

**PEMBUATAN PELUMAS DASAR NABATI DARI MINYAK
KELAPA SAWIT MENGGUNAKAN KATALIS
HETEROGEN (H_3PO_4 /ZEOLIT)
SKRIPSI**

Oleh :

DEBY IRAWAN SANJAYA

040526004X



**DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNIK UNIVERSITAS INDONESIA
GANJIL 2007/2008**

**PEMBUATAN PELUMAS DASAR NABATI DARI MINYAK
KELAPA SAWIT MENGGUNAKAN KATALIS
HETEROGEN (H_3PO_4 /ZEOLIT)
SKRIPSI**

Oleh :

DEBY IRAWAN SANJAYA

040526004X



**SKRIPSI INI DIAJUKAN UNTUK MELENGKAPI SEBAGIAN
PERSYARATAN MENJADI SARJANA TEKNIK**

**DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNIK UNIVERSITAS INDONESIA
GANJIL 2007/2008
PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI**

Saya menyatakan dengan sesungguhnya bahwa skripsi dengan judul:

**PEMBUATAN PELUMAS DASAR NABATI DARI MINYAK KELAPA SAWIT
MENGUNAKAN KATALIS HETEROGEN (H_3PO_4 /ZEOLIT)**

yang dibuat untuk melengkapi sebagian persyaratan menjadi Sarjana Teknik pada program studi Departemen Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Indonesia, sejauh yang saya ketahui bukan merupakan tiruan atau duplikasi dari skripsi yang sudah dipublikasikan dan atau pernah dipakai untuk mendapatkan gelar kesarjanaan di lingkungan Universitas Indonesia maupun di Perguruan Tinggi atau Instansi manapun, kecuali bagian yang sumber informasinya dicantumkan sebagaimana mestinya.

Depok, Desember 2007

(Deby Irawan Sanjaya)

NPM. 040526004X



LEMBAR PENGESAHAN

Skripsi dengan judul :

**PEMBUATAN PELUMAS DASAR NABATI DARI MINYAK KELAPA SAWIT
MENGUNAKAN KATALIS HETEROGEN (H_3PO_4 /ZEOLIT)**

Oleh :

DEBY IRAWAN SANJAYA

040526004X

Dibuat untuk melengkapi sebagian persyaratan menjadi Sarjana Teknik pada Departemen Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Indonesia. Skripsi ini telah diujikan pada sidang ujian skripsi tanggal 3 Januari 2008 dan dinyatakan memenuhi syarat/sah sebagai skripsi pada Departemen Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Indonesia.

Depok, Desember 2007

Menyetujui,

Pembimbing I

Pembimbing II

Ir. Sukirno, M.Eng
NIP : 132.091.210

Bambang Heru, ST
NIP : 132.161.162

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada :

Ir. Sukirno .M.Eng
Bambang Heru .ST

Selaku dosen pembimbing yang telah bersedia meluangkan waktu untuk memberi pengarahan, diskusi dan bimbingan serta persetujuan sehingga skripsi ini dapat selesai dengan baik.



ABSTRAK

Deby Irawan Sanjaya
NPM 040526004X
Departemen Teknik Kimia

Dosen pembimbing
Ir. Sukirno, M.Eng
Bambang Heru, ST

PEMBUATAN PELUMAS DASAR NABATI DARI MINYAK KELAPA SAWIT MENGUNAKAN KATALIS HETEROGEN (H_3PO_4 /ZEOLIT)

ABSTRAK

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 sintesa pelumas dari minyak nabati khususnya minyak sawit belum menarik minat penelitian, apalagi menjadi kebijakan nasional dan diproduksi secara komersial. Penelitian ini bertujuan mendapatkan

pelumas dasar nabati skala laboratorium setara pelumas mineral dan mendapatkan teknologi pembuatan katalis H_3PO_4 /zeolit, dan menyederhanakan rangkaian proses dari 3 (tiga) tahapan proses menjadi 1 (satu) tahapan proses melalui transesterifikasi.

Penelitian ini akan melalui beberapa tahapan metode sebagai berikut: preparasi dan karakterisasi katalis H_3PO_4 /zeolit, uji reaksi katalitik pada reaktor berpengaduk (*batch*) skala lab volume 100 ml, dengan variasi temperatur ($150-170^{\circ}C$), dan variasi waktu reaksi (1-8 jam). Hasil sintesis pelumas nabati selanjutnya dikarakterisasi untuk melihat selektivitas, konversi dan yieldnya.

Hasil yang diperoleh adalah Pembuatan Katalis H_3PO_4 /zeolit mampu memperbesar luas permukaan, luas pori, dan diameter pori dari zeolit, akan tetapi penelitian ini belum berhasil memperoleh pelumas dasar nabati skala lab yang diinginkan yaitu adanya gugus hexyl ester pada produk hasil reaksi.

Kata Kunci : Pelumas Nabati, Katalis H_3PO_4 /zeolit, Transesterifikasi dengan Heksanol, Variasi Katalis, Waktu Reaksi, Karakterisasi Produk.

ABSTRAK

Deby Irawan Sanjaya
NPM 040526004X
Departemen Teknik Kimia

Dosen pembimbing
Ir. Sukirno, M.Eng
Bambang Heru, ST

MAKE OF BIOLUBRICANT FROM PALM OIL WITH HETEROGENOUS CATALYST (H_3PO_4 /ZEOLIT)

ABSTRACT

Lubricant is indivisible part from machine. Lubricant is required machine to protect machine components from abrasion. Elementary principle from Iubrication 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 Iubricant 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 bioIubricant of mineral Iubricant equivalent laboratory scale and gets making

technology of catalyst H_3PO_4 /zeolit, and answers research problems of bioIubricant before all using homogeneous catalyst and makes moderate process network from three process step becomes one process step through transesterification.

This research will pass some method steps as follows: preparation and characterisation of catalyst H_3PO_4 /zeolit, catalytic reaction test at reactor is having churn (batch) volume laboratory scale 100 ml, with various temperature (150-170⁰C), and various reaction time (1-8 hours). Result of vegetable Iubricant synthesis herein after characterisated to see selectivity, conversion and yield.

Result obtained is make of catalyst H_3PO_4 /zeolit can enlarge surface area, pore wide, and pore diameter from zeolite, however this research has not successfully obtains vegetation base Iubricant of laboratory scale wanted that is existence of bunch hexyl ester at product result of reaction.

Keyword : BioIubricant, Catalyst H_3PO_4 /zeolit, Transesterification with Heksanol, Various Catalyst, Reaction time, Product Characterisation.

DAFTAR ISI

JUDUL	i
PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI	iii
LEMBAR PENGESAHAN	iv
KATA PENGANTAR	v
ABSTRAK	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
BAB I PENDAHULUAN	1

1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Permasalahan	2
1.3 Tujuan Penelitian	2
1.4 Batasan Masalah	3
1.5 Sistematika Penulisan	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Pelumas	5
2.1.1 Bahan Dasar Pelumas	5
2.1.2 Fungsi Pelumas	8
2.1.3 Sifat Pelumas	10
2.1.4 Pelumas <i>nabati</i>	11
2.2 Minyak Kelapa Sawit	12
2.3 Proses Reaksi Pembuatan Pelumas Nabati	15
2.3.1 Transesterifikasi	15
2.3.2 Estolida	16
2.3.3 Ester Sintetis	17
2.4 Katalis	17
2.4.1 Katalis Homogen	17
2.4.2 Katalis Heterogen	18
2.5 Reaksi Katalis Asam	19
2.6 Zeolit	20
2.6.1 Pengelompokan dan Jenis Zeolit	21
2.6.2 Aktivasi Zeolit	22
2.6.3 Zeolit sebagai Penyangga (<i>support</i>)	23
2.6.4 Zeolit Sebagai Penukar Ion	23
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	25
3.1 Diagram Alir Penelitian	25

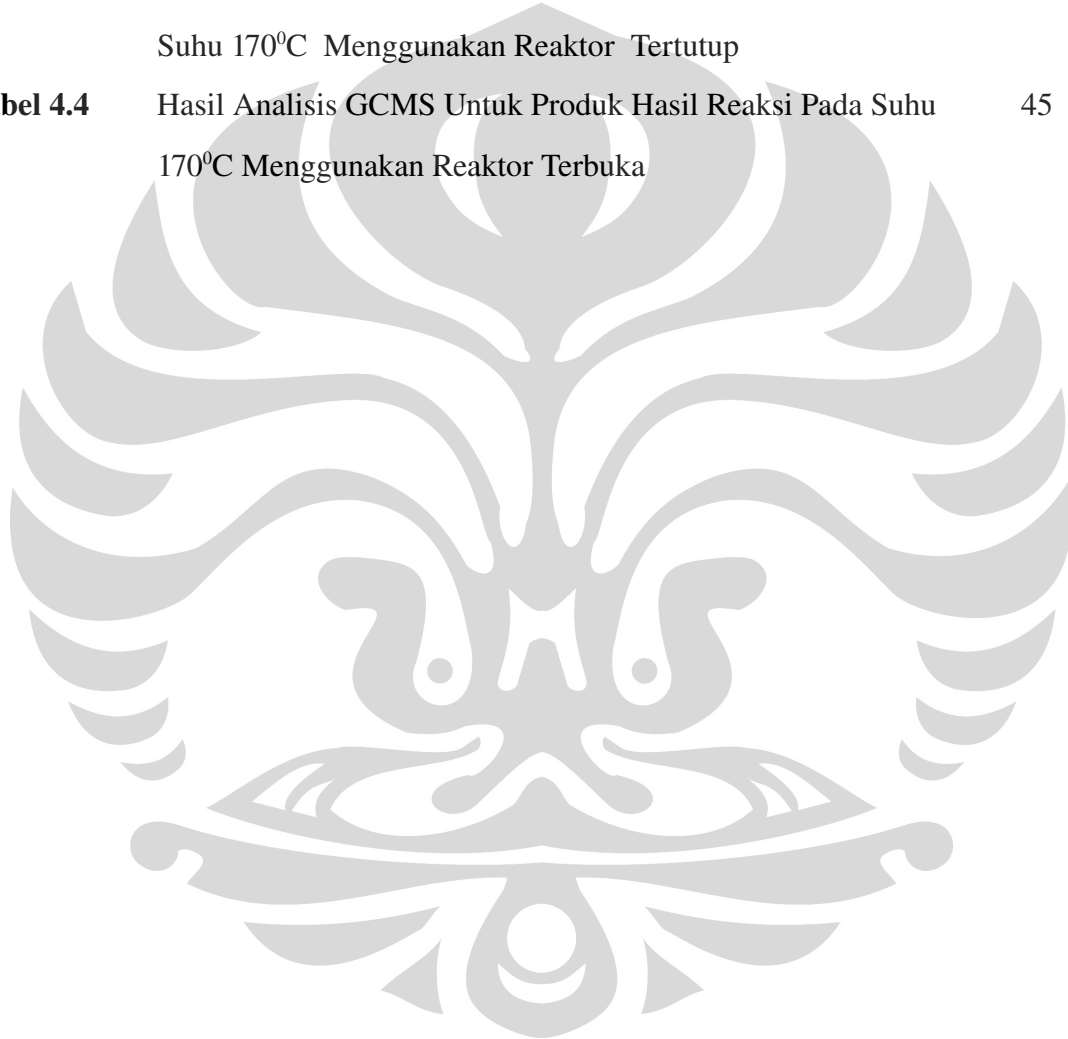
3.2 Peralatan dan Bahan	26
3.2.1 Peralatan	26
3.2.2 Bahan-bahan	26
3.2.3 Peralatan Karakterisasi	26
3.3 Prosedur Penelitian	26
3.3.1 Pembuatan Larutan Asam Pospat (H_3PO_4) 0,5 N	27
3.3.2 Pembuatan Larutan Asam Pospat (H_3PO_4) 1,0 N	27
3.3.3 Pembuatan Larutan Asam Pospat (H_3PO_4) 2,0 N	28
3.3.4 Preparasi Zeolit Alam	28
3.4 Prosedur Pengujian dengan Variasi Konsentrasi Zeolit, Waktu, dan Suhu.	28
3.5. Tahap Analisa Hasil Reaksi.	29
3.5.1 Penentuan Densitas.	29
3.5.2 Penentuan Viskositas	29
3.5.3 Analisa FTIR	30
3.5.5 Analisis GC-MS	31
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	32
4.1 Reaksi Transesterifikasi	32
4.2 Karakterisasi Produk	32
4.2.1 Uji BET	33
4.2.2 Uji Densitas	33
4.2.3 Uji Viskositas	35
4.2.4 Uji FTIR	37
4.2.5 Uji GCMS	41
BAB V Kesimpulan dan Saran	44
5.1 Kesimpulan	44
5.2 Saran	44
DAFTAR PUSTAKA	45



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Kandungan Asam Lemak yang Terikat Pada Triglicerida Minyak Sawit	12
Tabel 2.2	Sifat Fisika Heksanol	15

Tabel 2.3	Sifat fisika dan kimia asam fosfat	18
Tabel 2.4	Jenis Mineral Zeolit	20
Tabel 4.1	Hasil Analisa BET	33
Tabel 4.2	Perubahan Viskositas Terhadap Suhu dari Bahan Baku dan Produk Sintesa	39
Tabel 4.3	Hasil Analisis GCMS Untuk Produk Hasil Reaksi Pada Suhu 170°C Menggunakan Reaktor Tertutup	45
Tabel 4.4	Hasil Analisis GCMS Untuk Produk Hasil Reaksi Pada Suhu 170°C Menggunakan Reaktor Terbuka	45



DAFTAR GAMBAR

	Halaman
	Struktur kimia trigliserida
	Ikatan β -H Pada Struktur Kimia Trigliserida
Gambar 2.3	Reaksi transesterifikasi trigliserida dengan menggunakan
	14
	14
	15

	hexanol	
Gambar 2.4	Mekanisme Reaksi Katalis Asam Homogen Pada Transesterifikasi	18
Gambar 2.5	Tetrahedral Alumina dan Silikat	20
Gambar 3.1	Diagram Alir Tahapan Metode Penelitian	25
Gambar 4.1	Grafik Hubungan Densitas vs Produk Pada Suhu 170 ⁰ C dan 150 ⁰ C	34
Gambar 4.2	Grafik Hubungan viskositas pada suhu 40 ⁰ C vs Produk hasil reaksi	35
Gambar 4.3	Grafik Hubungan Viskositas pada suhu 100 ⁰ C vs Produk hasil reaksi	36
Gambar 4.4	Spektrum FTIR untuk minyak goreng kelapa sawit	37
Gambar 4.5	Spektrum FTIR untuk produk hasil reaksi pada suhu 150 ⁰ C dengan reaktor terbuka	38
Gambar 4.6	Spektrum FTIR untuk produk hasil reaksi pada suhu 170 ⁰ C dengan reaktor terbuka	38
Gambar 4.7	Spektrum FTIR untuk produk hasil reaksi pada suhu 170 ⁰ C dengan reaktor tertutup	39
Gambar 4.8	Hasil Analisis Gas Chromatogram pada Uji GCMS Untuk Produk Hasil Reaksi dengan Reaktor Tertutup	40
Gambar 4.9	Hasil Analisis Gas Chromatogram pada Uji GCMS Untuk Produk Hasil Reaksi dengan Reaktor Terbuka	41

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A	Contoh perhitungan data	48
Lampiran B	Data penelitian	51
Lampiran C	Peralatan uji yang digunakan pada penelitian	77



BAB I
PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

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.

