.98	112.72	44.14
0.0597	2.72	0.0613	2.78	106.57	47.18
0.0659	2.90	0.0568	2.50	103.14	48.88
0.064	2.70	0.0554	2.34	98.82	51.02

- APT20/Z dengan rasio molar 1:3, Wk = 2% dan T = 150°C

Pengulangan I		Pengulangan II		BA	% Konversi (%)
w (g)	V (mL)	w (g)	V (mL)		
0.0537	4.10	0.0693	5.26	179.54	11.02
0.0600	3.88	0.0626	4.04	152.14	24.60
0.0625	3.48	0.0641	3.56	130.79	35.18
0.064	3.14	0.0632	3.10	115.21	42.90
0.0606	2.68	0.0584	2.58	103.56	48.68
0.0567	2.32	0.0582	2.38	95.66	52.59
0.06	2.38	0.0626	2.48	92.76	54.03
0.0571	2.10	0.0501	1.84	85.65	57.55

- APT5/Z dengan rasio molar 1:3, Wk = 5% dan T = 150°C

Pengulangan I		Pengulangan II		BA	% Konversi (%)
w (g)	V (mL)	w (g)	V (mL)		
0.1064	9.22	0.1082	9.36	197.11	6.48
0.1132	9.16	0.1121	9.06	183.95	12.73
0.1015	7.26	0.1022	7.30	160.71	23.75

0.1000	6.80	0.1019	6.92	152.24	27.77
0.1164	7.30	0.1108	6.94	140.73	33.23
0.1110	6.48	0.102	5.98	130.23	38.21
0.1099	6.00	0.1105	6.02	121.11	42.54
0.1164	6.10	0.1155	6.04	116.34	44.80

- APT10/Z dengan rasio molar 1:3, $W_k = 5\%$ dan $T = 150^\circ\text{C}$

Pengulangan I		Pengulangan II		BA	% Konversi (%)
w (g)	V (mL)	w (g)	V (mL)		
0.1246	10.42	0.1176	9.86	191.35	9.22
0.1151	8.18	0.1115	7.92	160.63	23.79
0.1115	6.90	0.1022	6.34	138.48	34.30
0.1100	6.28	0.1112	6.34	127.13	39.68
0.1072	5.42	0.1075	5.40	111.03	47.32
0.1185	5.58	0.1157	5.44	103.82	50.74
0.1123	5.20	0.1135	5.24	101.57	51.81
0.1099	5.00	0.1115	5.04	99.29	52.89

- APT20/Z dengan rasio molar 1:3, $W_k = 5\%$ dan $T = 150^\circ\text{C}$

Pengulangan I		Pengulangan II		BA	% Konversi (%)
w (g)	V (mL)	w (g)	V (mL)		
0.1164	9.32	0.1182	9.44	182.13	13.59
0.111	7.42	0.1121	7.48	150.36	28.66
0.1166	6.66	0.1171	6.78	128.67	38.95
0.1164	6.16	0.1182	6.24	117.64	44.19
0.1123	4.92	0.1135	4.96	95.67	54.61
0.1154	4.78	0.1269	5.20	90.14	57.23
0.1180	4.60	0.1060	4.16	84.53	59.89
0.1102	4.26	0.1267	4.82	83.16	60.54

- APT5/Z dengan rasio molar 1:6, $W_k = 5\%$ dan $T = 150^\circ\text{C}$

Pengulangan I		Pengulangan II		BA	% Konversi (%)
w (g)	V (mL)	w (g)	V (mL)		
0.0518	3.98	0.0600	4.60	180.88	10.35
0.0527	3.30	0.0513	3.20	146.86	27.22
0.0500	2.62	0.0701	3.64	122.47	39.30
0.0774	3.68	0.0675	3.20	111.63	44.67
0.0550	2.48	0.0557	2.50	105.31	47.81
0.0539	2.38	0.0579	2.54	103.00	48.95
0.0628	2.58	0.0573	2.34	95.86	52.49
0.0594	2.30	0.0543	2.1	90.39	55.20

- APT10/Z dengan rasio molar 1:6, $W_k = 5\%$ dan $T = 150^\circ\text{C}$

Pengulangan I		Pengulangan II		BA	% Konversi (%)
w (g)	V (mL)	w (g)	V (mL)		
0.0607	4.60	0.0603	4.56	178.53	11.52
0.0570	3.28	0.0498	2.86	134.97	33.10
0.0562	2.72	0.0663	3.20	113.42	43.79
0.0518	2.14	0.0799	3.26	96.16	52.34
0.0593	2.04	0.0547	1.88	80.13	60.29
0.0512	1.74	0.0596	2.00	78.62	61.04
0.0587	1.82	0.0671	2.08	72.24	64.20
0.0562	1.60	0.068	1.92	65.91	67.34

