



UNIVERSITAS INDONESIA

**REAKSI KATALITIK MINYAK KULIT BIJI METE DENGAN
METANOL MENGGUNAKAN KATALIS ZEOLIT KNAX
UNTUK DIAPLIKASIKAN SEBAGAI BIOPELUMAS**



TESIS

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar magister sains

A N N A

0806421672

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM PASCASARJANA
PROGRAM STUDI MAGISTER ILMU KIMIA
DEPOK
JULI 2011**

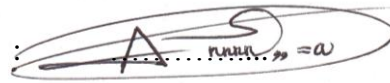
HALAMAN PERNYATAAN ORISINILITAS

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

Nama : Anna

NPM : 0806421672

Tanda Tangan :



Tanggal : 14 Juli 2011

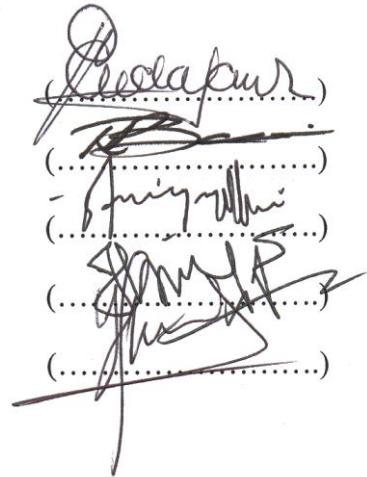
HALAMAN PENGESAHAN

Tesis ini diajukan oleh :
Nama : Anna
NPM : 0806421672
Program Studi : S2 Kimia
Judul Tesis : Reaksi Katalitik Minyak Kulit Biji Mete dengan Metanol Menggunakan Katalis Zeolit KNaX untuk Diaplikasikan sebagai Biopelumas

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Magister Sains pada Program Studi S2 Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.

DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Dr. Widayanti Wibowo
Penguji : Dr. Ridla Bakri
Penguji : Dr. Yoki Yulizar
Penguji : Dr. Yuni K. Krisnandi
Penguji : Dr. Helmiyati



(.....)
(.....)
(.....)
(.....)
(.....)

Ditetapkan di : Depok
Tanggal : 14 Juli 2011

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur kehadirat Allah SWT, karena berkat rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan tesis yang berjudul : “Reaksi Katalitik Minyak Kulit Biji Mete dengan Metanol Menggunakan Katalis Zeolit KNaX untuk Diaplikasikan Sebagai Biopelumas.”

Penyusunan tesis ini merupakan salah satu syarat untuk memperoleh gelar Magister dalam Program Studi Kimia Universitas Indonesia.

Dalam penyusunan tesis ini, berbagai pihak telah banyak memberikan dorongan, bantuan serta masukan sehingga dalam kesempatan ini penulis menyampaikan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Ketua Program Studi Kimia Program Pasca Sarjana Universitas Indonesia, Dr. Endang Saepudin.
2. Ketua Program Studi Kimia Program Sarjana Universitas Indonesia, Dr. Ridla Bakri.
3. Dr. Widayanti Wibowo selaku pembimbing utama yang telah banyak memberikan pengetahuan, bimbingan dan motivasi yang sangat bermanfaat bagi penyusunan tesis ini.
4. Dr. Endang Asijati selaku penasehat akademis yang telah memberikan pengetahuan, bimbingan, dan semangat untuk dapat terus melanjutkan pendidikan ke jenjang yang lebih tinggi.
5. Dr. Riwandi Sihombing yang telah membawa kaolin dari Pulau Belitung dan digunakan sebagai bahan baku sintesis zeolit X dalam penelitian ini.
6. Seluruh Staf Pengajar Program Studi Pasca Sarjana Ilmu Kimia FMIPA UI, yang dengan penuh kesabaran dan keikhlasan memberikan ilmu yang sangat bermanfaat kepada penulis.
7. Bapak Boedhijono M.K selaku Presiden Direktur PT. Petrolab Services yang telah memberikan izin untuk peneliti mengerjakan penelitian sehingga dapat terselesaikan dengan baik

8. Bapak Hadi dan seluruh staf Program Studi Kimia Pasca Sarjana Universitas Indonesia atas segala bantuan dan kemudahan yang telah diberikan sehingga penulis bisa menyelesaikan pendidikan S2 dengan baik.
9. Bapak Asbari S.Si yang telah membimbing dan memberikan masukan dan pendapat yang sangat berguna bagi penulis.
10. Rekan-Rekan Divisi Lingkungan dan Lubrikan PT. Petrolab Services.

Mama dan Papa tercinta, Bpk. H. Hartono dan Ibu Hj. Mety Rubianty yang selalu memberikan dukungan moril dan materiil sehingga tugas akhir ini dapat terlaksana dengan baik.

Suamiku tercinta, Dwi Hastanto, ST, dan buah hatiku tercinta Razka Putro Dwidanna atas segala waktu, jerih payah, dorongan, kesabaran dan perhatiannya selama ini serta yang terpenting adalah kebersamaan yang terbaik dalam situasi yang paling buruk pernah dihadapi.

Sahabat dan teman-temanku yang baik: Rekan-Rekan PT. Petrolab Services (Santi, Selfie, Indri, Vino, Kochan, Mas Hamda, Reza, Yusup, Mas Budi, Mas Beni, Pak Sartono, Mas Daeng, Mbak Sari, Endri, Mas Ihsan, Mas Yani), Rekan-Rekan Kimia S2 (Iman, Irwan, Mas Hendra, Pak Irwansyah, Suci, Pak Amin, Ibu Eni, Ibu Sri Haryanti).

Kepada semua pihak yang membantu terlaksananya tesis ini, terima kasih atas dukungan dan doanya selama ini.

Penulis menyadari bahwa penulisan tesis ini masih banyak kekurangan, oleh karenanya kritik dan saran sangat penulis harapkan guna menyempurnakan penulisan ini.

Akhir kata penulis mengucapkan banyak terima kasih dan semoga tesis ini dapat berguna bagi kita semua.

Jakarta, 7 Februari 2011

Penulis

ABSTRAK

Nama : Anna
Program Studi : S-2 / Kimia Non Hayati
Judul : Reaksi Katalitik Minyak Kulit Biji Mete dengan
Metanol Menggunakan Katalis Zeolit KNaX Untuk
Diaplikasikan Sebagai Biopelumas

Dalam penelitian ini, zeolit KNaX (rasio molar Si/Al = 1,24) disintesis dari kaolin yang berasal dari Pulau Belitung di Indonesia. Zeolit KNaX tersebut digunakan sebagai katalis pada reaksi antara minyak kulit biji mete yang mengandung gugus -OH fenolik dan karboksil -COOH dengan metanol menggunakan pelarut DMSO untuk diaplikasikan sebagai biopelumas. Produk katalitik diekstrak menggunakan campuran pelarut etil asetat dan n-heksan dengan perbandingan volume 1:1. Fasa organik dipisahkan dan diuapkan untuk menghilangkan pelarut dan dianalisis menggunakan FTIR & GC-MS. Hasil analisis dengan FT-IR menunjukkan telah terjadi reaksi O-metilasi dan esterifikasi dengan terbentuknya gugus -OCH₃ pada bilangan gelombang 2876,61 cm⁻¹ dan gugus karbonil dari ester pada bilangan gelombang 1732,80 cm⁻¹. Hal ini juga diperkuat dari data GC-MS menunjukkan adanya kenaikan berat molekul dari m/z 300 menjadi m/z 328, mengindikasikan adanya penambahan 2 gugus CH₃. Produk reaksi katalitik dikarakterisasi terhadap beberapa parameter pelumas dan diperoleh hasil sebagai berikut: viskositas suhu 40°C = 35,2 cSt dan viskositas suhu 100°C = 4,1 cSt, TAN = 0,88 mg KOH/g sampel, TBN = 2,09 mg KOH/g sampel, densitas = 0,9902, flash point = 120°C dan pour point = -27°C. Selanjutnya dilakukan variasi jumlah pelarut DMSO dan persen berat katalis zeolit KNaX untuk mendapatkan nilai TAN lebih rendah sesuai spesifikasi biopelumas.

Kata kunci : minyak kulit biji mete (CNSL), zeolit KNaX, reaksi katalitik, biopelumas
xv + 73 halaman : 33 gambar ; 12 tabel
Bibliografi : 38 (1962-2011)

ABSTRACT

Name : Anna
Study Program : S-2 / Kimia Non Hayati
Title : Catalytic Reaction of Cashew Nut Shell Liquid with Methanol Using KNaX Zeolite Catalyst and The Application for Biolubricant

In this research, KNaX zeolite (molar ratio Si/Al = 1,24) was synthesized from kaolin, originating from Belitung Island in Indonesia. KNaX zeolite was used as catalyst in the reaction between cashew nut shell liquid containing phenolic –OH group and carboxylic –COOH with methanol using the solvent DMSO for the application as biolubricant. The reaction product was extracted using mixed solvents of ethyl acetate and n-hexane 1:1. The organic phase was separated and evaporated to remove the solvents and was analyzed using FTIR and GC-MS. The FT-IR spectra showed the result of O-methylation and esterification reactions by the formation of –OCH₃ group at 2876,61 cm⁻¹ and carbonyl group from ester at 1732.80 cm⁻¹. These results were also confirmed by the GC-MS analysis result, which showed an increase in molecular weight of m/z 300 to m/z 328, indicating the addition of 2 CH₃ groups. The catalysis reaction products were characterized toward several parameters of lubricant which showed the following results: Viscosity 40°C = 35,2 cSt and viscosity temperature of 100°C = 4,1 cSt, TAN = 0,88 mg KOH/g sample, TBN = 2,09 mg KOH/g sample, density = 0,9902, flash point = 120°C and pour point = -27°C. Furthermore, the amount of used DMSO solvent and the percentage of weight catalyst were varied to obtain the reduced TAN values as required for biolubricant.

Keywords : cashew nut shell liquid, KNaX zeolite, catalytic reaction, biolubricant

xv + 73 pages : 33 pictures ; 12 tables

Bibliography : 38 (1962-2011)

HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI

TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS

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

Nama : Anna
NPM : 0806.421.672
Program Studi : S2 Kimia
Departemen : Kimia
Fakultas : MIPA
Jenis Karya : Tesis

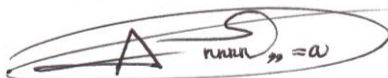
Demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty Free Right*) atas karya ilmiah yang berjudul :

Reaksi Katalitik Minyak Kulit Biji Mete dengan Metanol Menggunakan Katalis Zeolit KNaX untuk Diaplikasikan sebagai Biopelumas

Beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalih media/formatkan, mengolah dalam bentuk pangkalan data(database), merawat dan mempublikasikan 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 : 14 Juli 2011
Yang menyatakan,



(ANNA)

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS.....	ii
LEMBAR PENGESAHAN.....	iii
KATA PENGANTAR.....	iv
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH.....	vi
ABSTRAK.....	vii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR.....	xii
DAFTAR TABEL.....	xiv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xv
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah.....	4
1.3 Tujuan Penelitian.....	4
1.4 Hipotesis.....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Minyak kulit biji mete (<i>Cashew Nut Shell Liquid</i>).....	5

2.2	Katalis.....	8
2.2.1	Katalis Heterogen.....	9
2.2.2	Zeolit X.....	10
2.2.2.1	Struktur Zeolit X.....	11
2.2.2.2	Komposisi Kimia Zeolit X.....	11
2.2.2.3	Proses Sintesis Zeolit X.....	12
2.2.3	Kaolin.....	14
2.3	Biopelumas.....	16
2.4	Pelumas.....	18
2.4.1	Bahan Dasar Pelumas.....	18
2.4.2	Fungsi Pelumas.....	21
2.4.3	Sifat Pelumas.....	22
2.4.4	Karakteristik Umum Pelumas.....	25
BAB III	METODE PENELITIAN.....	29
3.1	Diagram Rancangan Umum Penelitian.....	29
3.2	Alat dan Bahan.....	30
3.2.1	Alat.....	30
3.2.1.1	Pembuatan Zeolit KNaX.....	30
3.2.1.2	Reaksi Katalitik Fenol dan CNSL.....	30
3.2.2	Bahan.....	31
3.2.2.1	Pembuatan Zeolit KNaX.....	31
3.2.2.2	Reaksi Katalitik Fenol dan CNSL.....	31
3.3	Cara Kerja.....	31
3.3.1	Pembuatan Zeolit KNaX.....	31
3.3.2	Reaksi Katalitik Fenol dan CNSL.....	32
3.3.3	Karakterisasi Biopelumas.....	33
3.3.3.1	FT-IR.....	33

	3.3.3.2 Viskositas Kinematik.....	34
	3.3.3.3 Densitas.....	35
	3.3.3.4 <i>Total Acid Number</i> (TAN).....	35
	3.3.3.5 <i>Total Base Number</i> (TBN).....	36
	3.3.3.6 <i>Flash Point PMCC</i>	36
	3.3.3.7 <i>Pour Point</i>	37
BAB IV	HASIL DAN PEMBAHASAN.....	39
4.1	Karakterisasi Kaolin.....	39
4.1.1	Analisis XRD.....	39
4.1.2	Analisis XRF.....	40
4.2	Sintesis Zeolit X.....	41
4.2.1	Aktivasi Kaolin.....	41
4.2.1.1	Analisis XRD.....	42
4.2.1.2	Analisis XRF.....	43
4.2.2	Proses Hidrotermal.....	44
4.2.3	Kondisi Sintesis Zeolit X.....	44
4.2.4	Karakterisasi Zeolit X.....	46
4.2.4.1	Analisis XRD.....	46
4.2.4.2	Analisis XRF.....	48
4.2.4.3	Analisis BET.....	49
4.3	Uji Aktivitas dan Selektivitas Katalis.....	50
4.3.1	Uji Aktivitas dan Selektivitas Katalis Melalui Reaksi O-Metilasi Fenol dan Metanol.....	50
4.3.2	Analisis Kromatografi Gas.....	54
4.4	Minyak Kulit Biji Mete (CNSL).....	57

4.4.1	Reaksi Katalitik O-Metilasi dan Esterifikasi.....	57
4.4.2	Analisis FT-IR CNSL Sebelum dan Sesudah Reaksi Katalitik.....	58
4.4.3	Analisis GC-MS CNSL Sebelum dan Sesudah Reaksi Katalitik.....	61
4.4.4	Analisis Produk Reaksi Katalitik untuk Digunakan Sebagai Biopelumas	62
4.4.4.1	<i>Total Acid Number (TAN)</i>	63
4.4.4.2	<i>Total Base Number (TBN)</i>	64
4.4.4.3	Viskositas Kinematik Suhu 40°C dan 100°C.....	64
4.4.4.4	Titik Nyala (<i>Flash Point</i>).....	64
4.4.4.5	Titik Tuang (<i>Pour Point</i>).....	65
4.4.4.6	Densitas.....	65
4.4.5	Reaksi Katalitik CNSL dengan Variasi Pelarut DMSO.....	66
4.4.6	Reaksi Katalitik CNSL dengan Variasi Porsen Berat Katalis Zeolit X.....	67
BAB V	KESIMPULAN DAN SARAN.....	69
5.1	Kesimpulan.....	69
5.2	Saran.....	70
	DAFTAR PUSTAKA.....	71
	LAMPIRAN.....	74

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Struktur Kimia Asam Anakardat sebagai Komponen Utama Minyak Kulit Biji Mete.....	5
Gambar 2.2 Minyak Kulit Biji Mete (CNSL).....	6
Gambar 2.3 Ekspor Biji Mete Gelondongan dan Biji Mete Olahan dari Indonesia.....	7
Gambar 2.4 Ekspor Bulanan Biji Mete Gelondongan.....	8
Gambar 2.5 Struktur Zeolit X.....	11
Gambar 2.6 Proses Sintesis Zeolit X Secara Hidrotermal.....	13
Gambar 2.7 Struktur Kaolin.....	14
Gambar 2.8 Kebutuhan Bahan Bakar di Indonesia.....	16
Gambar 2.9 Alat Viskositas Kinematik.....	26
Gambar 2.10 Alat Densitas.....	27
Gambar 3.1 Diagram Rancangan Umum Penelitian.....	29
Gambar 3.2 Alur Kerja Pengoperasian Alat FT-IR.....	34
Gambar 3.3 Alur Kerja Pengoperasian Alat Viskometer Kinematik.....	34
Gambar 4.1 Difraktogram Kaolin.....	39
Gambar 4.2 Grafik XRF Kaolin.....	40
Gambar 4.3 Difraktogram Metakaolin.....	42
Gambar 4.4 Grafik XRF Metakaolin.....	43

Gambar 4.5	Difraktogram Zeolit X Hasil Sintesis.....	46
Gambar 4.6	Difraktogram Zeolit X Standar.....	46
Gambar 4.7	Grafik XRF Zeolit X.....	48
Gambar 4.8	Alat Reaktor.....	51
Gambar 4.9	Mekanisme Reaksi O-Metilasi Fenol dan Metanol.....	53
Gambar 4.10	Mekanisme Reaksi O-Metilasi Fenol dan Metanol Tanpa Katalis Zeolit X.....	54
Gambar 4.11	Contoh Kromatogram Hasil Uji Katalitik.....	56
Gambar 4.12	Grafik Persen Yield Anisol terhadap Waktu	56
Gambar 4.13	Grafik Persen Fenol Terkonversi terhadap Waktu.....	57
Gambar 4.14	Grafik Persen Selektivitas terhadap Waktu.....	57
Gambar 4.15	Reaksi Metilasi Asam Anardat.....	58
Gambar 4.16	Spektrum FT-IR CNSL (Sebelum Reaksi Katalitik).....	59
Gambar 4.17	Spektrum FT-IR Sesudah Reaksi Katalitik.....	59
Gambar 4.18	Fragmentasi Massa Minyak Kulit Biji Mete.....	62
Gambar 4.19	Fragmentasi Massa Produk Reaksi Katalitik.....	62
Gambar 4.20	Nilai TAN Produk Reaksi Katalitik dengan Variasi Persen Berat Katalis Zeolit X.....	67

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1	Klasifikasi dan Spesifikasi Pelumas Berdasarkan SNI.....23
Tabel 2.2	Karakteristik Umum Pelumas.....25
Tabel 2.3	Titik Nyala Pelumas.....27
Tabel 4.1	Hasil Analisis XRF Kaolin.....40
Tabel 4.2	Hasil Analisis XRF Metakaolin.....43
Tabel 4.3	Perbandingan Data Difraktogram XRD Zeolit X Sintesis dengan Zeolit X Standar.....47
Tabel 4.4	Hasil Analisis XRF Zeolit X.....49
Tabel 4.5	Hasil Analisis BET Zeolit X.....49
Tabel 4.6	Hasil Reaksi O-Metilasi Fenol menjadi Anisol dengan Variasi Waktu.....55
Tabel 4.7	Hasil FT-IR Minyak Kulit Biji Mete dan Produk Reaksi Katalitiknya.....60
Tabel 4.8	Hasil Pengujian Karakteristik Pelumas Minyak Kulit Biji Mete dan Produk Reaksi Katalitiknya.....63
Tabel 4.9	Nilai TAN Produk Reaksi Katalitik dengan Variasi Pelarut DMSO.....66

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1	Perhitungan kuantitatif GC.....74
Lampiran 2	Kromatogram O-Metilasi Phenol Menjadi Anisol 6 jam.....76
Lampiran 3	Kromatogram O-Metilasi Phenol Menjadi Anisol 8 jam77
Lampiran 4	Kromatogram O-Metilasi Phenol Menjadi Anisol 10 jam78
Lampiran 5	Kromatogram O-Metilasi Phenol Menjadi Anisol 12 jam79
Lampiran 6	Difraktogram Kaolin.....80
Lampiran 7	Difraktogram Metakaolin.....82
Lampiran 8	Difraktogram Zeolit X.....83
Lampiran 9	Spektrum XRF Kaolin.....86
Lampiran 10	Spektrum XRF Metakaolin.....87
Lampiran 11	Spektrum XRF Zeolit KNaX.....88
Lampiran 12	Spektrum FT-IR CNSL.....89
Lampiran 13	Spektrum FT-IR Reaksi Katalitik CNSL dalam Waktu 10 jam..90
Lampiran 14	Spektrum FT-IR Reaksi Katalitik CNSL (Tanpa Pelarut DMSO & Variasi Pelarut DMSO 1 : 5 & 1 : 10).....91
Lampiran 15	Spektrum FT-IR Reaksi Katalitik CNSL (Tanpa Katalis).....92
Lampiran 16	Kurva Titrasi TBN Sebelum Reaksi Katalitik.....93
Lampiran 17	Kurva Titrasi TBN Sesudah Reaksi Katalitik.....94
Lampiran 18	Fragmentasi Massa Minyak Kulit Biji Mete (CNSL).....95
Lampiran 19	Fragmentasi Massa Produk Reaksi Katalitik.....96

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Perhatian terhadap lingkungan saat ini telah menjadi aktivitas global yang harus disepakati dan ditaati oleh negara-negara di dunia. Berbagai produk dan jasa diharuskan mengedepankan aspek ramah lingkungan, yang kita kenal dengan istilah *Go Green*, seperti *Green Chemistry* dan *Ecolabeling*. Di Eropa pada tahun 1992 didirikan suatu badan *EU Ecolabel* yang bertugas untuk menetapkan kriteria produk dan jasa yang memenuhi standar lingkungan. Badan ini bertujuan untuk mendorong bisnis pemasaran produk dan jasa yang ramah lingkungan. Untuk memudahkan identifikasi, produk dan jasa yang telah memenuhi persyaratan *ecolabel* ditandai dengan logo bunga. Berbagai produk tersebut diantaranya adalah produk pembersih, peralatan rumah tangga dan berkebun, produk kertas, serta pelumas (L. A. Quinchia, *et al.*, 2009).

Produk ramah lingkungan mendapat perhatian yang cukup baik dari pemerintah Indonesia. Menteri Perindustrian, M.S. Hidayat pada tanggal 27 April 2011 di www.bisnis.com, mengatakan bahwa ke depan pemerintah ingin mewujudkan industri dalam negeri yang tangguh dan berdaya saing, serta ramah lingkungan. Seiring dengan ketatnya persaingan industri nantinya produk yang ramah lingkungan akan memiliki nilai jual lebih untuk pasar yang lebih luas. Menteri Perindustrian menjelaskan untuk mendirikan sebuah perusahaan, pemerintah Indonesia telah memiliki standar regulasi terkait pengamanan lingkungan yaitu analisa mengenai dampak lingkungan (amdal). Pelaku usaha nantinya harus memikirkan mengenai aspek ekologi, sosial maupun ekonomi dalam setiap komponen kegiatan usaha.

Pemanfaatan limbah merupakan salah satu cara untuk mengurangi dampak lingkungan yang terus menerus meningkat. Hal inilah yang menjadi kesempatan

baik bagi para peneliti di Indonesia untuk memanfaatkan limbah yang tidak terpakai namun ternyata memiliki potensi yang amat besar, salah satunya adalah limbah kulit biji mete. Pada tahun 1980, produksi biji mete dari perkebunan rakyat di Indonesia sebanyak 9.074 ton dan pada tahun 1990 meningkat menjadi 34.487 ton (Sidabutar, Victor Tulus Pangapoi, 2011). Produksi biji mete ini terus meningkat per tahunnya, mengingat Direktorat Jenderal Bina Produksi Perkebunan telah melaksanakan berbagai program untuk memacu perluasan dan peningkatan produksi biji mete, khususnya di Kawasan Timur Indonesia seperti Sulawesi Tenggara, Nusa Tenggara Barat dan Nusa Tenggara Timur. Pada tahun 1999, produksi biji mete mencapai 88.658 ton, dan pada tahun 2002 meningkat menjadi 94.439 ton (Irawadi, Risfaheri Tun Tedja, *et al.*, 2004). Peningkatan produksi tersebut juga berakibat meningkatnya produksi limbah, sehingga perlu diupayakan pendayagunaan produk sisa untuk meningkatkan nilai ekonominya.

Penelitian ini ingin mendayagunakan minyak yang diperoleh dari limbah kulit biji mete, biasa dikenal dengan minyak laka (*Cashew Nut Shell Liquid*) untuk dijadikan sebagai bahan baku pelumas. Bahan baku pelumas saat ini masih berasal dari mineral atau minyak sintetik yang memiliki sifat tidak dapat didegradasi dan merupakan sumber daya alam yang tidak dapat diperbarui sehingga berbagai upaya dilakukan untuk mencari bahan dasar biopelumas yang murah, mudah diperoleh dan terdapat banyak di alam. Salah satu alternatifnya adalah memanfaatkan limbah kulit biji mete yang dapat menghasilkan minyak kulit biji mete (CNSL) atau minyak laka. Alasan yang mendasari pemilihan minyak kulit biji mete sebagai bahan baku biopelumas adalah viskositas yang cukup tinggi, tidak dapat digunakan sebagai bahan pangan, dan mengandung komponen utama asam anakardat yang memiliki gugus $-OH$ dan $-COOH$ yang terikat pada cincin benzene. Adapun manfaat minyak kulit biji mete (CNSL) yang telah digunakan untuk kegiatan industri antara lain (Cahyaningrum, Andriyanti, *et al.*, 2006) :

- a. Sebagai bahan baku oli rem mobil dan pesawat terbang
- b. Perekat kayu pada industri kayu lapis nasional.

Pemanfaatan minyak kulit mete atau CNSL sebagai perekat kayu lebih memberikan jaminan keamanan karena tidak menimbulkan penyakit kulit dan infeksi saluran nafas sebagaimana dampak negatif yang bisa ditimbulkan oleh fenol formaldehide.

c. Bahan pestisida nabati.

Selain bahan baku yang digunakan, penggunaan katalis padat dalam proses industri kimia dapat berperan penting dalam perkembangan teknologi yang bersih dan efisien. Katalis ini dapat bekerja dengan aktifitas yang sama dan selektifitasnya lebih baik dengan produk samping minimal.

Zeolit sintetik sering digunakan sebagai katalis dan dapat dibuat dari bahan yang mengandung silika dan alumina, seperti kaolin. Mineral kaolin banyak dihasilkan dari aktivitas vulkanik, keberadaannya melimpah di alam Indonesia karena berada dalam wilayah rangkaian gunung api mulai dari Sumatera, Jawa, Nusa Tenggara, Maluku sampai Sulawesi.

Jenis zeolit sintetik banyak digunakan dalam proses industri, contohnya adalah zeolit X. Zeolit X ini digunakan sebagai katalis, terutama karena keterlibatan penggunaan dan keselektifannya dalam proses sintesis senyawa-senyawa organik. Salah satunya adalah reaksi O-metilasi fenol dengan menggunakan metanol. Penggunaan zeolit X didasarkan pada keaktifan sisi basa katalis, selektifitas produk, dan besarnya rongga katalis.

Maria D. Romero, *et al.* (2004) telah mempelajari reaksi katalitik O-metilasi fenol menjadi anisol dalam fasa cair dan fasa uap dengan sumber metilasi dimetilkarbonat dan pelarut dimetilsulfoksida untuk menjaga suhu reaksi 165°C , didapati hasil selektifitas terbentuknya anisol lebih tinggi dalam fasa cair. Studi reaksi katalitik O-metilasi fenol menjadi anisol dengan menggunakan sumber metilasi metanol juga telah dilakukan oleh Ari Fajar Riyanto (2007) dan Sara Ayu Sekarini (2009). Oleh karena itu, dalam penelitian ini akan diamati kondisi optimum reaksi katalitik O-metilasi fenol dengan metanol menggunakan zeolit X dengan variasi waktu reaksi.

Kondisi optimum yang diperoleh digunakan untuk reaksi katalitik minyak kulit biji mete dengan komponen utamanya adalah asam anakardat yang mengandung gugus –OH fenolik dan gugus karboksilat pada cincin benzene untuk studi aplikasi sebagai biopelumas. Selanjutnya akan dilakukan variasi penggunaan pelarut DMSO dan % berat katalis yang digunakan dalam reaksi katalitik tersebut.

1.2 Perumusan Masalah

Minyak kulit biji mete (CNSL) tidak bisa digunakan langsung sebagai biopelumas karena asam anakardat mengandung senyawa fenol juga gugus karboksilat pada cincin benzennya dengan bilangan asam yang sangat tinggi sehingga perlu dilakukan reaksi katalitik O-metilasi dan esterifikasi dengan metanol menggunakan katalis basa zeolit KNaX.

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Ari Fajar Riyanto (2007) dan Sara Ayu Sekarini (2009), untuk melakukan reaksi O-metilasi ini dibutuhkan suhu tinggi sehingga digunakan DMSO sebagai pelarut (titik didih = 189°C). Namun DMSO termasuk pelarut yang cukup mahal.

1.3 Tujuan Penelitian

- a. Modifikasi minyak kulit biji mete (CNSL) sebagai bahan baku biopelumas melalui reaksi O-metilasi dan esterifikasi menggunakan katalis heterogen zeolit KNaX.
- b. Uji karakteristik produk yang terbentuk dan diharapkan dapat memenuhi kriteria pelumas (Nilai Total Acid Number < 4 mg KOH/g sampel).
- c. Efisiensi pemakaian DMSO sebagai pelarut.

1.4 Hipotesis

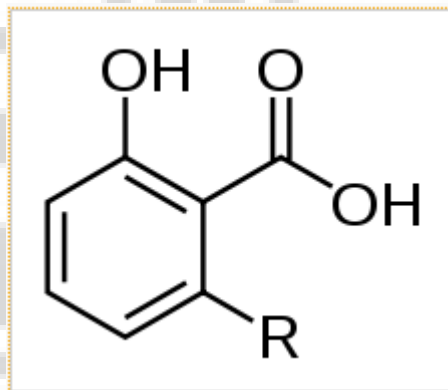
Minyak kulit biji mete (*Cashew Nut Shell Liquid*) setelah dilakukan reaksi katalitik dengan metanol menggunakan katalis heterogen zeolit KNaX dapat digunakan sebagai biopelumas jenis tertentu.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Minyak Kulit Biji Mete (*Cashew Nut Shell Liquid*)

Minyak kulit biji mete (CNSL) dihasilkan dari limbah kulit biji mete, berwarna coklat, tersusun dari senyawa fenolat kompleks dengan rantai karbon panjang bervariasi, dalam bentuk jenuh atau tidak jenuh (Gambar 2.1), dan dapat dihasilkan dengan cara pengepresan atau ekstraksi menggunakan pelarut kimia.



Gambar 2.1 Struktur Kimia Asam Anakardat sebagai Komponen Utama Minyak Kulit Biji Mete (Sumber: Irawadi, Risfaheri Tun Tedja, *et al.*, 2004)

Biji jambu mete terdiri dari 70% kulit biji dan 30% daging biji. Kulit biji (*shell*) mengandung minyak sekitar 50%, terdiri dari 90% asam anakardat dan 10% kardol (Simpson, IN., 2008). Seperti diketahui tanaman jambu mete merupakan salah satu agroindustri yang potensial dikembangkan di Indonesia. Hal ini dikarenakan pertama, tanaman jambu mete dapat ditanam di lahan kritis,

sehingga persaingan lahan dengan komoditas lain menjadi kecil, selain itu, tanaman jambu mete juga dapat berfungsi sebagai tanaman konservasi. Kedua, biji jambu mete merupakan komoditas ekspor dengan potensi pasar cukup luas dan tidak terbatas pada pasar domestik. Ketiga, usaha tani, perdagangan dan agroindustri jambu mete akan melibatkan banyak tenaga kerja.



