



UNIVERSITAS INDONESIA

**ASAM AZELAT SEBAGAI *COMPLEXING AGENT* DALAM
PEMBUATAN GEMUK KALSIMUM KOMPLEKS BERBASIS
MINYAK SAWIT**

SKRIPSI

Ikmalul Huda

0706269842

**FAKULTAS TEKNIK
PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA**

DEPOK

JUNI 2011



UNIVERSITAS INDONESIA

**ASAM AZELAT SEBAGAI *COMPLEXING AGENT* DALAM
PEMBUATAN GEMUK KALSIMUM KOMPLEKS BERBASIS
MINYAK SAWIT**

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana teknik

Ikmalul Huda

0706269842

**FAKULTAS TEKNIK
PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA**

DEPOK

JUNI 2011

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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

Nama : Ikmalul Huda

NPM : 0706269842

Tanda Tangan : 

Tanggal : 10 Juni 2011

LEMBAR PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :

Nama : Ikmalul Huda

NPM : 0706269842

Program Studi : Teknik Kimia

Judul Skripsi : Asam Azelat sebagai *Complexing agent* dalam Pembuatan Gemuk Kalsium Kompleks Berbasis Minyak Sawit

Dibuat untuk melengkapi sebagian persyaratan menjadi Sarjana Teknik pada Departemen Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Indonesia dan disetujui untuk diajukan dalam sidang skripsi.

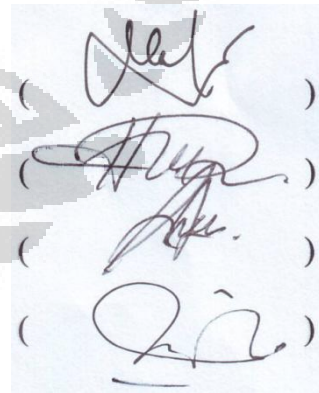
DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Dr. Ir. Sukirno, M.Eng

Penguji : Bambang Herususanto, ST., MT

Penguji : Dr. Eny Kusriani, S.Si

Penguji : Ir. Abdul Wahid, MT



Ditetapkan di : Depok

Tanggal : 10 Juni 2011

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis panjatkan ke hadirat Allah SWT atas karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini tepat pada waktunya. Berkat rahmat-Nya, penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **“Asam Azelat sebagai *Complexing agent* dalam Pembuatan Gemuk Kalsium Kompleks Berbasis Minyak Sawit”** sebagai salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Teknik pada Departemen Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Indonesia.

Penulis menyadari bahwa, tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan skripsi ini, sangatlah sulit bagi penulis untuk menyelesaikan skripsi ini. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

- (1) Kedua orangtua, Purnomo dan Siti Hidayah, serta kedua kakak, Sinta dan Ulin, yang selalu memberi dukungan, doa, dan semangat untuk menghadapi segala hal;
- (2) Bapak Prof. Dr. Ir. Widodo Wahyu Purwanto, DEA selaku ketua Departemen Teknik Kimia FTUI.
- (3) Dr. Ir. Sukirno, M.Eng, selaku dosen pembimbing yang telah menyediakan waktu, tenaga, dan pikiran untuk mengarahkan saya dalam penyusunan skripsi ini;
- (4) Ir. Dewi Tristantini M.T., PhD selaku dosen pembimbing akademik yang telah menyediakan waktu dan membantu permasalahan akademik perkuliahan selama ini ;
- (5) Mang Ijal, Kang Jajat, Mbak Tiwi, Mas Taufik serta seluruh dosen dan karyawan DTK yang turut membantu selama proses penelitian berlangsung.
- (6) Sahabat sahabat saya; Hariri, Riezqa, Edi, Faldi, Udin, Hilman, Babas, Deni, Irfan, Skripsi, Sukma, Andre, Anton Royanto dan semua rekan Teknik Kimia 2007 yang tetap memberi dukungan dan semangat, serta rekan satu bimbingan

Rahmi dan Rudy Wijaya yang sudah membantu baik dalam penelitian ataupun penulisan skripsi ini;

(7) Atik Nurani serta pihak yang tidak bisa disebutkan satu persatu.

Penulis menyadari bahwa dalam skripsi ini masih terdapat banyak kekurangan. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun sehingga dapat menyempurnakan skripsi ini dan melaksanakan perbaikan di masa yang akan datang. Semoga tulisan ini dapat bermanfaat bagi para pembaca dan bagi dunia pendidikan dan ilmu pengetahuan.



Depok, 10 Juni 2011

Ikmalul Huda

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS AKHIR
UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

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

Nama : Ikmalul Huda
NPM : 0706269842
Program Studi : Teknik Kimia
Departemen : Teknik Kimia
Fakultas : Teknik
Jenis karya : Skripsi

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

**Asam Azelat sebagai *Complexing agent* dalam Pembuatan Gemuk Kalsium
Kompleks Berbasis Minyak Sawit**

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

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada tanggal : 10 Juni 2011

Yang menyatakan



(Ikmalul Huda)

ABSTRAK

Nama : Ikmalul Huda
Program Studi : Teknik Kimia
Judul : Asam Azelat sebagai *Complexing agent* dalam Pembuatan Gemuk Kalsium Kompleks Berbasis Minyak Sawit

Gemuk kalsium kompleks di hasilkan dari epoksidasi minyak sawit dan sabun kompleks yang berasal dari sabun Ca-hidroksi stearat dengan sabun Ca-Asam Azelat sebagai *thickening agent*. Reaksi saponifikasi berlangsung dua tahap secara *in situ* dalam base oil menggunakan reactor batch tertutup, dilanjutkan pendinginan dan homogenisasi gemuk. Asam azelat digunakan sebagai *complexing agent* untuk mendapatkan improvisasi *fiber structure* gemuk yang berpengaruh kualitas gemuk yang dilihat dari uji karakteristik seperti konsistensi, *dropping point*, serta uji *four ball test*. Gemuk terbaik dihasilkan dengan komposisi 0,2 mol asam azelat sebagai agent pengompleksnya dengan nilai *dropping point* 159 °C dan NLGI grade 2.

Kata kunci :

Asam azelat, *fiber structure*, uji karakteristik gemuk.

ABSTRAK

Name : Ikmalul Huda
Study Programe : Chemical Engineering Departemen
Tittle : Azelaic Acid as Complexing agent in the Preparation of Calcium Complex Grease based on Palm Oil

Calcium complex greases derived from epoxidation of palm oil and complex soap from Ca-hydroxy stearic acid with Ca-Azelaic as thickening agent Azelat. Two-stage saponification reaction takes place in situ in the base oil using a closed batch reactor, followed by cooling and homogenization of grease. Azelaic acid is used as a complexing agent to get improvisas fiber structure that affect quality of grease that determined by characteristics such as consistency, dropping point, and four ball test.. The best grease produced by the composition of 0,2 mole azelaic acid as complexing agent with the dropping point 159⁰C and NLGI grade 2.

Keyword :

Azelaic acid, fiber structure, grease test characteristic.