- APT20/Z dengan rasio molar 1:6, $W_k = 5\%$ dan $T = 150^\circ\text{C}$

Pengulangan I		Pengulangan II		BA	% Konversi (%)
w (g)	V (mL)	w (g)	V (mL)		
0.0533	3.84	0.0660	4.74	169.52	15.99
0.0604	3.34	0.0831	4.56	126.69	35.72
0.0606	2.80	0.0541	2.50	108.27	46.34
0.0588	2.38	0.0614	2.48	94.61	53.11
0.0522	1.68	0.0594	1.90	74.62	63.02
0.0544	1.60	0.0612	1.78	67.93	66.33
0.0535	1.44	0.0591	1.58	62.12	69.21
0.0577	1.30	0.0601	1.34	51.71	74.37

- APT5/Z dengan rasio molar 1:6, $W_k = 5\%$ dan $T = 180^\circ\text{C}$

Pengulangan I		Pengulangan II		BA	% Konversi (%)
w (g)	V (mL)	w (g)	V (mL)		
0.0548	4.16	0.0564	4.28	178.86	11.36
0.0618	3.82	0.0692	4.24	144.95	28.16
0.0632	3.26	0.0516	2.66	121.00	40.03
0.0516	2.42	0.0655	3.06	109.71	45.63
0.0565	2.50	0.0515	2.28	103.53	48.69
0.0609	2.62	0.0622	2.66	100.50	50.19
0.0593	2.40	0.0603	2.44	94.69	53.07
0.0616	2.30	0.0689	2.56	87.15	56.81

- APT10/Z dengan rasio molar 1:6, $W_k = 5\%$ dan $T = 180^\circ\text{C}$

Pengulangan I		Pengulangan II		BA	% Konversi (%)
w (g)	V (mL)	w (g)	V (mL)		
0.0592	3.96	0.0622	4.14	157.18	22.10
0.0860	4.82	0.0762	4.26	131.99	34.58
0.0517	2.44	0.0552	2.60	110.39	45.29
0.0521	2.10	0.0622	2.50	94.08	53.37

0.0585	1.96	0.0562	1.88	77.99	61.35
0.0533	1.72	0.0584	1.88	74.97	62.84
0.0547	1.66	0.0599	1.80	70.18	65.22
0.0641	1.74	0.0623	1.68	62.86	68.85

- APT20/Z dengan rasio molar 1:6, Wk = 5% dan T = 180°C

Pengulangan I		Pengulangan II		BA	% Konversi (%)
w (g)	V (mL)	w (g)	V (mL)		
0.0628	4.00	0.0524	3.34	149.92	25.70
0.0612	3.14	0.0548	2.8	120.16	40.44
0.0586	2.56	0.0651	2.82	101.95	49.47
0.0672	2.50	0.0631	2.34	86.90	56.93
0.0586	1.78	0.0582	1.76	70.48	65.07
0.0534	1.50	0.0635	1.76	64.74	67.91
0.0624	1.60	0.0631	1.60	59.15	70.69
0.0522	1.12	0.0555	1.18	49.04	75.69

3. Perhitungan Densitas pada Produk Penelitian

Piknometer kosong = 11.5700 gram

Piknometer + air = 16.6828 gram

Massa air = 5.1128 gram

Densitas air std = 0.9962 gram/cm³

Volume air std = 5.1323 cm³

T = 28.5 °C

$$\rho = \frac{0,99983952 + 0,01694517T - 0,7987040110^{-5}T^2 - 0,4617046110^{-7}T^3 + 0,1055630210^{-9}T^4 - 0,2805425310^{-13}T^5}{1 + 0,01687985T}$$

$$\text{Volume air (std)} = \frac{\text{Massa air dalam piknometer}}{\text{Densitas air (std)}}$$

$$\text{Densitas produk} = \frac{(\text{berat piknometer} + \text{produk}) - \text{berat piknometer}}{\text{volume air standard}}$$

Contoh perhitungan densitas produk (APT5/Z; Wk=2%; 1:3; T150) :

$$\begin{aligned} \text{Volume air (std)} &= \frac{5.1128}{0.9962} \\ &= 5.1323 \text{ cm}^3 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Densitas produk} &= \frac{15.9431 - 11.5700}{5.1323} \\ &= 0.8521 \text{ g/cm}^3 \end{aligned}$$