Pelumas telah digunakan sejak jaman dahulu, dimana jenis pelumas yang digunakan awalnya berasal dari minyak nabati atau lemak hewan. Setelah ditemukannya bahan dasar minyak pelumas dari minyak mineral atau minyak bumi dalam jumlah yang cukup besar dan murah, maka pemakaian bahan dasar minyak pelumas yang berasal dari lemak hewan dan minyak nabati mulai ditinggalkan.

Bahan dasar (*base oil*) pelumas yang beredar sekarang ini berasal dari minyak bumi yang biasanya disebut pelumas mineral, dan hasil sintesa kimia yang disebut pelumas sintetis. Tetapi minyak mineral dan minyak sintetis ini akhirnya menyebabkan masalah pencemaran lingkungan dan juga ketersediaan minyak bumi di alam yang semakin menipis menyebabkan manusia mulai menggunakan bahan-bahan yang ramah lingkungan dan mudah terdegradasi secara alami (*biodegradable*). Maka, pelumas yang berasal dari minyak nabati akhirnya kembali digunakan.

Untuk dapat mengatasi permasalahan menipisnya ketersediaan sumber daya yang berbasiskan pada hasil alam yang dapat diperbaharui, salah satunya adalah minyak kelapa sawit. Minyak kelapa sawit merupakan hasil bumi yang banyak ditemukan diberbagai penjuru dunia. Berdasarkan data tahun 2006, Indonesia telah menjadi negara penghasil CPO terbesar di dunia dengan total produksi sekitar 16 juta ton, tentunya hal ini berdampak positif bagi perekonomian Indonesia, baik dari segi kontribusinya terhadap pendapatan negara, maupun besarnya tenaga kerja yang terserap di sektor industri ini serta meningkatkan taraf hidup masyarakat disekitar perkebunan sawit.

Hingga saat ini, di Indonesia, penelitian sintesa pelumas dari minyak nabati khususnya minyak sawit belum menarik minat penelitian, apalagi menjadi kebijakan nasional dan diproduksi secara komersial. Disisi lain, dari data jumlah pemakaian

pelumas di dunia saat ini untuk otomotif dan industri telah mencapai angka lebih dari 37,9 juta ton, dimana 26 % dari jumlah tersebut dipergunakan di negara-negara Eropa, 30 % di Asia Pasifik dan 29 % di Amerika Utara.¹⁾ Dimana dari sisi wilayah, dengan dukungan ketatnya regulasi, maka pemakaian pelumas nabati terbesar masih berada di Eropa (10-20% atau 0,5-1 juta ton/tahun), dengan Jerman mengkonsumsi 4-5% darinya.²⁾

Hal ini tentunya sangat perlu menjadi perhatian kita, karena kedepannya cadangan sumber bahan baku mineral (minyak bumi) semakin menipis. Selain itu juga pertimbangan kelestarian lingkungan hidup kini menjadi salah satu persyaratan utama (regulasi) bagi penggunaan dan pembuangan pelumas ke lingkungan.

Banyak cara yang telah dilakukan untuk mendapatkan pelumas nabati, salah satunya adalah yang dilakukan oleh para peneliti dari Brazil, dimana mereka mampu mengkonversi asam oleat menjadi biofuels dan biolubricant dengan menggunakan katalis heterogen H_3PO_4/Al_2O_3 , pada tekanan 1 atm dan suhu 623 K, menggunakan *fluidized bed and continuous flow reactor*.

1.2 RUMUSAN PERMASALAHAN

Rumusan permasalahan yang timbul yaitu bagaimana cara mendapatkan pelumas nabati skala laboratorium dengan memodifikasi penelitian yang telah dilakukan oleh peneliti dari Brazil dengan memodifikasi penelitian baik dari segi katalis, bahan baku, suhu dan reaktor yang digunakan yaitu transesterifikasi dengan heksanol dengan menggunakan katalis heterogen $H_3PO_4/zeolit$ menggunakan reaktor *batch* sederhana skala 100 ml.

1.3 TUJUAN PENELITIAN

Adapun Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Membuat katalis asam $H_3PO_4/zeolit$ dengan metode impregnasi.
2. Mengetahui pengaruh penggunaan katalis $H_3PO_4/zeolit$ dalam mensintesis minyak kelapa sawit menjadi pelumas nabati.
3. Mendapatkan pelumas nabati skala lab yang memiliki karakteristik

setara dengan pelumas mineral.

4. Mengidentifikasi jenis reaksi yang terjadi dan hasil yang terbentuk melalui prosedur karakterisasi.

1.4 BATASAN MASALAH

Penelitian yang dilakukan ini memiliki batasan-batasan masalah sebagai berikut:

1. Umpam yang digunakan adalah minyak goreng kelapa sawit yang tidak dilakukan perlakuan awal terhadap minyak goreng kelapa sawit.
2. Zeolit alam jenis mordenit (MOR) asal Malang yang telah dimodifikasi dengan impregnasi asam pospat (H_3PO_4) digunakan sebagai katalis.
3. Variasi rasio H_3PO_4 sebesar 0 N, 1.0N, dan 2.0N.
4. Karakterisasi katalis dan produk dilakukan dengan beberapa metode seperti BET, FTIR, densitas, viskositas dan GC-MS.
5. Reaksi konversi katalitik dilakukan dalam reaktor *batch* sederhana skala 100 ml.

1.5 SISTEMATIKA PENULISAN

Adapun sistematika yang digunakan dalam seminar ini dapat diuraikan sebagai berikut:

BAB I PENDAHULUAN

Terdiri dari latar belakang, rumusan permasalahan, tujuan penulisan, batasan masalah, dan sistematika penulisan.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

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

BAB III METODE PENELITIAN

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

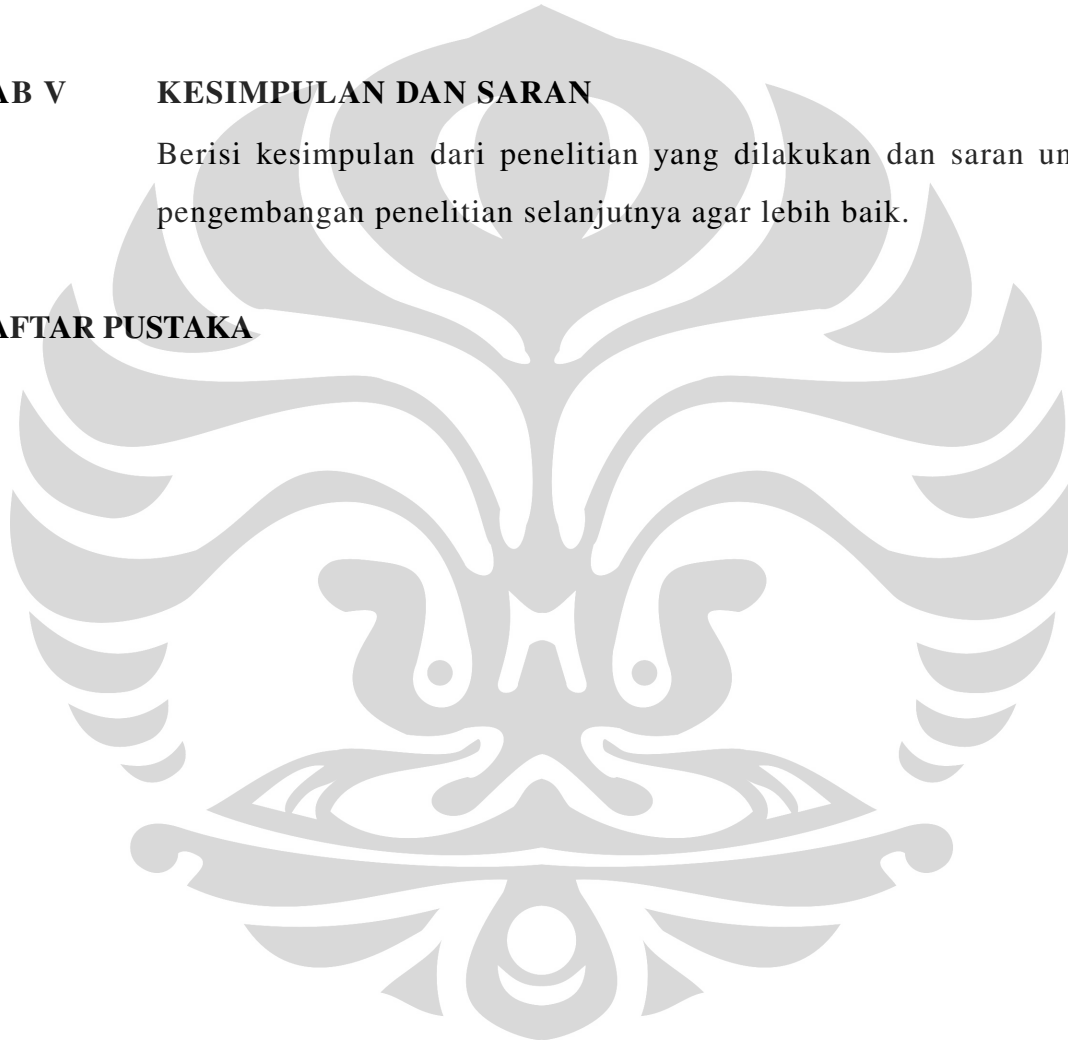
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

Menyajikan hasil-hasil yang diperoleh selama penelitian dan menganalisa hasilnya.

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

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

DAFTAR PUSTAKA



BAB II

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 300⁰C (572⁰F) 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.^{1,21)} 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.³⁾

2.1.1 Bahan Dasar Pelumas²⁰⁾

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 300⁰C. 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 sehingga menjadi bahan dasar minyak mineral.⁸⁾

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:

1. Pada saat ini harganya paling murah.
2. Jangkauan suhu operasinya relatif luas, meliputi hampir seluruh pemakaian mesin industri, mesin-mesin transportasi, mesin perkakas dan sebagainya.
3. Sifat-sifat fisika dan kimianya mudah dikontrol.
4. Tidak beracun.
5. Mudah bercampur dengan aditif.
6. Tidak merusak sekat dan saluran.
7. Mempunyai jangkauan waktu yang ekonomis dalam pelumasan mesin.
8. Hampir tidak membentuk emulsi dengan air.

2). Minyak Sintetis (*Synthetic Oil*)¹⁵⁾

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 temperatur. Pelumas sintetis tetap stabil pada temperatur yang sangat tinggi dan memiliki karakteristik aliran yang menonjol walaupun pada temperatur 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.⁴⁾

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. ⁴⁾

Disamping hal-hal yang merugikan tersebut, ada beberapa hal yang menguntungkan dari minyak nabati, 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. ³⁾

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

1. Dapat diperbaharui.
2. Mudah terbiodegradasi.
3. Tidak beracun.
4. Aman.
5. Mengurangi emisi mesin.
6. Melekat lebih baik pada permukaan logam.
7. Melekat lebih baik pada bidang-bidang basah dan lembab dibanding minyak mineral.

2.1.2 Fungsi Pelumas^{1,15)}

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. Penyerap panas yang timbul akibat gesekan / lingkungan bersuhu tinggi, 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 Pelumas¹⁵⁾

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:

- 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.

- Pour point yang rendah

Pour point menunjukkan titik (temperatur) terendah dimana pelumas masih dapat mengalir. Bila *pour point* suatu material rendah maka pada temperatur 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.

- Volatilitas rendah

Volatilitas adalah sifat kemudahan menguap. Untuk minyak lumas diperlukan sifat volatilitas rendah agar pada temperatur 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.

- 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.
- 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 temperatur juga akan menurun.

2.1.4. Pelumas nabati⁴⁾

Pelumas nabati 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 nabati 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 nabati 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 nabati untuk memenuhi standar kesehatan dan keamanan, seperti tidak beracun, tidak berasa, dan tidak berbau.

Persamaan pelumas nabati 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 nabati haruslah *white mineral oil* atau sintetik. Selain itu,

aditif yang digunakan untuk pelumas nabati harus disetujui oleh FDA (*Food and Drug Association*) sebagai bahan pelumas nabati.

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

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

Sebagaimana sifat-sifat pelumas pada umumnya, pelumas nabati 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 Kelapa 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 2.1.

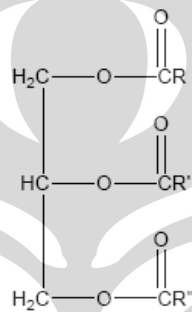
Tabel 2.1. Kandungan Asam Lemak yang Terikat Pada Trigliserida Minyak Sawit¹⁴⁾

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)	$\begin{array}{c} \text{OH} \qquad \qquad \qquad \text{O} \\ \parallel \qquad \qquad \qquad \parallel \\ \text{CH}_3(\text{CH}_2)_5\text{CH}\text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COH} \end{array}$

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

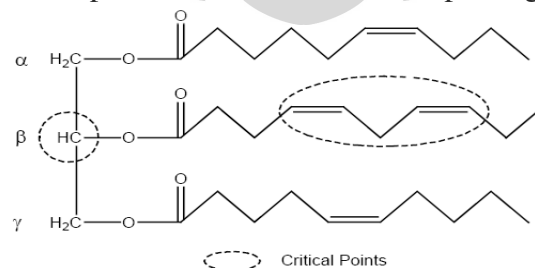
dihasilkan dari pengolahan minyak bumi, diantaranya adalah solar (diesel), gasoline, kerosin, dan termasuk pelumas.