Gambar 2.2 Minyak Kulit Biji Mete (CNSL)

(Sumber : Nguyen, Hien Vo, 2011)

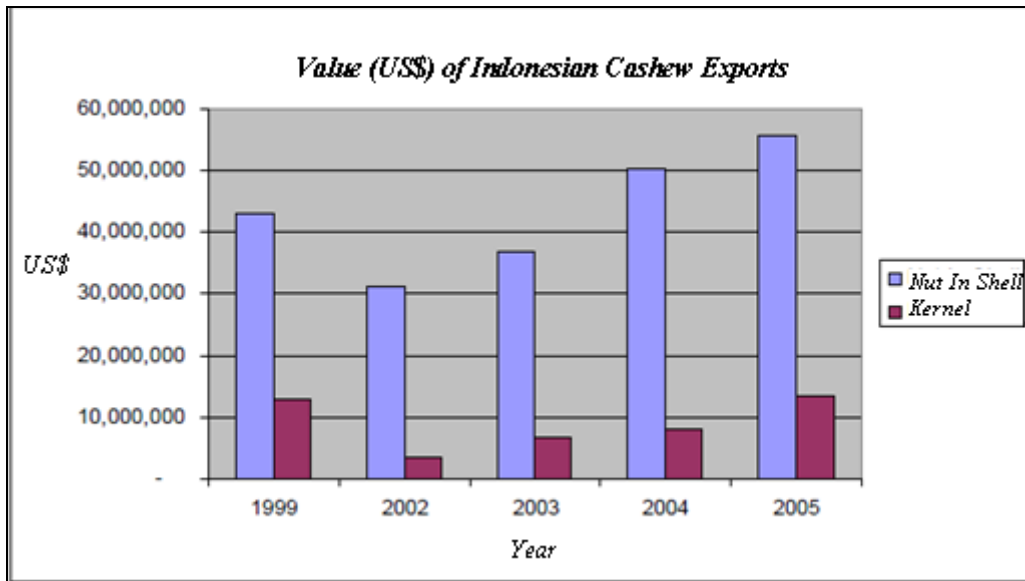
Tanaman jambu mete diperkenalkan di Indonesia pertama kali di Desa Semuluhlor, Kabupaten Gunung Kidul pada tahun 1922 oleh seorang pamong desa. Pada tahun 1972/1973 tanaman ini ditetapkan oleh pemerintah sebagai tanaman penghijauan untuk wilayah DI Yogyakarta dan sekitarnya. Benih tanaman jambu mete yang berasal dari Semuluhlor ini mulai menyebar ke daerah lainnya seperti ke provinsi Bali, NTB, NTT, Kalimantan, Jawa Tengah, Sulawesi Selatan dan Sulawesi Tenggara. Kemudian tahun 1980, melalui Proyek P4 dan tahun 1990 melalui Proyek P2WK, Dinas Kehutanan dan Perkebunan DIY mengembangkan tanaman jambu mete ini di Kabupaten Gunung Kidul, Bantul dan Kulonprogo. Sentra produksi jambu mete terutama berada di wilayah

Kawasan Indonesia Timur (KIT), yang mempunyai agroekologi kering, dengan tanah yang kurang subur, solum relatif dangkal dan musim penghujan yang singkat (3-4 bulan/ tahun), seperti Sulawesi Tenggara (30,3%), Sulawesi Selatan (15,1%), Nusa Tenggara Timur (20 %), Nusa Tenggara Barat (7,4%), Jawa Timur (8,7%), Bali (3,7%), Maluku, Sulawesi Tengah, Jawa Tengah dan DIY (14,8%) (Damanik, 1997).

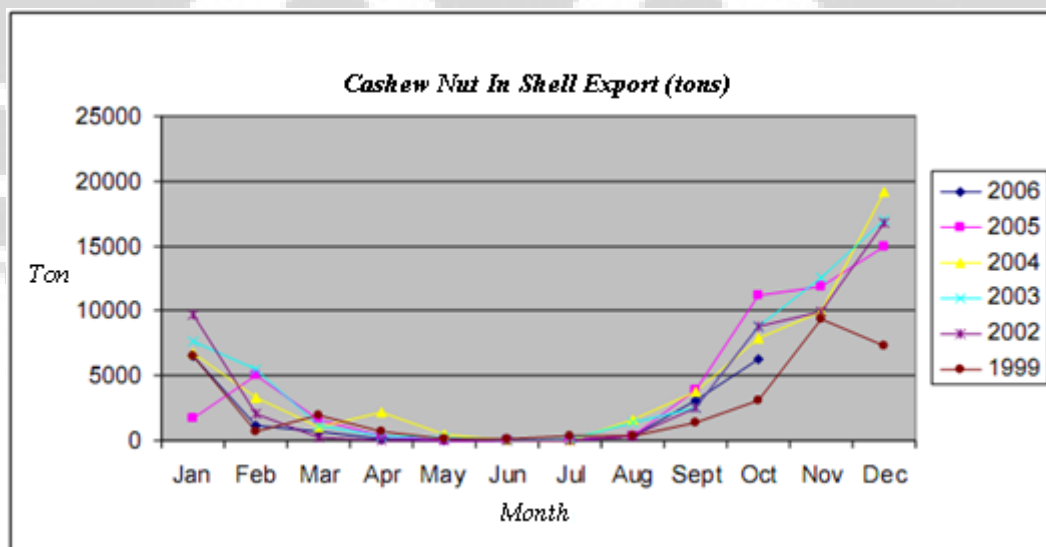
Pemanfaatan buah jambu mete masih sangat terbatas di Indonesia, baik dalam jumlah maupun bentuk produksinya. Pada beberapa daerah tertentu, umumnya dikonsumsi dalam bentuk buah segar dan produk olahan tradisional. Diperkirakan, dari produksi buah jambu mete hanya sekitar 20% yang sudah dimanfaatkan secara tradisional, misalnya dibuat rujak, dibuat abon dan makanan ternak golongan ruminansia, sedangkan sisanya 80% masih terbuang sebagai limbah.

Menurut Budhijanto (2004), selama ini ekspor biji mete Indonesia lebih banyak dalam bentuk gelondongan dibandingkan dalam bentuk kupasan. Padahal harga jual mete gelondongan jauh lebih murah dibandingkan mete kupasan. Di sisi lain, salah satu limbah industri pengolahan jambu mete adalah kulit biji jambu mete yang ternyata kandungan minyaknya cukup tinggi sekitar 20-30% sehingga dapat mendorong tumbuhnya industri pengolahan kulit biji mete untuk menghasilkan CNSL. Pada hakikatnya, tanaman ini merupakan tanaman yang berguna karena semua bagian dapat dipergunakan. Akibatnya banyak industri kecil di masyarakat bermunculan dan mulai tumbuh cepat seperti pengacipan, pengolahan biji mete yang mampu memenuhi kebutuhan di daerah sekitar, bahkan mampu diekspor ke India, Jepang dan Eropa (Prihatman, 2000).

Indonesia merupakan negara penghasil kacang mete utama di dunia. Ekspor kacang mete dilakukan pasca panen sekitar bulan Oktober– Januari (Baker,2009). Nigeria adalah negara kedua penghasil kacang mete (Aikpokpodion, 2009). Jambu mete adalah tanaman yang sangat komersial. Berikut ini adalah grafik tentang ekspor biji mete Indonesia.



Gambar 2.3. Ekspor Biji Mete Gelondongan dan Biji Mete Olahan dari Indonesia
(Sumber: Baker, Ian., 2009)



Gambar 2.4 Ekspor Bulanan Biji Mete Gelondongan
(Sumber: Baker, Ian., 2009)

Di Indonesia, upaya memproduksi CNSL belum berkembang bahkan belum banyak dikenal masyarakat, meskipun bahan bakunya cukup tersedia dan pemasarannya diketahui sangat prospek ke berbagai negara industri. Dalam industri, CNSL termasuk bahan multi guna yang banyak dimanfaatkan sebagai bahan baku dalam industri cat vernis, bahan baku oli rem, pelapis sepatu rem, bahan perekat tahan asam dan basa, bahan pembuat tinta, bahan pengawet kayu, rol mesin ketik, bahan pestisida, bahan pembuatan kertas, bahan bakar asam, bahan tekstil, bahan anti kerak, dan lain-lain.

2.2 Katalis

Pada tahun 1836 J.J Berzelius menemukan katalis, yang didefinisikan sebagai zat untuk mempercepat laju suatu reaksi kimia dengan energi aktivasi lebih rendah, tanpa mengalami perubahan atau terpakai oleh reaksi itu sendiri (Poortere, M.De., 2010). Katalis mengurangi energi yang dibutuhkan untuk berlangsungnya reaksi.

Katalis dapat dibedakan ke dalam dua golongan utama, yakni: katalis homogen dan katalis heterogen. Katalis homogen terdistribusi secara homogen dalam fase yang sama. Kesulitan yang dihadapi menggunakan katalis homogen adalah kesulitan pada saat menghilangkan katalis tersebut secara teknis ketika reaksi selesai. Oleh karena itu katalis homogen yang konvensional ini diharapkan dapat digantikan dengan katalis heterogen yang ramah lingkungan karena mudah dipisahkan dari produknya dalam proses. Golongan kedua adalah katalis heterogen, berada dalam fase yang berbeda dengan pereaksi dalam reaksi yang dikatalisisnya. Katalis heterogen secara umum adalah berbentuk padat dan banyak digunakan pada reaktan berwujud cair maupun gas.

Beberapa parameter suatu katalis yang diperlukan adalah:

- a. Aktivitas, yaitu kemampuan katalis untuk mengkonversi reaktan menjadi produk yang diinginkan.

- b. Selektivitas, yaitu kemampuan katalis mempercepat satu reaksi di antara beberapa reaksi yang terjadi sehingga produk yang diinginkan dapat diperoleh dengan produk samping seminimal mungkin.
- c. Kestabilan, yaitu ketahanan terhadap asam/basa dan suhu tinggi
- d. *Yield*, yaitu jumlah produk tertentu yang terbentuk untuk setiap satuan reaktan yang dikonsumsi.
- e. Kemudahan diregenerasi, yaitu proses mengembalikan aktivitas dan selektivitas katalis seperti semula.

2.2.1 Katalis Heterogen

Pada umumnya katalis heterogen mengalami proses katalitik yang lebih rumit daripada katalis homogen karena fasanya yang berbeda. Pada proses katalisis heterogen terjadi tahapan reaksi sebagai berikut:

1. Transport reaktan ke permukaan katalis.
2. Interaksi antara reaktan dan katalis (adsorpsi).
3. Reaksi antara spesies-spesies teradsorpsi untuk menghasilkan produk.
4. Desorpsi produk dari permukaan katalis.
5. Transport produk menjauhi katalis.

Tahap 1 dan 5 melibatkan transport fisik dan menempatkan porositas sebagai faktor penting. Pada tahap 2 dan 4 terdapat interaksi antara reaktan dan katalis yang melibatkan perubahan kimia. Tahap 3 merupakan tahap penurunan energi aktivasi reaksi.

Satu contoh sederhana untuk katalisis heterogen adalah katalis menyediakan suatu permukaan di mana pereaksi-pereaksi untuk sementara terjepit. Ikatan dalam pereaksi menjadi lemah sehingga memudahkan terbentuknya produk baru. Ikatan antara produk dan katalis lebih lemah, sehingga akhirnya terlepas.

Penggunaan katalis heterogen mempunyai banyak keuntungan dengan beberapa alasan, yaitu:

- Selektivitas produk yang diinginkan bisa ditingkatkan
- Aktivitas intrinsik untuk dimodifikasikan dengan struktur lain
- Komposisi kimia pada permukaan bisa digunakan untuk meminimalisasi atau meningkatkan adsorpsi komponen tertentu
- Mudah dipisahkan dengan cara penelitian biasa
- Bisa digunakan kembali/berulang-ulang
- Bisa digunakan pada proses kontinu
- Menggantikan katalis korosif dan toksik, seperti HF, asam formiat dan asam sulfat
- Menghilangkan atau mengurangi limbah terutama garam

Katalis heterogen dapat berupa logam, oksida logam dan zeolit. Dalam penelitian ini akan digunakan zeolit KNaX selaku katalis heterogen.

2.2.2 Zeolit X

Zeolit sintetik berkembang sangat pesat karena dapat dirancang sesuai kebutuhan, seperti ukuran pori, komposisi yang seragam dan kemurnian yang tinggi. Salah satu zeolit sintetik yang dikembangkan kegunaannya adalah zeolit X.

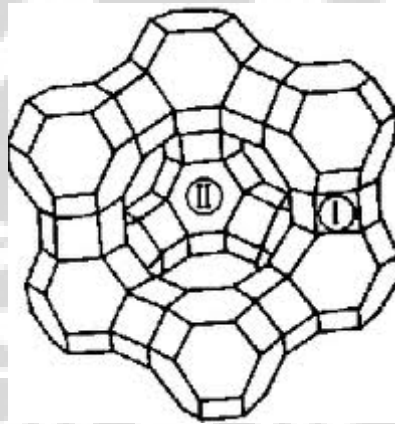
Zeolit X termasuk tipe zeolit berkadar Si rendah, banyak digunakan dalam industri sebagai penukar ion, adsorben dan katalis. Zeolit ini digolongkan dalam kelompok Faujasit (FAU) dengan rumus umum $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot n\text{SiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$, mempunyai topologi struktur kerangka yang sama walaupun keduanya merupakan spesi zeolit dengan karakteristik berbeda. Tipe zeolit yang termasuk dalam kelompok Faujasite ini memiliki diameter ukuran pori yang besar dan kandungan sodium yang tinggi (Chandrasekhar, S. dan P.N. Pramada, 1999).

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Basaldella E.I. dan J.C. Tara (1995), dibutuhkan konsentrasi alkali minimum untuk sintesis zeolit tipe

tertentu. Peningkatan konsentrasi alkali diikuti dengan penurunan perbandingan molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ pada zeolit yang diperoleh.

2.2.2.1 Struktur Zeolit X

Struktur kerangka aluminosilikat zeolit X dengan muatan negatif merupakan sistem pori 3 dimensi yang berisi kation penetral muatan dan memiliki cincin 6 tetrahedral yang membentuk prisma heksagonal cincin ganda, D6R (6-2) yang mengandung 12 tetrahedral $(\text{Si,Al})\text{O}_4$ dan cincin tunggal 4,6, dan 8 sebagai unit pembangun sekunder. Unit polihedral zeolit X terbentuk dari kerangka 26 hedron sehingga menghasilkan rongga yang lebih besar dengan diameter 13 Angstrom. Unit zeolit X adalah kubus (tipe intan) dengan dimensi sel yang besar, yaitu $a=b=c=24,345\text{\AA}$ dan $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ dan mengandung 192 tetrahedral $(\text{Si,Al})\text{O}_4$. Struktur kerangka yang sangat stabil dan kaku/*rigid* menyediakan ruang besar dan mengandung 50% volume kristal terhidrasi.



Gambar 2.5 Struktur Zeolit X

(Sumber : Ruth, Globus, 2002)

2.2.2.2 Komposisi Kimia Zeolit X

Komposisi kimia zeolit X bergantung pada metoda sintesis yang digunakan. Rumus kimia umum zeolit X adalah $\text{Na}_{86}(\text{AlO}_2)_{86}(\text{SiO}_2)_{102} \cdot 264\text{H}_2\text{O}$. Perbedaan kepolaran ditentukan oleh komposisi dan distribusi kation serta rasio

Si/Al. Pada zeolit X, hubungan antara jumlah atom Al tetrahedral, N_{Al} dan rasio Si/Al adalah $N_{Al} = 192/(1+R)$ dimana R adalah rasio Si/Al. Ion Al (N_{Al}) dalam unit sel zeolit bervariasi dari 77 sampai 96 dan nilai rasio Si/Al dari 1 sampai 1,5. Dengan rasio Si/Al yang tergolong rendah (1-1.5) maka zeolit X masih tergolong polar, sehingga mempunyai kapasitas pertukaran ion yang lebih besar dari pada kapasitas pertukaran ion zeolit dengan rasio Si/Al yang besar.

2.2.2.3 Proses Sintesis Zeolit X

Proses pembuatan zeolit sintetis dapat dilakukan melalui berbagai cara diantaranya adalah proses hidrogel dimana alumina trihidrat $Al_2O_3 \cdot 3H_2O$ dicampur dengan sodium silikat hingga terbentuk gel yang homogen atau bisa juga dilakukan melalui proses konversi dari mineral lempung seperti kaolin (Lefond, S.J., 1983). Sintesis zeolit X dalam penelitian ini melalui konversi dari kaolin dengan proses hidrotermal. Beberapa hal yang harus diperhatikan pada proses sintesis zeolit, yaitu bahan baku yang berupa gel ataupun padatan amorf dimana merupakan sumber SiO_2 dan Al_2O_3 , hidroksida logam alkali pada pH tinggi dan basa kuat, kondisi proses sintesis dan faktor yang mempengaruhi sintesis.

a. Bahan baku sintesis zeolit X (Krisnandi, Yuni K., 2009)

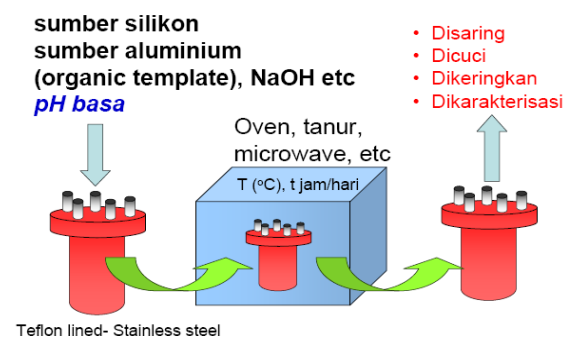
Bahan utama pembentuk zeolit adalah silikon, aluminium dan air. Silikon dapat diperoleh dalam bentuk natrium silikat (8,9 wt% Na_2O dan 28,7 wt% SiO_2), *silica sol* (Ludox, 30-40 wt% SiO_2), *silica gel*, maupun dari sumber alam seperti kaolin sedangkan aluminium dapat diperoleh dari garam aluminium seperti aluminium nitrat, $Al(NO_3)_3$, dan aluminium sulfat, $Al_2(SO_4)_3$, larutan natrium aluminat (*sodium aluminate solution*) dan sumber alam seperti kaolin. Bahan pembentuk zeolit lainnya adalah asam, basa, garam-garam logam alkali klorida seperti natrium klorida. Pada beberapa jenis zeolit diperlukan molekul pengarah (*template*) pada proses pembentukan strukturnya.

b. Proses hidrotermal (Krisnandi, Yuni K., 2009)

Proses hidrotermal adalah suatu proses konvensional yang sering dipakai untuk kristalisasi gel natrium aluminium silikat menggunakan air sebagai pelarut dalam sistem tertutup pada suhu bervariasi antara suhu kamar sampai 200°C, umumnya suhu kristalisasi yang dipakai mendekati suhu titik didih air, namun untuk zeolit jenis tertentu misalnya mordenit diperlukan suhu yang lebih tinggi. Untuk sintesis zeolit X biasanya kristalisasi dipakai mendekati suhu titik didih air (100°C). Komposisi gel campuran reaksi dinyatakan sebagai rasio dari oksidanya, setiap hidroksida yang dipakai harus dianggap sebagai oksida dan air, sebagai contoh: $\text{NaOH} = \frac{1}{2}\text{Na}_2\text{O} + \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$.

Proses hidrotermal umumnya menggunakan *autoclave* dari bahan stainless steel yang berlapiskan teflon jika suhu reaksi >150°C atau dapat menggunakan botol polipropilen (PP) bila sintesis dilakukan di bawah suhu 100°C. Dalam penelitian ini digunakan botol polipropilen karena suhu reaksi yang dipakai adalah 90°C. Sintesis hidrotermal zeolit berhubungan dengan konversi campuran senyawa silika dan aluminium, kation logam alkali, molekul organik, dan air melalui larutan jenuh alkalin menjadi kristalin mikropori aluminasilikat. Proses kimia yang kompleks ini disebut dengan zeolitisasi. Waktu yang diperlukan untuk kristalisasi bervariasi, yaitu antara beberapa jam sampai beberapa hari.

Sintesis hidrotermal:



Gambar 2.6 Proses Sintesis Zeolit X Secara Hidrotermal

(Sumber: Krisnandi, Yuni K., 2009)

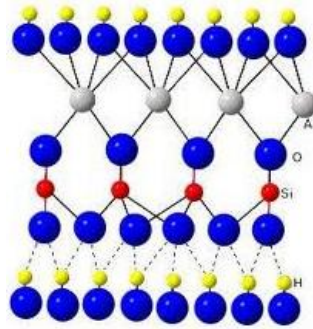
c. Faktor yang mempengaruhi sintesis (Krisnandi, Yuni K., 2009)

Beberapa faktor yang mempengaruhi sintesis zeolit adalah adanya pengotor (*impurities*) dalam bahan baku yang dapat ikut membentuk inti kristal dalam kisi aluminasilikat, sehingga mampu mengganggu struktur zeolit; adanya kontaminasi dari wadah yang digunakan sehingga dianjurkan untuk menggunakan piranti dari plastik yang terbuat dari polipropilen atau teflon dalam setiap pembuatan larutan, pencampuran reaktan juga proses kristalisasi. Selain itu proses sintesis sangat dipengaruhi oleh kondisi reaksi seperti pH, waktu penuaan (*aging*), waktu kristalisasi, suhu dan volume air. Volume air yang konstan sangat penting selama sintesis karena berhubungan erat dengan suhu dan tekanan yang dihasilkan.

Dalam penelitian ini dilakukan sintesis zeolit heterogen KNaX dari bahan baku kaolin yang mengandung senyawaan silika dan alumina dengan keberadaan di alam cukup banyak dan murah harganya.

2.2.3 Kaolin

Kaolin merupakan massa batuan yang tersusun dari material lempung dengan kandungan besi yang rendah, dan umumnya berwarna putih atau agak keputihan. Kaolin mempunyai komposisi hidrous alumunium silikat ($2\text{H}_2\text{O}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 2\text{SiO}_2$), dengan disertai mineral penyerta, terdiri dari lapisan silikat yang berstruktur tetrahedral dengan atom oksigen yang terhubung pada aluminat yang berstruktur oktahedral. Struktur kaolin dapat dilihat pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7 Struktur Kaolin

(Sumber : Spiller, Martin S., 2000)

Proses pembentukan kaolin (kaolinisasi) dapat terjadi melalui proses pelapukan dan proses hidrotermal alterasi pada batuan beku felspartik. Endapan kaolin ada dua macam, yaitu: endapan residual dan sedimentasi. Mineral yang termasuk dalam kelompok kaolin adalah kaolinit, nakrit, dikrit, dan halloysit ($\text{Al}_2(\text{OH})_4\text{SiO}_5 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), yang mempunyai kandungan air lebih besar dan umumnya membentuk endapan tersendiri. Sifat-sifat mineral kaolin antara lain, yaitu: kekerasan 2 – 2,5, berat jenis 2,6 – 2,63, plastis, mempunyai daya hantar panas dan listrik yang rendah, serta pH bervariasi.

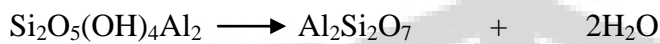
Potensi dan cadangan kaolin yang besar di Indonesia terdapat di Kalimantan Barat, Kalimantan Selatan, Pulau Bangka dan Belitung, serta potensi lainnya tersebar di Pulau Sumatera, Pulau Jawa, dan Sulawesi Utara.

Sebelum digunakan sebagai zeolit, kaolin tersebut haruslah diaktivasi terlebih dahulu, sehingga dari kaolin berubah menjadi metakaolin. Proses aktivasi ini merupakan proses yang menentukan. Hal ini disebabkan struktur kaolin mempunyai ikatan yang sangat kuat antara aluminium dan silika, sehingga ikatan tersebut harus diputus/dibuat metastabil terlebih dahulu. Proses pemutusan ikatan tersebut dilakukan dengan pemanasan (kalsinasi) pada suhu cukup tinggi, yakni sekitar 750°C .

Selanjutnya dilakukan proses kalsinasi kembali terhadap kaolin pada suhu 850°C disertai dengan penambahan alkali. Hal ini dimaksudkan agar dapat terjadi

transformasi termal dari fasa inert menjadi fasa aktif sehingga memberikan hasil lebih efektif (membantu proses pemutusan ikatan antara Al_2O_3 dan SiO_2 pada kaolin menjadi Al dan Si) dan akhirnya terbentuk metakaolin.

Metakaolin berbentuk *amorphous* dengan putusnya ikatan antara Al_2O_3 dan SiO_2 pada kaolin menjadi Al dan Si. Proses kalsinasi kaolin menjadi metakaolin:



Kaolin

Metakaolin

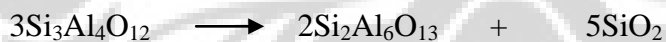
Proses kalsinasi ini dilakukan pada suhu 850°C dikarenakan pada suhu 925°C - 980°C , metakaolin akan berubah fasa menjadi *spinnel*, tipe struktur γ -alumina dimana SiO_2 akan keluar, sesuai dengan reaksi:



Metakaolin

Spinnel

Pada suhu pemanasan di atas 1050°C akan terbentuk *mullite* dengan pengeluaran silika dan stabil sampai suhu 1540°C , yaitu temperatur lelehnya dengan reaksi sebagai berikut:



Spinnel

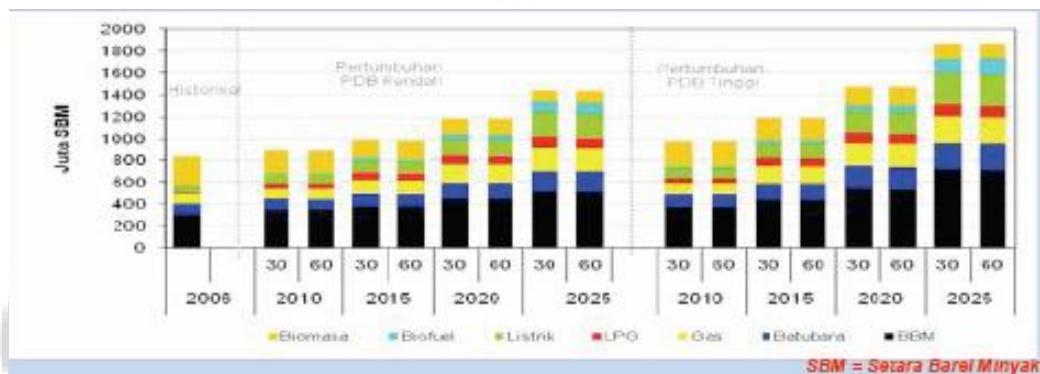
Mullite

Apabila suhu kalsinasi kaolin terlalu rendah yaitu kurang dari 700°C yang terjadi adalah belum terputusnya ikatan antara Si-Al, melainkan hanya menghilangkan kandungan air dan zat-zat organik yang mudah menguap.

2.3 Biopelumas

Minyak bumi merupakan salah satu sumber daya alam yang banyak digunakan sebagai bahan bakar. Sumber energi ini tidak dapat diperbaharui sehingga mempercepat depleksi ketersediaan bahan bakar minyak bumi. Indonesia

saat ini dikenal sebagai salah satu negara pengekspor minyak bumi, diperkirakan akan mengimpor bahan bakar minyak untuk mencukupi kebutuhan dalam negeri pada masa akan datang. Sebagai ilustrasi dapat dilihat diagram batang kebutuhan bahan bakar di Indonesia pada Gambar 2.8 di bawah ini:



Gambar 2.8 Kebutuhan Bahan Bakar di Indonesia

(Sumber: Iskandar, Marzan A., 2010)

Diagram di atas menggambarkan kebutuhan energi Indonesia terus meningkat, namun persediaan bahan bakar minyak bumi (BBM) terbatas dan menipis. Di sisi lain, masalah *global warming* yang diantaranya disebabkan oleh pemakaian bahan bakar (*fuels*) dampaknya semakin besar.

Berdasarkan data Direktorat Jenderal Listrik & Pemanfaatan Energi (2006), diketahui bahwa ketersediaan sumber minyak bumi Indonesia saat ini hanya mencapai 86,9 milyar barel dan diperkirakan hanya dapat memenuhi konsumsi energi dalam negeri dalam 23 tahun mendatang (Erliza, Hambali, *et al*, 2007). Di lain pihak pertambahan jumlah penduduk Indonesia dari tahun ke tahun telah meningkatkan kebutuhan sarana transportasi dan aktivitas industri yang berakibat pada peningkatan kebutuhan dan konsumsi bahan bakar minyak (BBM) nasional. Padahal selama ini ketergantungan masyarakat Indonesia akan minyak bumi sangat tinggi. Hal ini terlihat dari setiap aktivitas sehari-hari masyarakat Indonesia yang tidak terlepas dari pemakaian bahan bakar seperti memasak,

penerangan, transportasi, angkutan, keperluan industri, dan sebagainya. Oleh karena itu bahan bakar ramah lingkungan (rendah polusi dan *renewable*) menjadi tuntutan.

Bahan bakar ramah lingkungan yang saat ini penting untuk dikembangkan antara lain biodiesel, bioetanol dan biopelumas. Indonesia sebagai negara agraris mempunyai potensi bahan baku yang sangat besar untuk menghasilkan biodiesel dan bioetanol serta biopelumas, diantaranya adalah kelapa sawit, kelapa dan jarak pagar yang bisa dijadikan biodiesel sebagai pengganti solar; tebu, jagung, singkong, ubi dan sagu yang bisa dijadikan bioetanol sebagai pengganti premium; serta jarak kepyar yang bisa dijadikan biopelumas. Dalam penelitian ini akan diteliti sumber nabati lainnya yang diperoleh dari limbah kulit biji mete, dikenal dengan nama minyak biji kulit mete atau *Cashew Nut Shell Liquid (CNSL)*.

Pelumas merupakan salah satu olahan dari migas yang merupakan salah satu pendapatan Nasional. Produk pelumas pada tahun 2006 adalah 700.000 kiloliter. Sebagian besar pelumas dalam negeri masih merupakan produk impor, dimana hanya sebagian produknya adalah domestik (Iskandar, Marzan A., 2010). Pelumas berbahan baku nabati (biopelumas) merupakan prospek yang kompetitif karena berbahan baku dalam negeri (sawit, jarak, dan lain-lain) dan merupakan bahan baku ramah lingkungan. Pemerintah melalui BPPT siap mendukung industri untuk mengembangkan bahan bakar dan pelumas yang efisien, berkinerja tinggi dan ramah lingkungan.

Pemerintah telah menerbitkan Peraturan Presiden No. 5 tahun 2006 mengenai Kebijakan Energi Nasional dan Instruksi Presiden No. 1 tahun 2006 mengenai Penyediaan Biofuel. Di dalam Perpres tersebut, Pemerintah menargetkan pemakaian Bahan Bakar Nabati (BBN) sebesar 5% dari komposisi energi *mix* nasional pada tahun 2025. Inpres memberikan tugas kepada Departemen Perindustrian untuk melakukan promosi investasi dan pengembangan mesin peralatan produksi BBN. Melalui kebijakan di atas, Pemerintah berharap industrialisasi biofuel dapat berkembang dengan pesat sekaligus meningkatkan nilai tambah produk minyak nabati di Indonesia.