Variasi Sampel	Piknometer + Sampel (g)			Sampel (g)	Densitas (g/cm ³)
	I	II	Rata ²		
APT5/Z;Wk=2%;1:3;T150	15.9432	15.9429	15.9431	4.3731	0.8521
APT10/Z;Wk=2%;1:3;T150	15.9469	15.9456	15.9463	4.3763	0.8527
APT20/Z;Wk=2%;1:3;T150	15.9499	15.9529	15.9514	4.3814	0.8537
APT5/Z;Wk=2%;1:3;T150	15.9577	15.9567	15.9572	4.3872	0.8548
APT10/Z;Wk=2%;1:3;T150	15.9601	15.9589	15.9595	4.3895	0.8553
APT20/Z;Wk=2%;1:3;T150	15.9618	15.9614	15.9616	4.3916	0.8557
APT5/Z;Wk=5%;1:6;T150	15.9654	15.9648	15.9651	4.3951	0.8564
APT10/Z;Wk=5%;1:6;T150	15.9701	15.9697	15.9699	4.3999	0.8573
APT20/Z;Wk=5%;1:6;T150	15.9876	15.9878	15.9877	4.4177	0.8608
APT5/Z;Wk=5%;1:6;T150	15.9678	15.9687	15.9683	4.3983	0.8602
APT10/Z;Wk=5%;1:6;T180	15.9789	15.9756	15.9773	4.4073	0.8620
APT20/Z;Wk=5%;1:6;T180	15.9888	15.9897	15.9893	4.4193	0.8644

4. Perhitungan Viskositas pada Produk Penelitian

a. Perhitungan viskositas pada suhu 40°C

$$V = C \times t$$

Dimana C = 0.0943

Contoh perhitungan viskositas produk (APT5/Z;Wk=2%;1:3;T150) :

$$\begin{aligned} \text{Viskositas} &= 0.0943 \times 117.36 \\ &= 11.0674 \text{ cSt} \end{aligned}$$

Variasi Sampel	Waktu (s)				V (cSt)
	I	II	III	Rata ²	
APT5/Z;Wk=2%;1:3;T150	117.75	117.11	117.23	117.36	11.0674
APT10/Z;Wk=2%;1:3;T150	128.34	129.19	128.75	128.76	12.1421
APT20/Z;Wk=2%;1:3;T150	143.65	143.43	142.89	143.32	13.5154
APT5/Z;Wk=2%;1:3;T150	118.34	118.92	118.77	118.68	11.1912
APT10/Z;Wk=2%;1:3;T150	129.84	129.29	128.99	129.37	12.1999
APT20/Z;Wk=2%;1:3;T150	144.32	143.97	144.12	144.14	13.5921
APT5/Z;Wk=5%;1:6;T150	146.86	146.11	147.29	146.75	13.8388
APT10/Z;Wk=5%;1:6;T150	156.76	156.98	155.34	156.36	14.7447
APT20/Z;Wk=5%;1:6;T150	162.76	161.62	162.98	162.45	15.3193
APT5/Z;Wk=5%;1:6;T150	164.72	165.12	165.44	165.09	15.5683
APT10/Z;Wk=5%;1:6;T180	171.12	170.78	171.33	171.08	16.1325
APT20/Z;Wk=5%;1:6;T180	182.50	182.31	181.87	182.23	17.1840

b. Perhitungan viskositas pada suhu 100°C

Variasi Sampel	Waktu (s)				V (cSt)
	I	II	III	Rata2	
APT5/Z;Wk=2%;1:3;T150	33.53	33.87	33.87	33.76	3.1833
APT10/Z;Wk=2%;1:3;T150	35.85	36.44	35.42	35.90	3.3857
APT20/Z;Wk=2%;1:3;T150	42.02	42.10	42.78	42.30	3.9889
APT5/Z;Wk=2%;1:3;T150	33.53	33.98	34.19	33.90	3.1968
APT10/Z;Wk=2%;1:3;T150	37.12	37.20	37.98	37.43	3.5300
APT20/Z;Wk=2%;1:3;T150	47.32	47.43	47.34	47.36	4.4664
APT5/Z;Wk=5%;1:6;T150	83.24	83.46	83.66	83.45	7.8696
APT10/Z;Wk=5%;1:6;T150	90.20	90.83	90.00	90.34	8.5194
APT20/Z;Wk=5%;1:6;T150	94.02	94.39	94.23	94.21	8.8843
APT5/Z;Wk=5%;1:6;T150	100.38	100.73	100.79	100.63	9.4897
APT10/Z;Wk=5%;1:6;T180	103.23	103.21	104.10	103.51	9.7613
APT20/Z;Wk=5%;1:6;T180	108.83	108.92	108.34	108.70	10.2501