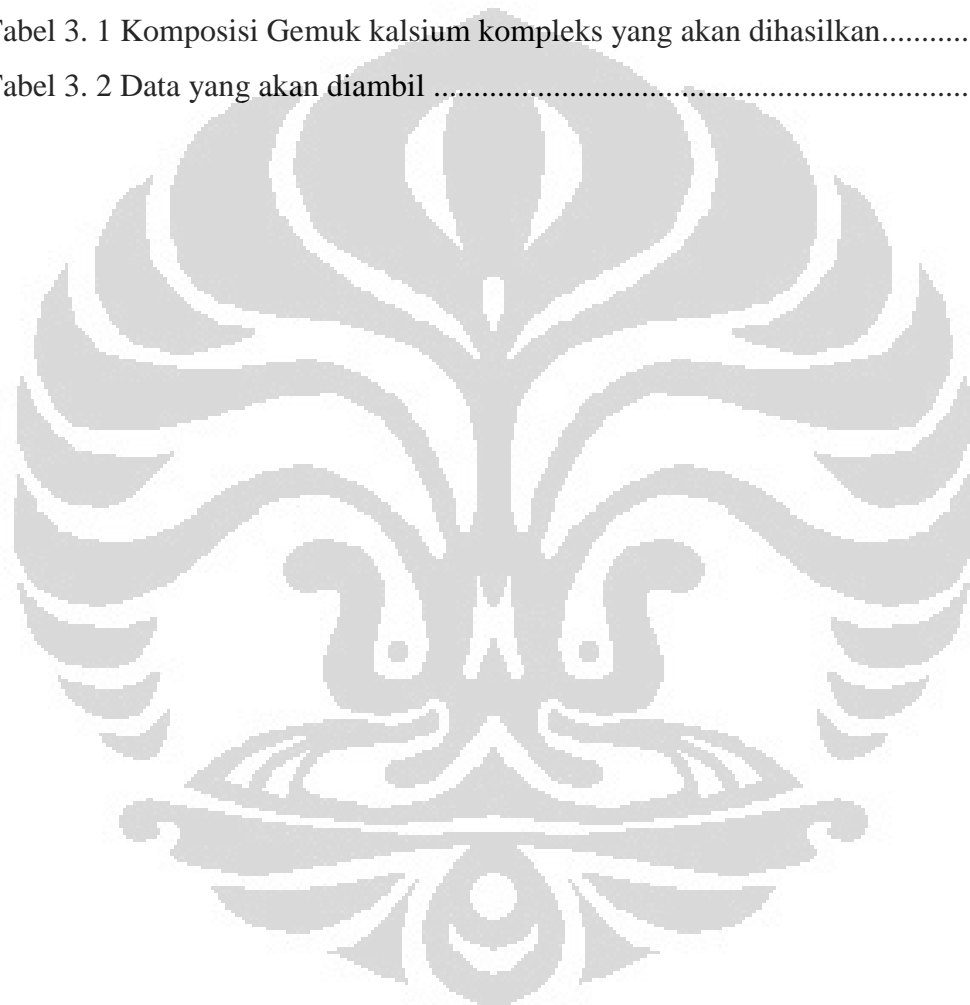
DAFTAR ISI

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
KATA PENGANTAR.....	iv
HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS.....	vi
ABSTRAK	vii
ABSTRAK	viii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR GAMBAR.....	xii
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang Masalah.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Batasan Masalah	3
1.5 Sistematika Penulisan	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Gemuk.....	5
2.2 <i>Base oil Gemuk</i>	8
2.3 <i>Thickener Kalsium</i>	10
2.4 <i>Complexing agent Gemuk Kalsium</i>	12
2.5.1 Asam Asetat	13
2.4.2 Asam Azelat.....	15
2.5 Pembuatan Gemuk Bio <i>Foodgrade</i> Kalsium Kompleks.....	17
2.6 Uji Parameter Gemuk Kalsium Kompleks.....	21
2.6.1 Konsistensi.....	21
2.6.2 <i>Dropping point</i>	23
2.6.3 <i>Four ball Test</i>	24
2.6.4 SEM (<i>Scanning Electron Microscopy</i>)	25

BAB III METODE PENELITIAN	26
3.1 Diagram Alir Penelitian Gemuk Ca-Azelat	26
3.2 Sintesis Gemuk Ca-Azelat	27
3.2.1 Diagram Alir Sintesis Gemuk Ca-Azelat.....	27
3.2.2 Prosedur Pembuatan Gemuk Ca-Azelat.....	29
3.2.3 Alat dan Bahan Pembuatan Gemuk Ca-Azelat	30
3.3 <i>Design</i> Penelitian Gemuk Ca-Azelat	32
3.3.1 Variable Gemuk Ca-Azelat.....	32
3.3.2 Penentuan Komposisi Bahan Gemuk Ca-Azelat.....	32
3.3.3 Tabel pengamatan data Gemuk Ca-Azelat.....	34
3.6 Uji Karakteristik Gemuk Ca-Azelat.....	34
3.6.1 Penetration (ASTM-D-217) Gemuk Ca-Azelat	34
3.6.2 <i>Dropping point</i> (ASTM D-566) Gemuk Ca-Azelat	35
3.6.3 <i>Four ball test</i> (ASTM D-4172) Gemuk Ca-Azelat	36
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	37
4.1 Pengaruh Jumlah Agen Pengkompleks Terhadap Tampilan Fisik Gemuk Ca-Azelat	37
4.2 Pengaruh Jumlah Agent Pengkompleks Terhadap Uji Penetrasi Gemuk Ca-Azelat	40
4.3 Uji <i>Dropping point</i> Gemuk Ca-Azelat.....	43
4.4 Uji <i>Four ball</i> Gemuk Ca-Azelat	44
BAB V KESIMPULAN	47
DAFTAR PUSTAKA.....	48
LAMPIRAN	

DAFTAR TABEL

Tabel 2. 1 Beberapa Karakteristik Sabun Kompleks	14
Tabel 2. 2 Karakteristik sabun kalsium kompleks penelitian DTK 2009	14
Tabel 2. 3 Komposisi gemuk lithium kompleks	17
Tabel 2. 4 Klasifikasi Gemuk Menurut NLGI	22
Tabel 3. 1 Komposisi Gemuk kalsium kompleks yang akan dihasilkan.....	33
Tabel 3. 2 Data yang akan diambil	34



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1 Komposisi utama gemuk.....	5
Gambar 2. 2 Jenis-jenis gemuk.....	6
Gambar 2. 3 Mekanisme Reaksi Epoksidasi Ester (Dizi, 2007, hal 15).....	9
Gambar 2. 4 Pembentukan sabun kalsium konvensional.....	10
Gambar 2. 5 (a) sabun Li Palmitate dan (b) sabun Li Stearat.....	11
Gambar 2. 6 a. Sabun lithium b. Sabun lithium kompleks.....	13
Gambar 2. 7 Pembentukan sabun kalsium asetat.....	13
Gambar 2. 8 Reaksi pembentukan pengompleks lithium.....	16
Gambar 2. 9 Perubahan struktur dalam sintesis gemuk.....	20
Gambar 2. 10 Ilustrasi uji penetrasi gemuk.....	21
Gambar 2. 11 Ilustrasi uji <i>dropping point</i> gemuk.....	23
Gambar 2. 12 Ilustari <i>Four ball Test</i> gemuk.....	24
Gambar 2. 13 Ilustrasi kerja SEM.....	25
Gambar 3. 1 Diagram alir penelitian gemuk kalsium kompleks.....	26
Gambar 3. 2 Sintesis gemuk kalsium kompleks.....	28
Gambar 3. 3 Reaktor Epoksidasi Minyak sawit.....	30
Gambar 3. 4 Reaktor Batch tertutup.....	31
Gambar 3. 5 Mixer konvensional.....	31
Gambar 3. 6 Alat Uji <i>Dropping point</i>	36
Gambar 3. 7 Alat Uji <i>Four ball</i>	36
Gambar 4. 1 Uji tampilan fisik gemuk.....	39
Gambar 4. 2 Alat uji tarik serat gemuk.....	40
Gambar 4. 3 Grafik berat pengompleks vs Bilangan Penetrasi.....	41
Gambar 4. 4 Grafik berat pengompleks vs <i>Dropping point</i>	43
Gambar 4. 5 Grafik berat pengompleks vs Keausan Logam.....	45

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang Masalah

Indonesia dikenal sebagai negara pengeksport kelapa sawit yang cukup besar di dunia hingga mencapai 15.9 MMT (2003). Minyak sawit bisa digunakan untuk berbagai alternative produk, diantaranya sebagai *base oil* lemak bio food grade dari hasil epoksidasi minyak sawit. Diharapkan dengan adanya variasi pemanfaatan produk bisa menambah nilai produk minyak sawit di Indonesia.

Prinsip kerja *thickener* dalam memerangkap *base oil* pada lemak digambarkan seperti spons yang bisa menyerap air di dalamnya. Ketika struktur spons semakin kuat, memiliki rongga yang kecil yang bisa memerangkap air, maka semakin banyak air yang bisa diserap spons dan semakin kuat spons terhadap gaya yang diberikan. Deskripsi ini dapat membantu dalam pengembangan *thickener* yang lebih baik jika melihat dari *fiber structure thickener* (Mortier, et al,2010). Untuk menghasilkan *fiber structure* yang lebih baik pada *thickener* sabun, cara yang lazim digunakan adalah dengan penambahan *complexing agent* sehingga dihasilkan sabun kompleks. Struktur tersebut kemudian dapat dikaji lebih lanjut menggunakan foto *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk melihat bagaimana struktur serat lemak yang baik.

Sedikitnya pengetahuan mengenai lemak baik secara fisik maupun kimia, tidak menutup kemungkinan untuk melakukan pengembangan lemak. Trial error terkadang dijadikan latar belakang dikembangkannya lemak pelumas (Hamnelid,2009). Pengembangan juga bisa dilakukan berdasarkan data yang diperoleh dari percobaan percobaan sebelumnya yang berhasil memproduksi lemak kalsium yang lebih baik. Penelitian lemak kalsium kompleks dengan *complexing agent* asam asetat oleh Wulandari (2009) di Lab DTK FTUI mendapatkan kualitas lemak yang cukup baik dari uji karakteristik yang dilakukan dengan hasil lemak memiliki

konsistensi NLGI 2 dan *dropping point* 324⁰C, sedangkan gemuk kalsium kompleks asam asetat yang ada dipasaran umumnya mempunyai konsistensi NLGI 2 dan *dropping point* >160⁰C. Gemuk dengan NLGI grade 2 umumnya dapat digunakan untuk segala jenis pelumasan dan jika semakin tinggi *dropping point* yang didapat, semakin baik gemuk tersebut karena mampu bekerja lebih baik di suhu operasi yang lebih tinggi.

Menurut survey yang dilakukan NLGI product, tahun 2005 penggunaan gemuk lithium kompleks dunia mencapai 15%, di eropa 10% and di Amerika Utara lebih dari 33%. Gemuk lithium kompleks tersebut umumnya menggunakan *complexing agent* dari golongan asam dikarboksilat seperti asam adipat, asam azelat dan asam sebasic (Mortier,2010), namun kebanyakan gemuk lithium kompleks menggunakan asam azelat sebagai pengompleksnya (Tuszynsky, et al, 2008) . Efek dari penambahan *complexing agent* pada lithium kompleks adalah *fiber structure* yang semakin panjang namun kurang rapat, yang berakibat pada karakteristik pemerangkapan *base oil*. Dengan *fiber structure* yang lebih panjang, maka akan semakin dibutuhkan energi berlebih untuk bisa memutuskan ikatan tersebut, yang berdampak pada peningkatan nilai *dropping point*.