Dalam penelitian ini minyak kulit biji mete (CNSL) yang mengandung senyawa asam anakardat sebagai komponen utama tidak dapat digunakan langsung sebagai biopelumas karena tingginya bilangan asam yang dimiliki oleh minyak kulit biji mete tersebut. Akibatnya perlu dilakukan reaksi katalitik minyak kulit biji mete dengan metanol menggunakan katalis heterogen zeolit KNaX, dengan tujuan agar terjadi reaksi O-metilasi pada gugus –OH dan reaksi esterifikasi pada gugus –COOH yang terdapat pada cincin benzene pada senyawa asam anakardat tersebut.

2.4 Pelumas

2.4.1 Bahan Dasar Pelumas

Berdasarkan bahan bakunya, pelumas dibedakan atas tiga macam yakni mineral, sintesis, dan nabati. Pelumas mineral berbahan dasar minyak bumi. Setelah diolah, minyak bumi ditambah bahan-bahan aditif agar mutu pelumas lebih baik. Pada pelumas modern biasanya bahan aditifnya cukup lengkap, sehingga beberapa merek tidak menganjurkan penambahan aditif atau *oil treatment*. Sedangkan jenis sintesis adalah pelumas berbahan dasar campuran berbagai macam bahan kimia yang dibuat di laboratorium. Umumnya, pelumas sintesis mempunyai tingkat mutu yang lebih tinggi daripada pelumas mineral, namun harganya lebih mahal.

1. Minyak Mineral

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

Minyak mineral merupakan minyak yang paling banyak digunakan sebagai bahan dasar pelumas karena 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, di samping 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 dan mesin perkakas.
- 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*)

Minyak sintetis merupakan minyak yang dibuat melalui sintesis kimiawi dengan memadukan senyawa-senyawa yang memiliki berat molekul 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, 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 unik yang tidak dapat dimiliki oleh pelumas mineral, misalnya bersifat *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 dan 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 sangat tinggi dan memiliki karakteristik aliran yang menonjol walaupun pada suhu 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 esters*

3. Minyak Natural (Minyak Nabati dan Lemak Hewani)

Definisi pelumas bio atau sering disebut *biolubricant* adalah pelumas yang secara cepat dapat terdegradasi (*biodegradable*) dan tidak beracun (*nontoxic*) bagi manusia dan lingkungan. Pelumas bio dikembangkan dari bahan dasar berupa minyak tumbuh-tumbuhan dan lemak hewan. Pelumas berbahan dasar minyak tumbuhan bersifat *biodegradable* dan *nontoxic*, juga bersifat dapat diperbaharui (*renewable*).

Selain tidak beracun dan mudah terurai, pelumas bio memiliki beberapa keunggulan yang lain dibandingkan pelumas mineral dan pelumas sintetis, yaitu :

1. Memiliki sifat pelumasan lebih baik karena struktur molekulnya lebih polar sehingga lebih menempel pada permukaan;
2. Melindungi permukaan dengan baik walaupun pada tekanan tinggi;
3. Memiliki flash point yang tinggi sehingga lebih aman digunakan;
4. Indeks viskositas yang tinggi : viskositasnya tidak terlalu berubah banyak seperti pelumas mineral terhadap perubahan temperatur;
5. Memiliki volatilitas yang rendah sehingga tidak mudah menguap.

Dewasa ini, terjadi peningkatan tuntutan pelumas yang cocok digunakan sehingga tidak mencemari lingkungan apabila terjadi kontak dengan air, makanan ataupun manusia. Pelumas bio memenuhi syarat-syarat tersebut karena pelumas bio terurai di dalam tanah lebih dari 90% (*biodegradable*) sehingga tidak menyebabkan polutan bagi lingkungan, tidak seperti pelumas mineral dan sintesis maksimal terurai hanya 40% yang menyebabkan perlunya penanganan lebih lanjut, selain itu juga pelumas bio tidak beracun (*nontoxic*) karena berasal dari minyak tumbuhan.

Pemilihan minyak kulit biji mete sebagai bahan dasar pelumas bio adalah karena Indonesia kaya akan tumbuhan jambu mete, dan kulit biji mete merupakan limbah dari pengolahan kacang mete yang sampai saat ini belum dimanfaatkan secara optimal.

2.4.2 Fungsi Pelumas

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. Permukaan bahan tidak ada yang benar-benar mulus sehingga permukaan dari kedua bahan yang saling berhadapan akan memiliki suatu puncak dan akan saling berkontak satu dengan lainnya, disebut dengan *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 Lubrications* 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 *shutdown*. Aditif tekanan ekstrim biasa digunakan pada pelumas yang sering mengalami kerja pada kondisi di atas.

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 mesin.
Pada mesin-mesin dengan kecepatan putaran tinggi, panas akan timbul pada bantalan-bantalan sebagai akibat 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.

2.4.3 Sifat Pelumas

Pelumas mineral atau pelumas hidrokarbon merupakan campuran kompleks ikatan organik dan 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 di bawah keadaan gravitasi, atau ukuran besar tahanan yang diberikan oleh pelumas untuk mengalir atau dengan kata lain ukuran kekentalan 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 supaya membentuk lapisan film pada bagian yang dilumasi, terutama apabila pelumas tersebut digunakan untuk mesin-mesin yang bekerja pada kondisi operasi berat. Viskositas dikatakan baik bila terjadi penyesuaian sirkulasi pelumas dengan lancar dalam arti tenaga luar yang diperlukan ringan dan kedua permukaan yang dilumasi bergerak bebas.

Tabel 2.1 Klasifikasi dan Spesifikasi Pelumas Berdasarkan SNI

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 hidrolik industri anti aus (logam, <i>gear</i> dan 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 suhu terendah dimana pelumas masih dapat mengalir. Jika *pour point* suatu material rendah maka pada suhu rendah material berwujud cair yang dapat mengalir/dituang sehingga 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, selain itu uap yang terbentuk akan mengganggu kinerja mesin.

d. *Total Base Number* (TBN)

TBN adalah kemampuan pelumas untuk menetralkan asam kuat (sulfat) hasil pembakaran sehingga tidak menyebabkan korosi di

dinding/permukaan silinder, piston, ring dan lainnya. Angka TBN pada minyak bekas lebih rendah daripada pelumas baru, karena sebagian besar telah digunakan untuk menetralkan asam-asam yang terbentuk atau untuk menghancurkan kotoran.

e. 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*/endapan yang akan menyumbat saluran
- Memberikan interval waktu yang lama untuk pengantiannya

f. 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.

2.4.4 Karakteristik Umum Pelumas

Karakteristik umum yang perlu diketahui untuk menilai kinerja biopelumas antara lain:

Tabel 2.2 Karakteristik Umum Pelumas

Parameter	Metode Uji	Satuan	Keterangan

Viskositas Kinematik	ASTM D-445	cSt	Menunjukkan kental atau tidaknya pelumas. Makin besar angka yang ditunjukkan makin kental.
Densitas	ASTM D4052	kg/liter	Menunjukkan berat jenis pelumas
Titik Nyala	ASTM D92	°C	Menunjukkan mudah atau tidaknya pelumas terbakar
Titik Tuang	ASTM D97	°C	Menunjukkan suhu terendah dimana pelumas masih dapat mengalir
Warna	ASTM D1500	-	Merupakan indikator pertama dalam pelumas untuk mengetahui adanya kontaminasi
TAN	ASTM D974	mg KOH/gr	Menunjukkan tingkat keasaman pelumas, juga sebagai indikator umum umur pelumas
TBN	ASTM D2896	mg KOH/gr	Menunjukkan besarnya aditif yang tersisa untuk mengantisipasi soot maupun pengotor lain yang menyebabkan naiknya keasaman pelumas

Viskositas Kinematik

Definisi umum dari viskositas kinematik adalah kental atau encernya suatu fluida yang diukur dengan parameter waktu alir suatu fluida dari titik A ketitik A'. Sedangkan berdasarkan definisi teknik viskositas kinematik adalah ukuran

kemudahan suatu fluida untuk menahan tegangan geser (Munson, Bruce R., 2006). Besarnya viskositas kinematik sangat dipengaruhi oleh konstanta grafitasi setempat. Satuan untuk viskositas kinematik adalah Centistokes (cSt). Untuk ilustrasi alat viskositas kinematik dapat dilihat pada Gambar 2.9.



Gambar 2.9 Alat Viskositas Kinematik

(Sumber: *APM Testing*, 2009)

Densitas (Massa Jenis)

Definisi densitas adalah perbandingan berat massa (kg) per berat volume (m^3). Densitas suatu pelumas merupakan fungsi dari temperatur. Kegunaan dari parameter densitas ini adalah:

- Indikator kelarutan aditif pada pelumas
- Indikator pendukung adanya fraksi-fraksi kontaminan pada pelumas

Untuk ilustrasi alat densitas dapat dilihat pada Gambar 2.10.



Gambar 2.10 Alat Densitas

(Sumber: Palmer, John, 1999)

Titik Nyala

Titik nyala merupakan temperatur terendah dimana pelumas mulai terbakar akibat adanya sumber api. Kegunaan parameter titik nyala adalah :

- Membantu menentukan aplikasi dan batas aman pemakaian pelumas
- Memperkirakan penguapan pelumas

Untuk setiap pelumas memiliki titik nyala yang berbeda-beda, sesuai dengan contoh pada tabel berikut:

Tabel 2.3 Titik Nyala Pelumas

Contoh Pelumas	Titik Nyala (°C)
Pelumas Mesin 4 Tak	±220
Oli Samping Mesin 2 Tak	±80
<i>Fire Resistant Hydraulic Fluid</i>	±700

Titik Tuang

Titik tuang menunjukkan suhu terendah dimana pelumas masih dapat mengalir. Jika titik tuang suatu material rendah maka pada suhu rendah material berwujud cair (dapat mengalir/dituang) sehingga minyak lumas dapat berfungsi dengan baik meskipun kondisi operasi dingin dan pada kondisi mesin akan dihidupkan.

Warna

Standar penentuan warna pelumas dari putih air hingga hitam pekat. Parameter warna ini dapat ditentukan dengan menggunakan alat *Lovibond* dengan ketentuan sebagai berikut:

- 0 s/d 8.0 (0, 0.5, 1, 1.5, ..., 8.0)
- Semakin tinggi angka semakin tua warnanya
- L = *Less* (kurang), jika warna diantara 2 angka
- L 2.0 = Warna antara 1.5 dan 2.0

TAN (*Total Acid Number*)

Menunjukkan kadar asam dalam pelumas dan ditunjukkan dengan satuan mg KOH/g sampel. Kegunaan penentuan parameter TAN ini adalah untuk menunjukkan sisa umur hidup pelumas terutama pelumas industri (menggunakan TAN awal sebagai acuan).

TBN (*Total Base Number*)

Menunjukkan kemampuan pelumas menetralkan asam hasil pembakaran yang dilambangkan dengan mg KOH/g sampel. Pada umumnya nilai TBN pelumas kendaraan bensin: 6~8 mg KOH sedangkan TBN pelumas kendaraan diesel: 11~15 mg KOH.

Efek Kelebihan TBN:

- Filter Oli tersumbat karena banyaknya sludge dari TBN yang tidak terpakai
- Dinding mesin cepat menjadi aus karena TBN berlebih menghasilkan abu dan menggosok permukaan

Efek Kekurangan TBN:

Mesin berkarat karena pelumas tidak mampu menetralsir asam hasil pembakaran

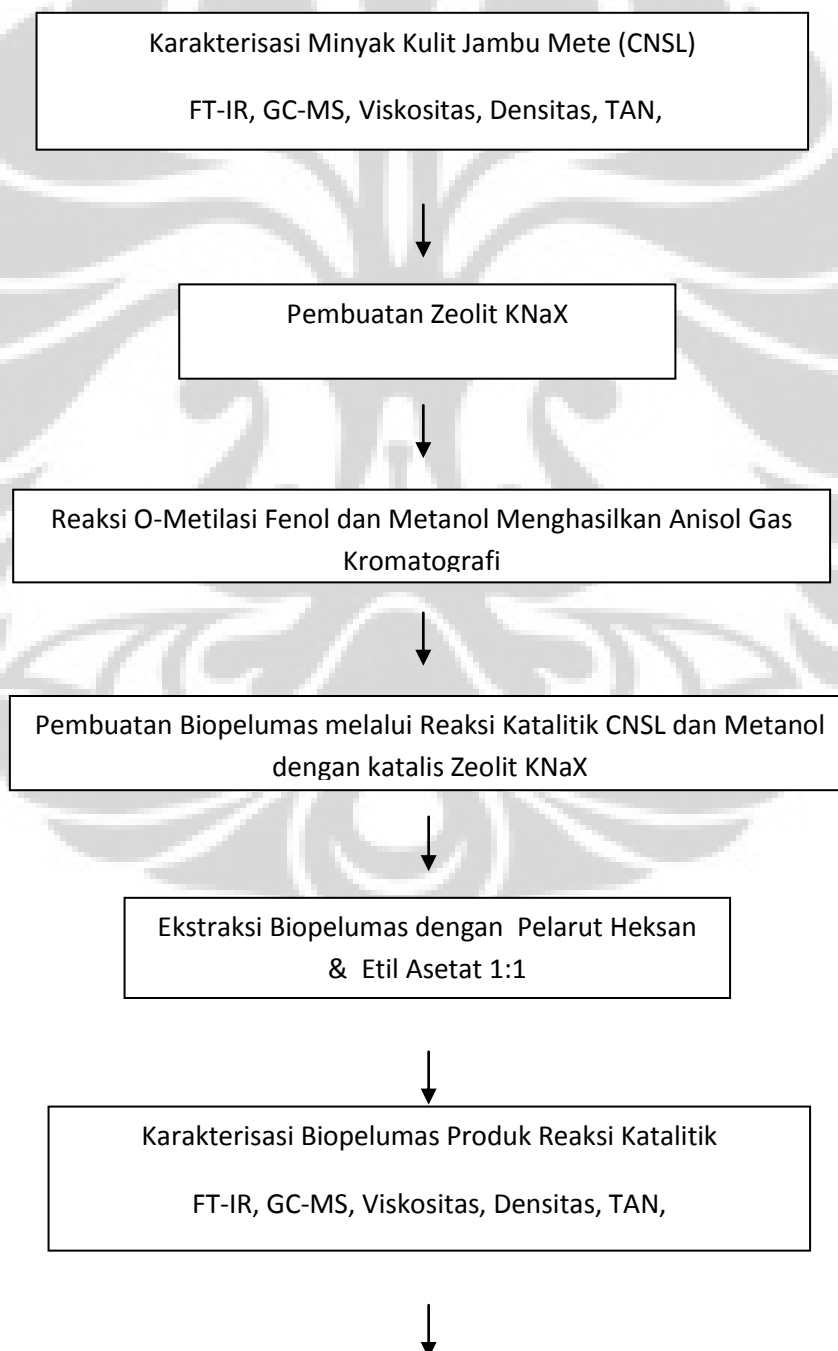


BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Diagram Rancangan Umum Penelitian

Dalam penelitian ini, tahapan percobaan yang dilakukan yaitu:



Gambar 3.1 Diagram Rancangan Umum Penelitian

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

3.2.1.1 Pembuatan Zeolit KNaX

- a. Cawan Porselen
- b. Spatula
- c. Tanur
- d. Desikator
- e. Alat-Alat Gelas
- f. Neraca Analitis
- g. *Stirrer & Magnetic Stirrer*
- h. Botol polipropylene
- i. Oven
- j. XRD
- k. XRF

3.2.1.2 Reaksi Katalitik Fenol dan CNSL

- a. Labu datar leher 2
- b. Termometer
- c. Hot plate
- d. *Stirrer & Magnetic Stirrer*

- e. Neraca Analitis
- f. Spatula
- g. Alat-alat gelas
- h. Botol Vial
- i. Kromatografi Gas
- j. Kromatografi Gas – Spektroskopi Massa
- k. Spektroskopi Infra Merah
- l. Viskometer
- m. Titrator
- n. Flash Point
- o. Pour Point

3.2.2 Bahan

3.2.2.1 Pembuatan Zeolit KNaX

- a. Kaolin
- b. Sodium Hidroksida (NaOH)
- c. Kalium Hidroksida (KOH)
- d. Aquabidest

3.2.2.2 Reaksi Katalitik Fenol dan CNSL

- a. Fenol
- b. Anisole
- c. Metanol
- d. Dimethylsulfoxide, DMSO
- e. Katalis Zeolit KNaX
- f. Minyak Kulit Biji Mete

Penelitian ini menggunakan minyak kulit jambu mete (CNSL) sebagai bahan baku pembuatan biopelumas. Minyak kulit biji mete (CNSL) ini dibeli dari Desa Dukuh Ngudi, Kelurahan Jatiroyo, Kecamatan Jatipuro, Kabupaten Karanganyar, RT.032/009, Jawa Tengah.

- g. Etil Asetat
- h. Heksana

3.3 Cara Kerja

3.3.1 Pembuatan Zeolit KNaX

- a. Kaolin dikalsinasi pada suhu 750° C selama 24 jam untuk mendapatkan metakaolin dan ditambahkan NaOH dengan jumlah 50% dari berat kaolin yang ditimbang, digerus kemudian dikalsinasi kembali pada suhu 850° C selama 6 jam (Sitri, Dessy, 2006). Dilakukan Uji XRD dan XRF untuk melihat transformasi dari kaolin menjadi metakaolin.
- b. Zeolit KNaX dibuat dengan jalan mencampurkan 7,5 gram kaolin yang sudah dikalsinasi dengan 14 gram NaOH, 6,73 gram KOH dan 98,64 gram aquademin. Campuran dihomogenisasi melalui pengadukan selama 24 jam pada suhu ruang dan kristalisasi dilakukan pada kondisi hidrotermal dalam botol polipropilen yang tertutup rapat pada suhu 90°C selama 72 jam.
- c. Endapan yang terbentuk kemudian disaring dan dicuci dengan aquademin sampai pH air cucian < 10, kemudian dikeringkan pada suhu 110°C selama 12 jam.
- d. Zeolit KNaX yang terbentuk kemudian dikarakterisasi dengan XRD dan XRF.

3.3.2 Reaksi Katalitik Fenol dan CNSL

- a. Reaksi katalitik fase cair dilakukan dalam reaktor gelas berleher dua dengan kondensor yang tinggi untuk mencegah hilangnya senyawa yang mudah menguap dan dilengkapi juga dengan termometer.
- b. Reaksi dilakukan pada tekanan atmosfer menggunakan DMSO sebagai pelarut pada temperatur 155°C dan metanol sebagai *methylating agent*.

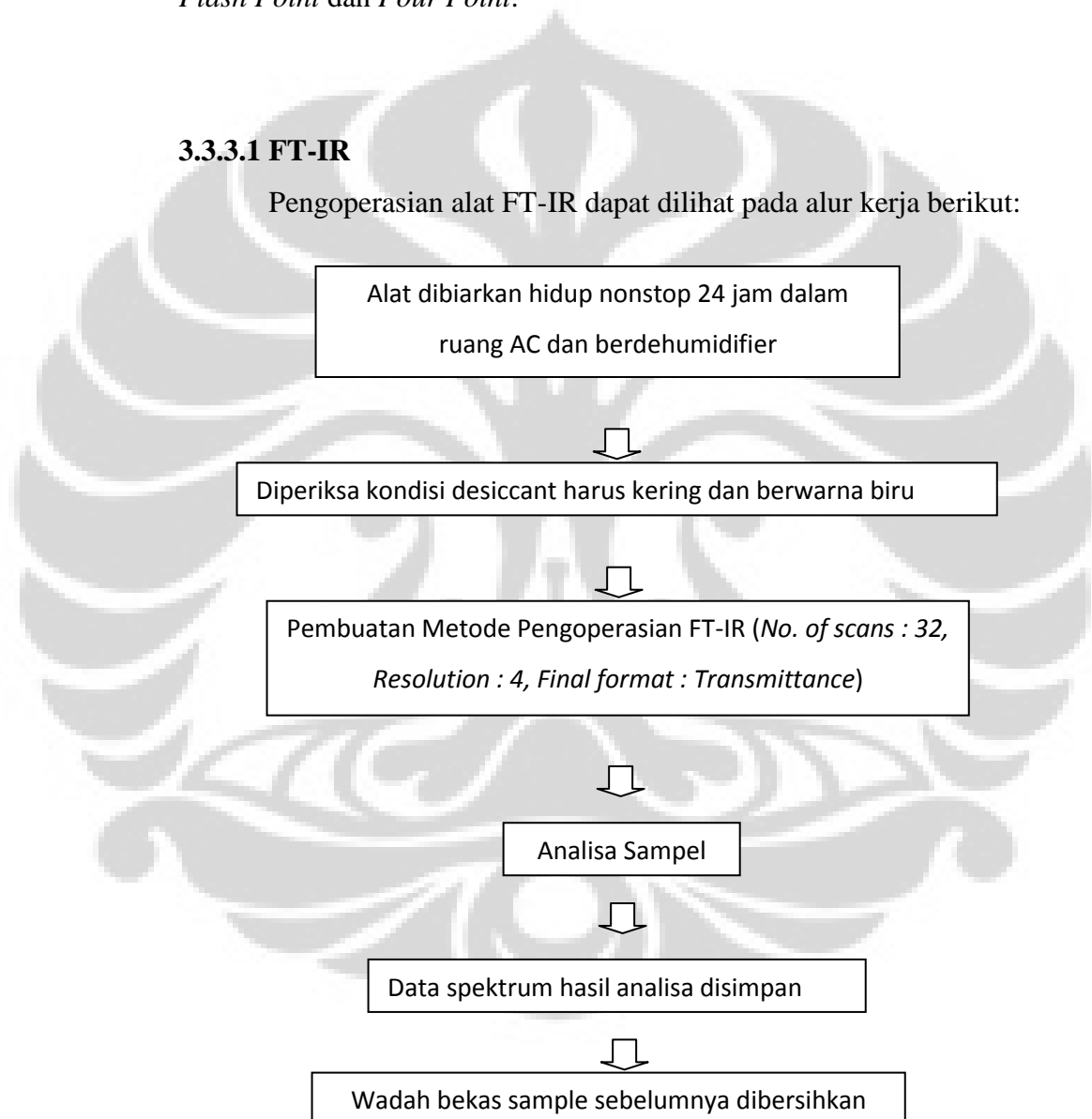
- c. Disiapkan fenol dan metanol dengan perbandingan mol 1:20, pelarut DMSO dengan perbandingan berat pelarut dan campuran reaktan (fenol dan metanol) = 10:1, zeolit X sebanyak 10% dari berat campuran reaktan digunakan dalam reaksi. Langkah awal adalah dengan memasukkan terlebih dahulu semua reagen kecuali metanol. Setelah tercapai suhu 180°C baru ditambahkan metanol. Campuran reaksi dipanaskan pada suhu 155°C selama 6, 8, 10 dan 12 jam.
- d. Produk reaksi dari tiap variasi waktu tersebut diambil, dimasukkan dalam vial dan dianalisa dengan GC.
- e. Setelah didapatkan waktu yang paling optimum yakni 10 jam, cara yang sama juga dilakukan terhadap reaksi katalitik minyak kulit biji mete (CNSL), dengan kondisi :
Perbandingan mol CNSL : Metanol = 1 : 20, pelarut DMSO : campuran reaktan (CNSL dan metanol) = 10 : 1, zeolit X sebanyak 10% dari campuran reaktan. Minyak kulit biji mete (CNSL) awal dan setelah reaksi katalitik dikarakterisasi dengan GC-MS dan beberapa parameter biopelumas yang diuraikan dalam sub bab 3.3.3.
- f. Selanjutnya dilakukan variasi pelarut DMSO terhadap campuran reaktan pada reaksi katalitik minyak kulit biji mete (CNSL) dengan metanol yakni dengan kondisi tanpa pelarut ; 5 : 1 ; 7 : 1 dan 10 : 1
- g. Pada perbandingan pelarut terhadap campuran reaktan 5 : 1 dan 7 : 1 dilakukan reaksi katalik CNSL dan metanol menggunakan katalis zeolit X sebesar 20% berat campuran reaktan.
- h. Produk reaksi kemudian diekstrak dengan pelarut ethyl acetate dan hexane menggunakan perbandingan 1:1
- i. Pelarut yang ada kemudian diuapkan dengan cara dipanaskan menggunakan hotplate.
- j. Produk reaksi yang terbentuk dianalisa dengan FT-IR dan TAN untuk variasi pelarut DMSO sedangkan untuk variasi % berat katalis dianalisa dengan TAN.

3.3.3 Karakterisasi Biopelumas

Biopelumas yang terbentuk kemudian dilakukan uji karakterisasi untuk mengetahui apakah sudah memenuhi kriteria pelumas yang baik atau belum. Karakterisasi utama biopelumas ini melalui uji FT-IR, viskositas kinematik pada suhu 40°C dan 100 °C, densitas, TAN, TBN, *Flash Point* dan *Pour Point*.

3.3.3.1 FT-IR

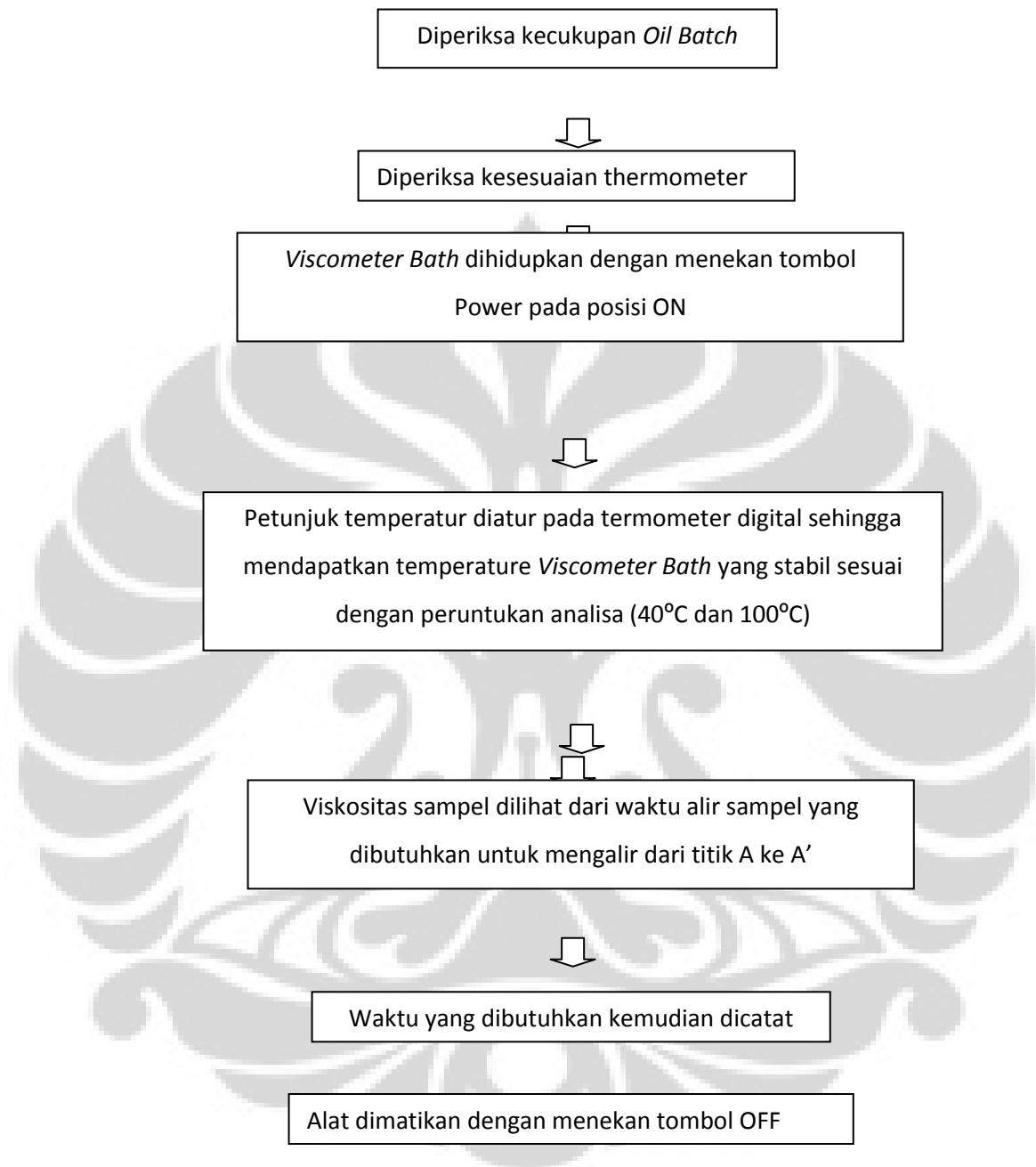
Pengoperasian alat FT-IR dapat dilihat pada alur kerja berikut:



Gambar 3.2 Alur Kerja Pengoperasian Alat FT-IR

3.3.3.2 Viskositas Kinematik

Pengoperasian alat Viskometer Kinematik dapat dilihat pada alur kerja berikut:



Gambar 3.3 Alur Kerja Pengoperasian Alat Viskometer Kinematik

Perhitungan Viskositas Kinematik :

Viskositas kinematik (V) dapat dihitung dari pengukuran waktu alir (t) dan tetapan viskositas (C), dengan menggunakan persamaan di bawah ini:

$$V = C \cdot t$$

dimana,

V = viskositas kinematik, mm^2/s

C = tetapan kalibrasi, mm^2/s^2

t = waktu alir, s

3.3.3.3 Densitas

- Disiapkan labu ukur 10 ml yang bersih dan diletakkan pada tempat yang rata dan stabil
- Labu tersebut kemudian ditimbang dan *dizero*
- Labu yang telah ditimbang tersebut kemudian diisi sampel hingga tanda miniskus labu ukur, diyakinkan tidak terdapat gelembung pada sampel
- Labu yang telah diisi sampel tersebut kemudian ditimbang
- Langkah yang sama juga dilakukan terhadap air

Perhitungan Densitas :

berat sampel (gram) / berat air (gram)

3.3.3.4 Total Acid Number (TAN)

- Ke dalam labu erlenmeyer 250 mL, dimasukkan sampel 0.5 gram
- Ditambahkan 100 mL pelarut titrasi (500 mL toluen dan 5 mL air ke dalam 495 mL isopropil alkohol anhidrous)
- Ditambahkan 0.5 mL larutan indikator p-naphtolbenzene

- d. Dikocok sampai semua sampel larut, larutan akan berwarna kuning-orange
- e. Larutan kemudian dititrasi dengan KOH 0.1M
- f. Titik akhir dicapai setelah warna berubah dari orange ke hijau atau hijau coklat
- g. Hal yang sama juga dilakukan terhadap blanko
- h. Perhitungan bilangan asam:

$$\text{mg KOH/g} = \{(A-B)\} \times M \times 56.1\} / W$$

Dimana:

A = Larutan KOH yang diperlukan untuk titrasi sampel (mL)

B = Larutan KOH yang diperlukan untuk titrasi blanko (mL)

M = Molaritas larutan KOH

W = Sampel yang diuji (gram)