c. Perhitungan indeks viskositas

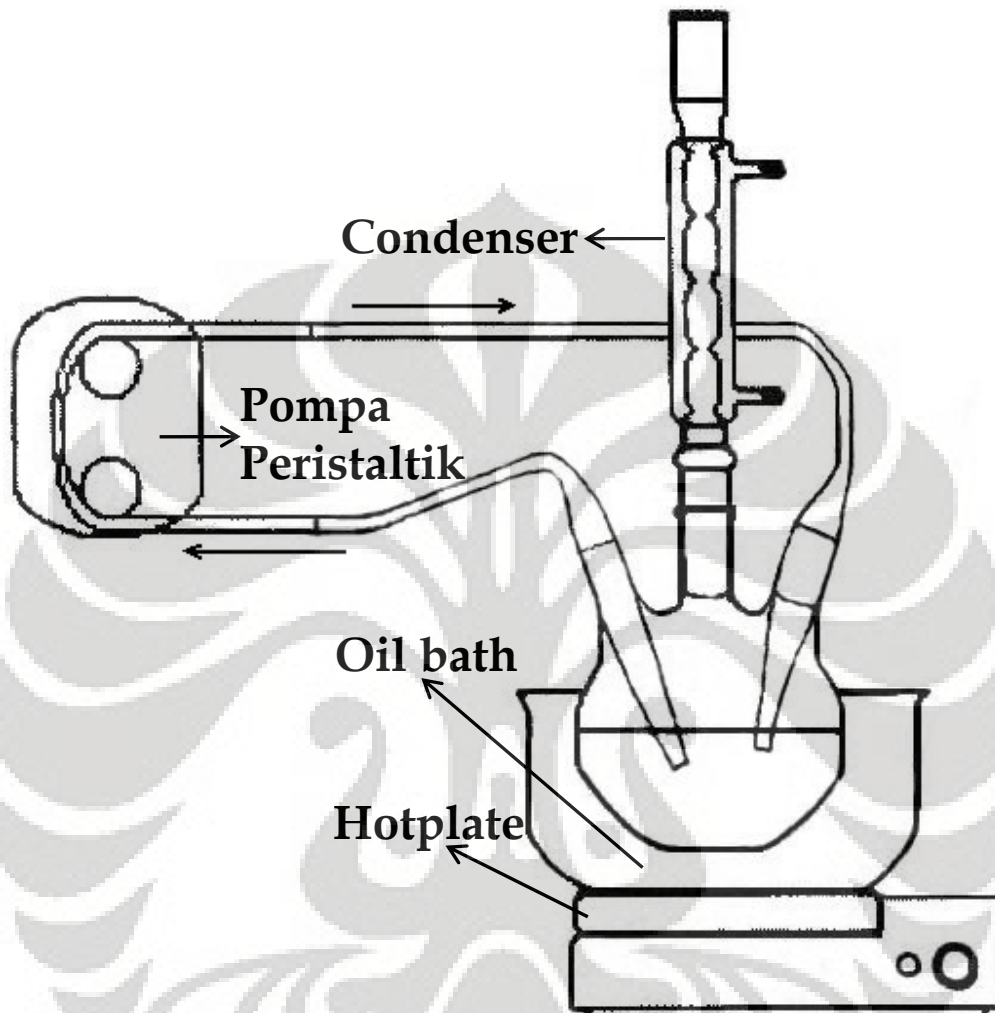
$$V/\Delta T = \frac{\eta_{\text{pada } T=40^{\circ}\text{C}} - \eta_{\text{pada } T=100^{\circ}\text{C}}}{60^{\circ}\text{C}}$$

Contoh indeks viskositas produk (APT5/Z;Wk=2%;1:3;T150) :