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 nabati *foodgrade* (pada industri makanan dan farmasi) yang aman bagi kesehatan manusia dan kelestarian lingkungan.⁵⁾



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.⁶⁾ 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 Proses Reaksi Pembuatan Pelumas Nabati

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

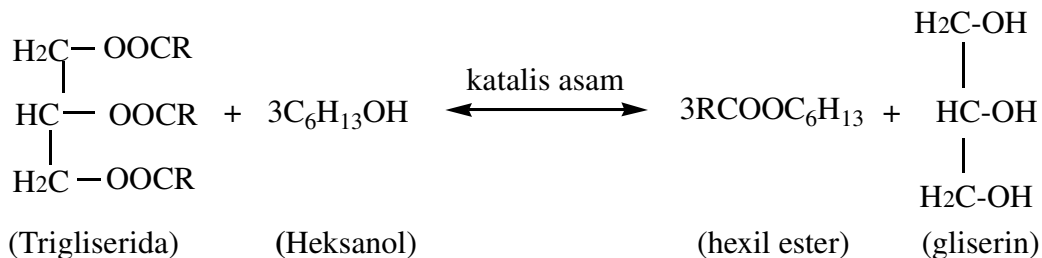
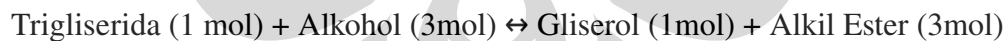
2.3.1 Transesterifikasi

Transesterifikasi (juga disebut alkoholisis) adalah mereaksikan lemak atau minyak dengan alkohol untuk membentuk/menghasilkan ester dan gliserol. Katalis yang biasanya digunakan untuk meningkatkan laju dan hasil reaksi antara lain alkali (basa), asam atau enzim. Reaksi transesterifikasi trigliserida dengan alkohol merupakan suatu reaksi kesetimbangan. Karena reaksi reversible, untuk mendapatkan ester yang diharapkan maka alkohol yang digunakan berlebih untuk menggeser kesetimbangan kearah produk, atau dengan menghilangkan salah satu produk dari campuran reaksi.

Transesterifikasi adalah proses penggunaan alkohol (dalam hal ini digunakan alkohol rantai panjang, seperti heksanol, untuk sintesis pelumas nabati) seperti terlihat pada gambar 2.3 dengan menggunakan katalis untuk memecah molekul minyak nabati secara kimia menjadi alkil ester dengan produk samping gliserol. Mekanisme reaksinya ditunjukkan berikut ini: ⁷⁾



Reaksi keseluruhan :



Gambar 2.3 Reaksi transesterifikasi trigliserida dengan menggunakan hexanol

Pada saat proses terjadi ada beberapa aspek yang berpengaruh yaitu jenis katalis, rasio alkohol/minyak nabati, temperatur, waktu, kandungan air dan kandungan asam lemak bebas.²⁾

Berikut ini adalah sifat-sifat dari heksanol yang digunakan dalam reaksi seperti terlihat pada Tabel 2.2:

Tabel 2.2 Sifat Fisika Heksanol¹⁸⁾

Sifat	Nilai
Formula	C ₆ H ₁₃ OH
Berat Molekul	102 gr/mol
Boiling point (°C)	167
Melting point (°C)	16.3
Density	0.8136 g/ml
Flash point (°C)	60
Ignition temperature	292
Solub in water/20 (°C)	5,8 g/ml

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*.^{2,8,9)}

2.3.2 Estolida

Estolida adalah dimer yang dibentuk oleh asam lemak yang mengesterifikasi asam lemak hidroksi. Estolida disintesis dari *oleic acid* 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 kelaspa sawit. Estolida yang dibuat dari minyak nabati tersebut memiliki kestabilan yang baik terhadap oksidasi, dan memiliki titik alir yang rendah (pour point = -45°C)⁸⁾

2.3.3 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 $\text{C}_5\text{-C}_9$ 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 bio 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.⁹⁾

2.4 Katalis

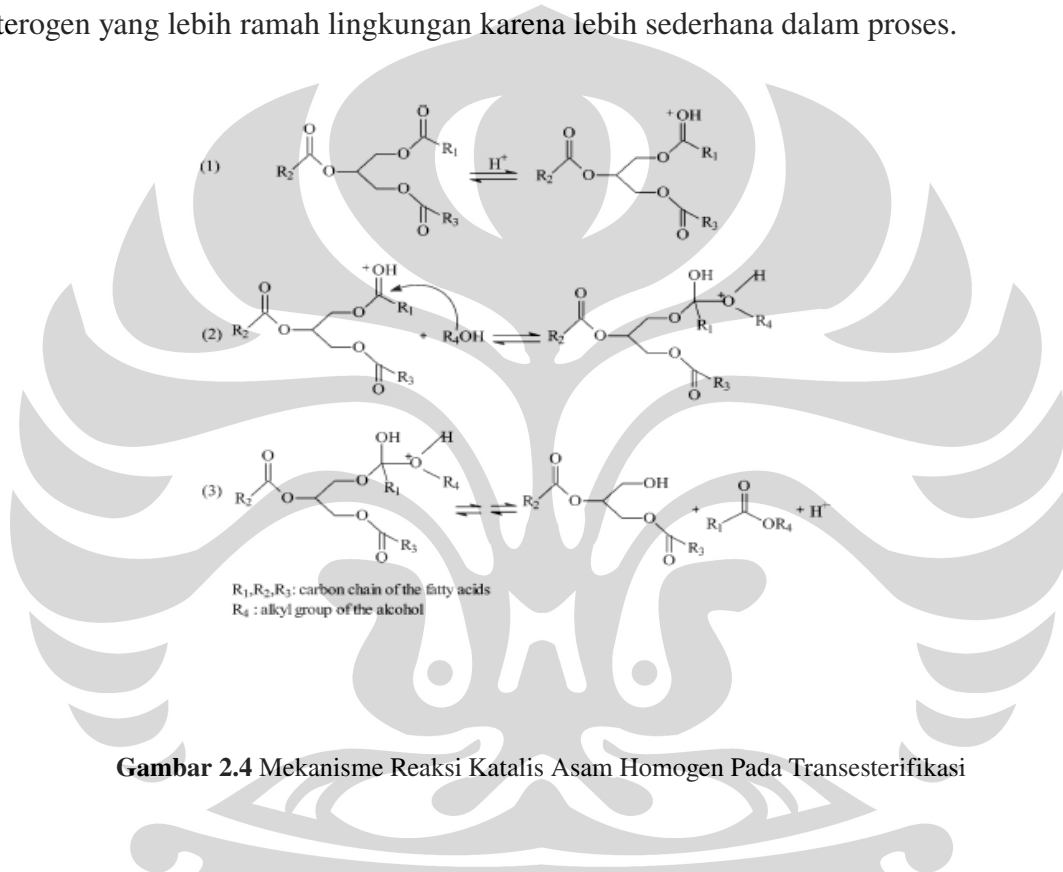
Pada tahun 1836 J.J Berzelius menemukan katalis, yaitu sebuah komponen yang dapat terjadinya reaksi namun tidak ikut bereaksi. Bagaimanapun katalis hanya berefek pada laju reaksi dan bukan pada termodinamika dan komposisi kesetimbangan. Katalis dapat dibagi berdasarkan fasa reaktan dengan katalis menjadi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

2.4.1 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 2.4 Mekanisme Reaksi Katalis Asam Homogen Pada Transesterifikasi

Pada Gambar 2.4 di atas 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.

2.4.2 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:

1. Selektifitas produk yang diinginkan bisa ditingkatkan.
2. Aktifitas intrinsik untuk dimodifikasikan dengan struktur lain.
3. Komposisi kimia pada permukaan bisa digunakan untuk meminimalisasi atau meningkatkan adsorpsi komponen tertentu.
4. Mudah dipisahkan, hanya dengan penyaringan biasa.
5. Bisa digunakan kembali (digunakan berulang-ulang).
6. Bisa digunakan pada proses continue.
7. Menggantikan katalis korosi dan toksin, seperti HF, asam formiat, dan asam sulfat
8. Menghilangkan atau mengurangi limbah terutama garam.

2.5 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 fosfat. Asam fosfat (H_3PO_4) merupakan asam kuat karena di dalam senyawa ini terkandung empat atom oksigen yang memiliki keelektronegatifan yang besar. Semakin banyak atom oksigen terkandung dalam suatu asam, maka semakin kuat asam tersebut.^{10,11} Banyaknya jumlah oksigen dalam suatu molekul memungkinkan semakin banyak jumlah pergerakan elektron menuju oksigen, hal ini dapat berakibat melemahnya ikatan antara hidrogen dan oksigen dalam molekul. Asam fosfat merupakan hasil reaksi antara fosfat trioksida dengan air. Tabel 2.3 dibawah ini menyajikan sifat fisika dan kimia asam fosfat.

Tabel 2.3. Sifat fisika dan kimia asam fosfat¹⁸⁾

Nama	Asam Fosfat
Rumus Kimia	H_3PO_4

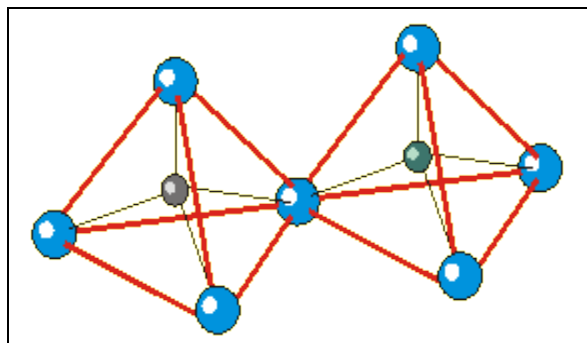
Tampakan	Bening, tidak berwarna
Berat Molekul	97.9924 gr/mol
Titik Leleh	42.35 deg C
Titik Didih	158 deg C
Densitas	1.675

Penambahan asam fosfat yang bertindak sebagai katalis pada reaksi katalis H_3PO_4 /zeolit ini dilakukan untuk melihat sejauh mana asam fosfat dapat merestrukturisasi molekul trigliserida.

2.6 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.¹³⁾ 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.

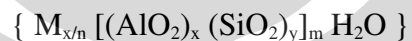
Sisi asam pada zeolit merupakan asam bronsted hasil dari substitusi silika dengan alumina yang dapat mendonorkan proton. Tingginya kekuatan asam zeolit didukung dengan luas permukaan yang besar menjadikan zeolit sebagai katalis yang komersil digunakan pada industri untuk reaksi heterogen. Berikut merupakan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



Gambar 2.5 Tetrahedral Alumina dan Silikat

Dalam struktur zeolit, atom Al dan Si berkoordinasi dengan seluruh atom oksigen dalam bentuk tertrahedral silika atau alumina (Gambar 2.5). Gugus alumina AlO_4 akan bermuatan negatif dan dinetralisir oleh logam alkali atau alkali tanah untuk mencapai struktur yang stabil.¹⁸⁾

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

2.6.1 Pengelompokan dan Jenis Zeolit

Secara umum zeolit dibagi menjadi dua kelompok, yaitu zeolit alam dan sintetis. Zeolit alam merupakan batuan mineral yang banyak terdapat di alam dan terjadi karena adanya proses perubahan alam dari batuan vulkanik. Perihal zeolit sintetis, proses dilakukan dengan meniru proses hidrotermal pada mineral zeolit yang terjadi di alam^{18,19)}

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. Dibawah ini adalah Tabel 2.4 yang menyajikan data dari bermacam-macam jenis mineral zeolit yang ada di alam.

Tabel 2.4. Jenis Mineral Zeolit¹⁹⁾

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

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.

2.6.2 Aktivasi Zeolit

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

➤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.

➤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.

2.6.3 Zeolit sebagai Penyangga (*support*)¹⁷⁾

Komponen inti aktif (asam, basa, atau logam) dapat ditempatkan ke dalam suatu bahan penyangga berpori seperti zeolit dimana diharapkan dapat terdidpersi 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.

2.6.4 Zeolit Sebagai Penukar Ion

KTK (kemampuan tukar kation) adalah jumlah meq (miliekivalen) ion logam yang dapat diserap maksimum oleh 1 g zeolit dalam kondisi kesetimbangan. Kemampuan tukar kation (KTK) dari zeolit bervariasi dari 1,5 sampai 6 meq/g. Nilai KTK zeolit ini banyak tergantung pada jumlah atom Al dalam struktur zeolit, yang jauh lebih tinggi dibandingkan dengan KTK batuan lempung, seperti kaolinit (0,03-0,15 meq/g), bentonit (0,80-1,50 meq/g) dan vermikulit (1-1,50 meq/g). Kation yang terdapat pada zeolit berasal dari golongan alkali dan alkali tanah. Kation tersebut mempunyai posisi yang tidak tetap dan tidak terikat kuat dalam rongga zeolit, sehingga memungkinkan kation tersebut ditukar dengan kation lain.¹³⁾

Pertukaran ion dapat terjadi dalam suatu cairan yang mengandung anion, kation, dan molekul air, dimana salah satu ion akan terikat pada matriks mikropori dari zeolit. Molekul air dapat berada dalam mikropori bersama ion (kation dan anion) dengan muatan berlawanan dengan ion dan matriks sehingga akan terjadi kesetimbangan muatan untuk mencapai keadaan netral. Ion yang berada dalam cairan dapat bergerak bebas di dalam matriks mikropori zeolit sehingga zeolit disebut sebagai penukar kation atau anion bergantung pada jenis ion yang akan ditukar. Berikut adalah proses pertukaran kation antara larutan garam suatu logam dengan kation zeolit¹⁹⁾:



Zeolit memiliki urutan selektivitas kation yang berlainan yang dipengaruhi oleh beberapa factor, antara lain:

- Struktur pembentukan zeolit alam dipengaruhi oleh besarnya rongga yang terjadi.
- Mobilitas kation yang diperlukan