Dari hasil percobaan menggunakan *complexing agent* asam asetat pada gemuk kalsium dan produk gemuk lithium kompleks asam azelat, munculah ide untuk memproduksi gemuk kalsium kompleks dengan *thickener* Ca(OH)₂.H₂O, asam 12-hidroksi stearat, beserta asam azelat sebagai agent pengompleksnya, dengan harapan akan memperoleh hasil sebaik gemuk dengan asam asetat sebagai pengompleksnya. Dari semua bahan yang digunakan, dinyatakan bahwa gemuk yang dihasilkan tidak mengandung racun sehingga layak disebut bio food grade. Gemuk food grade yang dihasilkan akan diuji karakteristiknya menggunakan uji-uji sebagai berikut : uji penetrasi , uji *dropping point* dan uji four-ball serta foto SEM untuk melihat bagaimana struktur gemuk yang memiliki kualitas terburuk dibandingkan dengan kualitas gemuk terbaik.

1.2 Rumusan Masalah

Masalah yang melatar belakangi penelitian ini diantaranya :

1. Bagaimana pengaruh asam azelat terhadap formulasi gemuk kalsium kompleks dalam menghasilkan gemuk yang memiliki NLGI Grade 2 dengan *higher dropping point* ?
2. Bagaimana pengaruh rasio mol *complexing agent* terhadap karakteristik gemuk yang dihasilkan?
3. Bagaimana pengaruh *fiber structure* gemuk terhadap gemuk kalsium kompleks yang dihasilkan?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan utama penelitian ini diantaranya :

1. Menghasilkan gemuk kalsium kompleks dengan NLGI Grade 2 dengan *higher dropping point* dan bisa diaplikasikan dalam segala jenis pelumasan.
2. Mempelajari pengaruh rasio mol *complexing agent* terhadap karakteristik gemuk yang diuji: uji penetrasi , uji *dropping point* dan uji *four-ball test*.
3. Mempelajari *fiber structure* gemuk menggunakan foto SEM untuk menganalisis pengaruhnya terhadap kualitas gemuk kalsium kompleks.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini adalah :

1. *Base oil* yang digunakan adalah epoksidasi minyak sawit yang banyak digunakan sebagai minyak goreng di masyarakat umum.
2. Pengujian karakteristik yang dilakukan dalam penelitian ini adalah uji penetrasi, uji *dropping point*, dan uji *four ball test*.

1.5 Sistematika Penulisan

Sistematika penulisan yang digunakan dalam penulisan skripsi ini adalah sebagai berikut:

BAB I PENDAHULUAN

Bab ini berisi penjelasan mengenai latar belakang masalah, perumusan masalah, tujuan penelitian, batasan masalah, dan sistematika penulisan makalah

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

Bab ini menjelaskan teori umum tentang lemak kalsium kompleks, serta *complexing agent* asam asetat dan asam azelat.

BAB III METODE PENELITIAN

Bab ini berisi penjelasan tentang diagram alir penelitian, alat dan bahan yang digunakan, variabel penelitian, sintesis lemak, serta uji karakteristik lemak.

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

Bab ini berisi penjelasan tentang pembahasan uji kualitas lemak yang telah dilakukan beserta analisisnya.

BAB V KESIMPULAN

Bab ini berisi kesimpulan dari penelitian beserta pembahasan yang telah dilakukan.

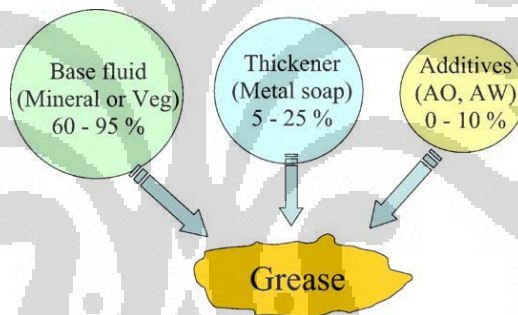
LAMPIRAN

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Gemuk

Gemuk adalah pelumas yang ketika kondisi suhu dan beban normal berada dalam fasa solid atau semi solid, dan ketika beban mencapai titik kritis akan berubah bentuk menjadi liquid, ketika beban kembali dalam keadaan normal, gemuk akan kembali lagi ke dalam bentuk solid (Ishchuk,2005). Gemuk secara umum terdiri dari tiga bagian utama yaitu *base oil* 60% - 95%, *thickener* (pengental) 5% - 25%, dan aditif 0% - 10% seperti yang terlihat pada gambar 2.1 (Sharma.et.al, 2004).



Gambar 2. 1 Komposisi utama gemuk

Fungsi utama gemuk yang lebih unggul dibanding pelumas cair diantaranya :

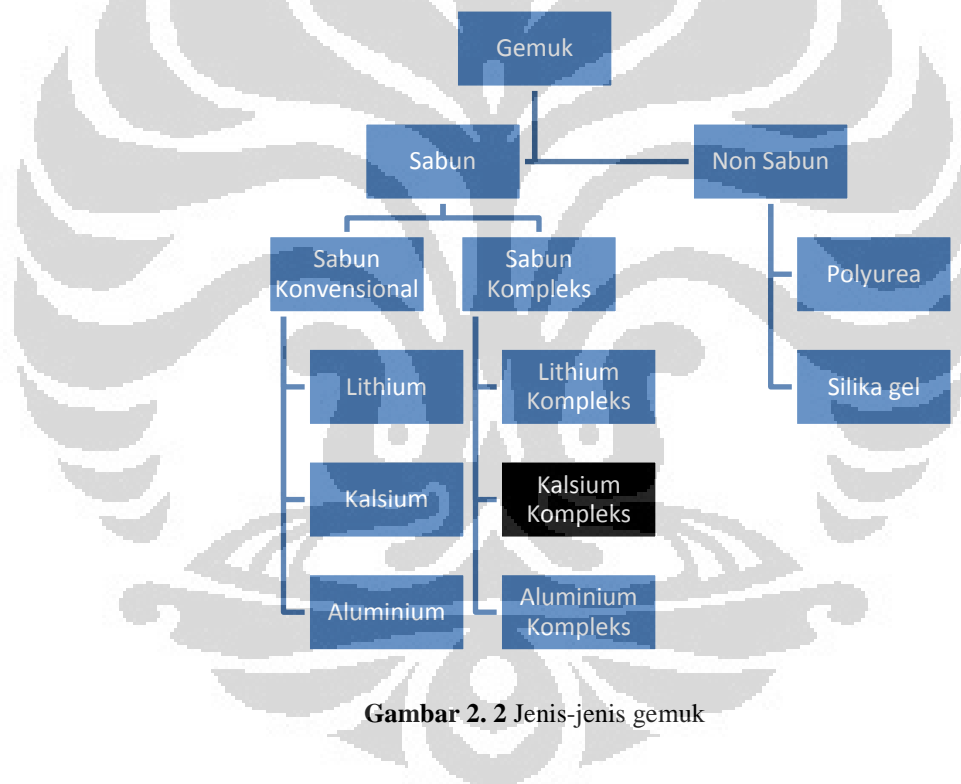
1. Pencegah kontaminan masuk ke dalam alat.
2. Aplikasi yang lebih mudah dibanding pelumas cair.
3. Tidak perlu melakukan pelumasan ulang.

Adapun kekurangan gemuk pelumas dibanding pelumas cair adalah :

1. Kemampuan transfer panas yang rendah, sehingga buruk dalam pendinginan mesin.

2. Gemuk memiliki viskositas yang tinggi sehingga sulit diaplikasikan dalam mesin yang memiliki putaran tinggi.
3. Lebih mudah teroksidasi dan sulit dibersihkan.

Base oil gemuk terstabilkan dalam matriks oleh *fiber structure thickener* (C. Shung, 2003). *Thickener* inilah yang kemudian menentukan karakteristik gemuk meskipun komposisinya relatif kecil pada gemuk (Ishchuk, 2005). *Thickener* juga diketahui menentukan jenis jenis gemuk yang umum digunakan hingga saat ini. Penggolongan gemuk berdasarkan pengentalnya, terbagi sesuai ilustrasi gambar 2.2 berikut.



Gambar 2. 2 Jenis-jenis gemuk

1. Gemuk Sabun Konvensional

Gemuk ini berasal dari bahan pengental yang terbentuk melalui reaksi penyabunan (saponifikasi) antara asam lemak dan alkali. Asam lemak dapat berasal dari lemak hewan ataupun dari minyak nabati sedangkan alkali yang umum digunakan adalah aluminium, kalsium, dan litium.

2. Gemuk Sabun Kompleks.

Sabun ini merupakan sabun konvensional dengan penambahan *complexing agent* berupa sabun yang berbeda dari sabun konvensional. Sabun ini bisa berasal dari logam alkali dengan asam lemak berbeda dengan asam lemak yang digunakan pada sabun konvensional. Asam lemak dalam *complexing agent* ini umumnya memiliki rantai yang lebih pendek dari asam lemak sabun konvensional agar menghasilkan struktur sabun yang lebih kompleks untuk memerangkap *base oil*.

3. Gemuk Non Sabun

Thickener non sabun adalah bahan pengental yang tidak menggunakan sabun, biasa digunakan untuk aplikasi-aplikasi tertentu. Penggunaan pelumas gemuk yang berasal dari bahan bukan sabun (*non-soap*), tidak akan menghasilkan gemuk yang mudah mencair. Bila perubahan suhu yang terjadi terlalu tinggi, pelumas gemuk hanya akan menjadi lembek atau lunak. Bahan yang biasa digunakan adalah silica gel dan polyurea.