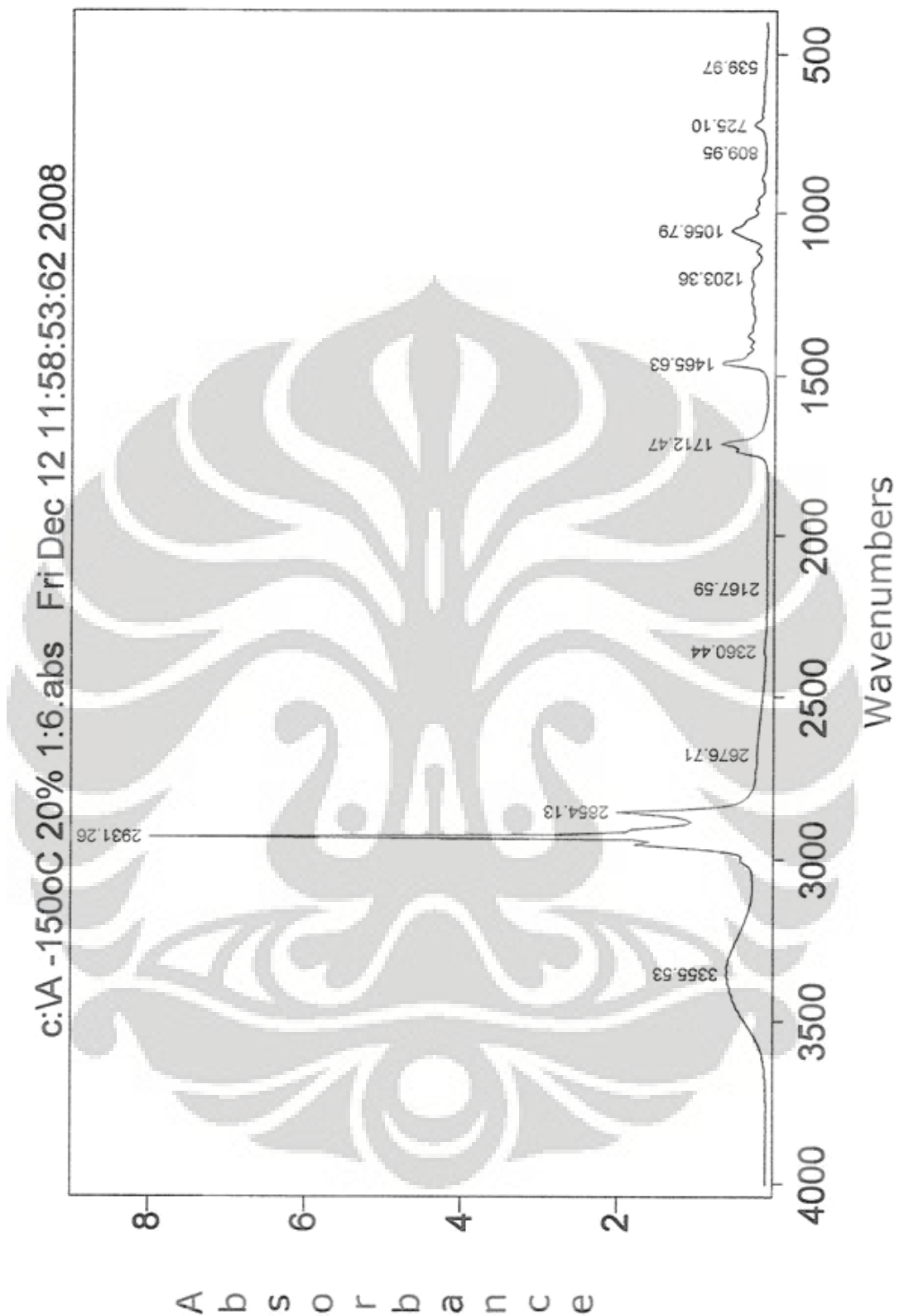
$$\begin{aligned} V/\Delta T &= \frac{11.0647 - 3.1833}{60^{\circ}\text{C}} \\ &= 0.1314 \text{ cSt}^{\circ}\text{C} \end{aligned}$$

Variasi Sampel	V/T (cSt/°C)
APT5/Z;Wk=2%;1:3;T150	0.1314
APT10/Z;Wk=2%;1:3;T150	0.1459
APT20/Z;Wk=2%;1:3;T150	0.1588
APT5/Z;Wk=2%;1:3;T150	0.1332
APT10/Z;Wk=2%;1:3;T150	0.1445
APT20/Z;Wk=2%;1:3;T150	0.1521
APT5/Z;Wk=5%;1:6;T150	0.0995
APT10/Z;Wk=5%;1:6;T150	0.1038
APT20/Z;Wk=5%;1:6;T150	0.1073
APT5/Z;Wk=5%;1:6;T150	0.1013
APT10/Z;Wk=5%;1:6;T180	0.1062
APT20/Z;Wk=5%;1:6;T180	0.1156