3.3.3.5 Total Base Number (TBN)

- a. Ditimbang 0.5 gram sampel dan ditambahkan 60 mL pelarut titrasi (klorobenzen : asam asetat glasial = 2 : 1) ke dalam sampel
- b. Sampel kemudian diaduk sampai semua sampel melarut
- c. Buret diisi dengan larutan pentiter dengan prosedur pembuatan sebagai berikut:
8.5 mL HClO₄ 70-72% dicampur dengan 500 mL asam asetat glasial dan 30 mL anhidrida asetat. Dilarutkan sampai 1000 mL dengan asam asetat glasial. Larutan didiamkan selama 24 jam
- d. Lakukan titrasi sesuai dengan petunjuk instruksi kerja alat
- e. Perhitungan angka basa sebagai berikut:

$$\text{BN, mg KOH/gr} = E \times NA \times 56,11) / S$$

Dimana:

E = volume larutan HClO_4 yang digunakan untuk titrasi contoh sampai titik belok pada kurva titrasi (mL)

N_A = normalitas larutan HClO_4

S = bobot sampel (gram)

3.3.3.6 *Flash Point PMCC*

- a. Diperiksa kelengkapan alat *flash point*
- b. Disesuaikan termometer yang dipakai
- c. Diperiksa mangkok sampel agar bersih dan kering
- d. Mangkok uji kemudian diisi sampel uji hingga bagian atas miniskus dari contoh tepat pada tanda pengisian dan diletakkan di bagian tengah pemanas
- e. Ujung tester yang telah dihubungkan dengan tabung elpiji dinyalakan menggunakan korek api/pemantik
- f. Nyala api diatur sehingga mempunyai diameter antara 3.2 – 4.8 mm
- g. Alat *flash point* dihidupkan dengan cara menaikan *power* ke posisi *ON*
- h. Sampel dipanaskan dengan cara mengatur *Heating Control* (pengatur panas) sehingga kenaikan temperatur mencapai 14-17°C setiap menit menggunakan *stop watch*. Saat temperatur contoh sekitar 56°C di bawah titik nyala yang diperkirakan, kecepatan kenaikan temperatur diturunkan menjadi 5°C per menit sebelum titik nyala
- i. Pemantik diarahkan menuju ke sampel tiap 2°C setiap menit
- j. *Flash Point* yang diamati kemudian dicatat
- k. *Heating Control* (pengatur panas) diputar ke posisi 0, *Power* diturunkan ke posisi *OFF*

- l.* Api pada ujung tangkai tester dimatikan dengan cara menutup pipa saluran Elpiji

3.3.3.7 Pour Point

- a.* Peralatan tes *pour point*, tabung dan termometer dipersiapkan dengan baik dan bersih
- b.* Sampel dikocok dengan kuat agar diperoleh sampel yang mewakili sebelum menuangnya ke dalam gelas uji
- c.* Sampel dituang ke dalam gelas uji hingga tanda ketinggian
- d.* Gelas uji ditutup dengan gabus yang telah dilengkapi dengan termometer *Pour Point*
- e.* Gelas yang telah berisi sampel uji dimasukkan dalam media pendingin, ditutup dengan termometer menyentuh sampel
- f.* Segera setelah sampel dalam gelas uji tidak mengalir jika dimiringkan, gelas uji dipegang dalam posisi mendatar selama 5 detik. Jika sampel menampilkan adanya pergerakan, segera dimasukkan kembali ke dalam media pendingin dan pengujian diulangi untuk mengalir pada temperatur berikutnya yang lebih rendah 3°C
- g.* Cara ini dilanjutkan sampai dengan titik tercapai dimana sampel tidak menunjukkan adanya pergerakan jika gelas uji dipegang dalam posisi mendatar selama 5 detik
- h.* Suhu yang direkam ditambahkan 3°C dari pengamatan

BAB IV

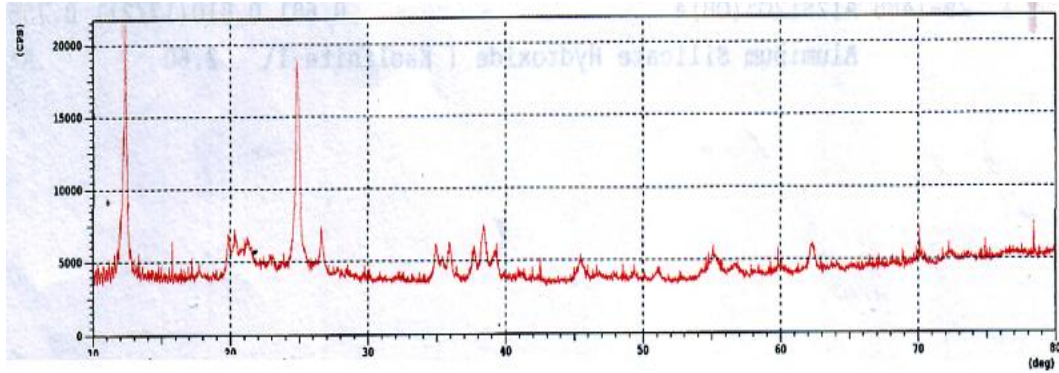
HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Karakterisasi Kaolin

4.1.1 Analisis XRD

Kaolin merupakan mineral alam yang komposisi kimia utamanya terdiri dari kandungan SiO_2 dan Al_2O_3 . Kedua komponen ini sangat penting dalam sintesis zeolit karena merupakan bahan utama pembentuk zeolit yang akan menentukan rasio Si/Al zeolit yang terbentuk. Menurut Siradz, S.A. (2007), tanah Indonesia yang berwarna merah kaya akan grup mineral kaolin yang didominasi oleh kelas halloysite dalam bentuk tubular dengan jumlah sekitar 40-60%, bahkan ada yang mencapai 90%. Dalam penelitian ini digunakan kaolin sebagai bahan baku pembuatan zeolit X yang berasal dari Pulau Belitung. Komposisi ideal kaolin untuk pembuatan zeolit X adalah memiliki perbandingan Si/Al yang rendah ($\pm 1,5$) dengan komposisi % berat sebagai berikut: SiO_2 49,75%; Al_2O_3 34,91%; Fe_2O_3 0,21%; TiO_2 0,49% (Basaldella, E.I. and J.C. Tara, 1995).

Kaolin terlebih dahulu dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui bentuk dari struktur kristal kaolin. Analisa XRD ini dilakukan di Balai Pengujian dan Identifikasi Barang (BPIB), Direktorat Jenderal Bea dan Cukai, Jakarta. Pola difraktogram dari kaolin ditunjukkan pada Gambar 4.1.

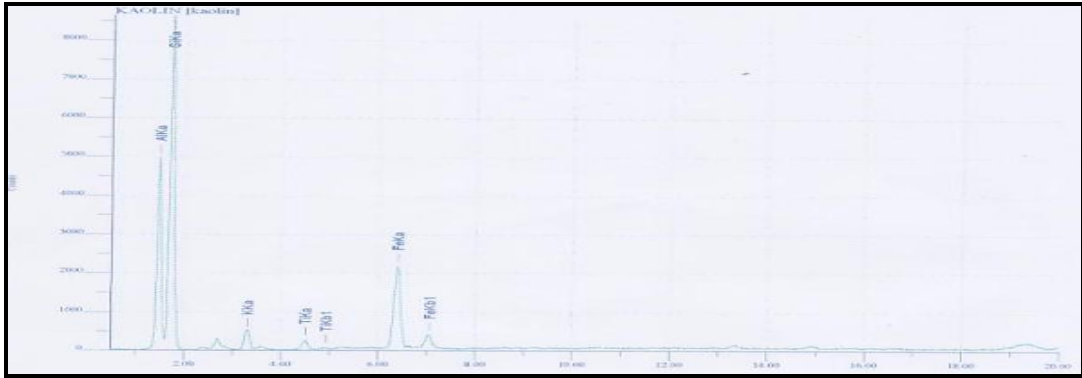


Gambar 4.1 Difraktogram Kaolin

Berdasarkan difraktogram kaolin, puncak karakteristik khas kaolin didapatkan pada $2\theta=12,35$ dan $2\theta=24,90$. Kedua puncak tersebut merupakan puncak yang memiliki intensitas paling tinggi. Selain itu pengotor kuarsa teridentifikasi pada $2\theta=20,84$ dan $2\theta=26,66$.

4.1.2 Analisis XRF

Analisis dengan XRF dilakukan untuk mengetahui komposisi kimia kaolin baik secara kualitatif maupun kuantitatif. Analisis ini dilakukan di *Research Center For Materials Science Faculty of Math and Natural Sciences, Universitas Indonesia*. Hasil grafik XRF ditunjukkan pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Grafik XRF Kaolin

Tabel 4.1 Hasil Analisis XRF Kaolin

No.	Atom	Berat(%)	At/mol(%)
1	Al	35,4475	37,4464
2	Si	57,1229	57,9722
3	K	3,3504	2,4423
4	Ti	0,6741	0,4011
5	Fe	3,4051	1,7379

Berdasarkan hasil grafik XRF kaolin menunjukkan adanya logam Al, Si, K, Ti, dan Fe. Analisa kuantitatif masing-masing logam ditunjukkan pada Tabel 4.1. Berdasarkan tabel tersebut didapatkan rasio perbandingan Si/Al dari kaolin sebesar 1,55.

Pengotor kaolin terutama berupa oksida logam seperti Fe_2O_3 , dapat mempengaruhi struktur zeolit X yang terbentuk karena logam Fe tidak hanya mempengaruhi warna permukaan zeolit tetapi jika kadarnya terlalu tinggi maka dapat ikut serta membentuk inti kristal zeolit menggantikan logam Si ataupun Al

dalam kerangka tetrahedral zeolit. Kaolin yang digunakan dalam penelitian ini memiliki kadar Fe sebesar 3,4051% berat. Kadar tersebut sangat kecil sehingga tidak berpengaruh besar terhadap struktur zeolit yang terbentuk. Pengotor lainnya adalah bercampurnya kaolin dengan mineral lain di alam, terutama kuarsa seperti yang terlihat pada analisis XRD sebelumnya.

4.2 Sintesis zeolit X

4.2.1 Aktivasi kaolin

Sebelum digunakan sebagai bahan dasar pembuatan zeolit, aktivasi kaolin menjadi metakaolin harus dilakukan karena merupakan proses yang menentukan pada sintesis zeolit X. Struktur kaolin mempunyai ikatan antara alumunium dan silika yang sangat kuat sehingga ikatan tersebut harus diputus/dibuat metastabil dengan pemanasan (kalsinasi) pada suhu 750⁰C selama 24 jam. Dengan proses kalsinasi ini, kaolin yang mempunyai lapisan tetrahedral : oktahedral = 1:1 berubah menjadi metakaolin yang mempunyai bentuk semikristalin/amorf dan lebih reaktif untuk digunakan sebagai bahan dasar pembuatan zeolit X.

Selanjutnya proses kalsinasi dilakukan kembali pada suhu 850⁰C selama 6 jam disertai dengan penambahan NaOH. Hal ini dimaksudkan agar transformasi termal dari fasa inert menjadi fasa aktif dapat memberikan hasil yang lebih efektif (membantu proses pemutusan ikatan antara Al₂O₃ dan SiO₂ pada kaolin menjadi Al dan Si).

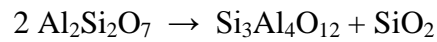
Metakaolin berbentuk *amorphous* dengan putusnya ikatan antara Al₂O₃ dan SiO₂ pada kaolin menjadi Al dan Si. Proses kalsinasi kaolin menjadi metakaolin ditunjukkan oleh reaksi berikut:



kaolin

metakaolin

Proses kalsinasi ini dilakukan pada suhu 850°C dikarenakan pada suhu 925°C-980°C, metakaolin akan berubah fasa menjadi spinnel yang mempunyai tipe struktur γ -alumina dimana SiO_2 akan keluar, sesuai dengan reaksi:



metakaolin **spinnel**

Pada suhu pemanasan di atas 1050°C akan terbentuk mullite dengan pengeluaran silika dan stabil sampai suhu 1540°C, yaitu temperatur lelehnya, reaksinya sebagai berikut:

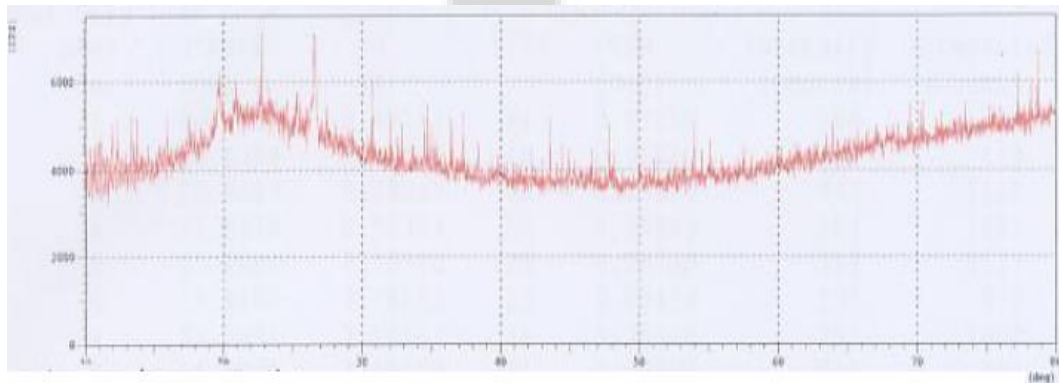


spinnel **mullite**

Apabila suhu kalsinasi kaolin terlalu rendah yaitu kurang dari 700°C, yang terjadi adalah belum terputusnya ikatan antara Si-Al, melainkan hanya menghilangkan kandungan air dan zat-zat organik yang mudah menguap.

4.2.1.1 Analisis XRD

Analisis XRD dilakukan untuk mengetahui bentuk kristal dari metakaolin yang terbentuk dari proses kalsinasi kaolin pada suhu 750°C - 850°C sehingga terlihat perubahan fasa yang terjadi. Untuk difraktogram metakaolin ditunjukkan pada Gambar 4.3.

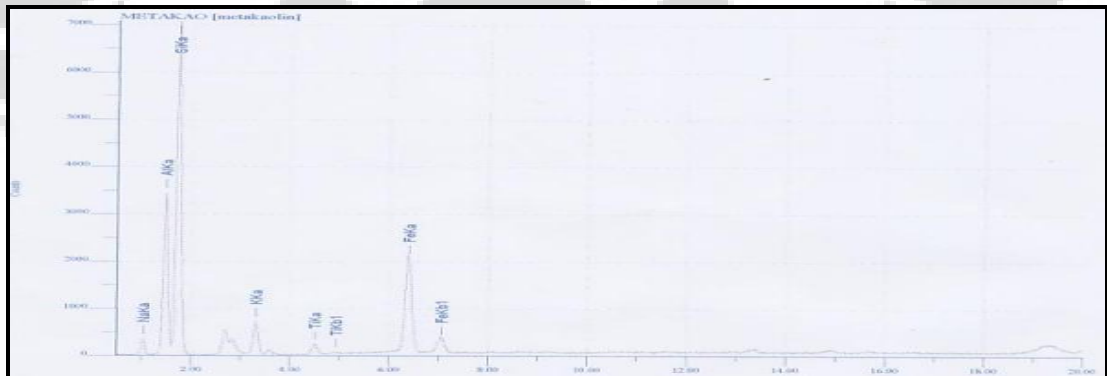


Gambar 4.3 Difraktogram Metakaolin

Difraktogram metakaolin menunjukkan telah terjadi konversi kaolin menjadi metakaolin setelah proses kalsinasi. Hal ini terlihat dengan sudah tidak ada lagi puncak karakterisasi khas kaolin pada $2\theta=12,35$ dan $2\theta=24,90$. Metakaolin diidentifikasi bersifat amorf yaitu dengan pertumbuhan pola amorf pada daerah $2\theta=30-50$. Selain itu pengotor kuarsa masih teridentifikasi pada $2\theta=20,74$ dan $2\theta=26,60$.

4.2.1.2 Analisis XRF

Analisis XRF dari metakaolin, sama seperti pada kaolin, dilakukan untuk mengetahui secara kualitatif dan kuantitatif komposisi kimia yang terdapat pada metakaolin terutama rasio Si/Al dari metakaolin. Untuk Grafik XRF metakaolin ditunjukkan pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Grafik XRF Metakaolin

Tabel 4.2 Hasil Analisis XRF Metakaolin

No.	Atom	Berat(%)	At/mol(%)
-----	------	----------	-----------

1	Na	21,1618	25,0065
2	Al	28,8896	29,0877
3	Si	43,3718	41,9526
4	K	3,4245	2,3793
5	Ti	0,5026	0,2851
6	Fe	2,6497	1,2889

Dari grafik XRF metakaolin diketahui adanya logam Na, Al, Si, K, Ti dan Fe. Analisa kuantitatif masing-masing logam ditunjukkan pada Tabel 4.2. Dari tabel tersebut didapatkan rasio perbandingan Si/Al dari metakaolin sebesar 1,44. Komposisi kimia metakaolin tersebut digunakan untuk mengetahui komposisi gel sebelum dilakukan proses hidrotermal.

Dari hasil analisis kualitatif terdapat kesesuaian logam-logam yang terkandung didalamnya. Hal ini terlihat dengan teridentifikasinya logam-logam yang sama baik yang terkandung dalam kaolin maupun metakaolin namun terlihat ada penambahan logam Na karena pada metakaolin selain melalui tahap kalsinasi juga ditambahkan NaOH untuk mempercepat proses pemutusan ikatan $\text{SiO}_2\text{-AlO}_2$ dalam kaolin.

4.2.2 Proses hidrotermal

Proses hidrotermal merupakan proses pembentukan zeolit (zeolitisasi). Proses ini merupakan sistem tertutup dengan memodifikasi lama (waktu) proses, tekanan dan temperatur yang konstan dengan keberadaan air. Tekanan yang dihasilkan merupakan tekanan uap air, yang terbentuk karena sistem yang tertutup.

Pada sintesis zeolit X digunakan botol polipropilen yang tahan pada proses termal di bawah 100⁰C. Pada proses hidrotermal dalam penelitian ini, suhu yang digunakan 90⁰C selama 72 jam, yang bertujuan agar kontak yang terjadi antara metakaolin dengan alkali dapat berlangsung lebih lama, sehingga proses zeolitisasi dapat lebih optimal.

4.2.3 Kondisi sintesis zeolit X

Metakaolin merupakan sumber aluminasilikat yang paling penting bagi sintesis zeolit karena silika dan alumina berada dalam bentuk aktif. Proses sintesis zeolit X dilakukan dalam larutan basa yaitu dengan mereaksikan metakaolin yang merupakan padatan amorf dengan hidroksida logam alkali yaitu campuran basa NaOH dan KOH yang berfungsi sebagai reaktan yang menyediakan kebasaaan dan kelarutan agar reaksi dapat berlangsung, juga sebagai zat pengarah dalam sintesis zeolit X. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Basaldella E.I. dan J.C. Tara pada tahun 1995, dibutuhkan konsentrasi alkali minimum untuk sintesis zeolit tipe tertentu. Peningkatan konsentrasi alkali diikuti dengan penurunan perbandingan molar SiO₂/Al₂O₃ pada zeolit yang diperoleh.

Dalam sintesis zeolit, kation alkali mempunyai peran yang sangat penting dan mempengaruhi proses kristalisasi dalam dua cara utama, yaitu:

1. Efek *salting out*, berdasarkan kecenderungannya untuk menjadi terhidrasi dan memodifikasi supersaturasi larutan.
2. Efek pembentukkan struktur/efek pengarah struktur, yaitu menstabilkan dan mengarahkan anion aluminosilikat ke dalam konfigurasi tertentu sehingga mengarahkan proses nukleasi.

Ada beberapa hal yang menjadi perhatian pada kondisi sintesis zeolit X, diantaranya: waktu penuaan (*aging*), pH, temperatur reaksi dan konsentrasi basa yang digunakan.

Pada penelitian ini waktu pencampuran dilakukan selama 24 jam. Lamanya proses *aging* merupakan salah satu proses yang menentukan pada

pembentukan zeolit X (zeolitisasi). Semakin lama proses *aging*, proses pembentukan kristal zeolit juga semakin optimal karena waktu kontak antara metakaolin dengan reaktan (NaOH dan KOH) juga semakin lama.

Untuk kondisi pH, pada proses *aging*, pH campuran mencapai 14 bahkan lebih, karena reaktan (NaOH dan KOH) merupakan campuran basa kuat. NaOH dan KOH selain berfungsi sebagai reaktan (mengandung air yang berguna pada proses hidrotermal), juga berfungsi sebagai zat pengarah dalam pembuatan zeolit. Pada proses pencucian dilakukan sampai endapan yang dihasilkan mempunyai pH <10, untuk menghilangkan kelebihan alkali. Zat pengarah juga berfungsi untuk mengatur keseragaman pori zeolit sintesis, digunakan campuran basa NaOH dan KOH dengan perbandingan tertentu karena telah dipelajari efek penggantian kation Na^+ oleh K^+ dimana pengikatan penggantian kation K^+ maka laju nukleasi dan kristalisasi menurun sehingga terjadi peningkatan ukuran kristal yang terbentuk. Pada komposisi $\text{K}=0$ yaitu hanya digunakan basa NaOH didapat kristal zeolit X dengan bentuk oktahedral sedangkan penggantian kation K^+ didapatkan ukuran kristal yang bulat dengan waktu reaksi yang lebih singkat (Basaldella, E.I. dan J.C. Tara, 1995). Selain itu penambahan KOH diperlukan pada pembentukan zeolit X, karena tanpa adanya KOH zeolit yang akan terbentuk adalah zeolit A, yang juga merupakan zeolit berkadar Si rendah.

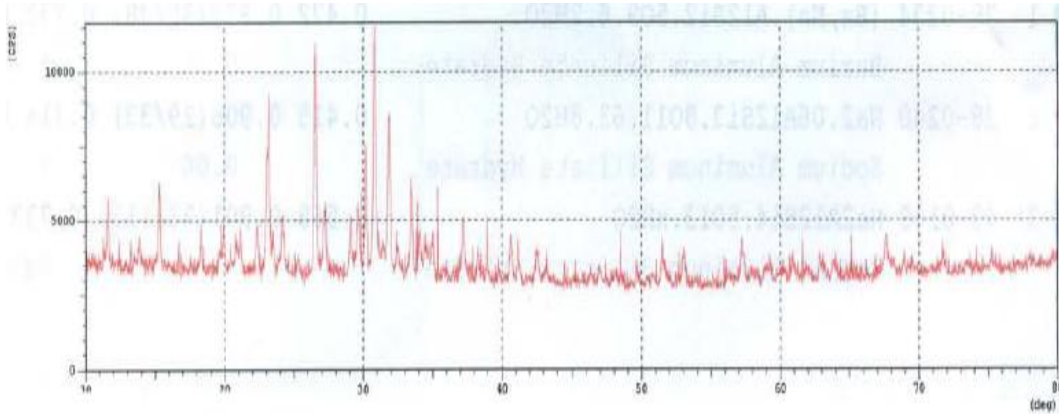
Temperatur selama proses sintesis diatur pada proses hidrotermal dan pengeringan endapan zeolit. Pada proses hidrotermal, temperatur yang digunakan sebesar 90°C dan proses pengeringan endapan zeolit pada temperatur 110°C , yang bertujuan untuk menghilangkan air.

4.2.4 Karakterisasi zeolit X

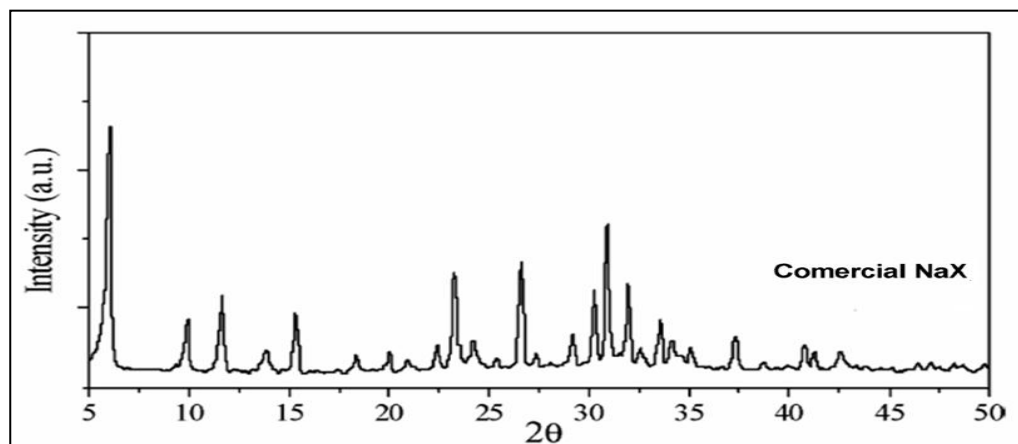
4.2.4.1 Analisis XRD

Pada analisis dengan menggunakan XRD, difraktogram yang dihasilkan oleh zeolit X hasil sintesis dibandingkan dengan difraktogram zeolit X standar. Zeolit X standar yang digunakan mempunyai rumus kimia :

$\text{Na}_{88}(\text{AlO}_2)_{88}(\text{SiO}_2)_{104} \cdot 220\text{H}_2\text{O}$. Difraktogram zeolit X hasil sintesis ditunjukkan pada Gambar 4.5 sedangkan difraktogram zeolit X standar pada Gambar 4.6.



Gambar 4.5 Difraktogram Zeolit X Hasil Sintesis



Gambar 4.6 Difraktogram Zeolit X Standar

Gambar 4.6 Difraktogram Zeolit X Standar

(Sumber: IZA-SC, 2007)

Tabel 4.3

Perbandingan Data Difraktogram XRD Zeolit X Sintesis dengan Zeolit X Standar

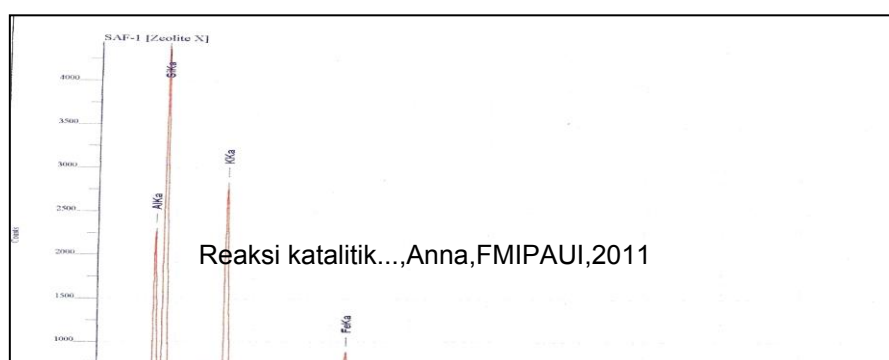
2 θ		d (Å)		I (rel)	
Zeolit X	Standar	Zeolit X	Standar	Zeolit X	Standar
11,63	11,72	7,60	7,55	26	3,22
12,45	12,24	7,10	7,22	5	0,22
14,10	14,14	6,28	6,26	4	0,04
15,34	15,42	5,77	5,74	31	6,09
18,32	18,40	4,84	4,82	15	1,24
19,98	20,05	4,44	4,42	16	2,02
21,16	21,28	4,20	4,17	14	0,02
22,35	22,45	3,98	3,96	17	1,13
23,16	23,29	3,84	3,82	63	6,28
24,56	24,62	3,62	3,61	3	0,20
25,30	25,39	3,52	3,50	6	0,04
26,54	26,63	3,36	3,34	87	3,25
27,20	27,35	3,28	3,26	24	0,13
29,09	29,18	3,07	3,06	22	1,22
30,18	30,28	2,96	2,95	51	1,82
30,83	30,92	2,90	2,89	100	5,84
31,39	31,96	2,85	2,80	10	1,85
32,46	32,57	2,76	2,75	11	0,43
33,46	33,56	2,68	2,67	39	3,46

34,10	34,15	2,63	2,62	19	0,58
34,99	35,10	2,56	2,55	19	0,47
37,22	37,31	2,41	2,41	26	1,22
41,18	40,75	2,19	2,21	15	1,15
42,54	42,55	2,12	2,12	12	0,59

Berdasarkan Tabel 4.3 di atas terdapat kemiripan nilai sudut 2θ dan jarak antar kisi (d) antara difraktogram XRD zeolit X sintesis dan zeolit X standar. Pada nilai intensitas relatif diperoleh perbedaan yang cukup signifikan namun jika dilihat sebaran datanya antara difraktogram XRD zeolit X sintesis dan zeolit X standar menunjukkan kecenderungan kenaikan dan penurunan intensitas yang mirip. Hal ini dikarenakan pada difraktogram XRD zeolit X standar dimulai dari sudut $2\theta > 5$ dan pada sudut $2\theta = 6,11$ ditemui peak yang paling tinggi dengan intensitas relatif = 100 sedangkan pada difraktogram XRD zeolit X sintesis, alat XRD yang digunakan hanya dapat menganalisa sudut $2\theta > 10$ sehingga peak dengan intensitas tertinggi tersebut tidak bisa dilihat dan dijumpai peak dengan intensitas relatif = 100 pada difraktogram zeolit X sintesis dengan sudut $2\theta = 30,83$. Adanya perbedaan peak tertinggi pada zeolit X standar dan zeolit sintesis inilah yang menyebabkan nilai intensitas relatif menjadi berbeda.

4.2.4.2 Analisis XRF

Pada analisis dengan menggunakan XRF dapat diketahui rasio Si/Al pada zeolit X. Hasil grafik XRF zeolit X menunjukkan adanya logam Na, Al, Si, K, Ti, dan Fe. Analisis kuantitatif masing-masing logam ditunjukkan pada Tabel 4.4. Dari tabel tersebut didapatkan rasio perbandingan Si/Al dari zeolit X sebesar 1.24.



Gambar 4.7 Grafik XRF zeolit X

Tabel 4.4 Hasil Analisis XRF Zeolit X

No.	Atom	Berat (%)	At/mol (%)	Oksida	Berat (%)	At/mol (%)
1	Na	13,6789	16,9278	Na ₂ O	14,4790	17,1739
2	Al	29,9655	31,5964	Al ₂ O ₃	34,9674	25,2118
3	Si	38,6633	39,1651	SiO ₂	41,7305	51,0587
4	K	14,9250	10,8594	K ₂ O	7,3582	5,7423
5	Ti	0,4912	0,2917	TiO ₂	0,3020	0,2779

6	Fe	2,2762	1,1596	Fe ₂ O ₃	1,1630	0,5354
---	----	--------	--------	--------------------------------	--------	--------

Berdasarkan penelitian Basaldella, E.I. dan J.C. Tara (1995), rasio K₂O/(K₂O + Na₂O) yang rendah yakni <0,18 akan diperoleh hasil zeolit X yang dikontaminasi oleh zeolit A. Produk zeolit X hasil sintesis akan meningkat seiring dengan meningkatnya jumlah K. Perbandingan K₂O/(K₂O + Na₂O) yang dibutuhkan agar tidak terjadi pembentukan kristal zeolit X yang disertai zeolit A berkisar antara 0,18-0,39. Dari Tabel 4.4 hasil analisis xrf zeolit X diperoleh nilai perbandingan K₂O/(K₂O + Na₂O) sebesar 0,25 yang menunjukkan zeolit X sintesis tidak disertai pembentukan zeolit A.