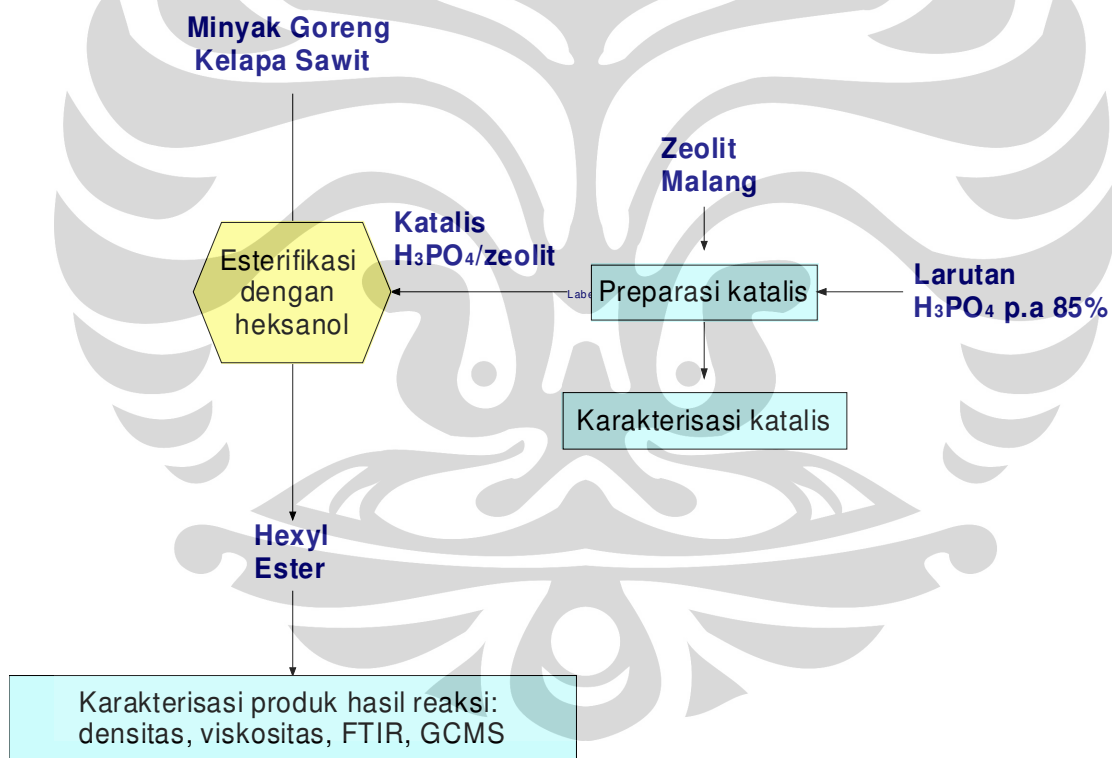
BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian

Penelitian yang akan dilakukan ini dijalankan untuk memberikan alternative sintesis pelumas nabati melalui proses transesterifikasi dengan katalis H_3PO_4 /zeolit. Dengan demikian diharapkan permasalahan pemisahan katalis dan pemurnian produk pelumas nabati dapat diatasi.

Dalam penelitian ini, akan dilakukan sintesa produk terlebih dahulu yang diikuti dengan pengujian untuk menilai keberhasilan dari sintesa tersebut dalam menghasilkan produk yang diinginkan. Kemudian penelitian dilanjutkan dengan melakukan karakterisasi yang terdiri dari uji fisika dan uji kimia seperti terlihat pada Gambar 3.1 dibawah ini.



Gambar 3.1 Diagram Alir Tahapan Metode Penelitian

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Pada percobaan ini digunakan alat-alat antara lain; peralatan gelas yang digunakan di laboratorium, lumpang, Beaker glass 500 dan 1000 ml, pipet tetes, pipet ukur 10 ml, gelas ukur, neraca analitik, cawan porselen, kertas saring, pengaduk larutan sederhana, Oven Beschickung-Loading Modell 100-800 memmert, *Furnace* Nabertherm (1100°C) West Germany, desikator.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan meliputi bahan uji dan bahan kimia antara lain; minyak kelapa sawit, zeolit alam Malang, larutan H_3PO_4 85% p.a, larutan H_3PO_4 (0,5N; 1,0N; 2,0N), HNO_3 , NH_4OH aquades.

3.2.3 Peralatan Karakterisasi

Peralatan untuk karakterisasi yang digunakan antara lain;

- Karakterisasi FTIR merk *ATI Mattson, Genesis Series* FTIR
- Karakterisasi BET merk *BET Autosorb Quanta Chrome*.
- Karakterisasi GCMS merk *Agilent*.

3.3 Prosedur Penelitian

Penelitian yang diusulkan akan dijalankan dengan metode sebagai berikut:

1. Preparasi katalis
 - a. Preparasi bubuk zeolit sebagai penyangga dilaboratorium.
 - b. Larutan asam yang digunakan yaitu asam pospat (H_3PO_4) p.a 85 %
 - c. Asam pospat disanggakan ke zeolit dengan menggunakan teknik preparasi katalis impregnasi. Dimana variasi loading katalis yang dilakukan adalah 0N, 1.0N, dan 2.0N.

2. Karakterisasi Katalis

- a. Metode BET, untuk mengetahui sifat tekstur katalis, seperti luas spesifik, rata-rata diameter pori dan volume diameter.

3. Sintesis pelumas nabati

Reaksi berlangsung pada reaktor tumpak (batch) berpengaduk volume 100 ml. Reaktan adalah minyak kelapa sawit. Reaksi dilakukan dengan kondisi berikut:

- Rasio molar, minyak kelapa sawit : heksanol = 1 : 6
- Variasi temperatur reaksi 150 dan 170 °C
- Variasi waktu reaksi 8 jam
- Variasi loading katalis yaitu 1.0N, 2.0 N dan katalis yang tidak diimpregnasi dengan asam pospat yaitu 0 N.

Karena tahapan ini juga merupakan tahapan untuk menguji kinerja dari katalis yang telah dibuat dimana indikator keberhasilan terlihat dari selektivitas, konversi dan yieldnya, maka setiap sampel produk yang dihasilkan diukur densitas dan viskositasnya, selain itu juga akan diuji dengan menggunakan :

- a. GC-MS, untuk mengetahui komposisi penyusun pelumas nabati.
- b. FT-IR, untuk mengetahui perubahan gugus fungsinya.

3.3.1 Pembuatan Larutan Asam Pospat (H_3PO_4) 0,5 N

1. Dipipet sebanyak 1,12 ml larutan asam pospat 85% kedalam labu takar 100 ml
2. Diencerkan dengan menambahkan air aquades sampai tanda batas.
3. Larutan dihomogenkan.

3.3.2 Pembuatan Larutan Asam Pospat (H_3PO_4) 1.0 N

1. Dipipet sebanyak 2,25 ml larutan asam pospat 85% kedalam labu takar 100 ml
2. Diencerkan dengan menambahkan air aquades sampai tanda batas.
3. Larutan dihomogenkan.

3.3.3 Pembuatan Larutan Asam Pospat (H_3PO_4) 2.0 N

1. Dipipet sebanyak 4,50 ml larutan asam pospat 85% kedalam labu takar 100 ml
2. Diencerkan dengan menambahkan air aquades sampai tanda batas.
3. Larutan dihomogenkan.

3.3.4 Preparasi Zeolit Alam

1. Zeolit Malang didispersikan dengan air selama 24 jam.
2. Zeolit dikeringkan dalam oven pada suhu 100°C selama 8 jam untuk menghilangkan airnya.
3. Zeolit selanjutnya di aktivasi dengan menggunakan larutan Amonia (NH_4NO_3) 1.0N selama 8 jam.
4. Zeolit yang telah di aktivasi dikeringkan dalam oven pada suhu 100°C selama 8 jam untuk menghilangkan airnya.
5. Zeolit diimpregnasi dengan menggunakan larutan asam pospat (H_3PO_4) masing-masing dengan konsentrasi 0.5 N; 1.0 N; 2.0N selama 24 sampai 48 jam.
6. Dilakukan pencucian terhadap zeolit yang telah diimpregnasi, setelah itu dioven pada suhu 100°C selama 4 jam.
7. Kemudian lakukan kalsinasi pada suhu 300°C selama 5 jam

3.4 Prosedur Pengujian dengan Variasi Konsentrasi Zeolit, Waktu, dan Suhu.

1. Tuangkan 100 ml minyak kelapa sawit ke dalam reaktor tumpak (*batch*) 300 ml.
2. Tuangkan 74,39 ml larutan heksanol 98% ke dalam Reaktor tumpak (*batch*) yang telah berisi minyak kelapa sawit.
3. Tambahkan 4,4 gram katalis H_3PO_4 /zeolit ke dalam campuran larutan

Heksanol dengan minyak kelapa sawit.

4. Lalu nyalakan *heater* dan *stirer* dengan suhu 170 °C.
5. Biarkan reaksi berlangsung selama 8 jam.
6. Mengulangi prosedur (1) – (5) dengan konsentrasi katalis H₃PO₄ / zeolit : 0,5 N; 1,0 N; 2,0 N; dan untuk katalis zeolit yang tidak diimpregnasi (0 N). Untuk Variasi suhu yang digunakan adalah 150 °C, dan 170 °C.
7. Melakukan analisis viskositas, massa jenis, XRD, BET, FTIR dan GC-MS terhadap sampel-sampel produk yang diperoleh.

3.5. Tahap Analisa Hasil Reaksi.

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

3.5.1. Penentuan Densitas.

Penentuan massa jenis dilakukan menggunakan piknometer, dengan prosedur analisa sebagai berikut:

1. Memastikan bahwa piknometer benar-benar dalam keadaan kering.
2. Menimbang piknometer kosong dan mencatat massanya.
3. Memasukkan sampel hasil polimerisasi kedalam piknometer sampai penuh.
4. Menimbang piknometer berisi sampel dan mencatat massanya.
5. Mengulang prosedur (1)-(4) untuk semua sampel pada suhu 25 °C dan 40 °C.

3.5.2. Penentuan Viskositas

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. Siapkan *oilbath* pada suhu 40°C.

2. Isi viskometer dengan sampel yang akan diuji dan kondisikan suhu sampel sesuai suhu *oilbath* dengan membiarkan viskometer dengan sampel dalam *oilbath* selama beberapa waktu.
3. Gunakan penghisap (*bulb*) untuk menghisap sampel sampai batas atas dari viskometer tersebut.
4. Catat waktu pengaliran dari batas atas sampai batas bawah pada viskometer dan ulangi percobaan sebanyak 3 kali.
5. Hitung waktu alir rata-rata.
6. Ulangi percobaan dengan suhu *oilbath* 1000C.
7. Catat konstanta dan hitung viskositas kinematik dengan rumus

$$V = C \times t$$

Keterangan rumus:

V = viskositas kinematik (cSt)

C = konstanta viskometer

t = waktu alir zat (s)

3.5.3 Analisa FTIR

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

1. Aktifkan *software winfirst*, dan lakukan *scanning background* pada keadaan FTIR belum terisi sampel.
2. Oleskan sampel yang akan di uji pada wadah kaca didalam FTIR.
3. Lakukan *scanning* sampel menggunakan *software*.
4. Hasil *scanning* dapat dilihat pada tampilan layar komputer.
5. Pembacaan gugus pada hasil *scanning*.

3.5.4 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 kedalam detektor yang berfungsi untuk menunjukkan adanya komponen dalam eluent dan mengukur kuantitas dan kualitasnya.



BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Untuk mendapatkan pelumas nabati pada penelitian sebelumnya dilakukan tiga tahapan proses yaitu: transesterifikasi, epoksidasi dan ring opening, dan katalis yang digunakan adalah katalis homogen. Pada penelitian ini digunakan katalis H_3PO_4 /zeolit dimana tahapan prosesnya hanya satu tahap yaitu transesterifikasi dengan heksanol, menggunakan reaktor *batch* skala lab (100 ml). Produk sintesis yang dihasilkan akan dilakukan pengujian densitas, viskositas, FTIR, dan GC-MS.

4.1 Reaksi Transesterifikasi

Transesterifikasi (juga disebut alkoholisis) adalah mereaksikan lemak atau minyak dengan alkohol untuk membentuk/menghasilkan ester dan gliserol. Alkohol yang digunakan pada penelitian ini adalah heksanol.

Dalam reaksi ini, minyak kelapa sawit akan direaksikan dengan heksanol dan dilakukan pada suhu 150-170 °C selama 8 jam. Katalis yang digunakan adalah H_3PO_4 /zeolit dengan konsentrasi 1.0N, 2.0N dan katalis yang tidak di impregnasi dengan asam fosfat (0N). Produk pelumas dasar nabati yang dihasilkan akan berubah

secara fisik yaitu warna yang lebih gelap dan lebih kental dibandingkan dengan minyak kelapa sawit.

4.2 Karakterisasi Produk

Setelah sintesa produk dilakukan, produk yang dihasilkan dikarakterisasi untuk mengetahui karakter dari produk hasil reaksi tersebut. Karakterisasi ini dilakukan melalui uji densitas, viskositas, FTIR, dan GC-MS. Untuk karakterisasi terhadap zeolit yang di impregnasi dengan asam fosfat dilakukan dengan BET (*surface area*).

4.2.1 Uji BET (*surface area*)

Luas permukaan zeolit dapat ditentukan dengan prinsip adsorpsi gas. Adsorpsi ini disebabkan karena adanya gaya interaksi antara permukaan padatan (adsorben) dengan molekul-molekul gas atau uap (adsorbat).