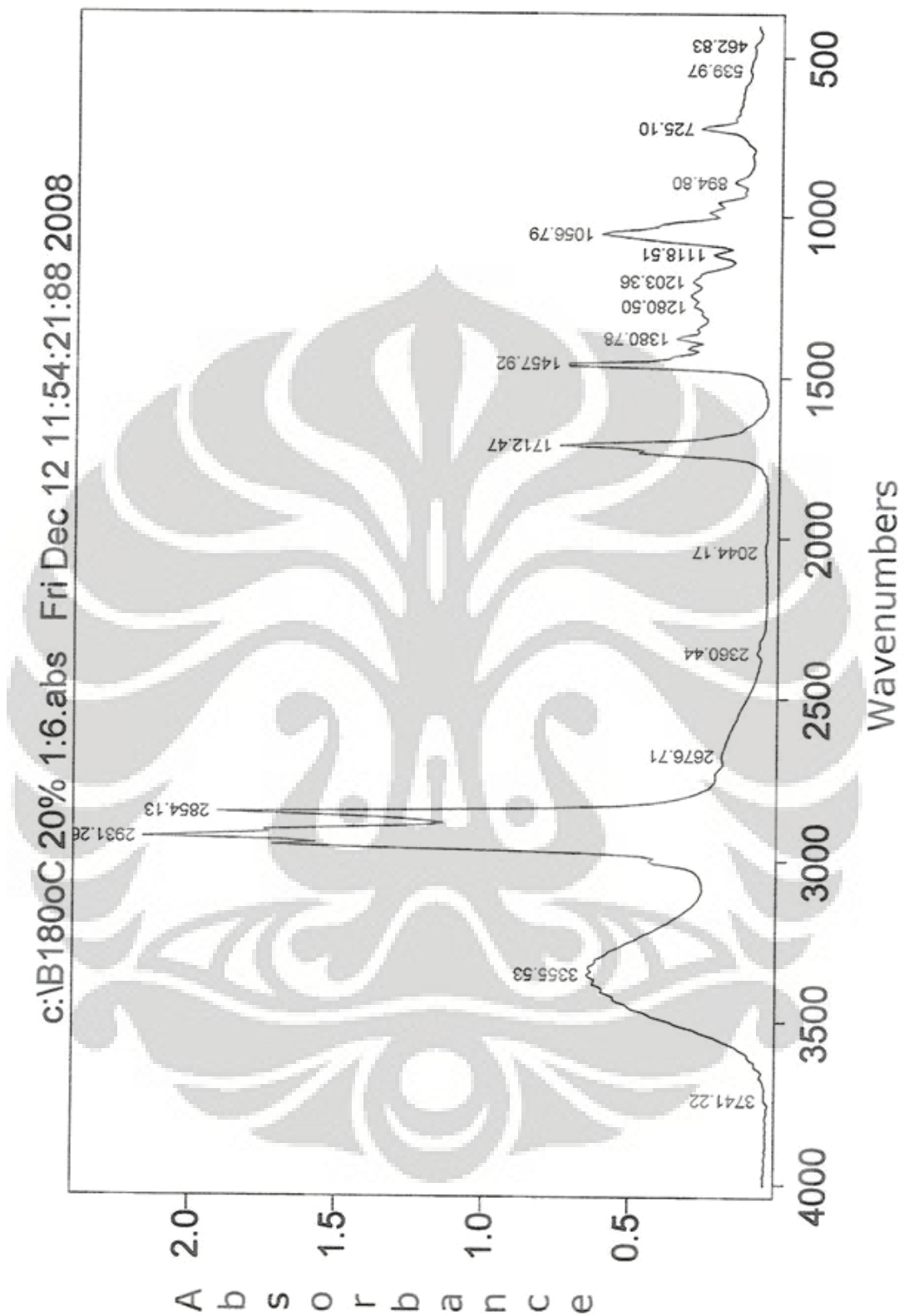
LAMPIRAN B



Gambar B.1 Peralatan Reaktor Semi Kontinyu



Gambar B.2 Peak dari Produk 1(T=150°C) dengan menggunakan FTIR



Gambar B.3 Peak dari Produk 2 (T=180°C) dengan menggunakan FTIR

Data Pegujian Produk dengan menggunakan GC-MS

Information from Data File:

File : C:\HPCHEM\1\DATA\OLOCTILA.D

Operator :

Acquired : 14 Dec 108 6:37 pm using AcqMethod OLEIC

Sample Name: OKTIL OLEAT A (150 degree), 4 % sol

Misc Info : 1.0 ul / 14.12.08 (f.p = 1.0 ml/3.0 ml)

Vial Number: 1

Search Libraries: C:\HPCHEM\MSEXEXE\NBS75K.L Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Apex

Integration Params: current RTEINT parameters

Pk#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual
1	7.97	13.41	C:\HPCHEM\MSEXEXE\NBS75K.L			
			Acetic acid, trifluoro-, octyl ester	29023	002561-21-9	59
			1-Octanol	65278	000111-87-5	53
			4-Heptenal, (Z)-	63962	006728-31-0	50
2	15.78	0.27	C:\HPCHEM\MSEXEXE\NBS75K.L			
			Hexadecanoic acid	71607	000057-10-3	86
			Hexadecanoic acid	35186	000057-10-3	60
			Hexadecanoic acid	71609	000057-10-3	47
3	17.08	68.35	C:\HPCHEM\MSEXEXE\NBS75K.L			
			Oleic Acid	72314	000112-80-1	99
			Oleic Acid	39820	000112-80-1	91
			9-Hexadecenoic acid	34770	002091-29-4	91
4	17.15	1.50	C:\HPCHEM\MSEXEXE\NBS75K.L			
			Oleic Acid	72314	000112-80-1	59
			Octadecanoic acid	72364	000057-11-4	55
			Octadecanoic acid	72363	000057-11-4	50
5	17.25	7.07	C:\HPCHEM\MSEXEXE\NBS75K.L			
			Oleic Acid	72314	000112-80-1	83
			9-Octadecenoic acid (Z)-, octadecyl e	59761	017673-49-3	74