4.2.4.3 Analisis BET

Analisis BET bertujuan untuk mengetahui *surface area*, *total pore volume*, dan *average pore diameter* dari zeolit X yang dihasilkan. Analisis BET ini telah dilakukan oleh Sara Ayu Sekarini pada tahun 2009 dan diperoleh hasil pada Tabel 4.5 berikut:

Tabel 4.5 Hasil Analisis BET Zeolit X

	Surface Area	Total Pore Volume	Average Pore Diameter
Zeolit X	128.91 m ² /g	7.831e-02 cc/g	2.42995e+01 Å

Berdasarkan hasil analisa BET, *surface area* mengindikasikan banyaknya rongga pada struktur zeolit X sedangkan *average pore diameter* menunjukkan besarnya rongga zeolit X. Luas permukaan menggambarkan permukaan aktif yang dapat kontak dengan reaktan sehingga berfungsi sebagai jembatan dalam proses

reaksi. Semakin besar permukaan aktif dari suatu katalis diharapkan aktivitas katalis akan semakin baik. Rongga zeolit X yang dihasilkan memiliki diameter yang cukup kecil sekitar 2,42 nm sedangkan reaktan yang digunakan yakni asam anakardat merupakan senyawa fenolat kompleks dengan rumus molekul $C_{19}H_{24}O_3$ sehingga diduga reaksi katalitik yang terjadi sebagian besar berlangsung pada permukaan katalis.

4.3 Uji Aktivitas dan Selektifitas Katalis

4.3.1 Uji Aktifitas dan Selektifitas Katalis Melalui Reaksi O-Metilasi Fenol dan Metanol.

Reaksi O-metilasi yaitu penambahan gugus metil pada atom oksigen dari suatu senyawa organik. Reaksi O-metilasi fenol terjadi pada atom oksigen yang terdapat pada gugus OH dari fenol. Pada penelitian ini digunakan metanol sebagai sumber metilasi (*methylation agent*). Reaksi O-metilasi ini terjadi jika dilakukan dengan menggunakan katalis basa, bila digunakan katalis asam maka yang terjadi yaitu reaksi C-metilasi, penambahan gugus metil pada atom karbon, sehingga produk yang dihasilkan bukan anisol melainkan cresol dan derivatnya (Wibowo, Widajanti, *et al.*, 2010).

Uji aktifitas dan selektifitas yang dilakukan pada penelitian ini menggunakan data kondisi optimum yang telah dilakukan oleh Ari Fajar Riyanto tahun 2007 yakni perbandingan mol reaktan fenol dan metanol adalah 1:20, zeolit X sebagai katalis basa sebesar 10% berat reaktan (fenol dan metanol), dan menggunakan pelarut DMSO yang mempunyai titik didih $189^{\circ}C$ dengan perbandingan 1:10 berat reaktan (fenol dan metanol). Dalam penelitian ini dilakukan variasi waktu reaksi dengan selisih 2 jam yakni 6, 8, 10 dan 12 jam untuk mendapatkan waktu reaksi optimum. Reaktor yang digunakan dalam penelitian ini terdiri dari labu bulat berleher dua, dimana satu leher disambungkan pada kondenser dan leher lainnya dihubungkan dengan termometer untuk mengetahui temperatur reaksi yang terjadi, pemanas listrik dan bak berisi air es,

yang akan dialirkan kedalam kondensor. Gambar alat reaktor dapat dilihat pada Gambar 4.8 berikut ini:



2

1

Gambar 4.8 Alat Reaktor

Keterangan:

1. Pemanas listrik
2. Labu bulat dengan alas datar
3. Termometer

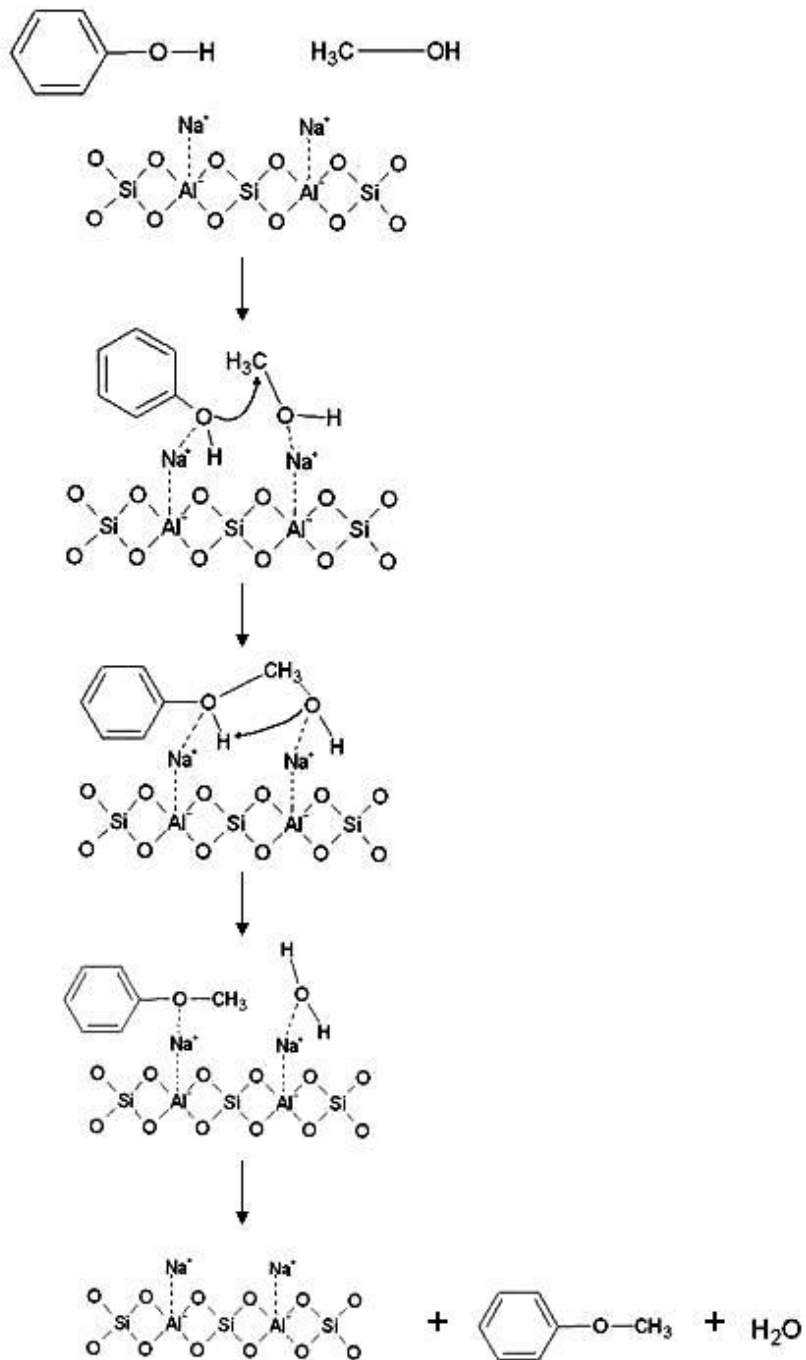
4. Kondensor
5. Selang tempat masuknya air
6. Selang tempat keluarnya air

Sebelum reaksi dilakukan, pelarut DMSO dengan fenol dipanaskan terlebih dahulu dalam reaktor sampai suhu mencapai $\pm 180^{\circ}\text{C}$ kemudian dimasukkan metanol yang bertujuan agar reaksi dapat berjalan pada suhu mencapai maksimal yaitu $150\text{-}155^{\circ}\text{C}$ karena jika pelarut dan reaktan dimasukkan sekaligus maka suhu reaksi yang terjadi hanya mencapai 120°C karena penurunan titik didih yang disebabkan metanol. Selain itu, dimaksudkan juga agar fenol sebagai reaktan pembatas berinteraksi dengan katalis zeolit X terlebih dahulu tanpa adanya persaingan dengan metanol sebagai sumber metil agar didapatkan hasil yang maksimal.

Reaksi O-metilasi yang terjadi dapat juga disebut sebagai reaksi dehidrasi alkohol karena pada produk reaksi dihasilkan juga H_2O sebagai hasil samping. Namun, jika sumber metilasi yang digunakan bukan metanol melainkan seperti dimetilkarbonat atau dimetilsulfat tidak dapat disebut sebagai reaksi dehidrasi alkohol.

Interaksi yang terjadi antara fenol dan metanol dengan katalis bersifat intermolekuler. Karena diperlukan 2 molekul alkohol untuk membentuk eter dimana molekul alkohol yang terlibat dalam reaksi berasal dari jenis berbeda yaitu fenol dan metanol. Pembentukan anisol dari campuran fenol dan metanol melalui reaksi substitusi nukleofilik ($\text{S}_{\text{N}}2$). Mekanisme reaksi O-metilasi dari fenol dan metanol yang terjadi dapat dilihat pada Gambar 4.9.

Pada reaksi tersebut, fenol dan metanol ketika berinteraksi dengan katalis zeolit X akan membentuk ion fenoksi untuk fenol dan ion metoksi untuk metanol dalam intermedietnya. Dalam hal ini, ion fenoksi bersifat lebih nukleofil dibandingkan dengan ion metoksi sehingga penyerangan terjadi oleh ion fenoksi terhadap gugus metil yang terdapat pada metanol.

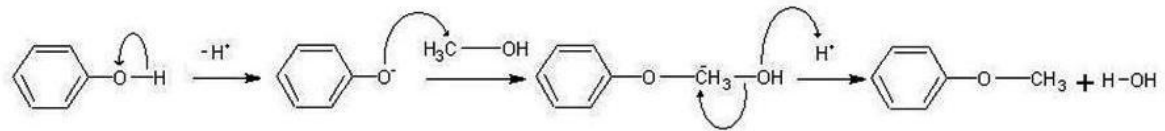


Gambar 4.9

Mekanisme Reaksi O-Metilasi Fenol dan Metanol (Beutel, Tilman, 1998)

Jika tanpa menggunakan katalis zeolit X, molekul fenol juga akan membentuk ion fenoksi, namun energi aktivasi saat pembentukkan ion fenoksi

tanpa menggunakan katalis lebih tinggi dibandingkan dengan pembentukan ion fenoksi dengan menggunakan katalis zeolit X. Hal ini dikarenakan dengan adanya interaksi yang kuat antara ion alkali dengan atom O pada gugus hidroksi maka ikatan O-H menjadi lemah sehingga energi aktivasi pembentukan ion fenoksi akan menurun. Mekanisme reaksi tanpa katalis ditunjukkan pada Gambar 4.10.



Gambar 4.10 Mekanisme Reaksi O-Metilasi Fenol dan Metanol

Tanpa Katalis Zeolit X

(Sumber: www.answers.com/topic/reaction O-methylation of phenol with methanol)

4.3.2 Analisis Kromatografi Gas (GC)

Gas Kromatografi Shimadzu Tipe GC 2010

Kondisi Analisa:

Inlet :

- Mode Injeksi : *Splitless*
- Temperatur : 200°C
- Gas Pembawa : Helium
- Laju Alir Kolom : 0.61 mL/min

Kolom : RTX-Wax, 30 m x 0.25 mmID

- Temperatur Awal : 40°C
- Kenaikan : 20°C per menit sampai dengan temperatur 230°C
- Temperatur Akhir : 230°C ditahan selama 5 menit

Detektor : FID

- a. Temperatur : 230°C
- b. Waktu Analisa: 14.5 min
- c. Laju Alir *Make up* Gas : 30 mL/min
- d. Laju Alir H₂ : 40 mL/min
- e. Laju Alir Air : 400 mL/min

Hasil uji katalitik dianalisis dengan menggunakan kromatografi gas. Analisis ini dilakukan untuk mengetahui banyaknya fenol yang terkonversi dan banyaknya anisol yang terbentuk sehingga dapat diketahui persen selektifitas anisol yang terbentuk dari banyaknya fenol yang terkonversi. Untuk analisis kualitatif dan kuantitatif standar fenol dan anisol diinjeksikan terlebih dahulu, setelah itu hasil kromatogram anisol dan fenol standar digunakan sebagai acuan untuk melihat kandungan sampel dengan jalan membandingkan waktu retensi pada sampel dengan waktu retensi pada standar. Hasil kromatogram dari tiap sampel yang diperoleh dapat dilihat dalam lampiran 2 – 5.

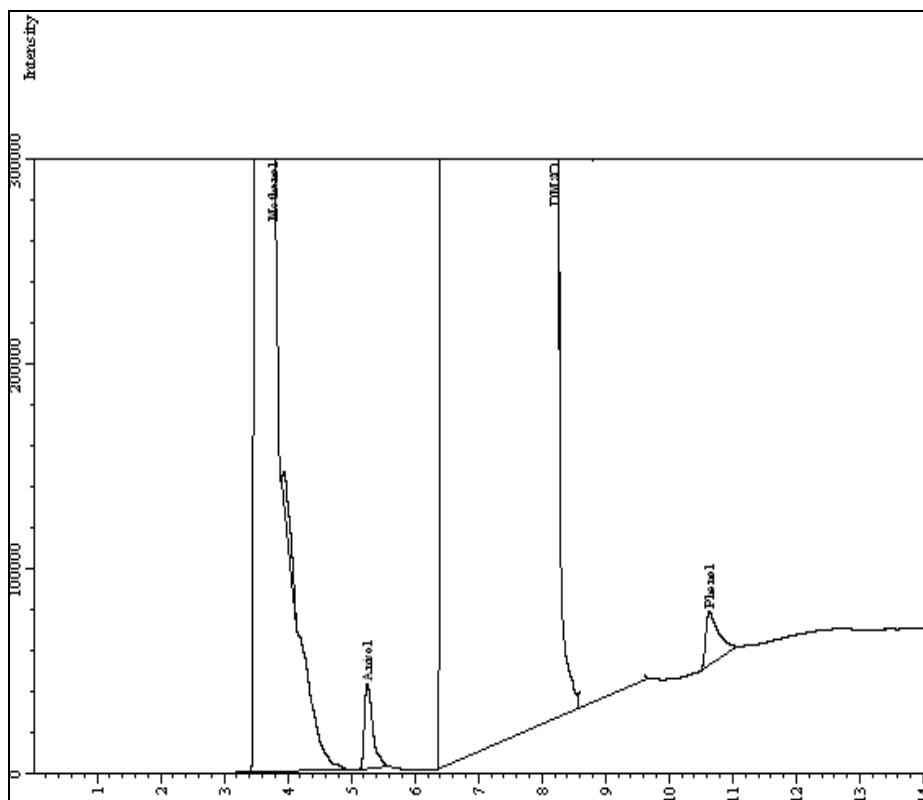
Pada Gambar 4.11 dapat dilihat contoh kromatogram hasil uji katalitik, dimana terdiri dari 4 puncak yang memiliki waktu retensi yang berbeda. Puncak-puncak tersebut menunjukkan metanol (3,530); anisol (5,277); pelarut DMSO (8,022); dan fenol (10,628).

Hasil reaksi O-metilasi dari fenol dan metanol menjadi anisol yang dilakukan pada suhu 155⁰C dan molar rasio fenol : metanol (1 : 20) dengan menggunakan zeolit X, dilakukan dengan variasi waktu untuk mendapatkan kondisi optimum dapat dilihat pada Tabel 4.6.

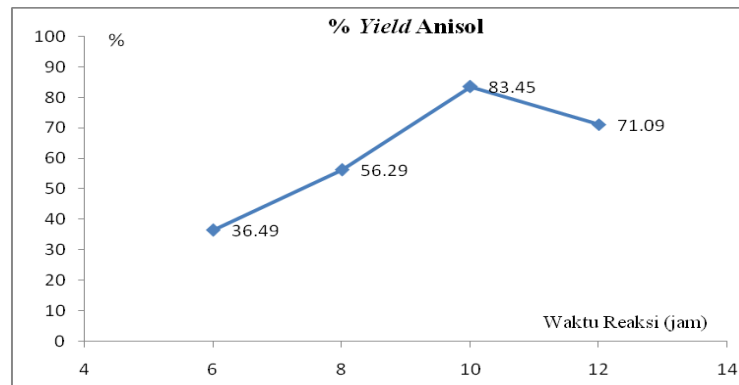
Tabel 4.6 Hasil Reaksi O-Metilasi Fenol menjadi Anisol dengan Variasi Waktu

Waktu Metilasi	[Fenol] Awal	[Fenol] Terkonversi	[Fenol] Sisa	[Anisol] Terbentuk	% Yield Anisol	% Fenol Terkonversi	% Selektivitas Anisol
----------------	--------------	---------------------	--------------	--------------------	----------------	---------------------	-----------------------

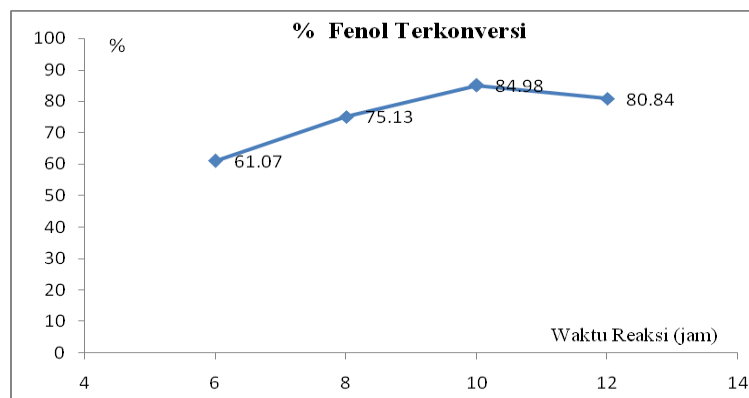
				k		si	
6 jam	0,002 0	0,0012	0,0008	0,0007	36,49	61,07	59,75
8 jam	0,002 0	0,0015	0,0005	0,0011	56,29	75,13	74,92
10 jam	0,002 0	0,0017	0,0003	0,0017	83,45	84,98	98,20
12 jam	0,002 0	0,0016	0,0004	0,0014	71,09	80,84	87,93



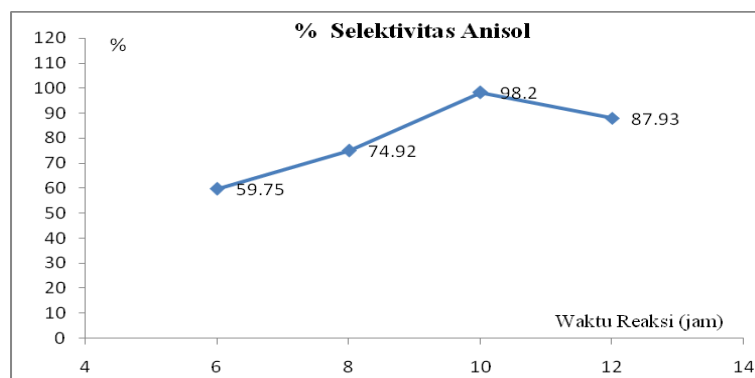
Gambar 4.11 Contoh Kromatogram Hasil Uji Katalitik



Gambar 4.12 Grafik Persen *Yield* Anisol terhadap Waktu



Gambar 4.13 Grafik Persen Fenol Terkonversi terhadap Waktu



Gambar 4.14 Grafik Persen Selektivitas Anisol terhadap Waktu

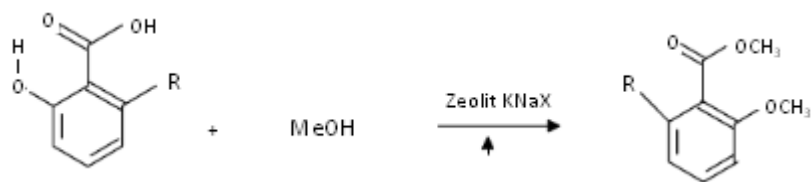
Berdasarkan ketiga grafik tersebut di atas, waktu optimum untuk reaksi O-metilasi fenol menjadi anisol dicapai dalam waktu reaksi 10 jam.

Hal ini dikarenakan sifat dari katalis zeolit X yang dapat menurunkan energi aktivasi dengan cara mengubah mekanisme reaksi O-metilasi dari fenol dan metanol sehingga anisol lebih mudah terbentuk dengan waktu reaksi lebih cepat.

4.4 Minyak Kulit Biji Mete (CNSL)

4.4.1 Reaksi Katalitik O-Metilasi dan Esterifikasi

Dalam penelitian ini dilakukan reaksi O-metilasi dan esterifikasi dengan menggunakan minyak kulit biji mete sebagai sumber fenol dan asam dengan metanol sebagai reaktan berlebih dan zeolit KNaX sebagai katalis. Minyak kulit biji mete memiliki senyawa asam anakardat sebagai komponen utama yang mengandung gugus $-OH$ dan $-COOH$ pada cincin benzenenya. Melalui reaksi katalitik ini akan terjadi reaksi O-metilasi pada gugus $-OH$ menjadi $-OCH_3$, dan esterifikasi pada gugus $-COOH$ menjadi $-COOCH_3$, yang digambarkan dalam reaksi berikut:



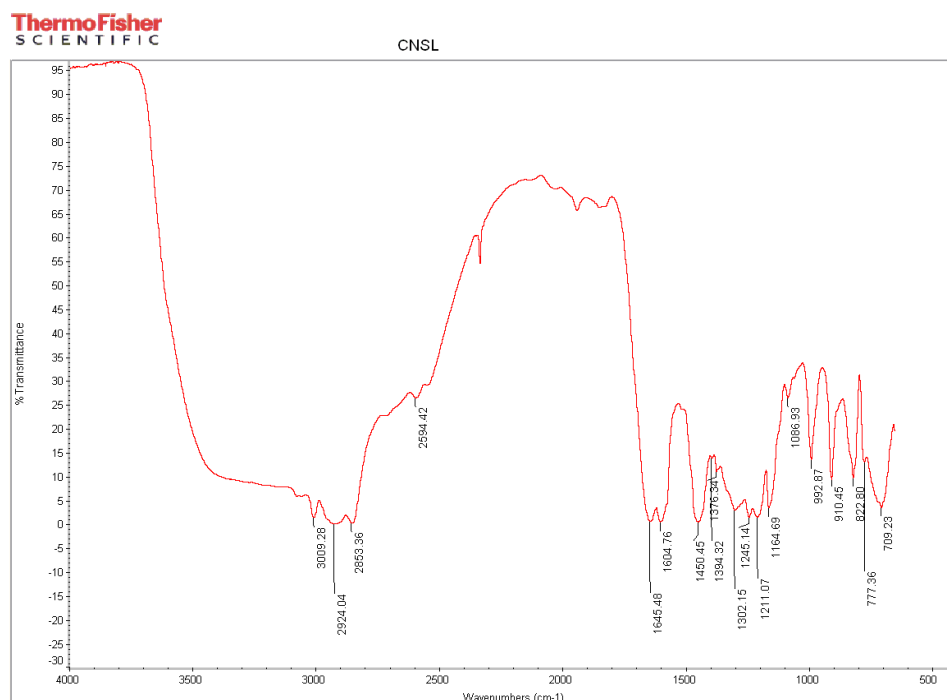
Gambar 4.15 Reaksi O-Metilasi dan Esterifikasi Asam Anakardat

Kondisi reaksi yang dilakukan adalah dengan menggunakan waktu optimum 10 jam dan berat katalis sebesar 10% berat campuran reaktan. Suhu reaksi pun tetap diatur pada $155^{\circ}C$. Setelah dilakukan reaksi, hasil reaksi diekstrak dengan menggunakan etil asetat dan heksana dengan perbandingan 1 : 1.

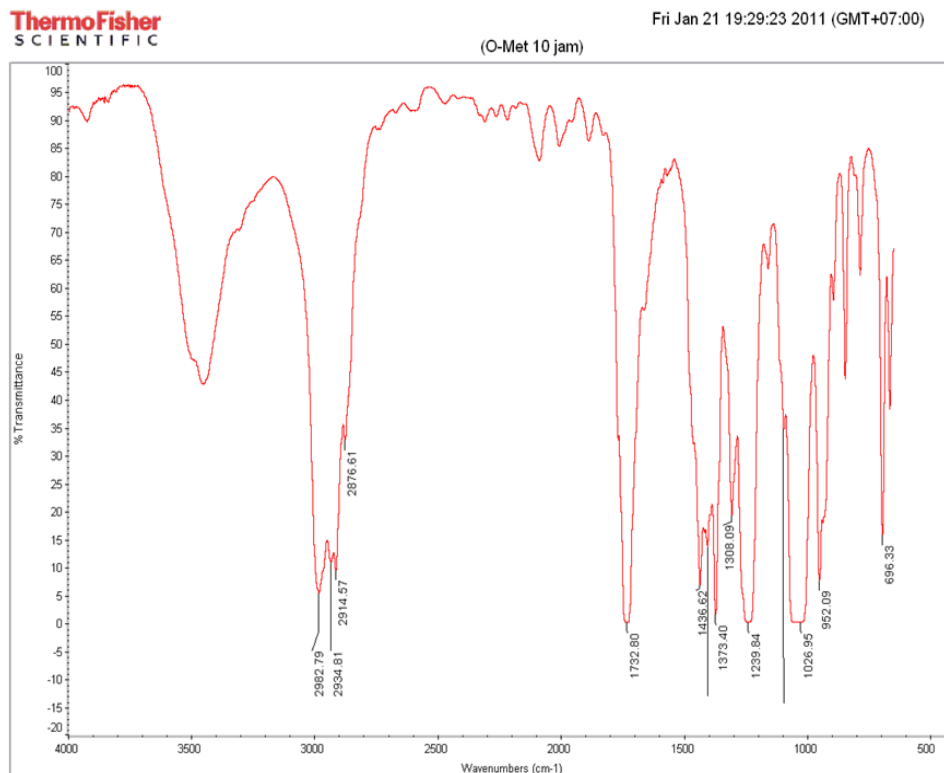
Kemudian diambil fasa organiknya, diuapkan untuk menghilangkan pelarut dan dianalisa dengan menggunakan FTIR.

4.4.2 Analisis FT-IR CNSL Sebelum dan Sesudah Reaksi Katalisis

Penafsiran spektra inframerah merujuk pada peta korelasi untuk identifikasi gugus dalam spektra inframerah. Wilayah antara $1400\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$, bagian kiri spektrum merupakan wilayah yang khusus berguna untuk identifikasi gugus-gugus fungsional. Wilayah ini menunjukkan absorpsi yang disebabkan oleh modus uluran. Wilayah di kanan 1400 cm^{-1} , seringkali sangat rumit karena modus uluran maupun modus tekukan mengakibatkan absorpsi secara bersamaan di wilayah tersebut. Dalam wilayah ini, biasanya korelasi antara suatu pita dan suatu gugus fungsional spesifik tak dapat ditarik dengan cermat, namun tiap senyawa organik mempunyai serapan yang unik di wilayah tersebut (Fessenden and Fessenden, 1997). Spektrum FTIR sebelum dan sesudah reaksi katalitik dapat dilihat pada Gambar 4.16 dan 4.17 berikut:



Gambar 4.16 Spektrum FT-IR CNSL (Sebelum Reaksi Katalitik)



Gambar 4.17 Spektrum FT-IR Sesudah Reaksi Katalitik

Minyak kulit biji mete (CNSL) dianalisa menggunakan FT-IR pada wilayah 4000-400 cm^{-1} . Terlihat pada hasil FT-IR peak absorpsi gugus OH yang mengindikasikan senyawa fenolik, muncul pada frekuensi antara 3400-3200 cm^{-1} . Karakteristik serapan gugus -OH yang membentuk puncak agak melebar pada CNSL ini sangat terbedakan (*distinctive*), yang mulai pada sekitar 3330 cm^{-1} dan miring ke dalam pita absorpsi CH alifatik. Hal ini menunjukkan adanya dimer asam karboksilat yang terdapat pada asam anakardat dan merupakan komponen utama pada senyawa CNSL ini. Terlihat juga adanya puncak pada 1645,48 cm^{-1} dan 1245,14 yang masing-masing menunjukkan gugus karbonil dan vibrasi C-O dari asam karboksilat. Setelah dilakukan reaksi katalitik terjadi perubahan daerah puncak. Puncak -OH yang melebar tidak lagi terlihat. Muncul puncak pada daerah 2876,61 cm^{-1} , yang menunjukkan vibrasi ulur simetri aromatik -OCH₃. Hal ini berarti terjadi reaksi O-metilasi dari minyak kulit biji mete. Selain terjadi reaksi O-metilasi juga terjadi reaksi esterifikasi dari asam anakardat yang terkandung dalam minyak jambu mete. Terlihat dari hilangnya karakteristik karboksilat pada

hasil FTIR. Yang muncul adalah puncak karbonil dari ester yang terbaca pada $1732,80\text{ cm}^{-1}$. Vibrasi ulur asimetri $=\text{C-O-C}$ pada $1239,84\text{ cm}^{-1}$ serta vibrasi ulur simetri $=\text{C-O-C}$ pada $1026,95\text{ cm}^{-1}$ menandakan adanya vibrasi C-O dari eter dan ester yang sulit terbedakan satu sama lain dikarenakan keduanya memiliki ikatan ini (Nakanishi, Koji, 1962).