Gemuk yang akan dihasilkan dari penelitian ini adalah gemuk kalsium kompleks dengan *base oil* minyak sawit, *thickener* kalsium, dan dua pengompleks asam azelat tanpa penambahan senyawa aditif sehingga bisa dikategorikan sebagai gemuk bio foodgrade. Penggunaan gemuk foodgrade biasa digunakan pada conveyor, gear dan bearing. Conveyor dapat digunakan untuk menghantarkan produk makanan ke alat selanjutnya seperti daging, mie instan, dan makanan ringan. Sementara itu gear dan bearing digunakan pada system pencetakan, pumping dan mixing pada industry makanan. Gemuk yang digunakan pada alat alat tersebut memang tidak mengalami kontak langsung dengan makanan, namun tidak menutup kemungkinan akan terjadi kontak dengan produk sehingga criteria food grade cocok untuk aplikasi ini. Gemuk yang akan dihasilkan nanti juga bisa diaplikasikan untuk jenis pelumasan lainnya seperti pelumasan pada persendian mesin, transportasi, pencegah korosi, dll mengingat sifatnya yang biodegradable sehingga tidak mencemari lingkungan jika tidak digunakan lagi.

Gemuk memiliki kualitas yang bisa dilihat dari konsistensi, dan dropping point sebagai dua parameter utama. Konsistensi gemuk yang baik bergantung pada pengaplikasian pada alat, apakah alat tersebut menggunakan gemuk yang lembut, semi solid atau solid (keras) . Pada penelitian ini, gemuk yang ingin dihasilkan adalah NLGI 2 dimana mempunyai konsistensi semi solid, yang diharapkan lebih *compatible* digunakan untuk semua kondisi,. Dengan penerapan gemuk yang cocok sesuai fungsinya, beban alat akan berkurang, meningkatkan kinerja alat, serta meningkatkan reliability yaitu mengecil kemungkinan untuk perbaikan karena kerusakan.

2.2 *Base oil Gemuk*

Pemilihan *base oil* harus berdasar pada viskositas pada suhu normal untuk operasi di industry secara umum karena bagian ini merupakan komponen terbesar gemuk. Minyak nabati merupakan minyak yang dihasilkan dari tumbuh-tumbuhan berupa senyawa ester dari gliserin dan campuran dari berbagai jenis asam lemak, tidak larut dalam air tetapi larut dalam pelarut organik (Tambun, 2006). Minyak nabati yang digunakan pada penelitian ini adalah minyak kelapa sawit dengan beberapa keunggulan sebagai berikut :

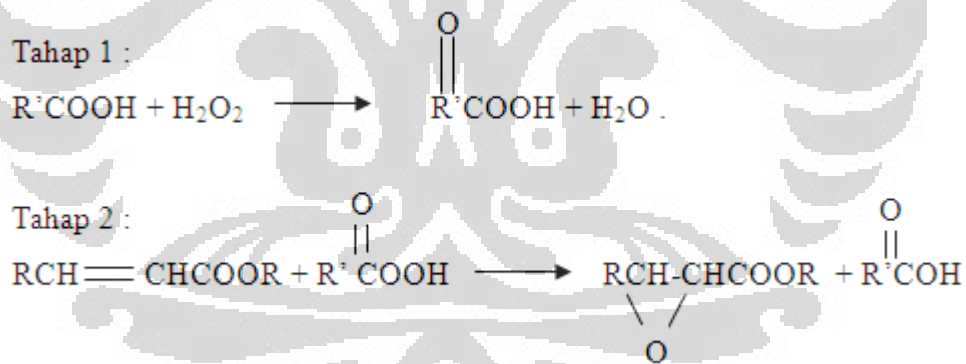
1. Memiliki daya tahan yang tinggi terhadap oksidasi karena mengandung bahan antioksidan alami (tocopherol atau vitamin E).
2. Lapisan film yang dibentuk sulit diputus sehingga sanggup mencegah gesekan langsung antara logam dengan logam.
3. Mudah dibersihkan dan bersifat *biodegradable*.
4. Tidak mengganggu kesehatan manusia sebagai konsumen (*untotoxicity*).
5. CPO (*Crude Palm Oil*) tersedia dalam jumlah yang melimpah di Indonesia.

Alasan penunjang pemilihan minyak sawit dibanding minyak mineral diantaranya adalah sifatnya yang mampu mengalir lebih baik ke bagian panas pada suatu logam. Hal ini terjadi karena penurunan tegangan permukaan dari minyak sawit karena adanya gradient temperature pada logam. Sifat ini berpengaruh pada

kemampuan menyebar minyak sawit karena adanya peningkatan penetrasi pada minyak sawit. Hal yang paling penting adalah penggunaan minyak sawit dapat mengganti minyak mineral karena minyak sawit banyak terdapat di Indonesia dari sumber yang terbarukan, serta ramah lingkungan dan tidak beracun sehingga cocok digunakan sebagai *base oil* pada lemak bio food grade.

Base oil yang digunakan pada penelitian ini merupakan epoksidasi dari minyak sawit. Epoksida merupakan salah satu eter yang memiliki ikatan mirip dengan air dan bersifat polar. Epoksida mengandung cincin eter beranggota tiga, dan lebih reaktif dari eter lain karena ukuran cincin yang lebih kecil (Fessenden, 1981).

Epoksidasi merupakan reaksi yang berlangsung pada alkena yang menyerang ikatan ganda karbon alkena atau trigiserida pada minyak sawit, lalu mengubahnya menjadi epoksida. Reaksi epoksidasi terjadi dalam dua tahap yaitu oksidasi asam menjadi asam peroksida oleh oksidator hydrogen peroksida, kemudian reaksi epoksidasi alkena oleh asam peroksida yang digambarkan pada gambar 2.3.



Gambar 2. 3 Mekanisme Reaksi Epoksidasi Ester (Dizi, 2007, hal 15)

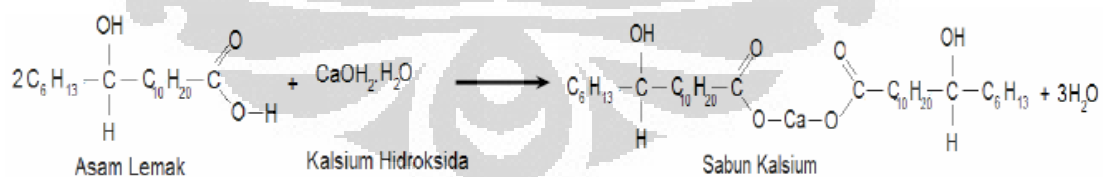
2.3 Thickener Kalsium

Konsistensi gemuk dipengaruhi oleh pembentukan jaringan gel *thickener* yang menyebar dan menyerap *base oil* (Brajendra,2006). *Thickener* gemuk yang paling sering digunakan adalah dari golongan sabun khususnya lithium dan kalsium. Kedua *thickener* ini digunakan mengingat rendahnya tingkat keracunan dan aplikasi yang luas untuk industry tanpa adanya efek berbahaya yang ditimbulkan selama beberapa dekade (High, 2003).

Gemuk kalsium memiliki kelebihan tidak membentuk emulsi dengan air sehingga ketahanan terhadap airnya tinggi. Kelemahan gemuk ini adalah memiliki batasan suhu yang lebih rendah dibanding gemuk lithium, berkisar hingga 100⁰C jika dibanding gemuk lithium (Gow, 2010). Dari kelemahan ini perlu dilakukan modifikasi untuk mendapatkan gemuk dengan batasan temperatur yang lebih tinggi dengan penambahan *complexing agent* yang akan dibahas pada sub bab selanjutnya.

Sabun konvensional terdiri dari kalsium dasar dan asam monokarboksilat maupun turunannya. Kalsium dasar yang digunakan adalah kalsium hidroksida, sedangkan asam lemak terbaik mempunyai panjang rantai carbon 18-22, dalam hal ini asam 12 hidroksi stearat yang memiliki panjang rantai karbon 18 (Waynick, 1990).

Reaksi pada gambar 2.4 adalah reaksi yang terjadi pada pembentukan sabun konvensional adalah :



Gambar 2. 4 Pembentukan sabun kalsium konvensional

Asam lemak pada struktur sabun mempunyai pengaruh signifikan terhadap sifat fisik dan kimia gemuk seperti *corrosion inhibitor*, *friction*, dan *wear resistance* (Sharma et al,2006). Dengan menggunakan *Transmission Electron Microscopy* (TEM), dapat dilihat pembentukan persebaran struktur jaringan gemuk yang rapat

dipengaruhi oleh panjang rantai asam lemak. Hasil foto TEM gambar 2.5 menunjukkan asam palmitic [$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{COOH}$] C=16, dan asam stearat [$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$] C=18, pada sabun litium menunjukkan struktur serabut sabun yang berbeda. Semakin panjang rantai asam lemak, maka akan menghasilkan gemuk dengan konsistensi yang lebih tinggi dan lebih keras. Hal ini disebabkan karena struktur sabun menjadi lebih panjang dan lebih rapat sehingga lebih mudah bereaksi dan lebih mudah untuk memerangkap *base oil* dan menjadikan matriks gemuk menjadi lebih stabil. Ketika struktur serabut putus menjadi bagian yang lebih kecil atau pendek, konsistensi gemuk akan menurun, sedangkan ketika struktur serabut gemuk menjadi lebih tipis dan panjang, konsistensi gemuk akan meningkat.