Universitas Indonesia

6	17.32	7.29	Cyclohexane, 1-(1,5-dimethylhexyl)-4-	39523	056009-20-2 70
			C:\HPCHEM\MSEXEXE\NBS75K.L		
			Oleic acid, eicosyl ester	60333	022393-88-0 91
			15-Octadecenoic acid, methyl ester	42130	004764-72-1 87
			10-Octadecenoic acid, methyl ester	42146	013481-95-3 80
7	17.60	0.96	C:\HPCHEM\MSEXEXE\NBS75K.L		
			1-Octadecanethiol	40555	002885-00-9 53
			Cyclohexane, 1,2-dimethyl-, cis-	63989	002207-01-4 30
			Cyclohexane, 1,2-dimethyl-, cis-	2653	002207-01-4 30
8	18.19	0.21	C:\HPCHEM\MSEXEXE\NBS75K.L		
			Octane, 2-iodo-	31839	000557-36-8 43
			2-Bromo-6-methylheptane	20605	004730-24-9 43
			Decane, 2-methyl-	67321	006975-98-0 43
9	19.52	0.21	C:\HPCHEM\MSEXEXE\NBS75K.L		
			1,13-Tetradecadiene	21425	021964-49-8 78
			3,4-Octadiene, 7-methyl-	4265	037050-05-8 50
			1,13-Tetradecadiene	69420	021964-49-8 50
10	19.68	0.74	C:\HPCHEM\MSEXEXE\NBS75K.L		
			Cyclooctane	63993	000292-64-8 38
			1-Tetradecene	21972	001120-36-1 27
			Cyclohexanone, 4-methyl-	2584	000589-92-4 27

Mon Dec 15 11:32:30 2008

Information from Data File:

Universitas Indonesia

File : C:\HPCHEM\1\DATA\OLOCTIB2.D
 Operator :
 Acquired : 14 Dec 108 6:10 pm using AcqMethod OLEIC
 Sample Name : OKTIL OLEAT A (180 degree) , 4 % sol
 Misc Info : 1.0 ul / 14.12.08 (f.p = 1.0 ml/5.0 ml)
 Vial Number: 1

Search Libraries : C:\HPCHEM\MSEXEN\NBS75K.L Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Apex
 Integration Params : current RTEINT parameters

Pk#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual
1	7.97	14.25	C:\HPCHEM\MSEXEN\NBS75K.L			
			1-Octanol	65278	000111-87-5	59
			4-Heptenal, (Z)-	63962	006728-31-0	53
			1-Octanol	65275	000111-87-5	53
2	13.52	0.19	C:\HPCHEM\MSEXEN\NBS75K.L			
			Heptadecane	71192	000629-78-7	35
			Decane, 2-methyl-	67320	006975-98-0	35
			Heptane, 2,6-dimethyl-	5156	001072-05-5	27
3	17.03	33.73	C:\HPCHEM\MSEXEN\NBS75K.L			
			Oleic Acid	72314	000112-80-1	99
			Oleic Acid	72313	000112-80-1	86
			9-Hexadecenoic acid	34770	002091-29-4	81
4	17.11	3.46	C:\HPCHEM\MSEXEN\NBS75K.L			
			Oleic Acid	72314	000112-80-1	80
			9-Oxabicyclo[6.1.0]nonane	64911	000286-62-4	43
			9-Octadecenoic acid (Z)-, 2-hydroxy-1	49935	003443-84-3	38
5	17.25	44.26	C:\HPCHEM\MSEXEN\NBS75K.L			
			15-Octadecenoic acid, methyl ester	42130	004764-72-1	86
			Oleic Acid	72314	000112-80-1	83
			10-Octadecenoic acid, methyl ester	42146	013481-95-3	64