Tabel 4.7 Hasil FT-IR Minyak Kulit Biji Mete dan Produk Reaksi Katalitiknya

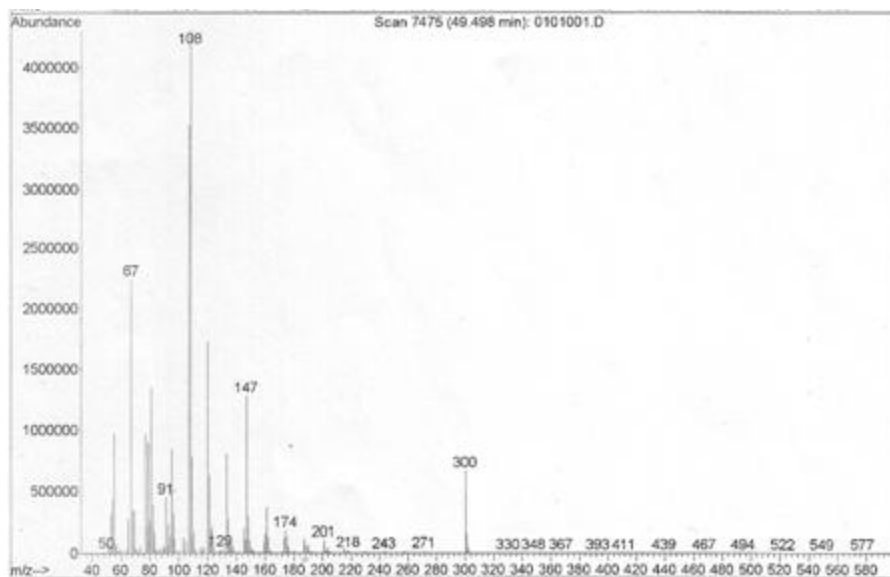
Minyak Kulit Biji Mete	Produk Reaksi Katalisis
$3400\text{-}3200\text{ cm}^{-1}$ (vibrasi ulur - OH)	$2876,61\text{ cm}^{-1}$ (vibrasi ulur simetri aromatik $-\text{OCH}_3$)
$2924,04\text{ cm}^{-1}$ dan $2853,36\text{ cm}^{-1}$ (alkil)	$2982,79\text{ cm}^{-1}$ dan $2934,81\text{ cm}^{-1}$ (alkil)
$1645,48\text{ cm}^{-1}$ (gugus karbonil dari asam karboksilat)	$1732,80\text{ cm}^{-1}$ (gugus karbonil dari ester)
$1450,45\text{ cm}^{-1}$ (cincin benzena)	$1436,62\text{ cm}^{-1}$ (cincin benzena)
$1245,14$ (C-O asam karboksilat)	$1239,84$ (vibrasi ulur asimetri $=\text{C-O-C}$) $1026,95\text{ cm}^{-1}$ (vibrasi ulur simetri $=\text{C-O-C}$)

4.4.3 Analisis GC-MS CNSL Sebelum dan Sesudah Reaksi Katalitik

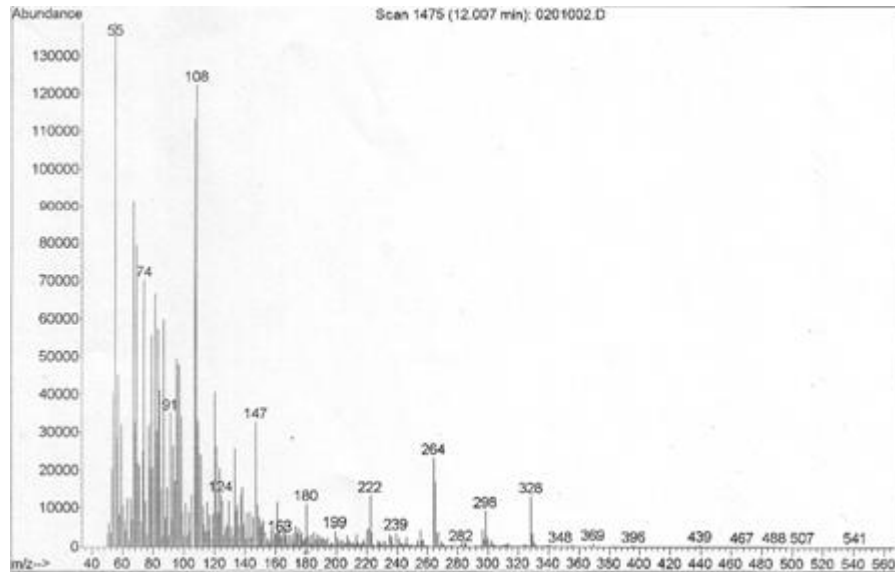
Analisis GC-MS dilakukan untuk memperkuat data bahwa reaksi katalitik yang terjadi dengan katalis zeolit X adalah reaksi O-metilasi pada gugus $-\text{OH}$ dan esterifikasi pada gugus $-\text{COOH}$. Melalui analisis MS (*Mass Spectrometry*) dapat diidentifikasi kemungkinan senyawa yang terbentuk yaitu berdasarkan penelusuran berat molekul yang kemudian molekul tersebut terpecah menurut urutan fragmentasinya. Untuk melihat adanya penambahan berat molekul pada produk sesudah reaksi katalitik dilakukan analisis GC-MS CNSL sebelum dan

sesudah reaksi katalitik sehingga dapat dibandingkan. Analisis GCMS dilakukan di Laboratorium Kesehatan Daerah, Rawasari, Jakarta Pusat.

Berdasarkan fragmentasi massa minyak kulit biji mete pada gambar 4.18, menunjukkan adanya ion molekuler (M^+) pada $m/z = 300$, dengan puncak dasar pada $m/z = 108$. Ion M^+ pada $m/z = 300$ mengindikasikan bobot molekul senyawa asam anakardat sebagai komponen utama CNSL yakni sebesar 300, dengan rumus molekul $C_{19}H_{24}O_3$. Bila dibandingkan dengan fragmentasi massa produk reaksi katalitik minyak kulit biji mete pada gambar 4.19 menunjukkan adanya ion molekuler (M^+) pada $m/z = 328$, dengan puncak dasar pada $m/z = 55$. Ion M^+ pada $m/z = 328$ mengindikasikan bobot molekul produk reaksi katalitik sebesar 328, terjadi peningkatan berat molekul setelah reaksi katalitik. Hal ini dikarenakan adanya modifikasi reaksi O-metilasi pada gugus $-OH$ menjadi $-OCH_3$ dan reaksi esterifikasi pada gugus $-COOH$ menjadi $-COOCH_3$, sehingga terdapat penambahan 2 buah gugus $-CH_3$. Rumus molekul yang terbentuk pada produk reaksi katalitik adalah $C_{21}H_{28}O_3$.



Gambar 4.18 Fragmentasi Massa Minyak Kulit Biji Mete



Gambar 4.19 Fragmentasi Massa Produk Reaksi Katalitik

4.4.4 Analisis Produk Reaksi Katalitik untuk Digunakan Sebagai Biopelumas

Produk reaksi katalitik yang dihasilkan sebelum digunakan sebagai biopelumas sebaiknya terlebih dahulu dilakukan pengujian karakteristik untuk mengetahui apakah biopelumas tersebut dapat digunakan sebagai pelumas tanpa menimbulkan masalah pada mesin. Untuk itu hasil pengujian karakteristik yang akan diperoleh nantinya, sangat diharapkan dapat mendekati karakteristik dari biopelumas. Adapun beberapa karakteristik yang dianggap penting dan akan dilakukan pengujian adalah total angka asam (*total acid number*), total angka basa (*total base number*), viskositas kinematik (*kinematic viscosity*) suhu 40°C dan 100°C, titik nyala (*flash point*), titik tuang (*pour point*) dan densitas relatif (*specific gravity*), yang terangkum hasilnya dalam Tabel 4.8 berikut:

Tabel 4.8 Hasil Pengujian Karakteristik Pelumas Minyak Kulit Biji Mete dan Produk Reaksi Katalitiknya

Parameter	Sebelum Reaksi Katalitik	Sesudah Reaksi Katalitik
TAN (mg KOH/g sampel)	104,96	0,88
TBN (mg KOH/g sampel)	0	2,09
VISKOSITAS 40°C (cSt)	205,4	35,2
VISKOSITAS 100°C (cSt)	17,5	4,1
DENSITAS	1,0200	0,9902
FLASH POINT (°C)	158	120
POUR POINT (°C)	-24	-27

4.4.4.1 Total Acid Number (TAN)

Berdasarkan pengujian *total acid number* dapat dilihat bahwa produk reaksi yang dihasilkan mempunyai bilangan asam lebih rendah dibandingkan bilangan asam minyak kulit biji mete, hal ini dikarenakan minyak kulit biji mete terdiri dari gugus -OH fenolik dan gugus karboksilat sehingga kandungan asam yang dimiliki jauh lebih besar dibandingkan kandungan asam produk reaksi katalitik yang telah mengalami modifikasi menjadi gugus eter dan ester.

4.4.4.2 Total Base Number (TBN)

Berdasarkan pengujian *total base number* pada minyak kulit biji mete diperoleh hasil 0 mg KOH/gr sampel. Namun setelah dilakukan reaksi O-metilasi dan esterifikasi diperoleh hasil 2,09 mg KOH/gr sampel. Adanya peningkatan jumlah bilangan basa ini diduga karena adanya pengaruh dari katalis zeolit KNaX yang digunakan. Seperti diketahui katalis ini terbuat dari campuran basa kuat (NaOH dan KOH) sehingga diduga sifat basa yang muncul setelah mengalami reaksi O-metilasi dan esterifikasi berasal dari katalis zeolit KNaX yang digunakan.

4.4.4.3 Viskositas Kinematik Suhu 40°C dan 100°C

Hasil pengujian pada minyak kulit biji mete (CNSL) diperoleh viskositas yang tinggi yaitu 205,35 cSt pada suhu 40°C dan 17,46 cSt pada suhu 100°C. Viskositas CNSL sebelum mengalami reaksi katalitik dipengaruhi oleh senyawa asam anakardat yang merupakan komponen terbesar didalamnya. Asam anakardat memiliki gugus karboksilat (COOH) pada posisi orto dari inti fenolnya. Menurut Fessenden and Fessenden (1997), jenis antaraksi dipol-dipol yang teristimewa kuat terjadi antara molekul yang mengandung hidrogen yang terikat pada nitrogen, oksigen atau fluor. Atom hidrogen yang parsial positif dari satu molekul ditarik oleh pasangan elektron menyendiri dari atom suatu molekul lain yang elektronegatif. Dalam keadaan cair, molekul dari senyawa ini mempunyai tarikan yang kuat satu terhadap yang lain. Pengaruh ikatan hidrogen ini merupakan salah satu penyebab tingginya viskositas CNSL. CNSL yang telah mengalami reaksi katalitik ternyata memiliki viskositas jauh lebih rendah yaitu 35,2 cSt pada suhu 40°C dan 4,1 cSt pada suhu 100°C. Hal ini dikarenakan hilangnya ikatan hidrogen sehingga distribusi molekul penyusun CNSL tersebut lebih renggang yang berakibat rendahnya gaya antar molekulnya. Rendahnya gaya antar molekul tersebut berdampak terhadap turunnya viskositas yang dihasilkan.

4.4.4.4 Titik Nyala (*Flash Point*)

Hasil uji nyala produk reaksi katalitik diperoleh titik nyala sebesar 120°C dimana titik nyala minyak kulit biji mete sebesar 158°C. Hal ini disebabkan struktur kimia minyak kulit biji mete mempunyai ikatan hidrogen sehingga mempunyai titik didih yang tinggi, karena itu maka titik nyala yang dimiliki minyak kulit biji mete lebih tinggi dibandingkan dengan titik nyala produk reaksi O-metilasi dan esterifikasi.

4.4.4.5 Titik Tuang (*Pour Point*)

Berdasarkan hasil reaksi katalitik diperoleh titik tuang sebesar -27°C dimana minyak kulit biji mete memiliki titik tuang sebesar -24°C. Hal ini disebabkan struktur kimia minyak kulit biji mete telah mengalami modifikasi pada bagian gugus -OH menjadi -OCH₃ dan pada bagian gugus -COOH menjadi -COOCH₃. Akibat modifikasi tersebut ikatan hidrogen yang dimiliki minyak kulit biji mete awal menjadi berkurang, ikatan -OCH₃ yang terbentuk lebih lemah dibandingkan dengan ikatan hidrogen, viskositas yang dihasilkan menjadi menurun dan berdampak pula pada nilai titik tuang produk katalitik yang juga lebih rendah dibandingkan nilai awal. Ini merupakan salah satu keuntungan karena biopelumas ini mengurangi kecenderungan membeku pada suhu yang dingin.

4.4.4.6 Densitas Relatif (*Specific Gravity*)

Berdasarkan hasil yang diperoleh terlihat bahwa terjadi penurunan densitas setelah dilakukan reaksi O-metilasi dan esterifikasi yakni dari 1,020 menjadi 0,9902. Hal ini disebabkan minyak kulit biji mete mempunyai ikatan hidrogen sehingga semakin kental. Akibat reaksi katalitik ikatan hidrogen pada minyak kulit biji mete termodifikasi menjadi ikatan -OCH₃ dan berpengaruh pula terhadap densitas yang semakin rendah.

Secara luas pelumas yang dijual di pasaran selain mengandung *base oil*, juga ditambahkan aditif tertentu untuk menunjang kinerja pelumas tersebut,

seperti *anti wear*, *anti oxidant*, dan aditif lainnya untuk memberikan perlindungan terhadap keausan, perlindungan terhadap karat dan korosi, serta *oxidation stability* yang baik. Dilihat dari beberapa parameter pelumas yang telah diuji menggunakan produk reaksi katalitik sebagai *base oil* tanpa adanya penambahan aditif, ternyata produk reaksi katalitik tersebut memiliki kedekatan kriteria dengan pelumas jenis hidrolis (contohnya turalis C-5 dari Pertamina) dan pelumas mesin turbin (contohnya turbolube 32 dari Pertamina) dimana flash point yang dibutuhkan <150°C, memiliki viskositas yang cukup rendah dan cocok untuk beban kerja yang tidak ekstrem.

4.4.5 Reaksi Katalitik CNSL dengan Variasi Pelarut DMSO

Berdasarkan nilai TAN yang telah diperoleh pada reaksi katalitik selama 10 jam menggunakan pelarut dengan perbandingan 10 : 1 berat campuran reaktan, selanjutnya ingin dimonitor nilai TAN jika dilakukan variasi pelarut apakah masih memenuhi kriteria untuk digunakan sebagai pelumas (nilai TAN < 4 mg KOH/gram sampel). Variasi pelarut yang dilakukan adalah tanpa pelarut DMSO; 1 : 5 ; 1 : 7 ; dan 1 : 10 dan diperoleh hasil nilai TAN sebagai berikut:

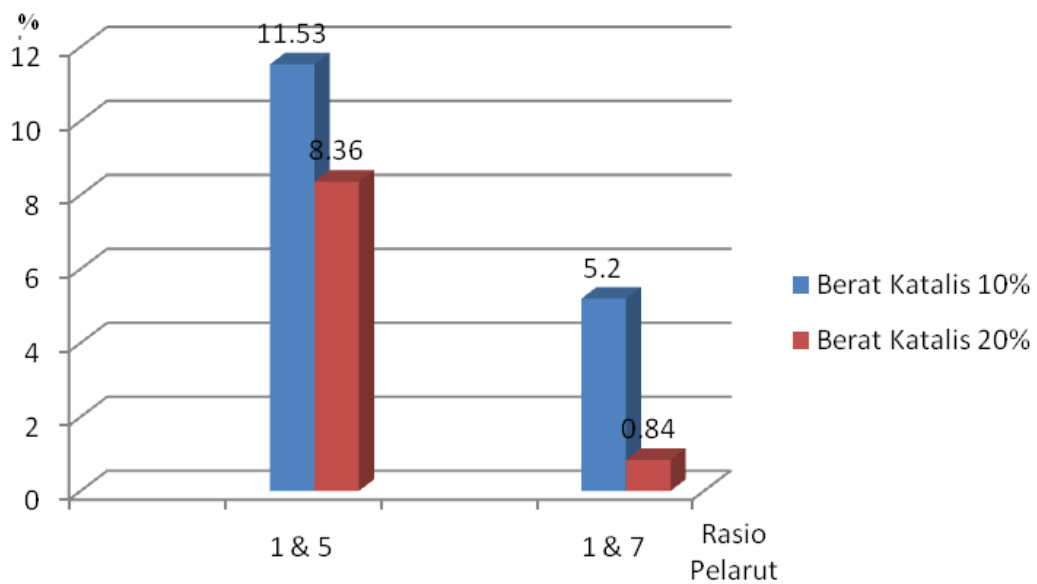
Tabel 4.9 Nilai TAN Produk Reaksi Katalitik dengan Variasi Pelarut DMSO

No.	Variasi Berat Reaktan : Pelarut DMSO	Suhu Reaksi Dicapai (°C)	TAN (mg KOH/ gr sampel)
1.	Tanpa Pelarut DMSO	101	17,53
2.	1 : 5	125	11,53
3.	1 : 7	140	5,20
4.	1 : 10	163	0,88

Berdasarkan data nilai TAN pada Tabel 4.9 tersebut, terdapat kecenderungan penurunan nilai TAN seiring dengan meningkatnya jumlah pelarut DMSO yang digunakan. Hal ini dikarenakan volume DMSO yang digunakan mempengaruhi suhu reaksi yang dapat tercapai selama proses katalitik dan hal tersebut berperan penting terhadap keberhasilan reaksi. Semakin sedikit volume DMSO yang digunakan, suhu reaksi yang dapat tercapai pun semakin rendah, akibatnya reaksi katalitik tidak sempurna, sehingga masih cukup banyak asam yang belum termetilasi. Sebagai pendukung, dilakukan pula analisa menggunakan FT-IR yang dapat dilihat pada lampiran 14. Dari hasil spektrum FT-IR terlihat pada variasi tanpa pelarut DMSO, masih menunjukkan intensitas gugus -OH yang cukup tinggi, menandakan reaksi belum berlangsung dengan sempurna.

4.4.6 Reaksi Katalitik CNSL dengan Variasi Porsen Berat Katalis Zeolit X

Reaksi katalitik CNSL dengan variasi porsen berat katalis zeolit X yakni 10% dan 20% dilakukan pada perbandingan variasi pelarut DMSO : berat campuran reaktan sebesar 1:5 dan 1:7. Hal ini bertujuan untuk melihat apakah dengan kenaikan berat zeolit X yang digunakan dapat menurunkan nilai TAN atau sebaliknya. Nilai TAN yang diperoleh dapat dilihat melalui Gambar 4.20 berikut:



Gambar 4.20 Nilai TAN Produk Reaksi Katalitik dengan Variasi Persen Berat Katalis Zeolit X

Berdasarkan nilai TAN yang diperoleh, didapat kecenderungan nilai TAN yang menurun dengan meningkatnya jumlah katalis zeolit X yang digunakan. Katalis zeolit X berfungsi untuk menurunkan energi aktivasi sehingga dengan meningkatnya jumlah katalis zeolit X yang ditambahkan, reaksi katalitik bisa berjalan lebih cepat. Penurunan nilai TAN mengindikasikan terjadinya reaksi esterifikasi dimana gugus -COOH mengalami modifikasi menjadi -COOR . Beberapa parameter yang menentukan keberhasilan suatu reaksi selain katalis diantaranya adalah metanol berlebih, waktu reaksi yang cukup lama dan suhu yang tinggi. Berdasarkan nilai TAN yang diperoleh ternyata cukup baik pada pelarut dengan perbandingan 1 : 7 dibandingkan 1 : 5. Hal ini dikarenakan suhu yang dicapai dengan pelarut perbandingan 1 : 7 adalah 140°C sedangkan perbandingan pelarut 1 : 5 hanya mencapai 125°C , sehingga reaksi katalitik akan berlangsung lebih baik pada suhu 140°C . Semakin rendah suhu reaksi mengakibatkan semakin rendahnya energi kinetik untuk molekul-molekul tersebut berotasi dan bervibrasi sehingga tumbukan yang terjadi antar molekul lebih sedikit dan molekul bersifat kurang reaktif. Akibatnya penurunan nilai TAN tidak

signifikan pada perbandingan pelarut 1 : 5 meskipun jumlah katalis zeolit X ditingkatkan sampai dua kalinya.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil yang diperoleh pada penelitian yang telah dilakukan, dapat diambil kesimpulan sebagai berikut :

1. Zeolit X dapat disintesis dari bahan baku kaolin, ditunjang dengan hasil difraktogram XRD zeolit X hasil penelitian mirip dengan difraktogram zeolit X komersial. Selain itu juga didukung oleh data XRF yang menunjukkan perbandingan Si/Al zeolit X cukup rendah yaitu = 1,24 dan nilai perbandingan $K_2O/(K_2O + Na_2O)$ adalah 0.25, yang menandakan kristal zeolit X yang terbentuk tidak disertai dengan zeolit A.
2. Waktu reaksi yang paling optimum untuk reaksi O-metilasi fenol menjadi anisol adalah 10 jam dengan persen anisol sebesar 83.45%, persen fenol terkonversi 84.98% dan persen selektivitas anisol 98,20%.
3. Reaksi katalitik yang terjadi pada minyak kulit biji mete sebagai sumber fenol dengan metanol adalah reaksi O-metilasi yang didukung dengan munculnya gugus eter pada bilangan gelombang $2876,61\text{ cm}^{-1}$ dan reaksi esterifikasi dengan munculnya gugus karbonil dari ester pada bilangan gelombang 1732.80 cm^{-1} . Hal ini juga diperkuat dari data GC-MS yang menunjukkan adanya kenaikan berat molekul dari m/z 300 menjadi m/z 328 yang mengindikasikan adanya penambahan 2 gugus CH_3 .
4. Diperoleh hasil kecenderungan nilai TAN yang menurun dengan semakin banyak jumlah pelarut DMSO dan persen berat katalis zeolit KNaX yang digunakan.
5. Berdasarkan nilai parameter biopelumas yang dihasilkan dari reaksi katalitik, biopelumas tersebut dapat diaplikasikan sebagai biopelumas

jenis hidrolis dan mesin turbin. Namun perlu dilakukan uji *performace* lebih lanjut.

5.2 Saran

1. Melakukan penelitian reaksi katalitik CNSL tersebut dengan menggunakan jenis zeolit basa yang berbeda.
2. Melakukan penelitian lebih lanjut mengenai reaksi katalitik CNSL dengan menggunakan sumber metil (*methylation agent*) selain metanol.
3. Melakukan percobaan terhadap penggunaan berbagai macam pelarut yang mempunyai titik didih lebih tinggi guna mendapatkan suhu reaksi yang lebih tinggi dari 155°C.
4. Melakukan uji kinerja biopelumas yang dihasilkan dari reaksi katalitik CNSL dengan katalis zeolit KNaX.

DAFTAR PUSTAKA

- Aikpokpodion, et al. 2009. *Nutrient dynamics in soil and cashew (Anacardium occidentale L) leaf and kernel in Kogi State, Nigeria*. Nigeria: Journal of Applied Biosciences 25: 1573-1578
- Akolekar, Deepak, A. Chaffee and R.F. Howe. 1997. *The transformation of kaolin to low-silica X zeolite*. Zeolites 19:359-365
- APM Testing. 2009. *ASTM D445 Kinematic Viscosity (online)*. 29 Juni 2011.
<http://www.apmtesting.com/testing-services/test-methods/ASTM-D445.php>
- Baker, Ian. 2009. *Laporan Akhir SADI-ACIAR: Potensi Kacang Mete Di Kawasan Indonesia Timur*. SMAR-2007-197: Australian Center For International Agriculture Research. Kemitraan Indonesia-Australia
- Basaldella, E.I and J.C. Tara. 1995. *Synthesis of LSX Zeolite in the Na/K system: Influence of the Na/K ratio*. Zeolites 15: 243-246
- Breck, Donald W. 1974. *Zeolite Molecular Sieves: Structure, Chemistry and Use*. John Willey & Sons, Inc. Canada
- Cahyaningrum, Andriyanti, Titik Setyowati dan Adrian Nur. 2006. *Ekstraksi Cashew Nut Shell Liquid (CNSL) dari Kulit Biji Mete*. Ekuilibrium Vol. 5 No. 1 hal. 40 – 45
- Chandrasekhar, S. and P.N. Pramada. 1999. *Investigation on the Synthesis of Zeolite NaX from Kerala Kaolin*. Journal of Porous Materials 6, 283-297
- Damanik, S., 1997. *Program Pembenihan Jambu Mete*. Pros. Forum Komunikasi Ilmiah Pembenihan Tanaman Rempah dan Obat. Bogor 13-14 Maret. Baliiro. H.60-67.
- Erliza Hambali, et al. 2007. *Pemanfaatan Hasil Samping Industri Biodiesel dan Industri Etanol Serta Peluang Pengembangan Industri Integratednya*. Bioenergy Alliance, Pusat Penelitian Surfaktan dan Bioenergi (SBRC),

Lembaga Penelitian dan Pemberdayaan Masyarakat, Institut Pertanian Bogor (LPPM-IPB)

Fessenden, Ralph J. and Joan S. Fessenden. 1997. *Kimia Organik, edisi ketiga*.

Erlangga, Jakarta

Fu, Zi Hua and Yoshio Ono. 1993. *Selective O-Methylation of Phenol with*

DimethylCarbonate Over X-Zeolites. Catalysis Letter 21 p. 43-47

Iskandar, Marzan A. 2010. *Peran BPPT dalam Mendukung Pengembangan*

Bahan Bakar dan Pelumas Ramah Lingkungan. Jakarta.

Irawadi, Risfaheri Tun Tedja, et al., 2004. *Pemisahan Kardanol dari Minyak Kulit*

Biji Mete dengan Metode Destilasi Vakum. J.Pascapanen 1(1) : 1-11.

Ketaren, S. 1996. *Pengantar Teknologi Minyak dan Lemak Pangan*. Penerbit UI

Press. Jakarta

Krisnandi, Yuni K. 2009. *Zeolit II. Sintesis dan Modifikasi*. Universitas Indonesia

L. A. Quinchia, M. A. Delgado, C. Valencia, J. M. Franco, and C. Gallegos. 2009.

Viscosity Modification of High-Oleic Sunflower Oil with Polymeric Additives for the Design of New Biolubricant Formulations. Environ. Sci. Technology, **XXXX**, xxx, 000–000.

Lefond, Stanley J. 1983. *Industrial Minerals and Rocks (nonmetallics other than*

fuels) 5th ed. American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, New York.

Munson, Bruce R, et al. 2006. *Fundamental of Fluid Mechanics*. Fifth Edition.

Nakanishi, Koji. 1962. *Infrared Absorption Spectroscopy: Practical*. Holden-Day,

Inc., San Francisco and Nankodo Company Limited, Tokyo.

Nguyen, Hien Vo. 2011. *Cashew Nut Shell Liquid Oil (online)*. 28 Juni 2011.

<http://me2010.en.busytrade.com/products/info/1837718/Cashew-Nut-Shell-Liquid-Oil-cnsl-Oil-.html>

Olson, David H. 1970. *A Reinvestigation of the Crystal Structure of the Zeolite*

Hydrated NaX. The Journal of Physical Chemistry, Vol. 74, No. 14

Ouk, Samedy, S. Thiebaud, E. Borredon and P. Le Gars. 2003. *High Performance Method for O-Methylation of Phenol with Dimethyl Carbonate*. Applied Catalysis A: General 241 p. 227-233

Palmer, John. 1999. *Appendix A-Using Hydrometers (online)*. 29 Juni 2011.

<http://www.howtobrew.com/appendices/appendixA.html>

Poortere, M. De. 2010. *Catalyst (online)*. 27 Mei 2011.

<http://www.silicones-science.com/adjuvants-and-auxiliaries/catalysts>

Prihatman, Kemal. 2010. *Jambu mete*. Jakarta: Bappenas

Riyanto, Ari Fajar. 2007. *Studi Reaksi Katalitik O-metilasi Fenol dan Metanol Menjadi Anisol dengan Menggunakan Katalis Zeolit X dalam Fasa Cair*. Depok:Departemen Kimia UI

Romero, Maria D., G. Ovejero, A. Rodriguez, J.M. Gomez and I. Agueda. 2004. *O-Methylation of Phenol in Liquid Phase over Basic Zeolites*. Ind. Eng. Chem. Res. 43, 8194-8199

Ruth, Globus. 2002. *Carbondioxide Control: Molecular Sieves (online)*. 29 Maret 2011.

<http://settlement.arc.nasa.gov/teacher/course/zeolite.html>

Santos, M.L.d and Magalhaes, D.C.d. 1999. *Utilisation of Cashew Nut Shell Liquid from Anacardium occidentale as Starting Material for Organic Synthesis: A Novel Route to Lasiodiplodin from Cardols*. J. Braz. Chem.Soc., 10 (1) : 13-20

Sekarini, Sara Ayu. 2009. *Pembuatan zeolit dari kaolin dan aplikasinya sebagai penyaring beberapa kelas molekul hidrokarbon*. Depok: Departemen Kimia UISidabutar, Victor Tulus Pangapoi. 2011. *Isolasi, Asetilasi, dan Uji Aktivitas Asam Anakardat dan Hasil Asetilasinya terhadap Bakteri Pseudomonas alcaligenes*.

Simpem, I N. 2008. *Isolasi Cashew Nut Shell Liquid dari Kulit Biji Mete (Anacardium occidentale Linn) dan Kajian Beberapa Sifat Fisiko Kimianya*. Jurnal Kimia 2 (2), Juli hal. 71-76

Sitri M., Dessy. 2006. *Studi Pendahuluan Sintesis Zeolit Y dari Kaolin dan*

Penggunaannya sebagai Zeolite Modified Electrode (ZME). Depok:
Departemen Kimia UI

Spiller, Martin S. 2000. *A course In Ceramics (online)*. 29 Maret 2011.

http://www.doctorspiller.com/ceramics_1.htm

Structure Commission of the International Zeolite Association. 2007.
Database of Zeolite Structure (online). 29 Juni 2011.

<http://izasc.ethz.ch/cgi-bin/collection1.py>

Wasiyati, Natalina K. 2011. *Pemerintah Dorong Produk Lingkungan*
(online). 3 Mei
2011

[http://www.bisnis.com/ekonomi/perdagangan/21726-pemerintah-dorong-
produk-ramah-lingkungan](http://www.bisnis.com/ekonomi/perdagangan/21726-pemerintah-dorong-produk-ramah-lingkungan).

Wibowo, Widajanti, Ari Fajar Ariyanto and Sara Ayu Sekarini. 2010. *O-Methylation Of Phenol With Methanol In Liquid Phase Over KNaX Zeolite Synthesized From Kaolin*. Department of Chemistry, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, University of Indonesia, Campus Depok, Depok 16424, Indonesia.