Konsistensi gemuk dinilai paling berpengaruh terhadap sifat gemuk yang lain. Hal ini disebabkan dasar utama pembentukan gemuk pelumas adalah sifatnya yang semi solid atau solid untuk pelumasan. Ketika gemuk berubah menjadi fasa yang lebih cair, maka sifat sifat gemuk akan menurun seperti kestabilan oksidasi, water wash out yang mempengaruhi pada kemampuan pelumasannya (Adhvaryu, et al, 2004).

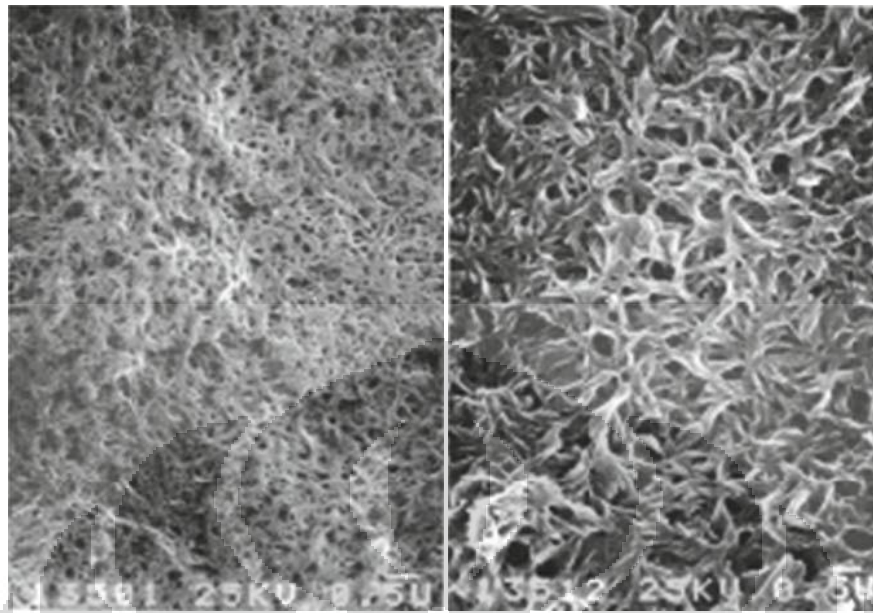


Gambar 2.5 (a) sabun Li Palmitate dan (b) sabun Li Stearat.

2.4 *Complexing agent* Gemuk Kalsium

Seperti yang telah dijelaskan sebelumnya, bahwa semakin panjang rantai asam lemak pada sabun akan meningkatkan konsistensi (kekerasan) gemuk yang berpengaruh pada sifat gemuk lainnya. Oleh sebab itu perlu dilakukan modifikasi struktur serabut sabun kalsium dengan jalan penambahan asam lemak yang lebih pendek dari asam lemak pada sabun konvensional. Asam lemak yang lebih pendek ini direaksikan kembali dengan logam alkali yang selanjutnya disebut *complexing agent*. Dengan kombinasi beberapa asam lemak tersebut maka struktur sabun menjadi lebih kompleks sehingga bisa menghasilkan gemuk dengan tingkat suhu operasi yang lebih tinggi (Gow, 2010).

Struktur sabun kompleks dapat dikaji dengan melihat *fiber structure* seperti pada sabun konvensional. Penambahan *complexing agent* pada sabun lithium juga mampu mengubah *fiber structure thickener* yang berimbas pada karakteristik gemuk. Semakin panjang dan rapat struktur serabut yang diperoleh, maka kemampuan untuk bereaksi dan pembentukan ulang dengan struktur serabut yang berdekatan menjadi lebih reaktif. Imbas dari hal tersebut adalah peningkatan nilai konsistensi dan *dropping point* yang didapat akan semakin tinggi karena perlu energi yang lebih besar untuk bisa menguraikan struktur serabut. Perubahan *fiber structure* seperti terlihat pada gambar 2.6 berikut.



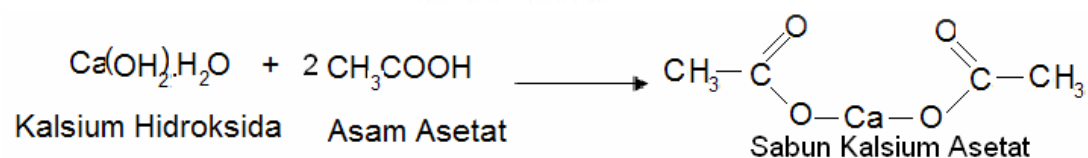
Gambar 2. 6 a. Sabun lithium

b. Sabun lithium kompleks

Asam dari golongan monokarboksilat, ester, amide, atau turunan asam karboksilat dapat digunakan sebagai *complexing agent*. Asam lemak pendek pada kalsium kompleks dapat memiliki panjang rantai karbon 2-12, dengan panjang yang lebih baik antara 2-10, dan panjang rantai karbon terbaik adalah 2-6 (Waynick, 1990). Salah satu dasar inilah kemudian digunakan asam asetat yang memiliki 2 atom karbon, serta asam azelat yang memiliki 9 atom karbon sebagai *complexing agent* sabun kalsium.

2.5.1 Asam Asetat

Gemuk kalsium kompleks umumnya menggunakan asam asetat sebagai *complexing agent* pada kalsium hidroksida dengan reaksi sesuai gambar 2.7.



Gambar 2. 7 Pembentukan sabun kalsium asetat

Gemuk kalsium kompleks yang dihasilkan memiliki keunggulan dalam *extreme pressure properties* dan *good friction* serta *wear performance* yang baik. Kekurangan dari gemuk jenis ini adalah efisiensi yang kurang baik, dimana gemuk ini membutuhkan sabun dengan konsentrasi yang tinggi. Efek lain yang ditimbulkan adalah *temperature performance* dan *drooping point* yang relatif lebih rendah dibanding gemuk sabun jenis lainnya, khususnya lithium kompleks dan aluminium kompleks (George E. Totten, 2003).

Tabel 2. 1 Beberapa Karakteristik Sabun Kompleks

Jenis Sabun	<i>Complexing agent</i>	<i>Dropp Point</i>	Suhu Operasi	<i>Water stability</i>
Kalsium kompleks	Asam Asetat	230 ⁰ C	140-150 ⁰ C	Memuaskan
Lithium kompleks	Asam Terephthalic	250 ⁰ C	150-160 ⁰ C	Tinggi
Aluminium kompleks	Asam benzoat	250 ⁰ C	150-160 ⁰ C	tinggi

Sumber : ischuck “telah diolah kembali” (2005)

Pada tahun 2009, di laboratorium DTK telah dilakukan penelitian mengenai gemuk kalsium kompleks dengan asam asetat sebagai *complexing agent*. Karakteristik gemuk yang didapat lebih baik dibanding dengan gemuk kalsium kompleks di atas dengan spesifikasi sebagai berikut.

Tabel 2. 2 Karakteristik sabun kalsium kompleks penelitian DTK 2009

Jenis Sabun	<i>Complexing agent</i>	Drop Point	Penetrasi	<i>Four ball test</i>
Kalsium kompleks	Asam Asetat	324 ⁰ C	272mm (semi solid)	0.4 mg

Sumber : Wulandari (2009)

2.4.2 Asam Azelat

Gemuk lithium paling banyak digunakan di dunia mulai dikembangkan di tahun 1942. Gemuk ini memiliki sifat yang lebih baik dibanding gemuk kalsium dan sodium hingga masih terus dikembangkan hingga saat ini. Pengembangan ini adalah menjadikan sabun kompleks sebagai thickener utamanya yang terbukti mampu meningkatkan kinerja gemuk lithium hingga berkali lipat seperti kenaikan dropping point yang menjadikan gemuk dapat bekerja pada suhu yang lebih tinggi.

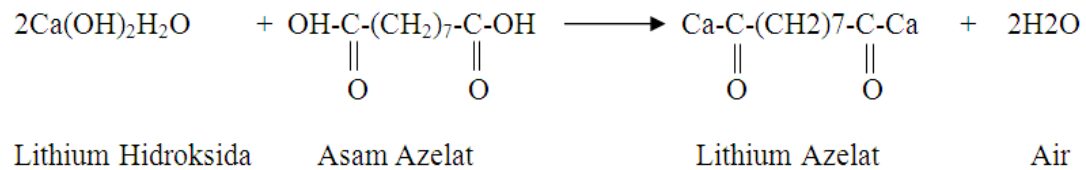
Peningkatan dropping point pada gemuk lithium kompleks terjadi karena ada senyawa tambahan yang disebut agent pengompleks. Penambahan pengompleks ini juga turut meningkatkan kestabilan, dan ketahanan air seperti yang ditunjukkan pada tabel berikut.

Tabel 2. 3 Perbandingan Gemuk Lithium dan Lithium Kompleks

<i>Properties</i>	<i>Lithium grease</i>	<i>Lithium Complexgrease</i>
<i>Dropping point</i>	195 °C	260 °C
<i>Stability</i>	<i>Good</i>	<i>Very good</i>
<i>Water resistance</i>	<i>Good</i>	<i>Very good</i>

Sumber: www.machinerylubrication.com

Sabun kalsium kompleks banyak menggunakan asam asetat sebagai *complexing agent*, sementara itu sabun lithium kompleks umumnya menggunakan asam adipat (C6), asam azelat (C9), dan asam sebasic (C10) sebagai *complexing agent* dengan penggunaan paling banyak pada asam azelat. Salah satu kelebihan utama penggunaan asam azelat adalah nilai *dropping point* > 300°C, lebih tinggi dibanding menggunakan pengompleks dengan rantai karbon yang lebih pendek. Hal inilah yang membuat gemuk lithium kompleks lebih digemari dibanding gemuk jenis lain dalam kurun dekade terakhir (Mortier, et.al., 2010). Mekanisme sabun kompleks terjadi sesuai dengan gambar 2.8 berikut.