Tabel 4.1. Hasil Analisa BET

Katalis	Surface Area (sq.m/g)	Pore Volume (cc/g)	Average Pore Diameter (Å)
H ₃ PO ₄ /zeolit yang tidak diimpregnasi	134.0329	0.387212	55.2508
H ₃ PO ₄ /zeolit 1N	202.2032	0.533391	129.2491
H ₃ PO ₄ /zeolit 2N	280.3300	0.809583	175.9588

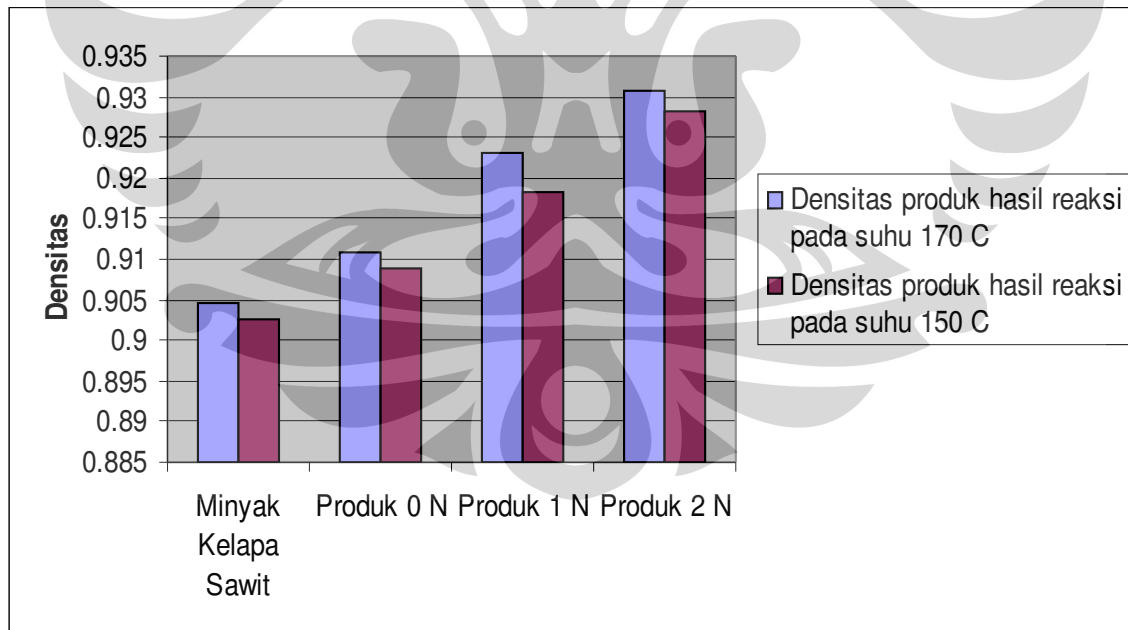
Dari tabel 4.1 hasil analisa BET diatas dapat diketahui bahwa H₃PO₄ yang melapisi zeolit malang mampu memperbesar luas permukaan, luas pori, dan diameter pori dari zeolit malang. H₃PO₄/zeolit yang digunakan sebagai katalis pada reaksi

pembuatan pelumas nabati diharapkan dapat memiliki stabilitas, aktivitas, dan selektivitas yang baik sehingga kemampuan katalis untuk mempercepat suatu reaksi maupun mengkonversi reaktan menjadi produk yang diinginkan dapat tercapai dengan baik.

4.2.2 Uji Densitas

Uji densitas ini dilakukan untuk mengetahui densitas dari pelumas nabati yang dihasilkan sebagai salah satu sifat fisiknya. Pada suhu dan tekanan yang sama, densitas suatu senyawa dipengaruhi oleh bentuk molekulnya. Semakin besar molekul yang dimiliki, densitasnya akan semakin besar. Selain itu gaya tarik-menarik antar molekul (gaya dipol) juga mempengaruhi dimana semakin besar gaya tarik-menarik, maka densitas akan semakin besar.

Pada penelitian ini, pengukuran densitas dilakukan pada suhu ruang yaitu ± 30 °C karena untuk suhu yang berbeda, hasil uji densitas yang diperoleh akan berbeda-beda.



Gambar 4.1. Grafik Hubungan Densitas vs Produk hasil reaksi

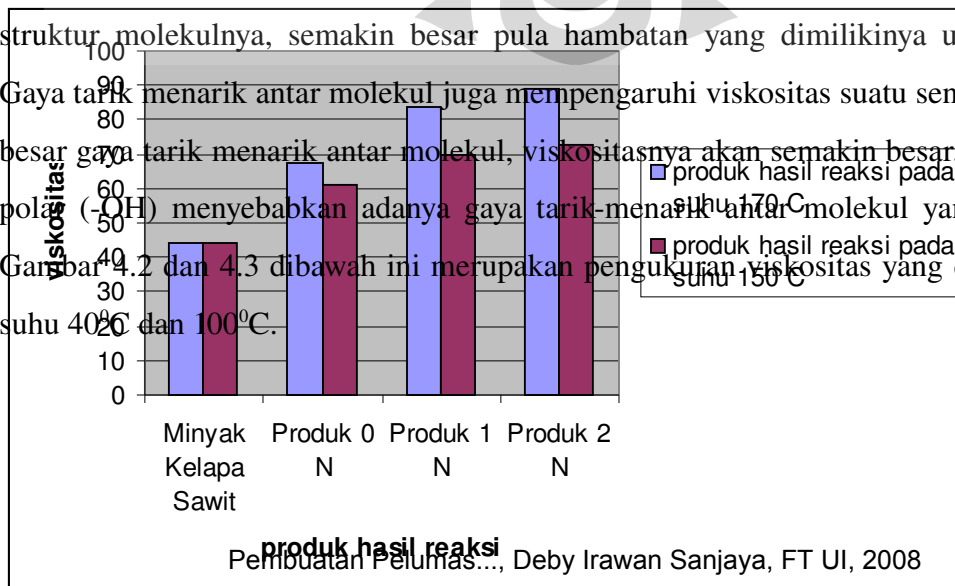
Dari gambar 4.1 terlihat bahwa secara umum densitas produk hasil reaksi pada temperatur 170°C lebih besar dibandingkan densitas produk hasil reaksi pada temperatur 150°C. Produk hasil reaksi yang direaksikan pada suhu 170°C dianggap lebih baik dibanding produk hasil reaksi yang direaksikan pada suhu 150°C karena densitas dan viskositasnya lebih tinggi. Dimana untuk menjadi suatu pelumas yang memenuhi syarat harus mempunyai batasan kekentalan minimum.

Densitas dari minyak kelapa sawit lebih kecil dibandingkan dengan produk hasil reaksi, karena struktur molekul produk hasil reaksi lebih besar dibandingkan minyak kelapa sawit. Selain itu produk hasil reaksi mempunyai gugus polar (-OH) sehingga gaya tarik menarik antar molekulnya juga semakin besar, dan juga produk reaksinya dapat membentuk *crosslink* satu sama lain sehingga membentuk suatu struktur molekul yang lebih besar dibandingkan dengan struktur molekul yang ada pada minyak kelapa sawit. Densitas produk hasil reaksi dengan rantai C yang lebih panjang akan lebih besar dibandingkan dengan minyak kelapa sawit dengan rantai C yang lebih pendek.

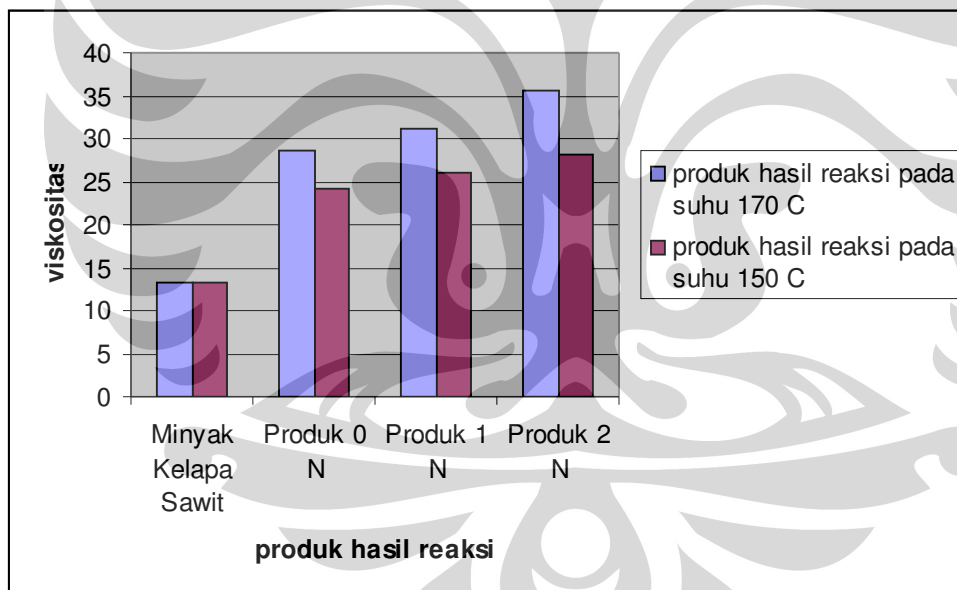
4.2.3 Uji Viskositas

Viskositas adalah sifat yang penting,. Minyak pelumas digunakan untuk hal-hal yang berbeda tergantung viskositasnya. Viskositas menyatakan banyaknya energi yang dibutuhkan untuk mengalirkannya melalui pipa, dan lainnya. 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 temperatur.

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. Gambar 4.2 dan 4.3 dibawah ini merupakan pengukuran viskositas yang dilakukan pada suhu 40°C dan 100°C.



Gambar 4.2. Grafik Hubungan viskositas pada suhu 40^o C vs Produk hasil reaksi



Gambar 4.3. Grafik Hubungan Viskositas pada suhu 100^oC vs Produk hasil reaksi

Dari gambar 4.2 dan gambar 4.3 diatas, dapat dilihat bahwa viskositas tertinggi dimiliki oleh produk hasil reaksi yang direaksikan pada suhu 170^oC. Seperti pada uji densitas tadi, produk hasil reaksi pada suhu 170^oC selama 8 jam dianggap lebih baik dibanding produk hasil reaksi pada suhu 150^oC karena viskositasnya lebih tinggi dimana

untuk menjadi suatu pelumas yang memenuhi syarat harus mempunyai batasan kekentalan minimum.

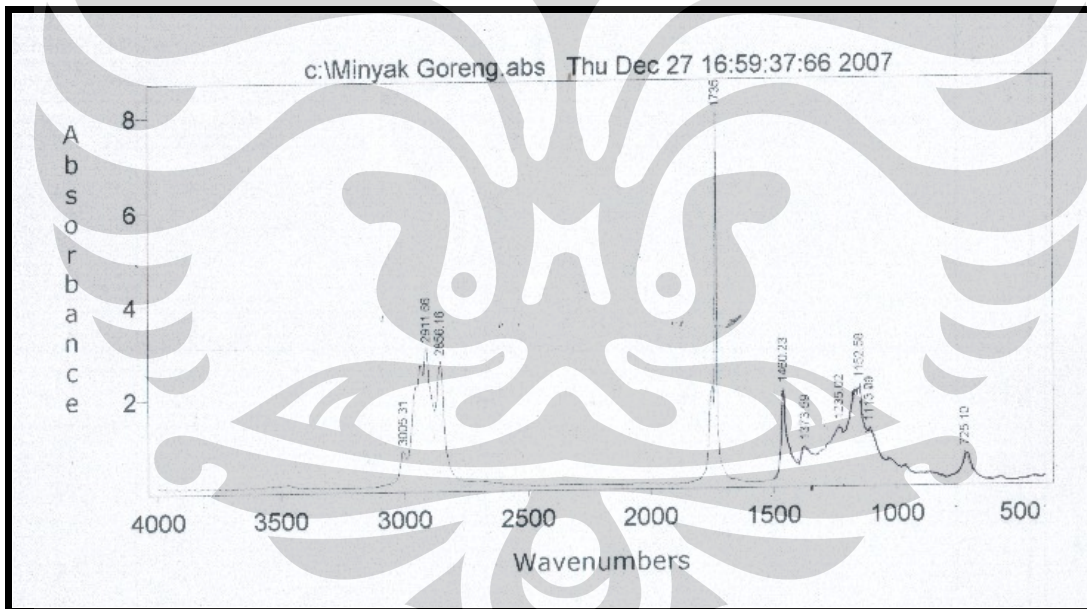
Produk hasil reaksi yang dihasilkan mempunyai viskositas yang lebih besar dibandingkan minyak kelapa sawit karena produk hasil reaksi mempunyai struktur molekul yang lebih besar dan adanya gugus polar (-OH) sehingga gaya tarik menarik antar molekulnya juga semakin besar. Dengan adanya gugus (-OH) maka produk hasil reaksi dapat membentuk *crosslink* satu sama lain sehingga membentuk suatu struktur molekul yang lebih besar lagi.

Dari kedua karakterisasi ini (uji densitas dan uji viskositas), diperoleh bahwa produk hasil reaksi pada suhu 170°C lebih besar dibandingkan produk hasil reaksi pada suhu 150°C. Hal ini dikarenakan produk hasil reaksi pada suhu 170°C mempunyai struktur molekul yang lebih besar serta adanya gugus polar (-OH) yang lebih banyak, menyebabkan peningkatan gaya tarik-menarik antar molekulnya dan terbentuknya *crosslink* pada produk yang terbentuk.

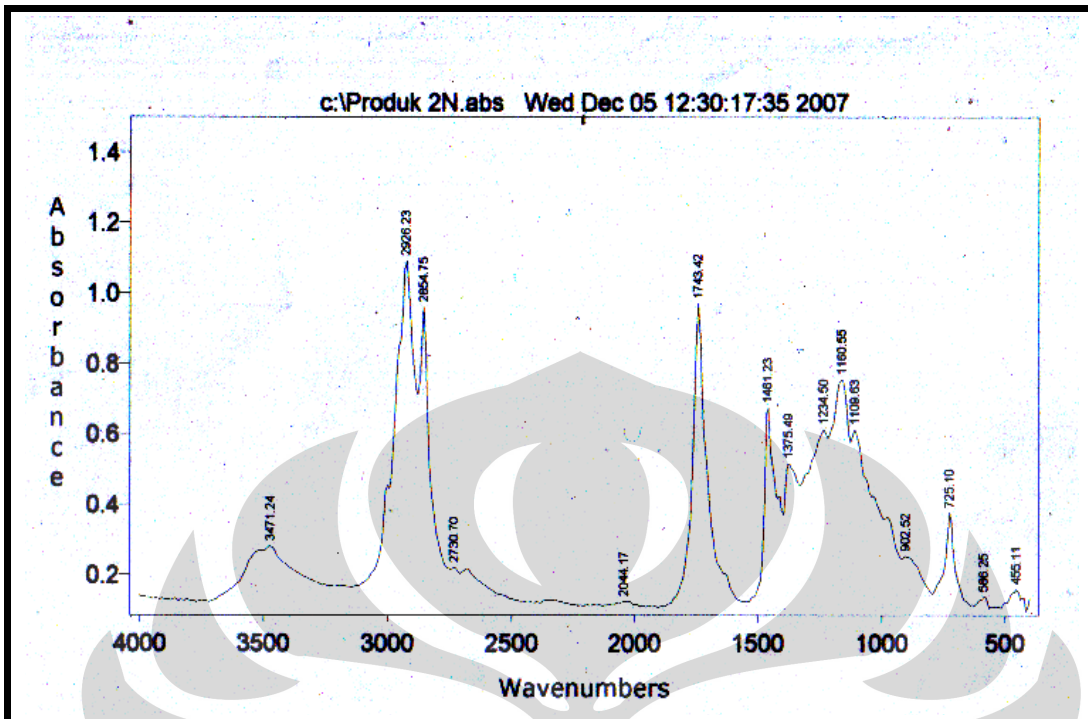
4.2.4 Uji FTIR

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}).