LAMPIRAN

Lampiran 1: Perhitungan Kuantitatif GC

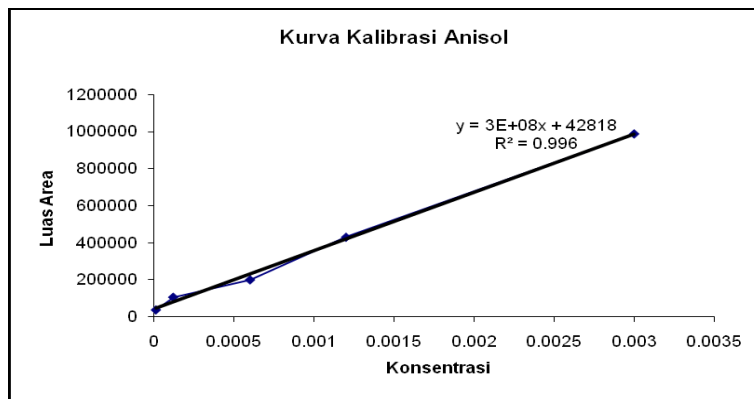
$$\% \text{ Konversi fenol} = \frac{\text{Mol fenol terkonversi}}{\text{Mol feed fenol}} \times 100\%$$

$$\% \text{ Yield anisol} = \frac{\text{Mol anisol yang terbentuk}}{\text{Mol feed fenol}} \times 100\%$$

$$\% \text{ Selektif anisol} = \frac{\text{Mol anisol yang terbentuk}}{\text{Mol fenol yang terkonversi}} \times 100\%$$

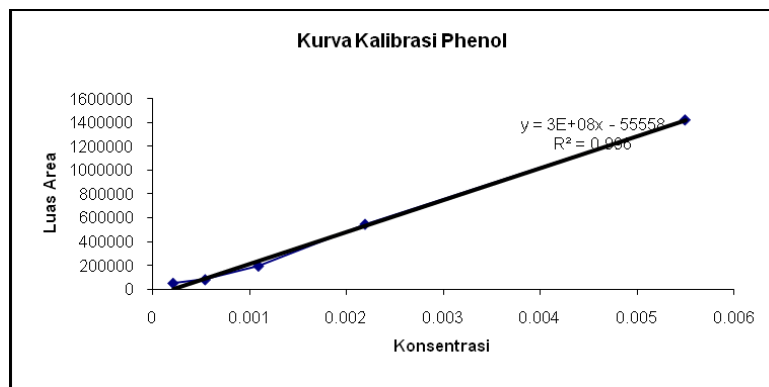
1). Standarisasi Anisol

Konsentrasi (M)	Luas Area
0.000012	39069.3
0.00012	107384.6
0.0006	201016.7
0.0012	430540.1
0.003	987388.3



2). Standarisasi Phenol

Konsentrasi (M)	Luas Area
0.00022	48148.1
0.00055	78320.7
0.0011	192913.5
0.0022	545144.3
0.0055	1423715.6

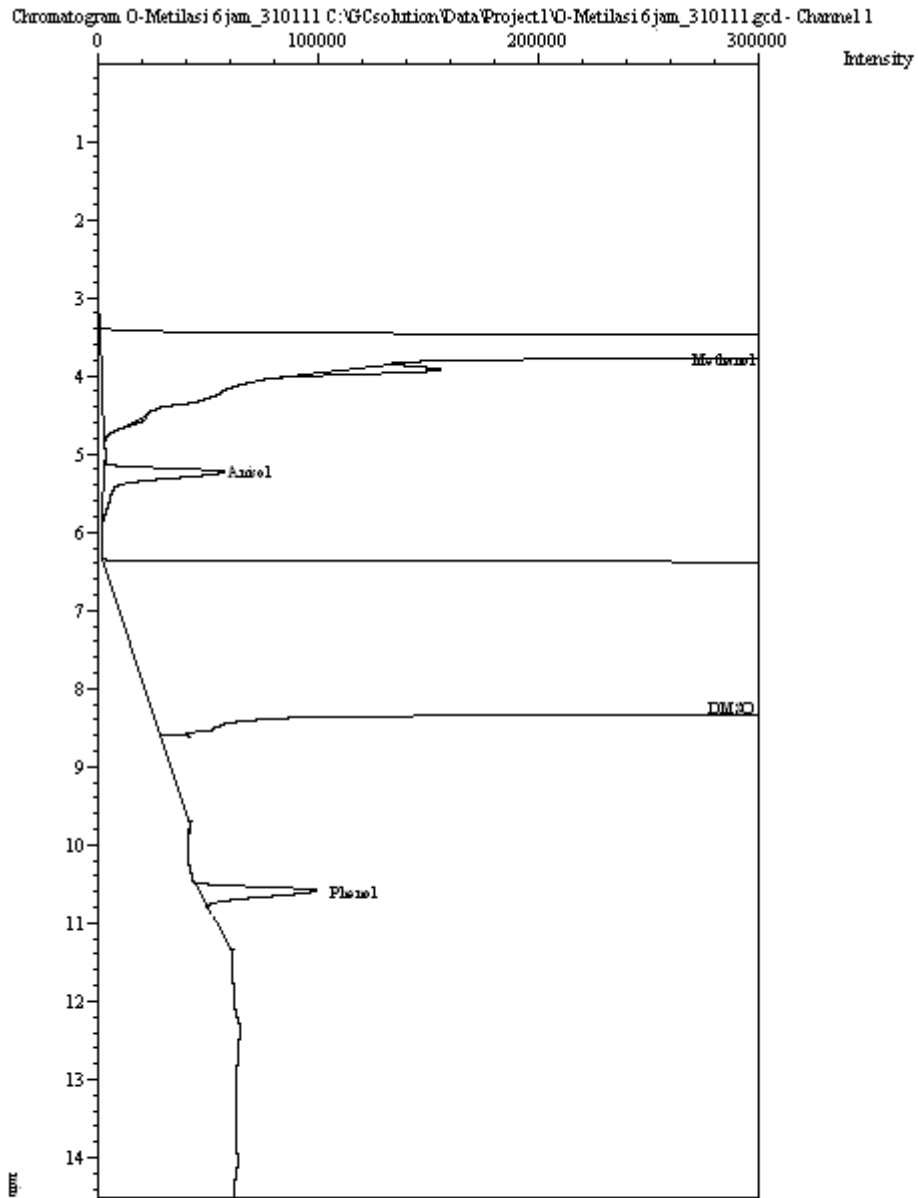


3). Hasil reaksi O-metilasi dengan perbandingan mol fenol : metanol = 1:20, suhu reaksi 155°C, berat katalis zeolit X = 15% berat campuran reaktan.

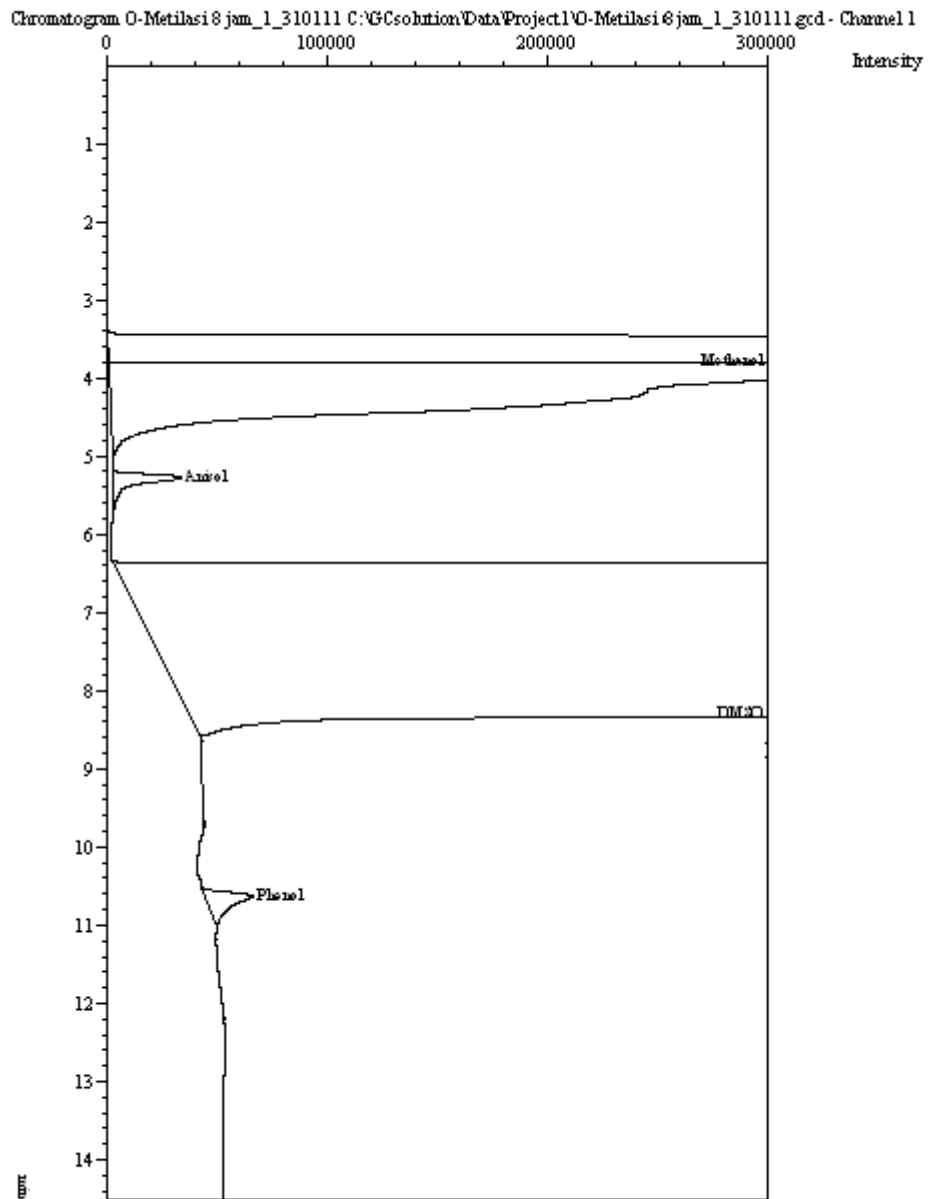
Waktu Metilasi	Luas Area	Konsentrasi Anisol	Konsentrasi Feed Phenol	% Anisol
6 jam	261779.4	0.0007	0.0020	36.4936
8 jam	380544.9	0.0011	0.0020	56.2878
10 jam	543537	0.0017	0.0020	83.4532
12 jam	469353.4	0.0014	0.0020	71.0892

Waktu Metilasi	Luas Area	Kons. Sisa Phenol	Kons. Awal Phenol	Kons. Fenol Ter-konversi	% Fenol Ter-konversi	Kons. Anisol	% Selektivitas Anisol
6 jam	177999.8	0.0008	0.0020	0.0012	61.0737	0.0007	59.75
8 jam	93636.6	0.0005	0.0020	0.0015	75.1342	0.0011	74.92
10 jam	34540.1	0.0003	0.0020	0.0017	84.9837	0.0017	98.20
12 jam	59366.4	0.0004	0.0020	0.0016	80.8459	0.0014	87.93

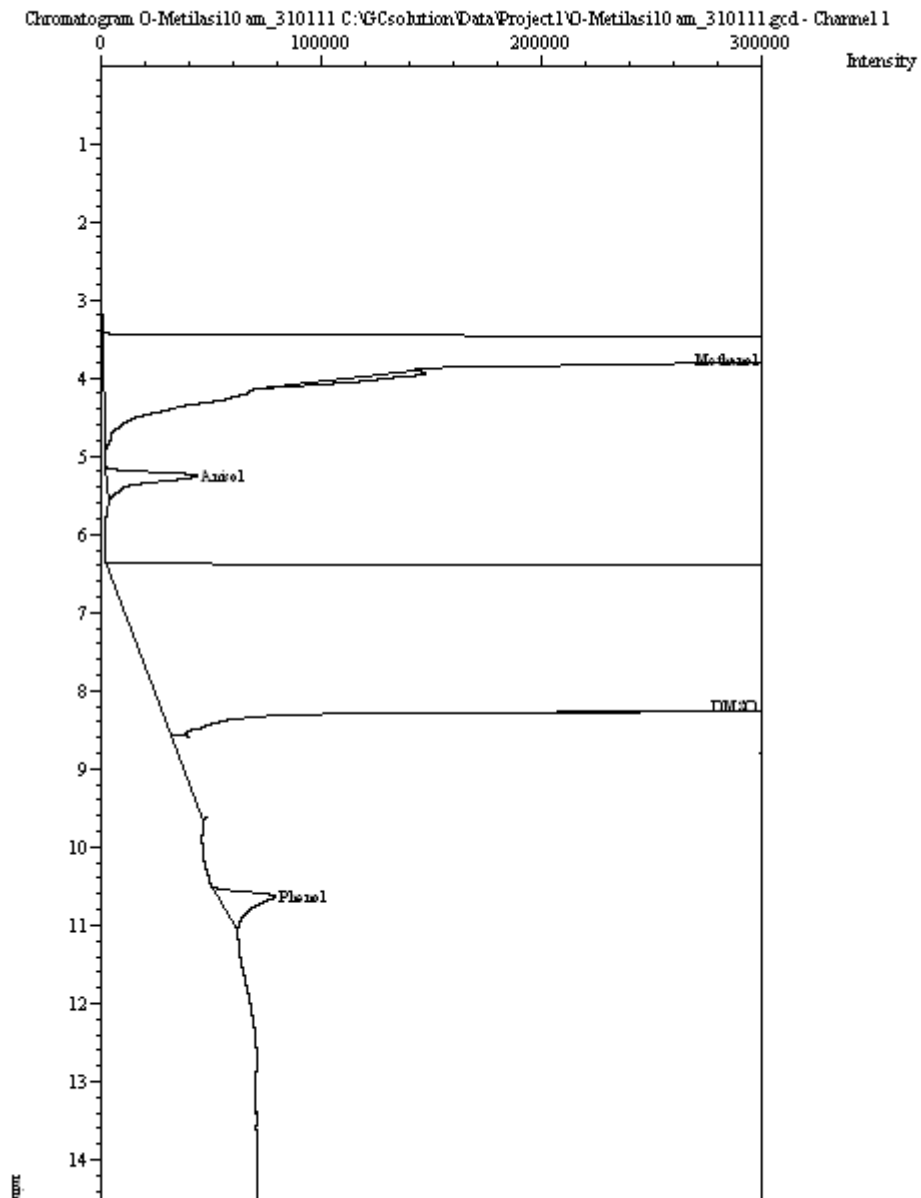
Lampiran 2: Kromatogram O-Metilasi Phenol Menjadi Anisol 6 jam



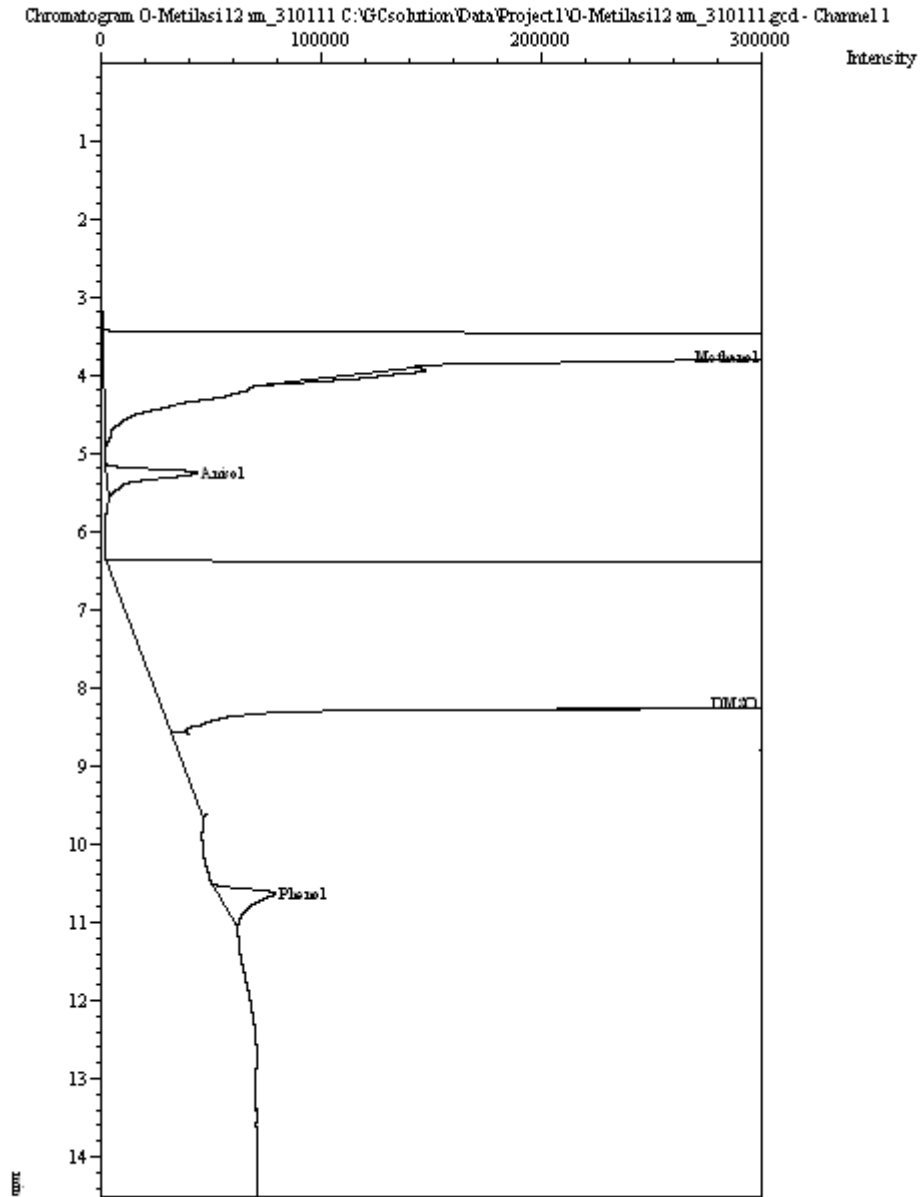
Lampiran 3: Kromatogram O-Metilasi Phenol Menjadi Anisol 8 jam



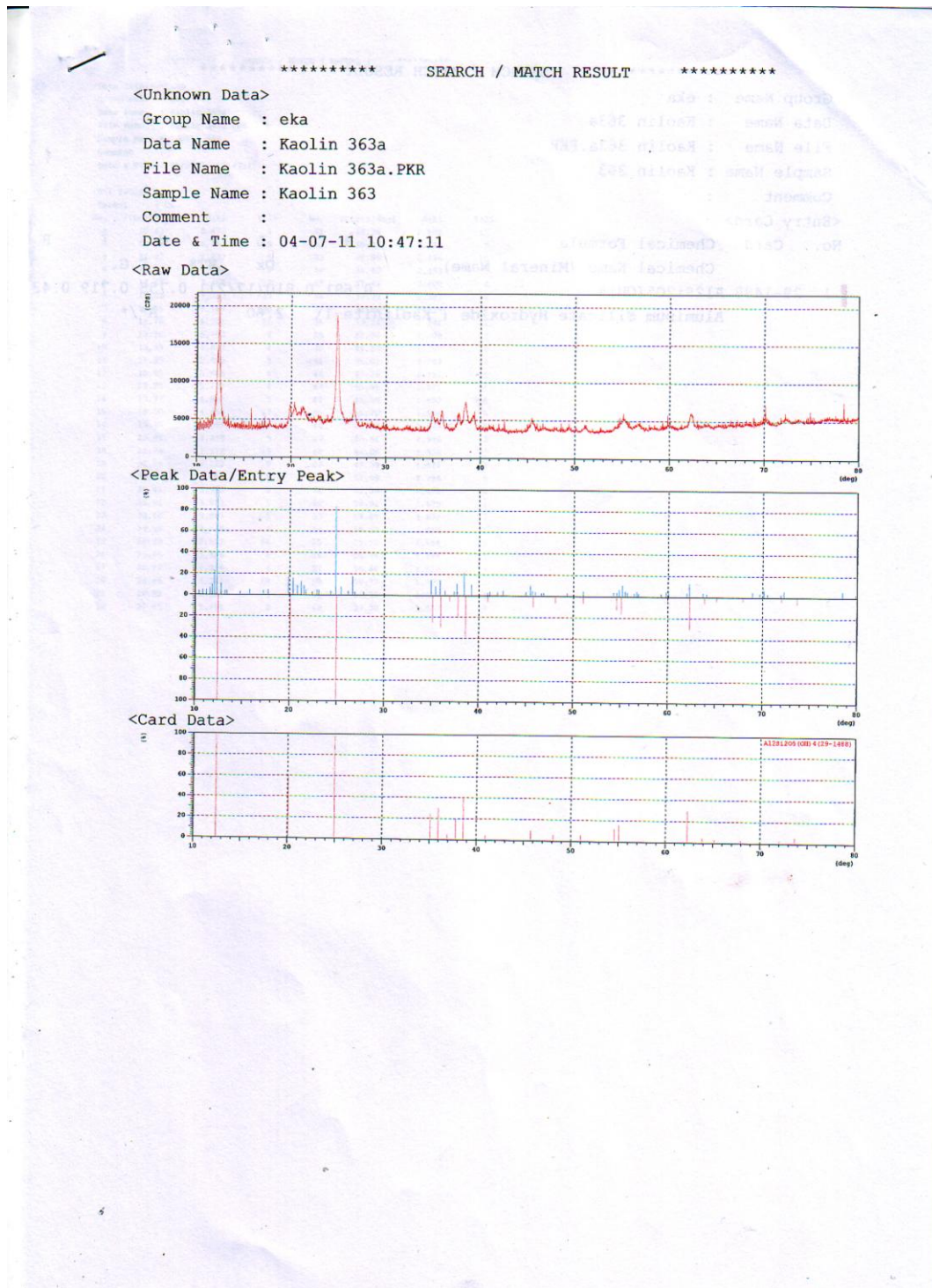
Lampiran 4: Kromatogram O-Metilasi Phenol Menjadi Anisol 10 jam



Lampiran 5: Kromatogram O-Metilasi Phenol Menjadi Anisol 12 jam



Lampiran 6: Difraktogram Kaolin



***** SEARCH / MATCH (MANUAL) *****

<Data Information>

Group Name : eka
 Data Name : Kaolin 363a
 File Name : Kaolin 363a.PKR
 Sample Name : Kaolin 363
 Comment :
 Date & Time : 04/07/11 10:47:11

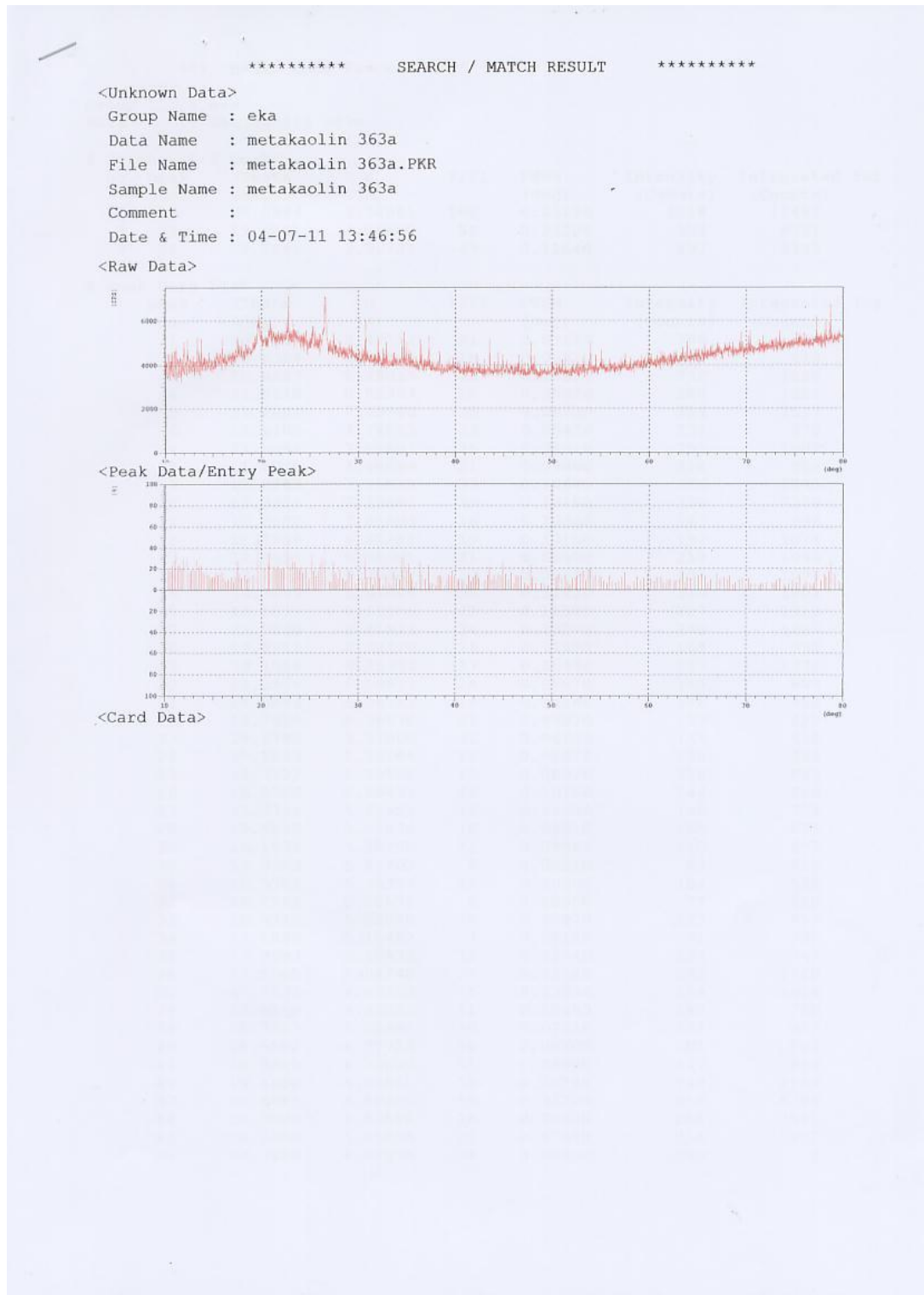
<d-I Table>

Target : Cu

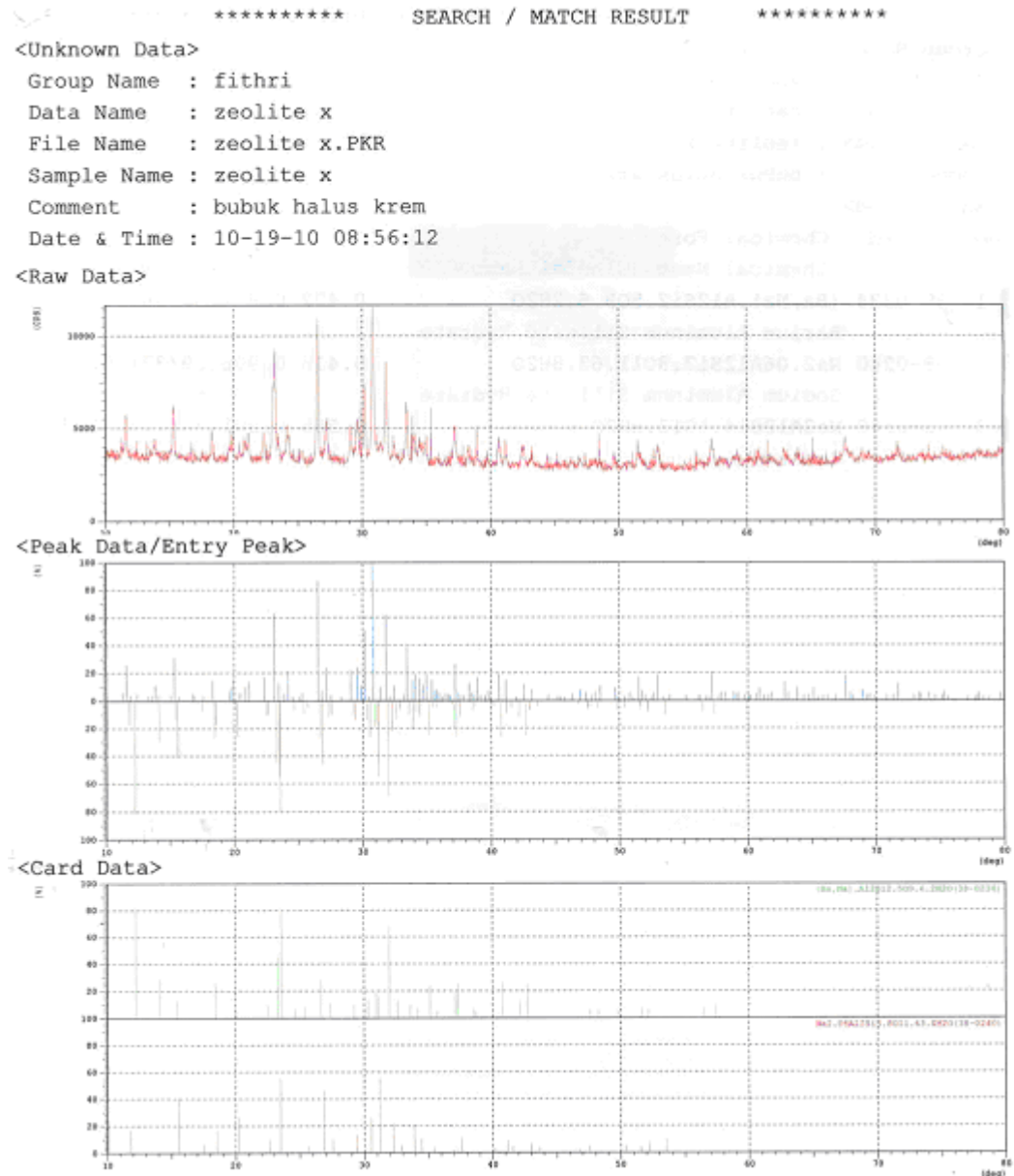
No.	2theta[deg]	d[A]	I/I1	No.	2theta[deg]	d[A]	I/I1
1	10.43	8.473	4	31	34.99	2.562	15
2	10.83	8.162	5	32	35.46	2.529	9
3	11.22	7.877	5	33	35.96	2.496	15
4	11.63	7.606	7	34	36.46	2.463	5
5	11.84	7.469	10	35	37.44	2.400	4
6	12.06	7.333	23	36	37.73	2.382	12
7	12.35	7.163	100	37	38.46	2.339	22
8	12.78	6.921	11	38	39.24	2.294	11
9	13.20	6.703	4	39	40.96	2.202	3
10	13.38	6.613	4	40	41.20	2.189	4
11	14.80	5.982	3	41	42.01	2.149	4
12	15.80	5.605	5	42	42.58	2.121	5
13	17.25	5.138	4	43	45.01	2.012	4
14	17.77	4.987	5	44	45.50	1.992	10
15	19.90	4.458	17	45	45.70	1.984	5
16	20.38	4.354	16	46	46.00	1.972	4
17	20.84	4.259	9	47	46.64	1.946	3
18	21.26	4.176	13	48	46.88	1.936	3
19	21.54	4.122	9	49	49.39	1.844	3
20	21.74	4.085	5	50	51.09	1.786	5
21	22.42	3.963	3	51	54.30	1.688	4
22	22.91	3.879	5	52	54.62	1.679	4
23	23.10	3.847	5	53	54.86	1.672	7
24	24.38	3.648	4	54	55.23	1.662	11
25	24.90	3.572	84	55	55.52	1.654	5
26	25.46	3.496	8	56	55.74	1.648	4
27	26.22	3.396	4	57	56.48	1.628	3
28	26.66	3.341	18	58	56.72	1.622	5
29	26.92	3.309	3	59	56.90	1.617	3
30	27.85	3.201	3	60	59.30	1.557	3

No.	2theta[deg]	d[A]	I/I1	No.	2theta[deg]	d[A]
61	59.87	1.544	5			
62	60.07	1.539	4			
63	62.04	1.495	4			
64	62.32	1.489	13			
65	63.76	1.459	4			
66	64.15	1.451	3			
67	68.97	1.360	5			
68	69.75	1.347	4			
69	70.17	1.340	7			
70	70.55	1.334	3			
71	71.96	1.311	3			
72	72.32	1.305	6			
73	78.50	1.218	6			
74	79.92	1.199	3			

Lampiran 7: Difraktogram Metakaolin



Lampiran 8: Difraktogram Zeolit X



***** SEARCH / MATCH (MANUAL) *****

<Data Information>

Group Name : fithri
Data Name : zeolite x
File Name : zeolite x.PKR
Sample Name : zeolite x
Comment : bubuk halus krem
Date & Time : 10/19/10 08:56:12