Gambar 2. 8 Reaksi pembentukan pengompleks lithium

Lithium kompleks yang terdiri dari sabun kalsium hidroksi stearat dan *complexing agent* asam azelat mempunyai kinerja yang baik pada temperatur yang rendah dan kinerja suhu tinggi yang baik untuk *roller bearing*. Hal ini dibuktikan dengan pengujian perbandingan gemuk lithium kompleks masing masing menggunakan asam azelat dan asam sebasic sebagai agen pengompleks oleh Tuszynski dkk (2008). Pengujian dua gemuk tersebut menyimpulkan bahwa kedua jenis gemuk mempunyai karakteristik yang hampir sama, namun gemuk dengan asam azelat mempunyai keunggulan kerja yang lebih baik pada suhu rendah mendekati -40°C .

Keunggulan lain penggunaan asam azelat yang sama dengan asam asetat yaitu minimnya efek bahaya terhadap tubuh dan lingkungan. Pada pengujian mengenai uji toksitas (High,2003), dikemukakan bahwa gemuk lithium kompleks asam azelat tidak mengandung bahan berbahaya bagi tubuh. Menurut Barkley dan Stemmer(1984) pada pengujian gemuk yang dioleskan ke tubuh 50 tikus jantan dan 50 tikus betina, didapati hanya 3% tumor yang timbul pada tikus tersebut. Indikasi positif tumor minimal 4% dari sampel, yang artinya gemuk dengan asam azelat tidak bersifat karsinogenik bagi tubuh.

Pada tahun 2008 dan 2010, di Laboratorium DTK telah di hasilkan gemuk lithium kompleks dengan agent pengompleks asam boric dan asam azelat. Hasil terbaik pada penelitian tersebut di tampilkan pada table berikut.

Tabel 2. 4 Komposisi gemuk lithium kompleks

Tahun Penelitian	Jenis Sabun	<i>Complexing agent</i>	Drop Point	Penetrasi	<i>Four ball test</i>
2008	Lithium kompleks	Asam Boric	235 °C	175mm (hard)	2.12 mg
2010	Lithium kompleks	Asam Azelat	238 °C	250mm (semi solid)	0.9 mg

Dari dua hasil penelitian tersebut, terlihat bahwa penggunaan asam azelat meningkatkan kualitas gemuk litium kompleks dari nilai *dropping point*, penetrasi dan uji keausan (*four ball test*). Hal ini dikarenakan struktur gemuk menjadi lebih panjang dan berserat sehingga meningkatkan konsistensi gemuk lithium kompleks, dan dibutuhkan energy berlebih untuk bisa memutuskan ikatan dengan asam azelat sehingga *dropping pointnya* pun meningkat. Kemampuan gemuk dalam melapisi dan masuk ke dalam rongga rongga logam juga meningkatkan kinerja keausan gemuk seperti terlihat pada penurunan nilai aus gemuk hingga mencapai 0.9 mg.

Dari beberapa point di atas, dapat dijadikan sumber acuan pengembangan gemuk kalsium kompleks menggunakan asam azelat sebagai *complexing agent*. Pengembangan juga umumnya dilakukan berdasarkan *trial and error*, karena baru sebagian kecil saja dari sifat fisik dan sifat kimia gemuk yang baru diketahui hingga saat ini (Hamnelid, 2009).

2.5 Pembuatan Gemuk Bio Foodgrade Kalsium Kompleks

Seperti telah dijelaskan sebelumnya, gemuk diibaratkan seperti spons yang dapat menyerap air, dimana *thickener* adalah spons dan air adalah *base oil*. semakin baik karakteristik spons yang dihasilkan, maka kemampuannya dalam menyerap air juga semakin meningkat. Kemampuan memerangkap *base oil* inilah yang kemudian menjadi pertimbangan dalam pembuatan gemuk, dimana *thickener* yang dihasilkan diperoleh dari reaksi saponifikasi antara asam lemak dan logam sebagai basanya.

Dalam prosesnya, pembuatan gemuk dapat dilakukan dengan system *batch* -secara terpisah- atau *continous* -secara terus menerus-. Pertimbangan dalam pemilihan proses pembuatan gemuk adalah jumlah gemuk yang ingin dihasilkan, dimana gemuk yang akan dihasilkan pada penelitian ini memiliki berat 1 kg, sehingga system *batch* dipilih untuk lebih mengefisienkan kinerja pembuatan gemuk. Dalam reaksi ini, gemuk diproduksi dengan tahap tahap terpisah, dimana pada tahap-tahap tersebut gemuk diproses dalam alat yang berbeda.

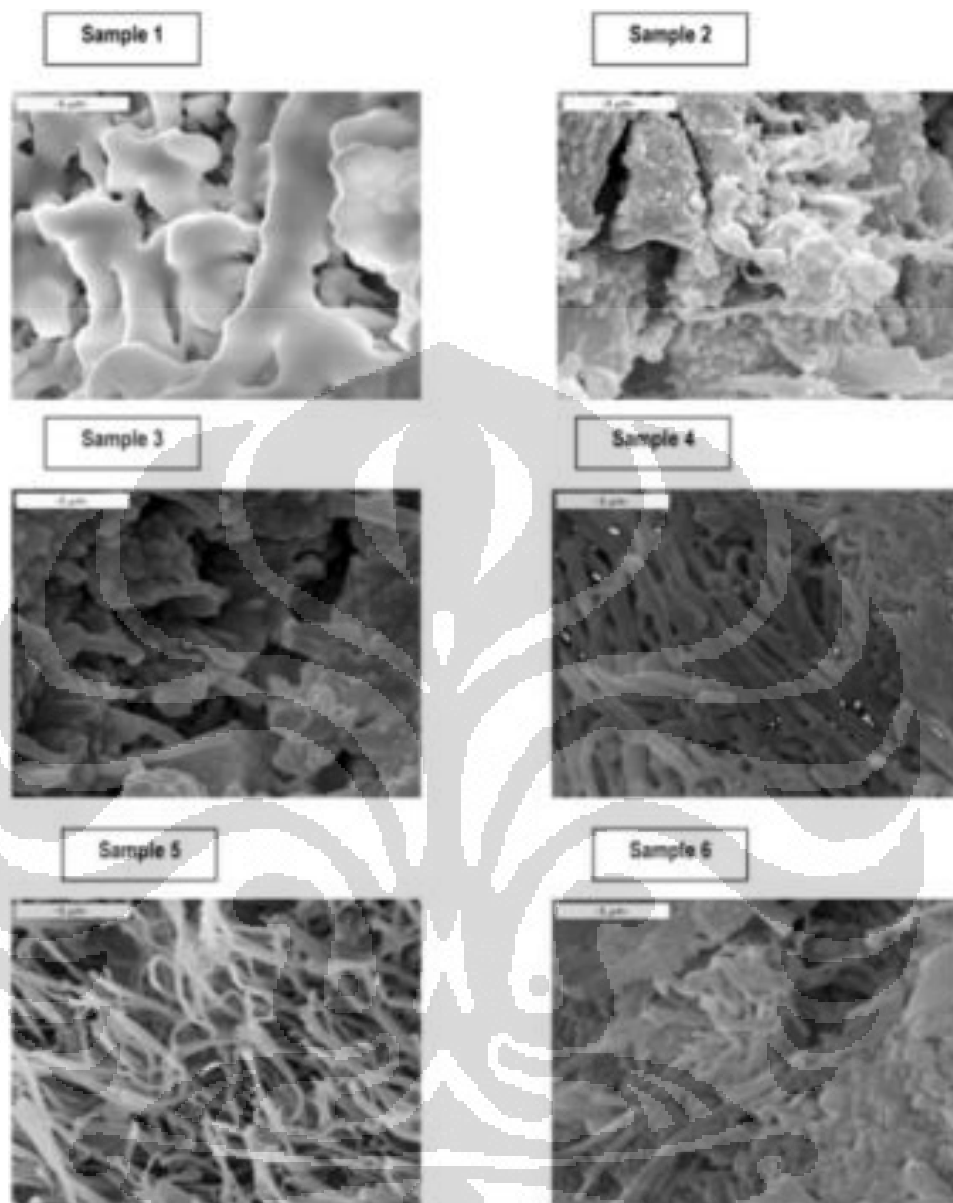
Dalam pengerjaannya, proses batch bisa dilakukan melalui dua cara yaitu reaksi in situ atau di dalam reaktor, dan reaksi eks situ atau di luar reaktor (terpisah). Reaksi in situ lebih banyak digunakan karena keefektif dan keefisiennan kinerja dalam pembuatan gemuk. Selain itu reaksi in situ lebih dapat menghasilkan produk yang homogen, karena reaksi penyabunan berlangsung dalam *base oil* sehingga mempermudah dalam pemerangkapan *base oil* serta memperkuat pemerangkapan minyak seiring dengan kenaikan suhu pada reaktor.

Pada penelitian sebelumnya di Laboratorium DTK, *dropping point* gemuk kalsium yang dibuat dalam reaktor terbuka oleh Marius;2007 hanya sebatas 109 °C. Sedangkan pada penelitian gemuk kalsium oleh Dizi pada reaktor tertutup menghasilkan *dropping point* 130°C. Melihat dari dua percobaan ini, gemuk yang akan dihasilkan nanti akan dilakukan pada reaktor tertutup yang bertekanan dengan harapan bisa meningkatkan kualitas gemuk yang dihasilkan seperti yang telah dilakukan sebelumnya.