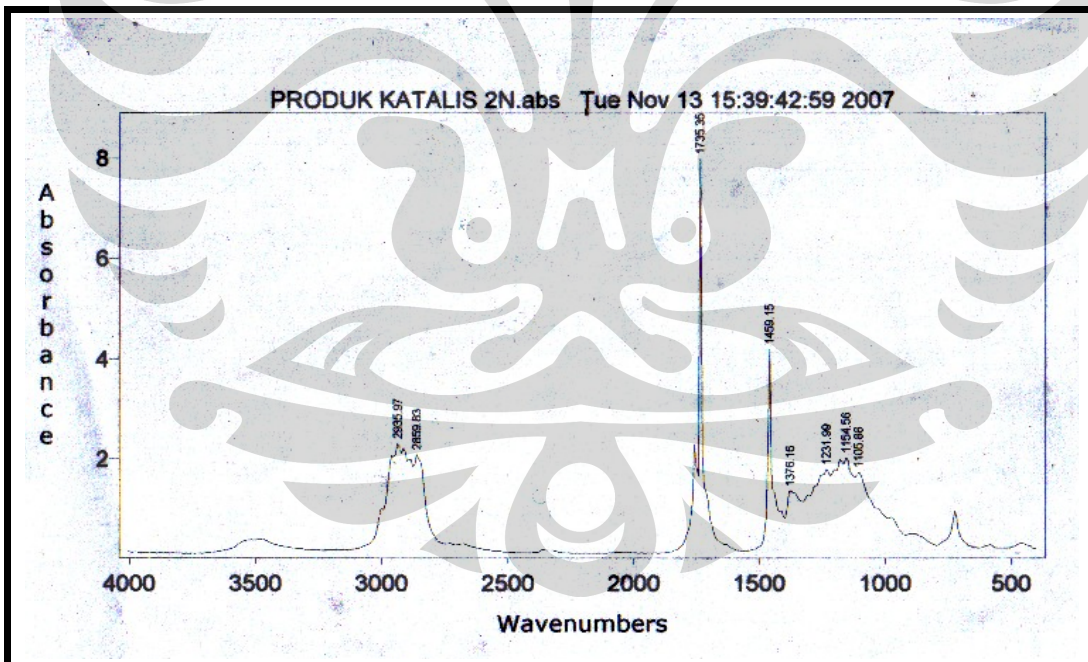
Uji ini dilakukan untuk mengetahui perubahan gugus yang terjadi dengan modifikasi yang telah dilakukan. *Peak* yang terbentuk menunjukkan gugus yang ada pada struktur molekul dari produk tersebut.



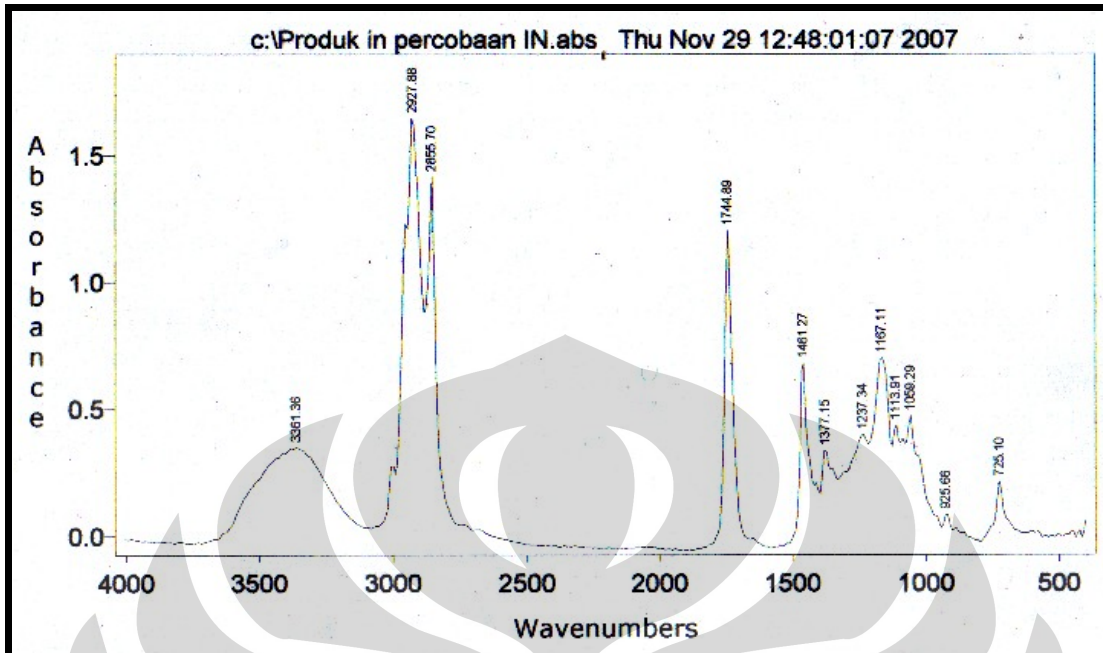
Gambar 4.4. Spektrum FTIR untuk minyak goreng kelapa sawit



Gambar 4.5. Spektrum FTIR untuk produk hasil reaksi pada suhu 150°C dengan reaktor terbuka



Gambar 4.6. Spektrum FTIR untuk produk hasil reaksi pada suhu 170°C dengan reaktor terbuka



Gambar 4.7. Spektrum FTIR untuk produk hasil reaksi pada suhu 170°C dengan reaktor tertutup

Pada gambar 4.4 merupakan spektrum FTIR minyak kelapa sawit, dimana pada gambar ini kita dapat melihat bahwa tidak terdapat gugus C-OH pada hasil spektrum FTIR.

Dari gambar grafik 4.5, 4.6 dan 4.7 diatas dapat dilihat bahwa pada produk hasil reaksi pada suhu 150°C dan 170°C, teridentifikasi peak-peak berikut:

- Gugus C-OH pada daerah panjang gelombang 3300-3600 cm^{-1} . Gugus C-OH tersebut berasal dari heksanol yang digunakan pada reaksi transterifikasi antara trigliserida dan heksanol.
- Gugus karbonil (C=O) pada daerah panjang gelombang 1600-1820 cm^{-1} .
- Gugus C-O pada daerah panjang gelombang 1000-1300 cm^{-1}

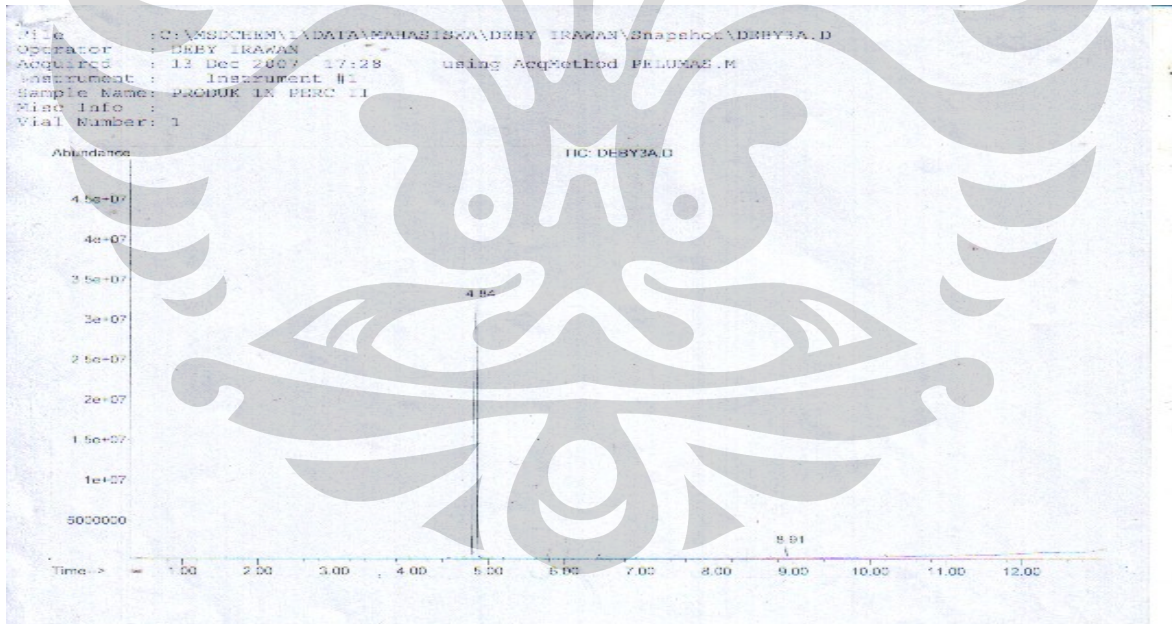
Gugus C=O dan C-O tersebut membuktikan bahwa terdapat senyawa ester pada produk yang dianalisa.

Dapat dilihat pula bahwa tidak terdapat gugus rangkap C=C (biasanya pada daerah panjang gelombang 1600-1680 cm^{-1}) yang menandakan bahwa semua gugus C=C dari asam lemak tak jenuh yang terdapat pada minyak kelapa 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 170°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 170°C lebih besar daripada produk hasil reaksi pada suhu 150°C. Hal ini menunjukkan gugus –OH yang terkandung dalam produk pelumas nabati yang direaksikan pada suhu 170°C lebih banyak dibandingkan produk hasil reaksi pada suhu 150°C.

4.2.5 Uji GCMS

Uji GCMS dilakukan untuk mengetahui kandungan dari produk hasil reaksi yang terbentuk. Dengan uji ini, kita dapat mengetahui senyawa-senyawa apa saja yang terdapat dalam produk yang dihasilkan dan juga konsentrasi masing-masing senyawa tersebut.

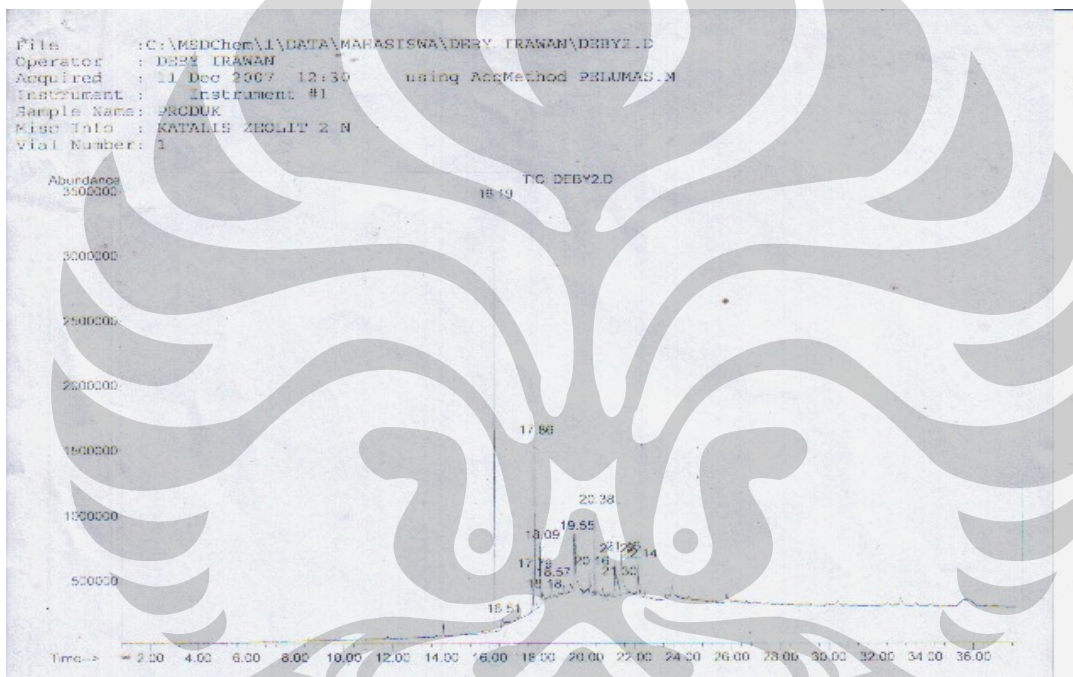


Gambar 4.8 Hasil Analisa Gas Chromatogram pada Uji GCMS Untuk Produk Hasil Reaksi Dengan reaktor tertutup

Tabel 4.3. Hasil Analisis Mass Spektra Untuk Produk Hasil Reaksi Pada Suhu 170°C Menggunakan Reaktor Tertutup

No.	Senyawa	BM	Konsentrasi (%)
1.	1-hexanol	130.10	97.69
2.	Dihexyl ether	186.20	2.31

Dari tabel 4.3 hasil analisis GCMS untuk produk hasil reaksi pada suhu 170°C menggunakan katalis H₃PO₄/zeolit 1N dengan reaktor tertutup dapat dilihat bahwa produk yang diharapkan terbentuk yaitu gugus hexyl ester tidak ada yang teridentifikasi, gugus yang teridentifikasi adalah gugus hexanol dan dihexyl ether.



Gambar 4.9 Hasil Analisa Gas Chromatogram pada Uji GCMS Untuk Produk Hasil Reaksi Dengan Reaktor Terbuka

Tabel 4.4. Hasil Analisis Mass Spektro Untuk Produk Hasil Reaksi Pada Suhu 170°C menggunakan reaktor Terbuka

No.	Senyawa	BM	Konsentrasi
-----	---------	----	-------------

			(%)
1.	Hexadecanoid acid, methyl ester	270	25.43
2.	Hexadecanoid acid	256	1.18
3.	Octadecadienoic acid, methyl ester	298	3.09
4.	9-Octadecenoid acid (Z),methyl ester	296	12.68
5.	Octadecanoic acid, methyl ester	298	3.82
6.	9,12-octadecadienoic acid, methyl ester	294	2.51
7.	Linoleic acid, methyl ester	308	2.49
8.		282	16.03
9.	13-Hexyloxacyclotridecan-2-one	244	3.54
10.	1,2-dihydro-12-methylbenz [a] anthracene	257	5.62
11.	2,10-Dimethyl-7,8-benzacridine	362	6.03
12.	Octodecanoic acid, 9,10-dihydroxy, methyl ester	170	2.57
13.	1-Deutero-1-phenyl-2-methylenecyclopropane	258	10.23
14.	15-Hydroxypentadecanoic acid	282	4.79
	Oleic acid		

Dari tabel 4.4 hasil analisis GCMS untuk produk hasil reaksi pada suhu 170°C menggunakan katalis H₃PO₄/zeolit 2N dengan reaktor terbuka dapat dilihat bahwa produk yang diharapkan terbentuk yaitu gugus hexyl ester tidak ada yang teridentifikasi, akan tetapi gugus yang teridentifikasi adalah gugus methyl ester.