<d-I Table>

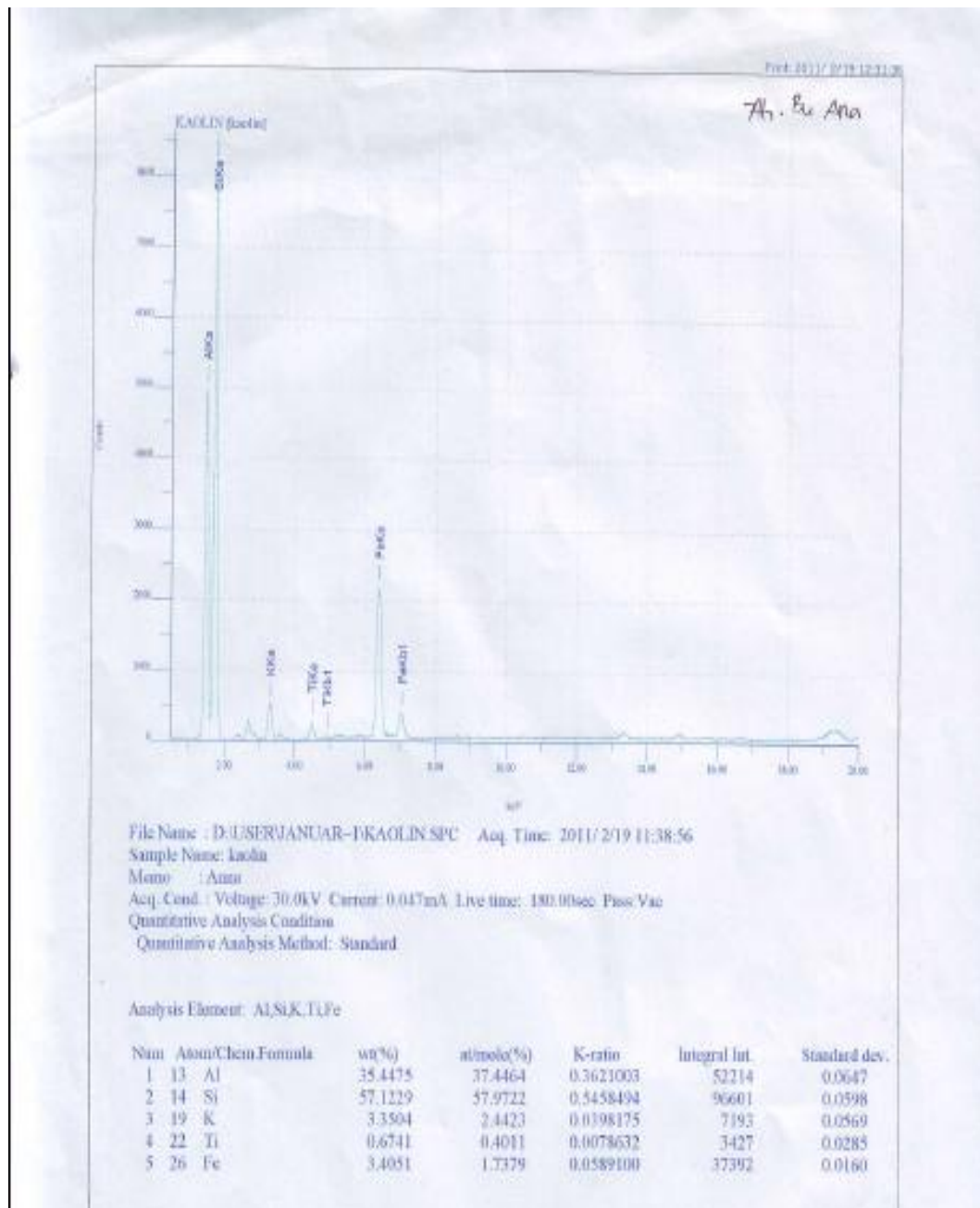
Target : Cu

No.	2theta[deg]	d[Å]	I/I1	No.	2theta[deg]	d[Å]	I/I1
1	11.32	7.810	6	31	26.83	3.320	7
2	11.63	7.602	26	32	27.20	3.275	24
3	11.93	7.412	4	33	27.56	3.234	4
4	12.45	7.104	5	34	28.35	3.146	3
5	13.27	6.668	4	35	29.09	3.067	22
6	13.56	6.523	4	36	29.61	3.015	24
7	13.86	6.385	11	37	29.86	2.990	11
8	14.10	6.276	4	38	30.18	2.959	51
9	15.08	5.870	4	39	30.48	2.930	3
10	15.34	5.772	31	40	30.83	2.898	100
11	15.70	5.639	3	41	31.39	2.848	10
12	16.74	5.293	5	42	31.86	2.807	62
13	16.95	5.227	4	43	32.10	2.786	3
14	17.61	5.033	4	44	32.46	2.756	11
15	18.32	4.839	15	45	33.26	2.692	5
16	19.62	4.521	7	46	33.46	2.676	39
17	19.78	4.485	10	47	33.92	2.641	15
18	19.98	4.441	16	48	34.10	2.627	19
19	20.47	4.336	6	49	34.46	2.601	16
20	20.90	4.247	10	50	34.74	2.580	12
21	21.16	4.195	14	51	34.99	2.563	19
22	22.35	3.975	17	52	35.39	2.534	15
23	23.16	3.838	63	53	35.59	2.520	7
24	23.48	3.786	13	54	35.78	2.507	8
25	23.90	3.720	5	55	36.00	2.493	6
26	24.19	3.676	22	56	36.23	2.478	3
27	24.56	3.621	3	57	36.46	2.462	5
28	25.10	3.545	3	58	36.71	2.446	5
29	25.30	3.517	6	59	36.88	2.435	4
30	26.54	3.356	87	60	37.22	2.414	26

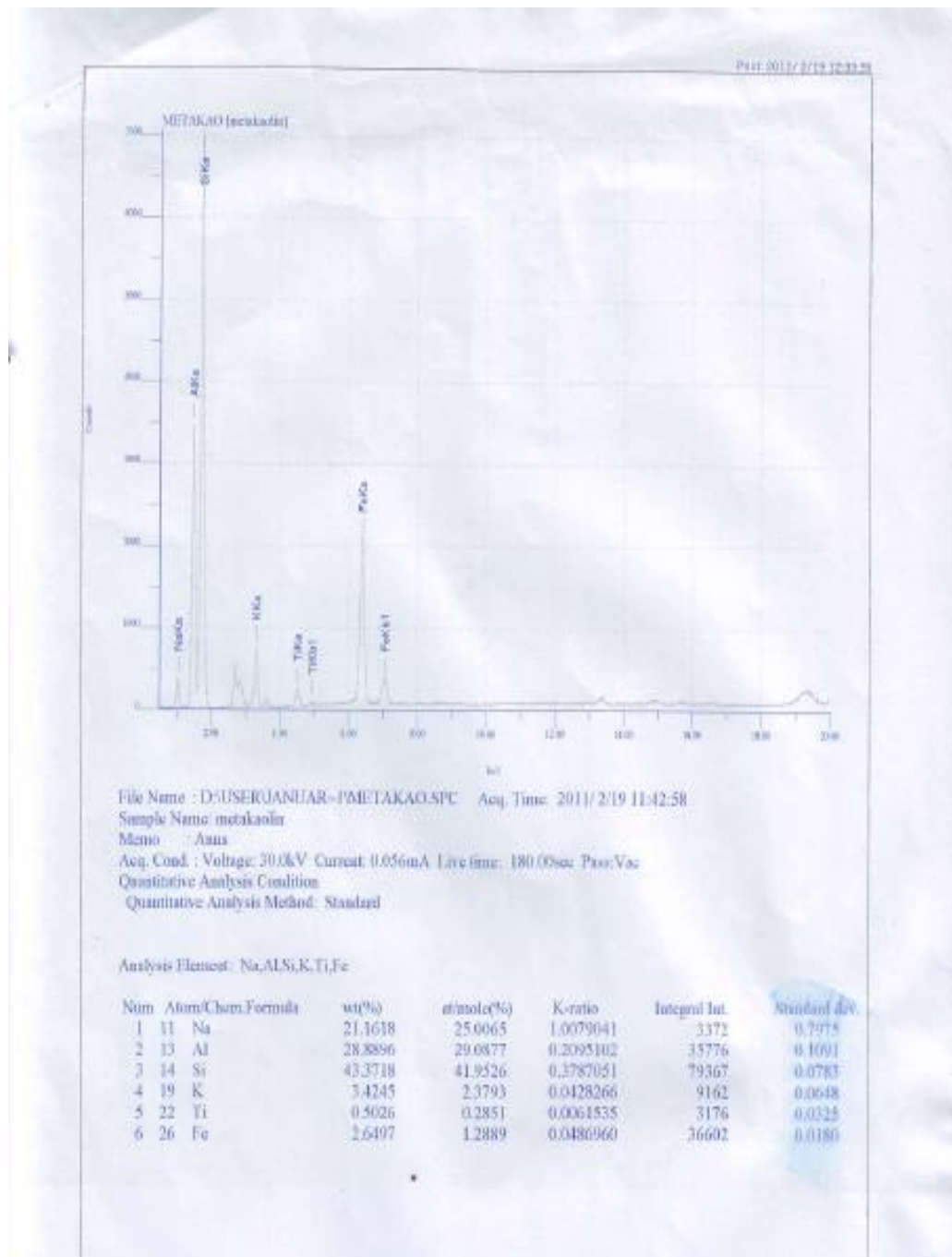
No.	2theta[deg]	d[Å]	I/I1	No.	2theta[deg]	d[Å]	I/I1
61	37.46	2.399	5	101	56.32	1.632	4
62	37.67	2.386	4	102	56.79	1.620	3
63	37.88	2.373	4	103	57.00	1.614	3
64	38.31	2.348	13	104	57.25	1.608	21
65	38.54	2.334	6	105	57.74	1.596	3
66	38.70	2.325	4	106	57.94	1.590	6
67	38.96	2.310	17	107	58.27	1.582	6
68	39.17	2.298	4	108	58.92	1.566	7
69	39.56	2.276	4	109	59.12	1.561	5
70	39.78	2.264	7	110	59.28	1.558	6
71	40.65	2.217	19	111	59.80	1.545	4
72	41.18	2.190	15	112	60.12	1.538	4
73	42.00	2.149	3	113	60.24	1.535	4
74	42.54	2.124	12	114	60.71	1.524	5
75	43.21	2.092	8	115	60.93	1.519	9
76	44.46	2.036	4	116	61.30	1.511	4
77	45.20	2.004	3	117	61.65	1.503	4
78	45.42	1.995	3	118	61.89	1.498	6
79	45.70	1.984	3	119	62.88	1.477	13
80	46.32	1.958	5	120	63.18	1.470	6
81	46.94	1.934	8	121	63.84	1.457	10
82	47.40	1.916	6	122	64.37	1.446	4
83	47.84	1.900	4	123	64.78	1.438	4
84	48.13	1.889	6	124	65.14	1.431	9
85	48.51	1.875	11	125	65.49	1.424	3
86	49.64	1.835	9	126	65.87	1.417	4
87	49.88	1.827	3	127	66.23	1.410	4
88	50.43	1.808	3	128	66.91	1.397	4
89	50.81	1.796	6	129	67.63	1.384	18
90	51.08	1.787	3	130	68.00	1.378	6
91	51.51	1.773	17	131	68.20	1.374	4
92	51.76	1.765	7	132	68.95	1.361	8
93	52.04	1.756	4	133	69.30	1.355	4
94	52.49	1.742	3	134	69.50	1.351	5
95	52.70	1.736	6	135	69.85	1.346	4
96	53.02	1.726	18	136	70.85	1.329	4
97	53.41	1.714	3	137	71.35	1.321	4
98	53.93	1.699	4	138	71.72	1.315	12
99	55.20	1.663	4	139	72.96	1.296	4
100	56.11	1.638	4	140	73.36	1.290	6

No.	2theta[deg]	d[Å]	I/I1	No.	2theta[deg]	d[Å]	I/I1
141	73.48	1.288	5				
142	74.14	1.278	6				
143	74.62	1.271	4				
144	75.16	1.263	4				
145	75.30	1.261	7				
146	75.62	1.257	3				
147	77.18	1.235	3				
148	77.71	1.228	3				
149	77.92	1.225	4				
150	78.02	1.224	6				
151	78.35	1.219	3				
152	78.82	1.213	3				
153	79.73	1.202	6				

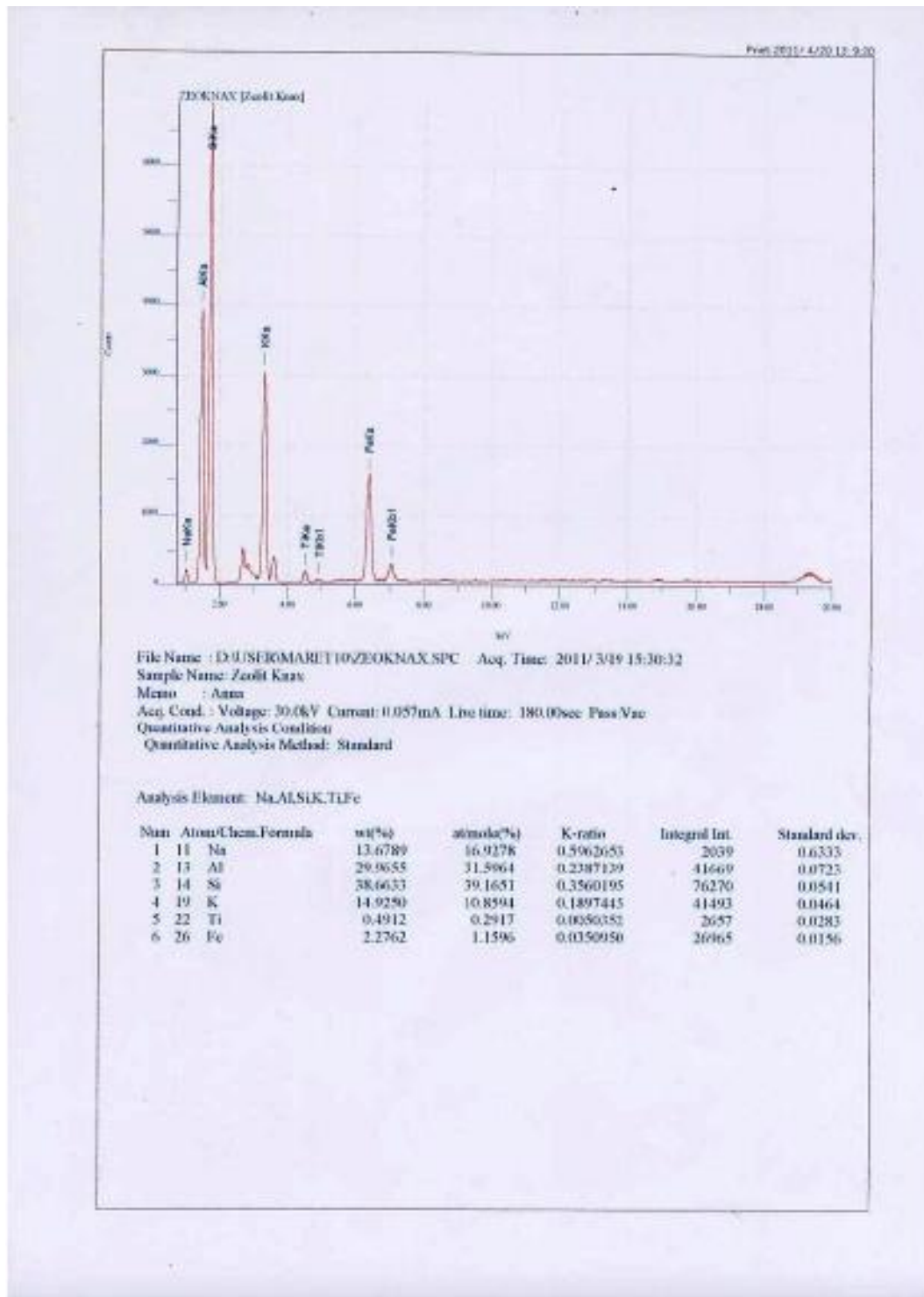
Lampiran 9: Spektrum XRF Kaolin



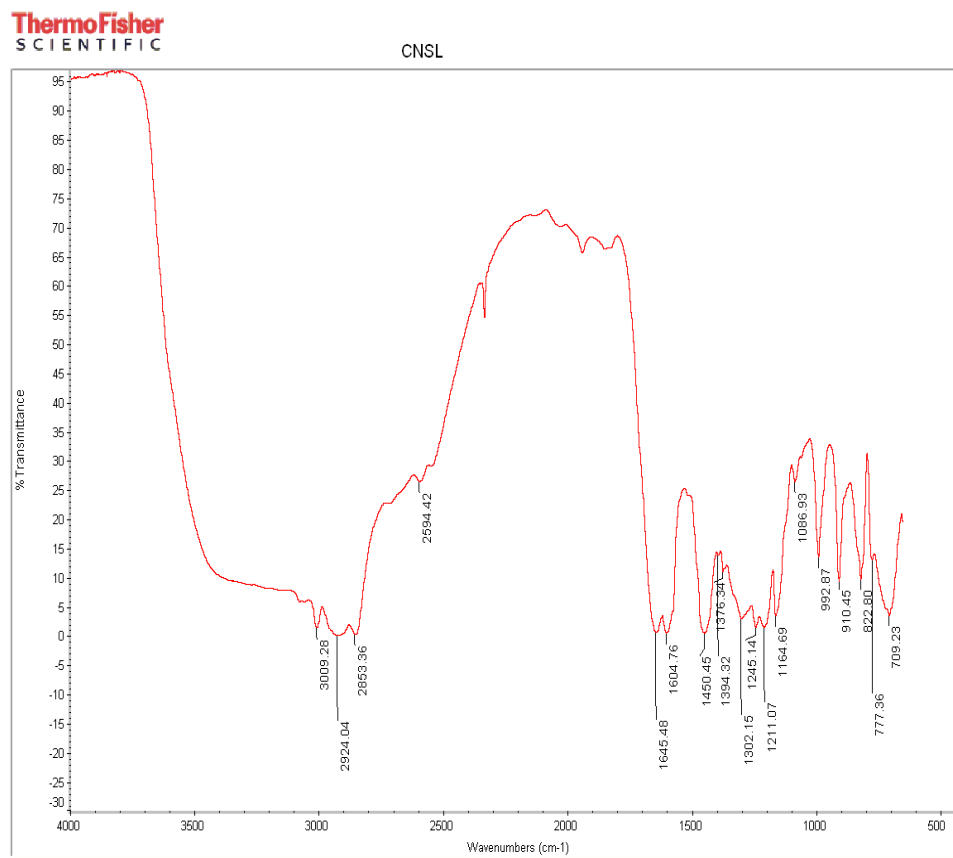
Lampiran 10: Spektrum XRF Metakaolin



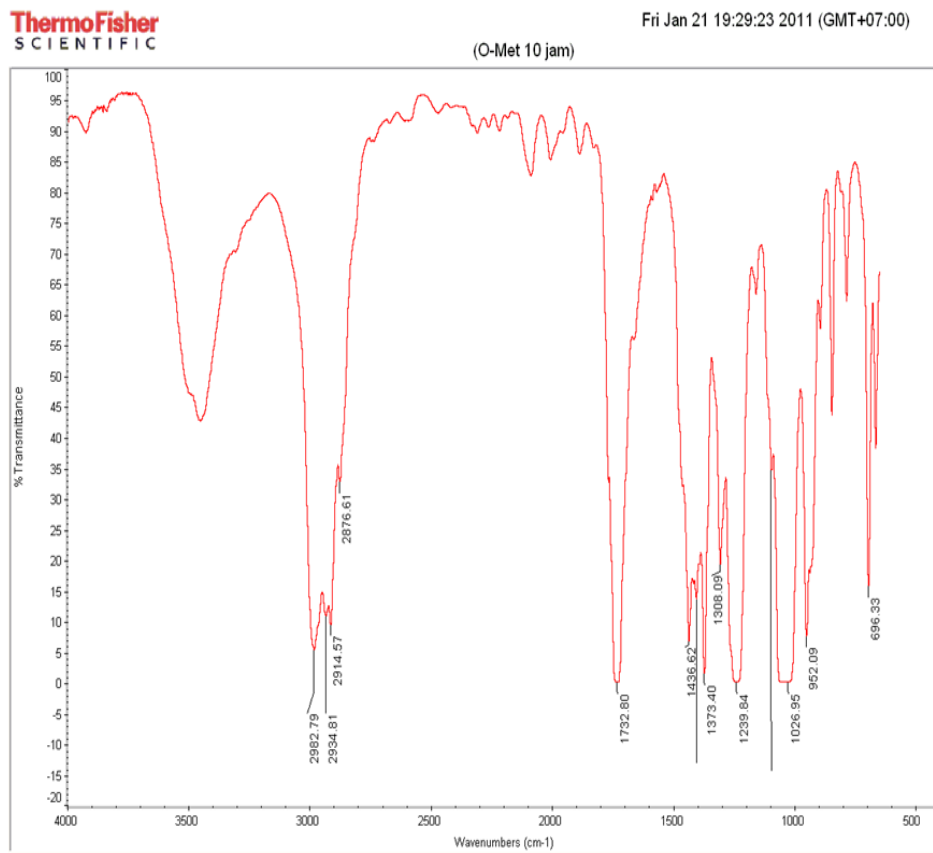
Lampiran 11: Spektrum XRF Zeolit KNaX



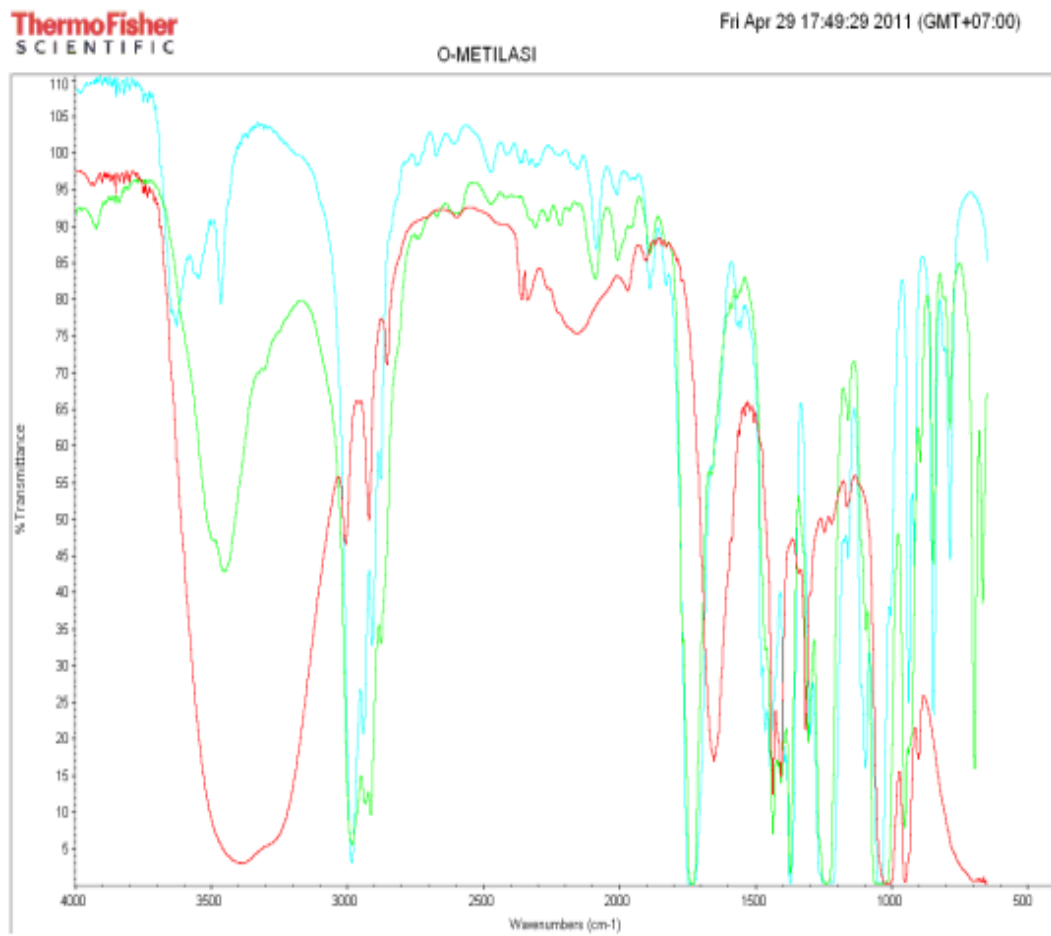
Lampiran 12: Spektrum FT-IR CNSL



Lampiran 13: Spektrum FT-IR Reaksi Katalitik CNSL dalam Waktu 10 jam



**Lampiran 14: Spektrum FT-IR Reaksi Katalitik CNSL
(Tanpa Pelarut DMSO & Variasi Pelarut DMSO 1 : 5 & 1 : 10)**



Lampiran 15: Spektrum FT-IR Reaksi Katalitik CNSL (Tanpa Katalis)



Lampiran 16: Kurva Titasi TBN Sebelum Reaksi Katalitik

Method:	00021	BN accord. to ASTM D2898	4/5/2011 3:03 PM
User:	admin		
Start time:	4/14/2011 11:45 AM		

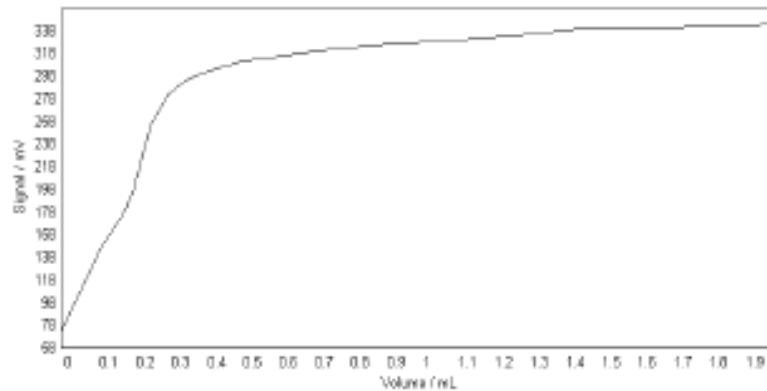
Raw data

Sample No.	1
Identification	mba anna
Titration stand	Stand 2
Weight	m = 0.5981 g
Correction factor	f = 1.0
Molar mass	M = 56.11 g/mol
Equivalent number	z = 1
Temperature sensor	Manual

EGP titration [1]	
Titrant	HClO4 c = 0.1 mol/L t = 1.0121
Burette	No. 2 10 mL
Sensor	DG113
Excess	VEX = 2.0000 mL QEX = 0.20342 mmol
Termination condition	Maximum volume 2.0

Calculation	
Result	R1 = 0.00 mg KOH/g TBN

E - V curve EGP titration [1]
Sample 1 mba anna



Lampiran 17: Kurva Titrasi TBN Sesudah Reaksi Katalitik

Method:	00021	BN accord. to ASTM D2896	4/6/2011 3:03 PM
User:	admin		
Start time:	4/14/2011 2:53 PM		

Raw data

Sample

No.	1
Identification	mba anna 2
Titration stand	Stand 2
Weight	m = 1.0366 g
Correction factor	f = 1.0
Molar mass	M = 56.11 g/mol
Equivalent number	z = 1
Temperature sensor	Manual

EQP titration [1]

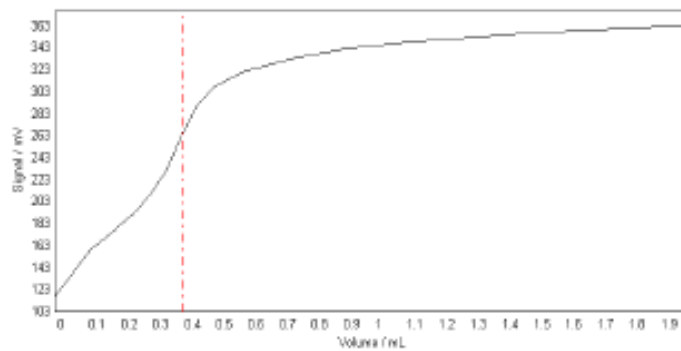
Titrant	HClO4 c = 0.1 mol/L t = 1.0121
Burette	No. 2 10 mL
Sensor	DG113
Consumption	EQP1
	VEQ1 = 0.3807 mL
	Q1 = 0.03853 mmol
	EPOT1 = 251.1 mV
Excess	VEX = 1.6193 mL
	QEX = 0.16389 mmol
Termination condition	Maximum volume 2.0

Calculation

Result	R1 = 2.09 mg KOH/g TBN
--------	------------------------

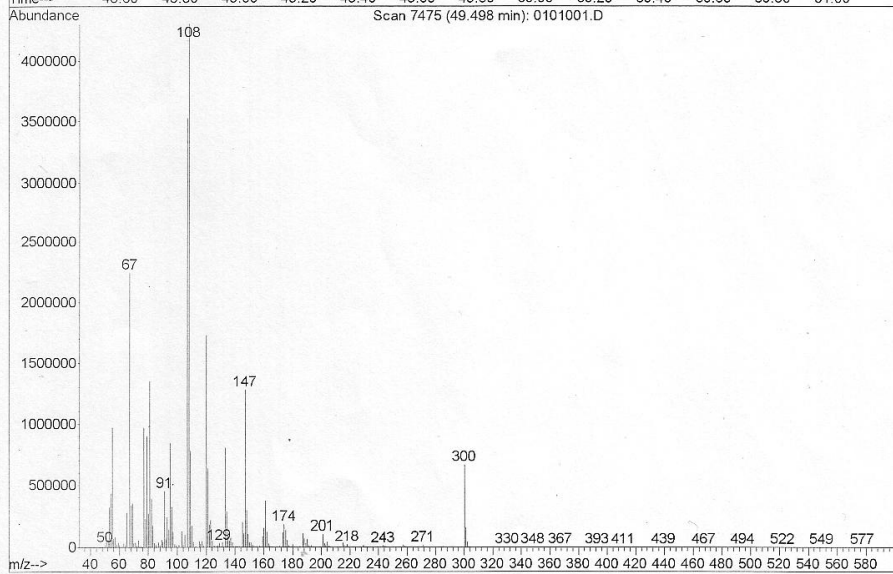
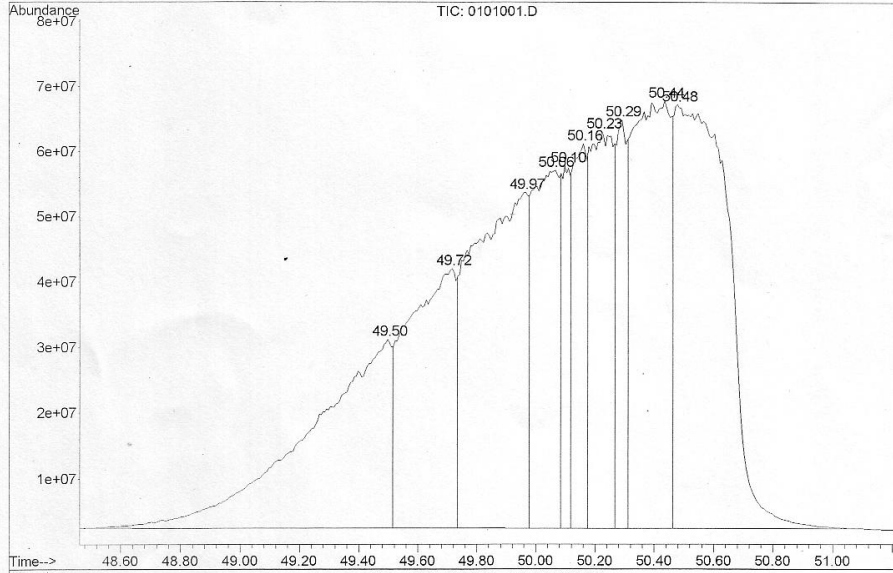
E - V curve EQP titration [1]

Sample 1 mba anna 2



Lampiran 18: Fragmentasi Massa Minyak Kulit Biji Mete

File : C:\HPCHEM\1\DATA\110518-A\0101001.D
Operator : taz
Acquired : 18 May 2011 13:08 using AcqMethod ANAPETRO
Instrument : GC/MS Ins
Sample Name: Minyak Kulit Biji Mete
Misc Info :
Vial Number: 1



Lampiran 19: Fragmentasi Massa Produk Reaksi Katalitik

File : C:\HPCHEM\1\DATA\110518-A\0201002.D
Operator : taz
Acquired : 18 May 2011 14:17 using AcqMethod ANAPETRO
Instrument : GC/MS Ins
Sample Name: Reaksi Katalisis 1
Misc Info :
Vial Number: 2