Tahapan dalam pembuatan gemuk kalsium kompleks adalah preparasi *base oil*, reaksi saponifikasi *thickener* dalam *base oil*, serta homogenisasi gemuk kalsium kompleks. Dalam preparasi *base oil*, minyak sawit yang digunakan diubah menjadi senyawa epoksida menggunakan katalis asam format dan oksidator hydrogen peroksida. Epoksida yang dihasilkan disaring terlebih dahulu agar air yang terkandung tidak ikut tercampur dalam *base oil* yang akan digunakan dalam reaksi selanjutnya.

Dalam saponifikasi, minyak terlebih dahulu dipanaskan sebelum penambahan kalsium hidroksida, dan asam 12 hidroksi stearat hingga terbentuklah sabun kalsium konvensional. Reaksi selanjutnya adalah pembentukan pengompleks dengan penambahan asam azelat hingga dipanaskan pada suhu 150-160⁰C dan memperhatikan tekanan operasi. Setelah suhu tersebut tercapai selanjutnya gemuk mengalami tahap homogenisasi dengan pengaduk yang memiliki putaran lebih cepat sehingga hasilnya lebih halus dan homogen.

Selama proses pembuatannya, gemuk mengalami perubahan struktur dari tahap ke tahap sintesis. Perubahan stuktur tersebut menurut Delgado,2005, dijelaskan sesuai dengan gambar 2.5 berikut.



Gambar 2. 9 Perubahan struktur dalam sintesis lemak

Gambar 2.9 merupakan mekanisme perubahan struktur pada jaringan lemak. sampel 1 menunjukkan serabut ketika base oil dan komposisi sabun mengalami pemanasan awal (tahap preparasi). Sementara itu sampel 2-4 merupakan tahap dimana reaksi penyabunan berlangsung dalam reaksi in situ di dalam base oil. puncak reaksi terjadi ketika sabun terbentuk sempurna seperti pada sampel 5 dimana suhu

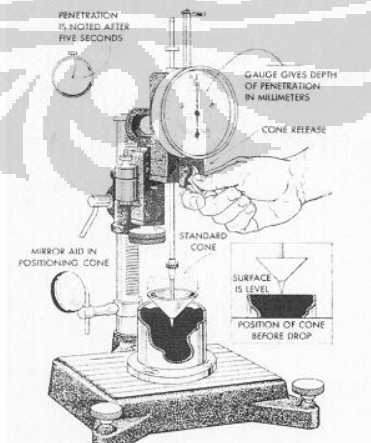
yang umum digunakan berkisar 160-200 °C. Jaringan seperti sampel 5 inilah yang merupakan jaringan terbaik untuk menghasilkan gemuk yang memiliki kualitas prima. Namun perlu diperhatikan, bahwa diperlukan adanya keseimbangan antara panjang dan ukuran serabut sehingga homogenisasi (pada saat pendinginan gemuk) diperlukan untuk memperoleh ukuran serat atau serabut yang seimbang seperti pada sampel 6. Dengan susunan seperti sampel 6, tidak perlu dikhawatirkan lagi ketika gemuk berubah seratnya hingga dapat mencapai kondisi optimum seperti gambar pada sampel 5 ketika gemuk mulai digunakan dalam proses pelumasan.

2.6 Uji Parameter Gemuk Kalsium Kompleks

Parameter gemuk diperlukan untuk menguji kelayakan gemuk dalam penggunaannya apakah akan menghasilkan kinerja yang baik atau tidak. Parameter tersebut dapat digunakan menggunakan beberapa uji dari ASTM (*American Standard ThermalMaterial*) seperti konsistensi, *dropping point* dan *four ball test*.

2.6.1 Konsistensi

Menurut **Landsdown, 1982**, konsistensi gemuk adalah tingkat kekerasan gemuk sebagai pelumas yang tidak dimiliki oleh pelumas cair. Tingkat kekerasan tersebut dapat dilihat dari sifatnya yang sangat lembut, lembut, semi solid, atau keras. Tingkat konsistensi atau kekerasan ini dapat dilihat dari bilangan penetrasi menggunakan penetrometer seperti pada ilustrasi gambar 2.10.



Gambar 2. 10 Ilustrasi uji penetrasi gemuk

(Sumber : Rush, 1997)

Bilangan penetrasi ini dihasilkan dari uji menggunakan penetrometer dimana semakin besar bilangan penetrasi yang dihasilkan, semakin kecil konsistensi gemuk atau semakin lembut. Hal ini bisa dilihat seperti pada table 2.5:

Tabel 2. 5 Klasifikasi Gemuk Menurut NLGI

Bilangan NLGI	Worked Penetration Pada 25 ⁰ C (0.1mm)	Konsistensi
000	445 – 475	Sangat lembut
00	400 – 430	Sangat lembut
0	355 – 385	Lembut
1	310 – 340	Creamy
2	265 – 295	Semi solid
3	220 – 250	Semi <i>hard</i>
4	175 – 205	<i>Hard</i>
5	130 – 160	<i>Very hard, sabun</i>
6	85 – 115	<i>Very hard, sabun</i>

Sumber : [NLGI] *National Lubricating Grease Institute*. 1984

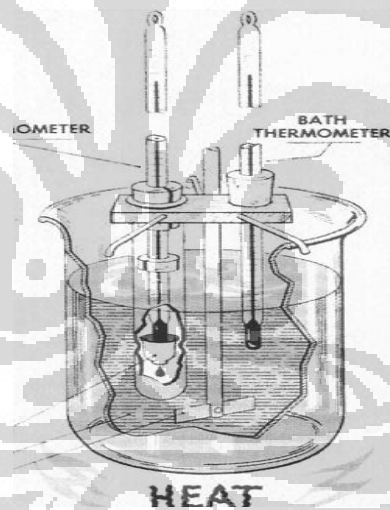
Sifat gemuk dapat mencair atau mengeras karena adanya beberapa faktor seperti gaya mekanik, efek kontaminasi, atau penguapan minyak. Perubahan konsistensi gemuk lebih banyak disebabkan karena kestabilan struktur matrik gemuk, yang disebabkan oleh pengaruh dari reaksi penyabunan dalam mememrangkap *base oil*. Dalam reaksi ini agregasi jarring jaring sabun saling menguatkan, membentuk sebuah jaringan yang lebih besar sehingga gemuk menjadi lebih keras dan kasar.

Uji kualitatif terkait konsistensi yang dapat dilihat langsung secara kasat mata adalah tekstur gemuk, apakah gemuk tersebut berserat atau tidak, berserat kuat atau rapuh yang dapat dilakukan secara sederhana menggunakan ibu jari dan telunjuk

dengan tekanan tertentu kemudian merentangkannya. Rentangan inilah yang kemudian dapat dinyatakan sebagai serat lemak.

2.6.2 *Dropping point*

Dropping point adalah titik dimana lemak mencair dari fasa semi solid menjadi cair pada suhu tertentu. Hal ini terjadi karena *fiber structure* lemak rusak oleh energy yang ditimbulkan oleh panas pada lemak. Ikatan matriks ini dipengaruhi oleh kestabilan oksidasi *base oil* dan jenis pengental yang digunakan. Ketika lemak mencapai titik ini, lemak akan kehilangan kemampuan optimalnya, sehingga tingginya *dropping point* dalam pembuatan lemak menjadi salah satu tujuan utama. Pengujiannya digambarkan pada gambar 2.11, menggunakan prinsip pemanasan lemak pada sebuah wadah penguji, hingga tetesan pertama yang keluar pada suhu tertentu terbaca pada termokople yang ada.

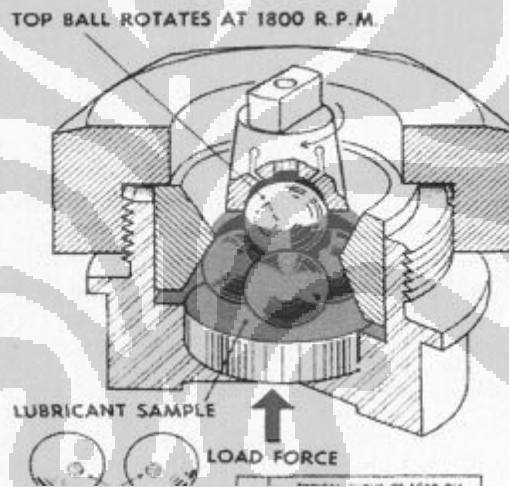


Gambar 2. 11 Ilustrasi uji *dropping point* lemak

(Sumber : Rush, 1997)

2.6.3 *Four ball Test*

Tingkat keausan keausan gemuk menggunakan uji *four ball test* yang berprinsip pada pengujian empat buah bola besi yang ditempa pada putaran dan beban tertentu. Sebuah bola diletakan di atas 3 bola lainnya yang terpasang statis dengan dilumasi oleh gemuk pelumas. Putaran dan beban yang diberikan dalam waktu tertentu padabola akan menyebabkan goresan yang mengurangi berat bola. Pengurangan berat beban inilah yang kemudian dijadikan kemampuan gemuk dalam mengurangi keausanlogam. Ilustrasi penempatan ke empat bola tersebut dapat dilihat pada gambar berikut.