Hal ini sangat membingungkan karena dalam uji reaksi, reaktan yang digunakan adalah heksanol, akan tetapi gugus yang teridentifikasi adalah gugus methyl ester yang terbentuk dengan konsentrasi sebesar 56.05%. Beberapa faktor yang mungkin menyebabkan tidak teridentifikasinya gugus hexyl ester, diantaranya adalah:

1. Kurangnya suhu operasi alat GCMS yang digunakan yaitu menggunakan suhu operasi 290°C, sehingga senyawa dengan BM diatas 300°C tidak dapat teridentifikasi.
2. Produk hasil uji reaksi mengalami oksidasi sehingga gugus hexyl ester yang diharapkan tidak terbentuk.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Adapun kesimpulan yang dapat diambil dari penelitian yang telah dilakukan adalah:

1. Pembuatan katalis H_3PO_4 /zeolit melalui metode impregnasi telah mampu memperbesar luas permukaan, luas pori, dan diameter pori dari zeolit malang.
2. Berdasarkan hasil uji GCMS, reaksi antara minyak kelapa sawit dengan heksanol melalui reaksi transesterifikasi dengan bantuan katalis H_3PO_4 /zeolit belum dapat menghasilkan pelumas dasar nabati yang diinginkan yaitu gugus hexyl ester.

5.2 Saran

1. Studi lebih lanjut mengenai pembuatan pelumas nabati melalui reaksi transesterifikasi dengan heksanol diperlukan untuk menemukan optimasi dari reaksi ini, baik dari segi reaktor yang digunakan, jumlah katalis dan heksanol yang digunakan maupun dari segi waktu reaksi.
2. Melakukan percobaan dengan menggunakan alat penguji yang berstandar internasional sehingga hasil yang diperoleh dapat diperbandingkan secara umum.
3. Mencari alternatif reaktan (heksanol) yang digunakan, karena apabila menggunakan heksanol p.a harganya cukup mahal.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Hardjono, A. *Teknologi Minyak Bumi*. Gadjah Mada University Press, Yogyakarta. 2001
- [2] H. Wagner, R. Luther, T. Mang, "Lubricant Base Fluids Based On Renewable Raw Materials Their Catalytic Manufacture And Modification", *Applied Catalysis A: General* 221, 429-442, 2001
- [3] RM.Mortier & ST. Orszurik, "*Chemistry and Technology of Lubricant*", Blackie Academic and Profesional an imprint of chapman & Hall. Glasgow London. 1997
- [4] Sukirno, "*Pembuatan Pelumas Dasar Foodgrade Berbasis Minyak Sawit untuk Industri Pangan*" ,Proposal Hibah Bersaing Perguruan Tinggi (XIV), Depok. 2005
- [5] H. Masjuki, M.A.Maleque, '*Investigation Of Antiwear Charasterictic Of Palm Oil Methyl Ester Using a Four Ball Tribometer Test* ', Elsevier.1999
- [6] N.J. Fox, G.W. Stachowiak, "*Vegetable Oil-Based Lubricants - A Review Of Oxidation*", *Tribology International*,2006
- [7] G.J Suppes, dkk, "*Transesterification Of Soya Bean Oil With Zeolite And Metal Catalysts*", *Applied Calalysis A: General*, 257:213,2004
- [8] P.S. Sreepersanth, dkk, "*Hydrophobic, Solid Acid Catalysts For Production Of Biofuel And Lubricants*", *Applied Catalysis A : General*, 2006
- [9] L.R. de Araujo, C.F. Scofield, N.R Pastura, "*H3PO4/Al2O3 Catalyst: Characterization And Catalytic Evaluation Of Oleic Acid Conversion To Biofuels And Biolubricants*", *Material Research*, Vol 9 No.2, 181-184,2006

- [10] Soerawidjaja, H., Tatang. *Katalis dalam Produksi Biodiesel*. Kelompok Riset Biodiesel, Pusat Penelitian Pendayagunaan Sumber Daya Alam dan Pelestarian Lingkungan. Institut Teknologi Bandung. 2006
- [11] Okamoto, Ken-ichi, Hidetoshi Kita, Kohji Horii, Kazuhiro Tanaka & Masakazu Kondo. *Zeolite NaA Membrane: Preparation, Single-Gas Permeation, and Pervaporation and Vapor Permeation of Water/ Organic Liquid Mixtures*. *Ind.Eng.Chem.Res.* 40: 163 – 175.2001
- [12] Ketaren, S. “*Minyak dan Lemak Pangan*” Universitas Indonesia : Depok. 1986.
- [13] Anna. *Pembuatan Zeolit dari Kaolin dan Aplikasinya Sebagai Penyaring Beberapa Kelas Molekul Hidrokarbon*. FMIPA UI: Depok. 2004
- [14] Solomos, G. “*organic chemistry*”, John Wiley & Sons, New York. 1978
- [15] Fenjery, Yunita. 2006. *Pembuatan dan Karakterisasi Epome Gliserol dan Epome Monoalkohol sebagai pelumas Foodgrade*. Skripsi Jurusan TGP FTUI. Depok.
- [16] Parikesit, Eko Setiawan. *Karakterisasi Zeolit Alam Yogya & Zeolit Alam Lampung*. FMIPA UI, Depok: xiii + 55 hlm.2003
- [17] Suryani, Irma. *Kemampuan Zeolit Alam Malang dalam Menyerap Ion Pb²⁺ dan Uji Aplikasinya Sebagai Campuran Limbah Padat Untuk Pembuatan Batako*. FMIPA UI, Depok: xii + 45 hlm.1998
- [18] D, W, Breck. *Zeolite Molecular Sieves*. Wiley-Interscience: New York. 1974
- [19] A. Dyer. *Introduction to Zeolite Molecular Sieves*. John Willey and Sons. Chichester.1988
- [20] Ilham, M. Aris. P dan Zaenal A,” *Pengendalian Mutu Pelumas Dengan Analisa Laboratorium*”, Laporan Kerja Praktek Jurusan TGP-FTUI, Depok, 2000.
- [21] Klaus, E.E, C.C.J, Wang, and J.L. Duda. “*Thin Film Deposition Behavior Of Lubricants as A Function Of Temperature*”, *Jurnal The Society Of Trybologists and Lubrication Engineer*, 1992.
- [22] Baron, Arif. 2002. *Karakteristik Beberapa Minyak Nabati yang Digunakan Sebagai Minyak Lumas*. Seminar Jurusan TGP FTUI. Depok.
- [23] <http://en.wikipedia.org/wiki/phosporic-acid.html>
- [24] www.sciencedaily.com



LAMPIRAN A
Contoh Perhitungan Data

1. Perhitungan Jumlah Reaktan Dan Katalis Yang Diperlukan Dalam Reaksi

a. Reaksi Tranesterifikasi

$$\begin{aligned}\text{Volume minyak} &= 100\text{mL} \\ \rho \text{ minyak} &= 0.87869 \text{ g/mL} \\ \text{Massa Minyak} &= 100\text{mL} \times 0.87869 \text{ g/mL} \\ &= 87,869 \text{ g} \\ \text{Mol Minyak} &= \frac{87,869 \text{ g}}{88,23} = 0,989 \text{ mol} \\ \text{Mol Hex an ol} &= \frac{6}{1} \cdot 0,989 \text{ mol} \\ &= 0,5934 \text{ mol} \\ \text{Massa Hex an ol} &= 102 \text{ g/mol} \cdot 0,5934 \text{ mol} \\ &= 60,5286 \text{ g} \\ \rho \text{ Hex an ol} &= 0,8316 \text{ g/mL} \\ \text{Volume Hex an ol} &= \frac{60,5286 \text{ g}}{0,8316 \text{ g/mL}} = 74,3958 \text{ mL}\end{aligned}$$

b. Jumlah Katalis Yang Diperlukan

Vol. minyak = 100 ml

ρ minyak = 0.87869 g/ml

massa minyak = 100 ml x 0.87869 g/ml = 87.869

massa katalis zeolit = 5% x 87.869 g = 4.4 gram

2. Menghitung Densitas

- Mengambil data berat piknometer kosong, berat piknometer yang berisi sample pada suhu ruang dan volume sample yang ada dalam piknometer.

Berat Piknometer Kosong (gr)	23.1690
Berat Piknometer Isi (gr)	46.2648
Volume Sampel (ml)	25

- Memasukkan data pada persamaan:

$$\rho = \frac{\text{berat piknometer isi} - \text{berat piknometer kosong}}{\text{volume sampel}}$$

$$\rho = \frac{(46.2648 - 23.1690)}{25} = 0.9300$$

3. Menghitung Viskositas

- Mengambil data waktu alir sample pada viscometer sebanyak 3 kali

Waktu alir rata-rata sampel 40 ⁰ C (s)	185.03
Waktu alir rata-rata sampel 100 ⁰ C (s)	69.03
Konstanta 40 ⁰ C	0.4794
Konstanta 100 ⁰ C	0.4794

- Menghitung viskositas sampel dengan rumus:

$$\text{Viskositas } 40^{\circ}\text{C} = 0.4794 \times 185.03 = 88.7129$$

$$\text{Viskositas } 100^{\circ}\text{C} = 0.4794 \times 74.13 = 35.5419$$

- Menghitung perubahan viskositas terhadap suhu dengan rumus:

$$\begin{aligned} \text{perubahan viskositas terhadap suhu} &= \frac{\text{viskositas } 40^{\circ}\text{C} - \text{viskositas } 100^{\circ}\text{C}}{\Delta T} \\ &= \frac{(88.7129 - 35.5419)}{60^{\circ}\text{C}} = 0.8862 \frac{\text{cSt}}{^{\circ}\text{C}} \end{aligned}$$

LAMPIRAN B

Data Penelitian

Data Hasil Uji Densitas:

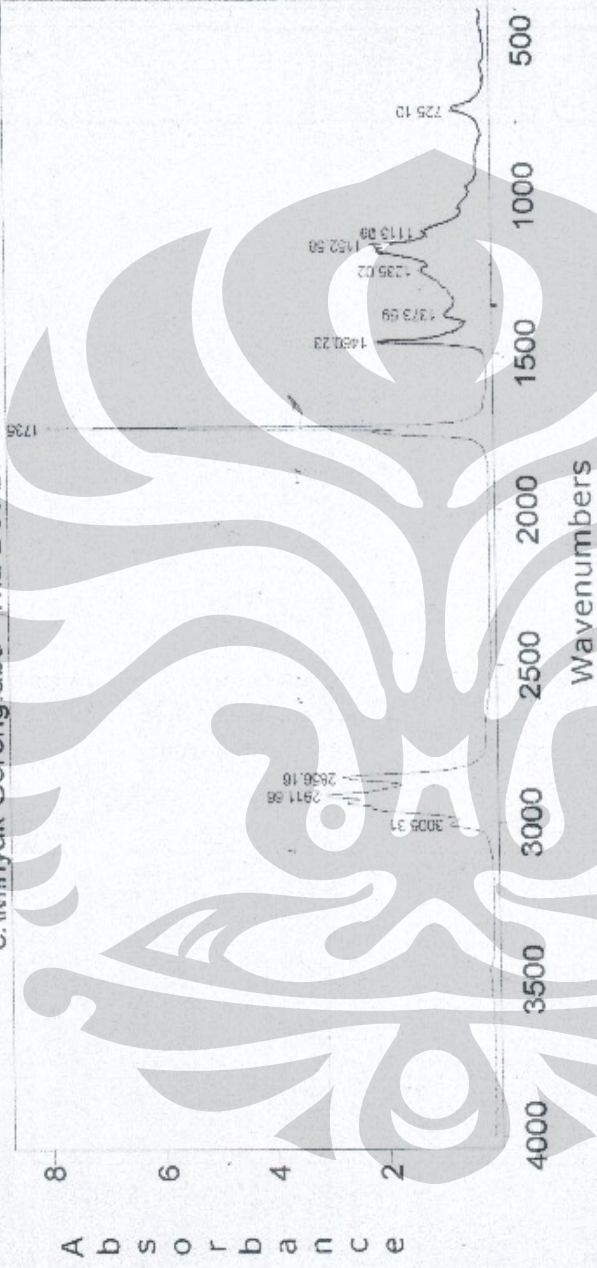
Sampel Pada kondisi Reaktor terbuka	Berat Piknometer Kosong (g)	Berat Piknometer+Zat (g)	Berat Zat (g)	Densitas (g/ml)
Minyak sawit	23.1690	45.7315	22.5625	0.9025
Sawit+heksanol+ Katalis 0N, Pada suhu 150 ⁰ C	23.1690	45.8896	22.7206	0.9088
Sawit+heksanol+ Katalis 1N,	23.1690	46.1244	22.9554	0.9182

Pada suhu 150°C						
Sawit+heksanol+ Katalis 2N, Pada suhu 150°C	23.1690	46.3765	23.2075	0.9283		
Sawit+heksanol+ Katalis 0N, Pada suhu 170°C	23.1712	45.9412	22.7705	0.9108		
Sawit+heksanol+ Katalis 1N, Pada suhu 170°C	23.1712	46.2487	23.0775	0.9231		
Zat	Suhu 40°C		Suhu 100°C			
Reaktor	Waktu	Waktu	Viskositas	Waktu	Waktu	Viskositas
Terbuka	(s)	Rata2 (s)	(cSt)	(s)	Rata2 (s)	(cSt)
Sawit+heksanol+ Katalis 2N, Pada suhu 170°C	23.1712	46.4412	23.2702	0.9308		
Sawit+heksanol+ Katalis 1N, Pada suhu 170°C	92.23 91.53 92.23	92.0333	44.8989 44.2662	27.23 27.55 27.60	27.4632	0.8692 13.2282
Sawit+heksanol+ Katalis 0N, Reaktor tertutup Pada suhu 170°C	127.45 127.32 127.51	127.4267	61.3297	50.46 50.45 50.22	50.3767	24.1675
Pada suhu 150°C						
Sawit+heksanol+ Katalis 0N, Pada suhu 150°C	145.25 145.35 145.11	145.2367	69.6472	54.25 54.36 54.11	54.2407	25.9886
Sawit+heksanol+ Katalis 0N, Pada suhu 150°C	151.12 151.23 151.02	151.1233	72.4199	59.52 59.26 59.05	58.2750	28.2055
Sawit+heksanol+ Katalis 0N, Pada suhu 170°C	140.10 140.31 140.22	140.2198	67.2214	59.85 59.56 59.12	59.5114	28.5825
Sawit+heksanol+ Katalis 0N, Pada suhu 170°C	175.15 175.55 175.01	175.2367	83.9237	65.45 65.98 65.12	65.5167	31.2311
Sawit+heksanol+ Katalis 0N, Pada suhu 170°C	185.03 184.58 185.13	185.2467	88.7129	74.26 74.09 74.15	74.1667	35.5419