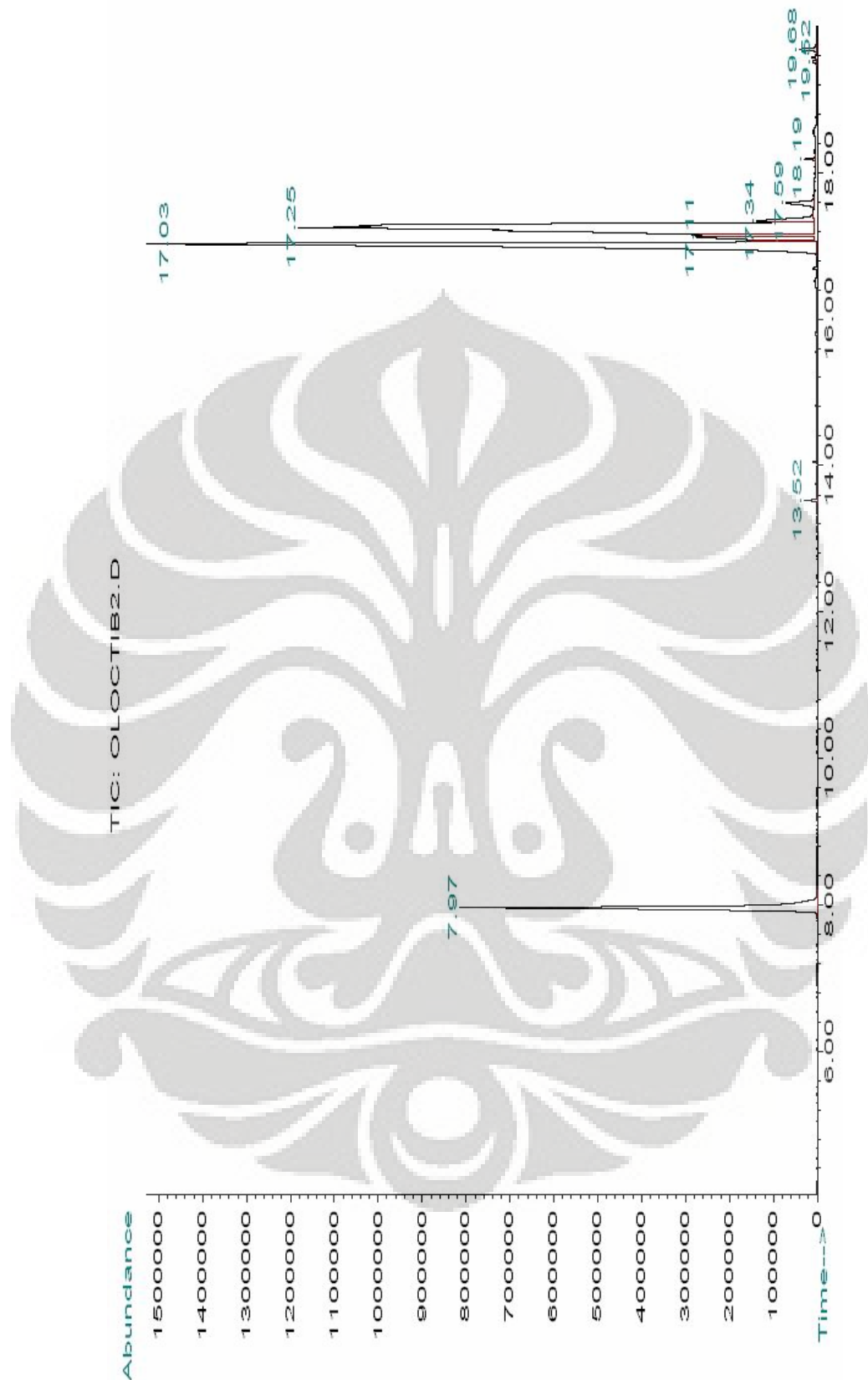
Universitas Indonesia

6	17.34	2.02	C:\HPCHEM\MSEXENBS75K.L		
			Oleic Acid	72314	000112-80-1 83
			Cyclohexane, 1-(1,5-dimethylhexyl)-4- 5-Eicosene, (E)-	39523 39520	056009-20-2 62 074685-30-6 56
7	17.59	1.32	C:\HPCHEM\MSEXENBS75K.L		
			1-Octadecanethiol	40555	002885-00-9 55
			Cyclooctane 1-Tridecene	63993 68869	000292-64-8 42 002437-56-1 30
8	18.19	0.21	C:\HPCHEM\MSEXENBS75K.L		
			Cyclopentanol, 3-methyl-	1508	018729-48-1 38
			Decane, 2-methyl- Hydroxylamine, O-(2-methylpropyl)-	11614 879	006975-98-0 38 005618-62-2 35
9	19.52	0.13	C:\HPCHEM\MSEXENBS75K.L		
			Oxirane, tetradecyl-	32056	007320-37-8 43
			8-Dodecenol 4,5-Nonadiene	18946 4278	042513-42-8 43 000821-74-9 43
10	19.68	0.43	C:\HPCHEM\MSEXENBS75K.L		
			Cyclohexanone, 4-methyl-	63958	000589-92-4 25
			Cyclohexane, 1,2-dimethyl-, cis- Cyclohexane, 1,2-dimethyl-, cis-	63988 2653	002207-01-4 20 002207-01-4 20

Mon Dec 15 11:33:44 2008



Gambar B.4 Peak dari Produk 1(T=150°C) dengan menggunakan GC-MS



Gambar B.5 Peak dari Produk 1(T=150°C) dengan menggunakan GC-MS