Data Hasil Uji Viskositas:



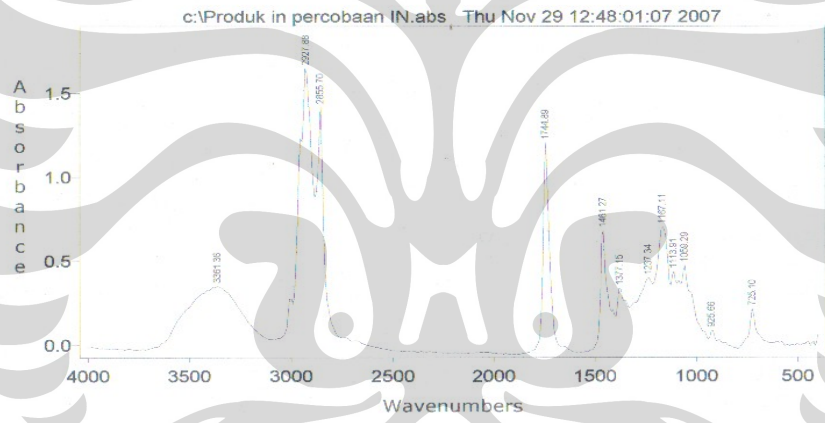
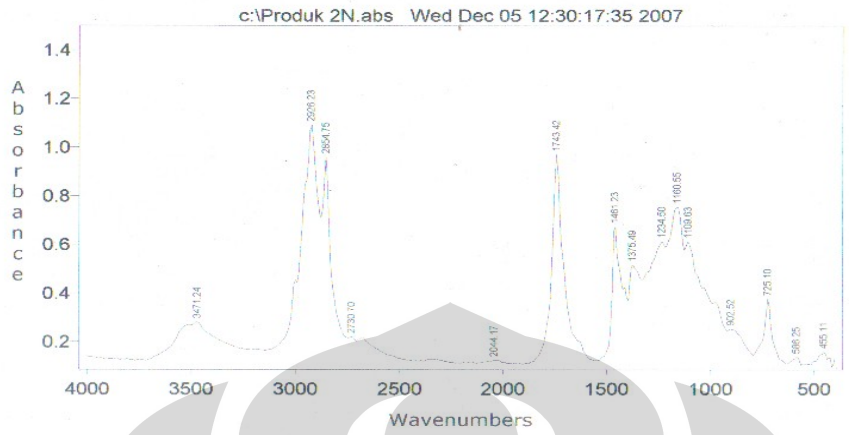
c:\Minyak Goreng.abs Thu Dec 27 16:59:37:66 2007

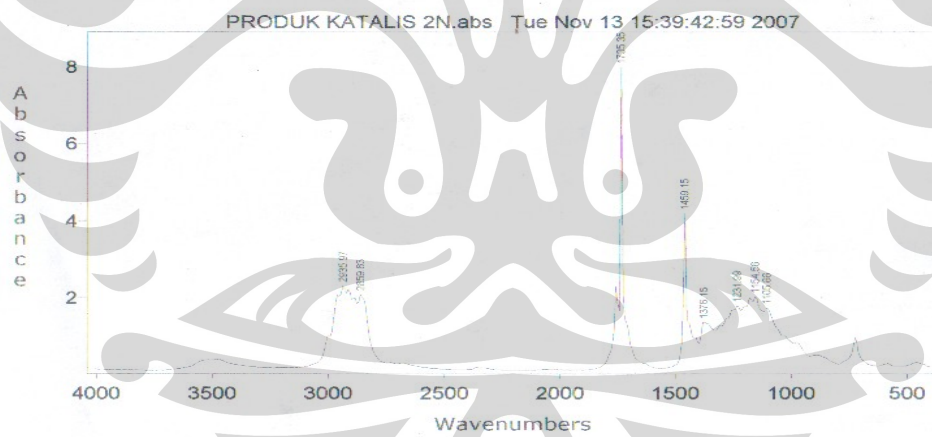
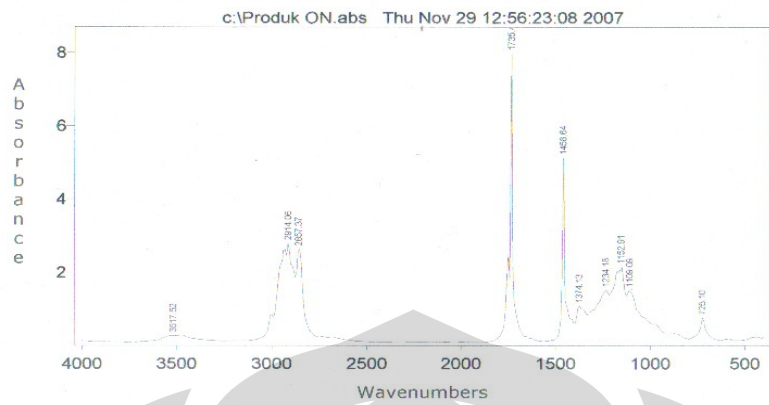


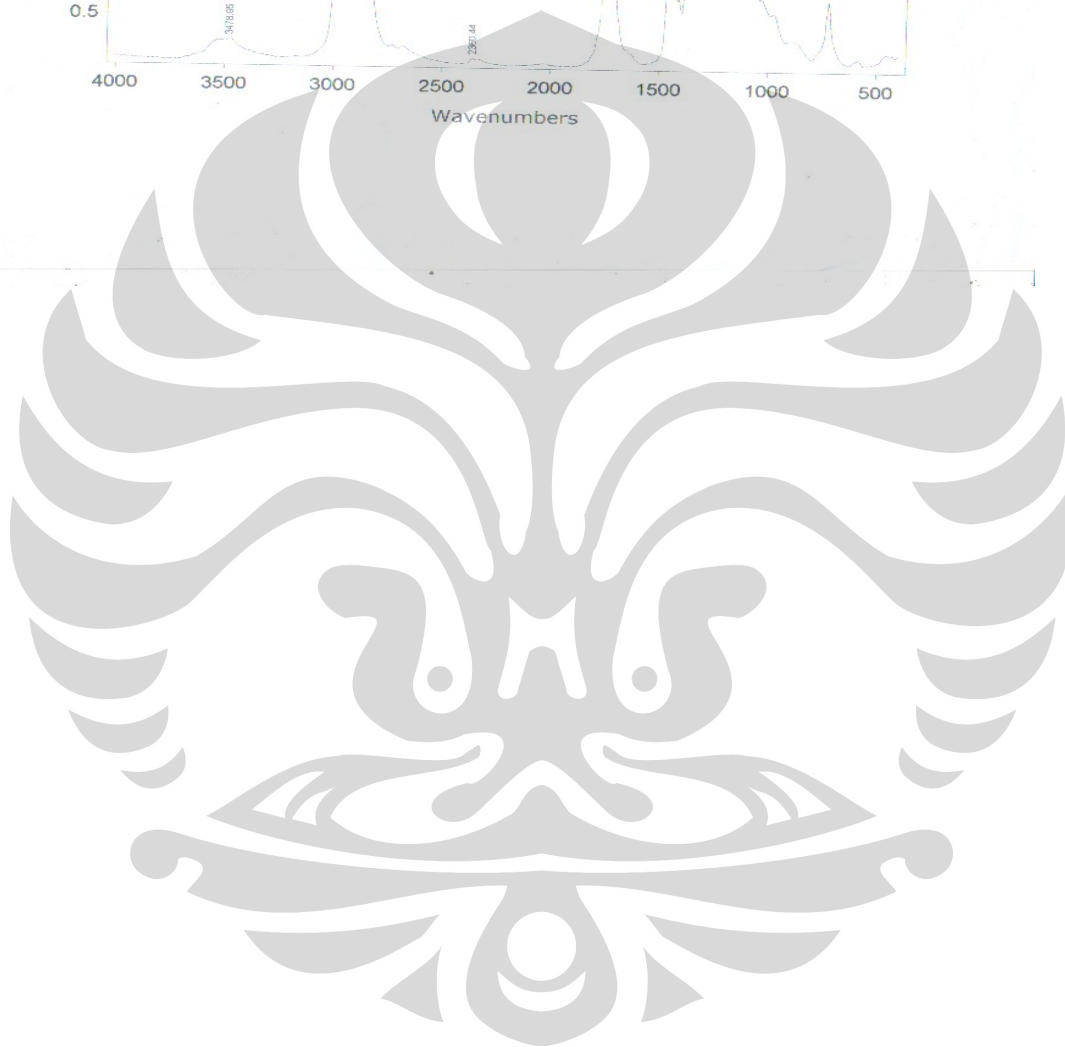
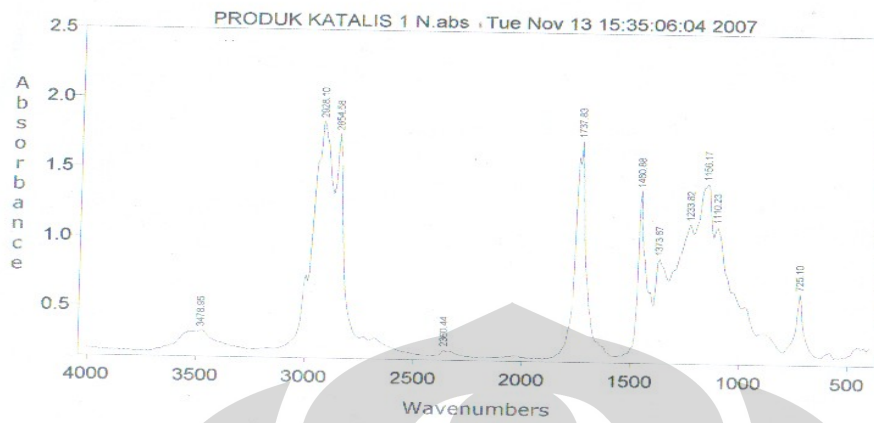
Peak Report
 File: c:\Minyak Goreng.abs Thu Dec 27 16:59:37:66 2007
 Title: c:\Minyak Goreng.abs Thu Dec 27 16:59:37:66 2007

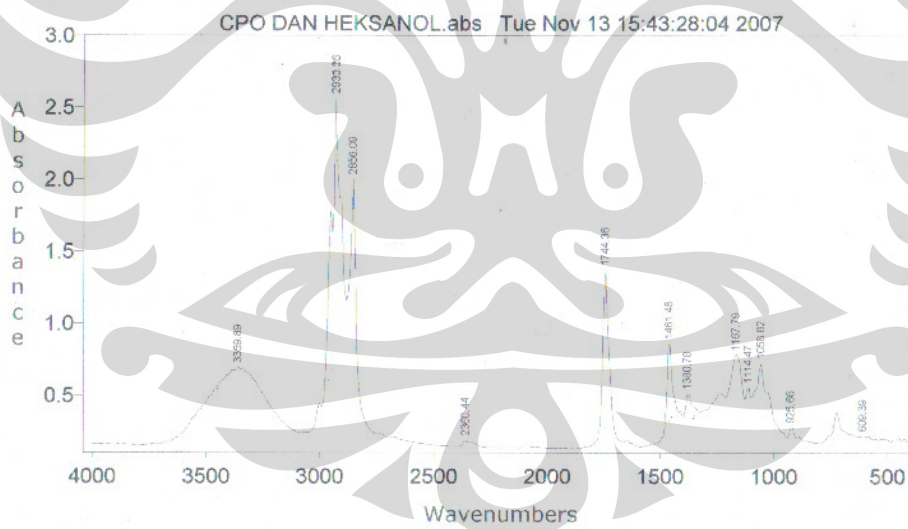
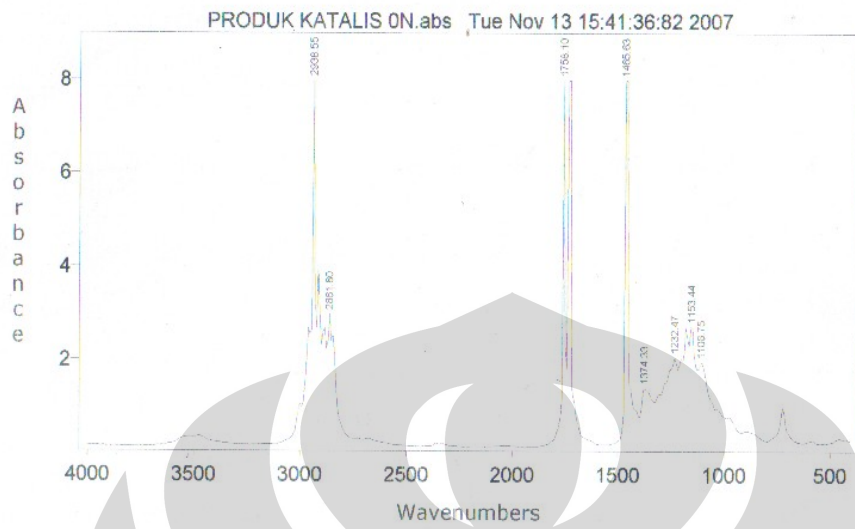
cm-1	AB3
1736.02	4.85
1552.50	7.38
1450.23	0.59
1373.69	0.59
1235.02	0.59
1152.50	0.59
1113.01	0.59
725.10	0.59











LAMPIRAN C



Gambar C1. Seperangkat Alat Reaktor Sederhana Yang Digunakan Pada Untuk Uji Reaksi



Gambar C2. Seperangkat Alat FTIR



Gambar C3. Seperangkat Alat Untuk Uji BET



Gambar C4. Alat Untuk Uji Densitas