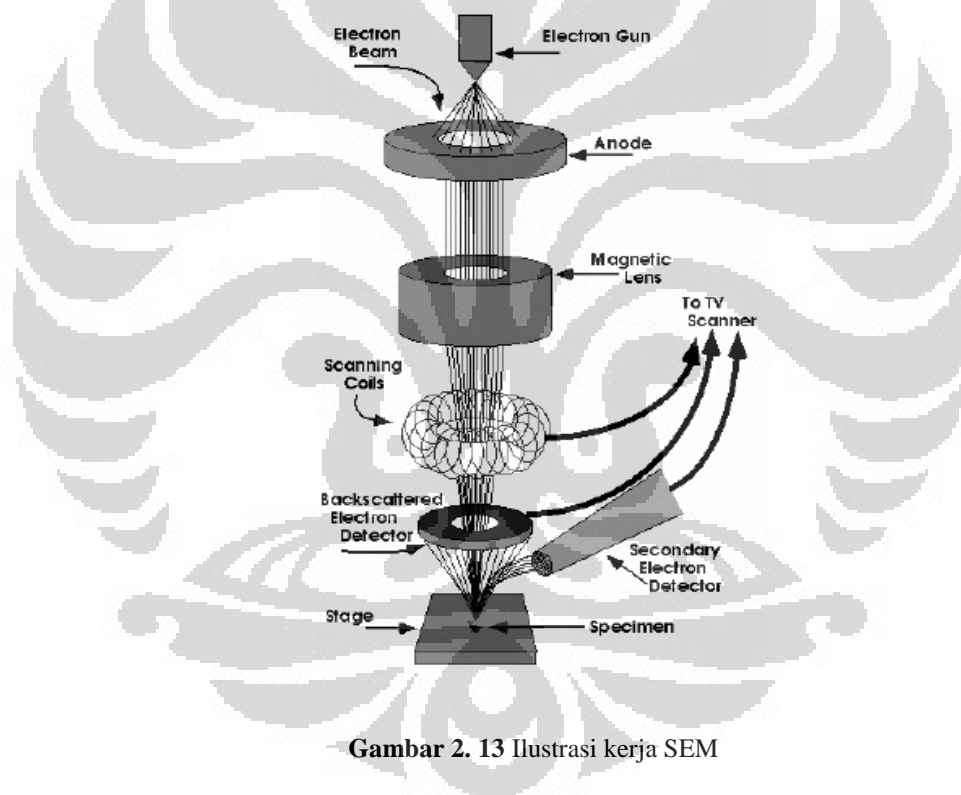


Gambar 2. 12 Ilustari *Four ball Test* gemuk

(Sumber : Rush, 1997)

2.6.4 SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

SEM mampu mengambil gambar hingga perbesaran puluhan ribu kali lipat hingga ukuran nano. Prinsip kerja SEM seperti mikroskop optic, namun SEM menggunakan electron sebagai sumber pencitraan dan medan electromagnetik sebagai lensanya (tidak seperti halnya kamera digital yang menggunakan cahaya sebagai sumbernya). SEM digunakan pada penelitian ini untuk mengetahui struktur mikro gemuk dari segi tekstur dan morfologi dimana morfologi yang diamati oleh SEM berupa bentuk, ukuran dan susunan partikel gemuk. ilustrasi kinerja SEM digambarkan seperti gambar 2.13 berikut

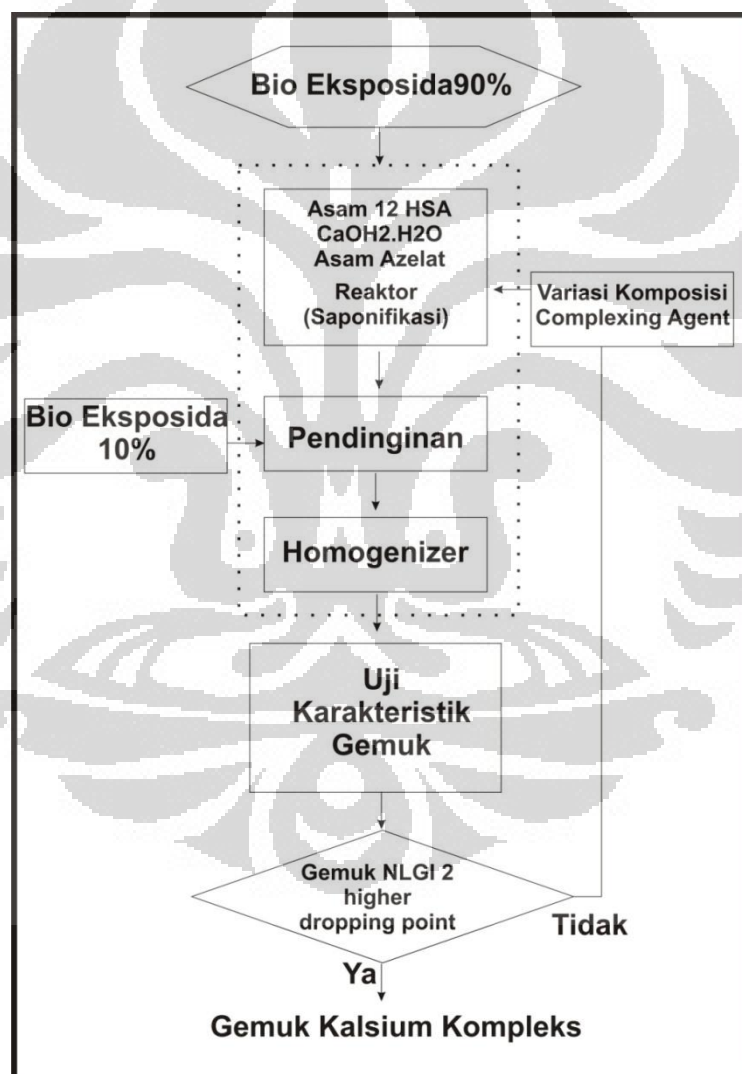


Gambar 2. 13 Ilustrasi kerja SEM

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian Gemuk Ca-Azelat

Diagram alir penelitian ini dimulai dengan pembuatan gemuk kalsium kompleks yang dilanjutkan dengan uji karakteristik gemuk dimana alur penelitian selengkapnya tertera pada diagram berikut :



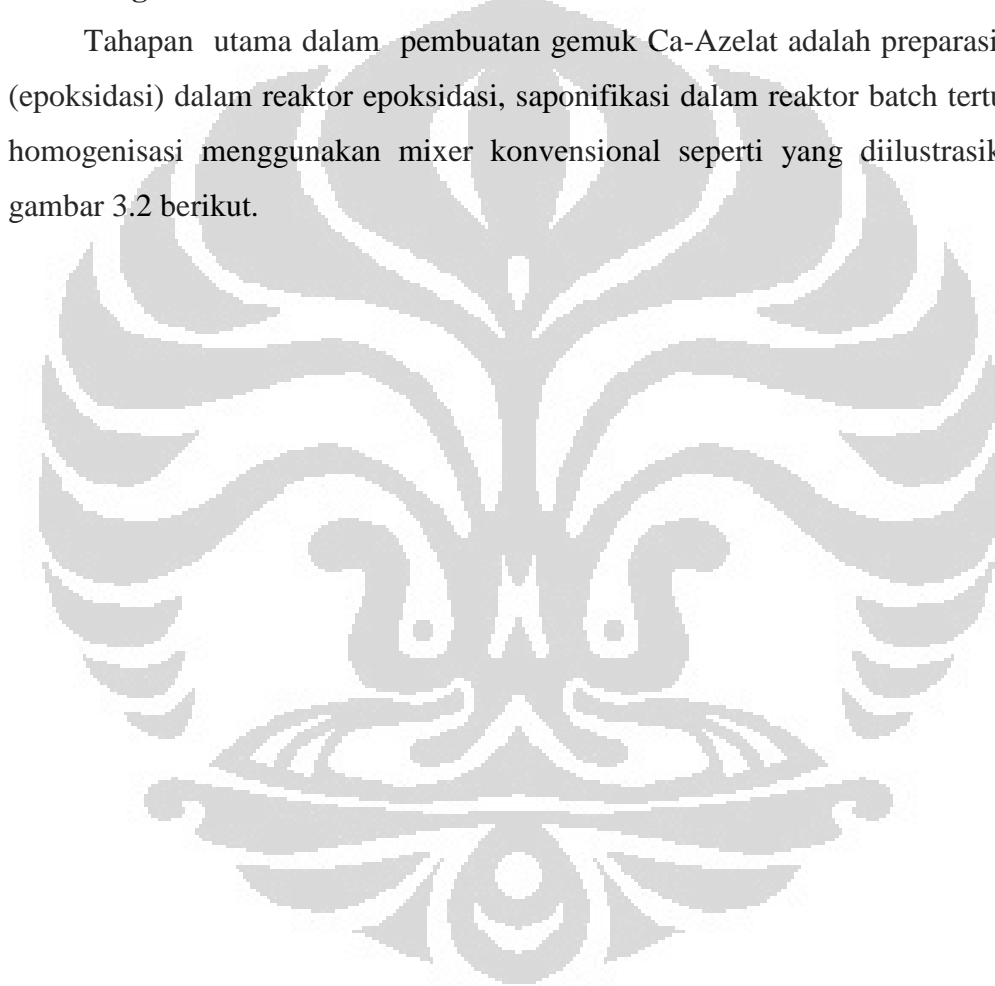
Gambar 3. 1 Diagram alir penelitian gemuk kalsium kompleks

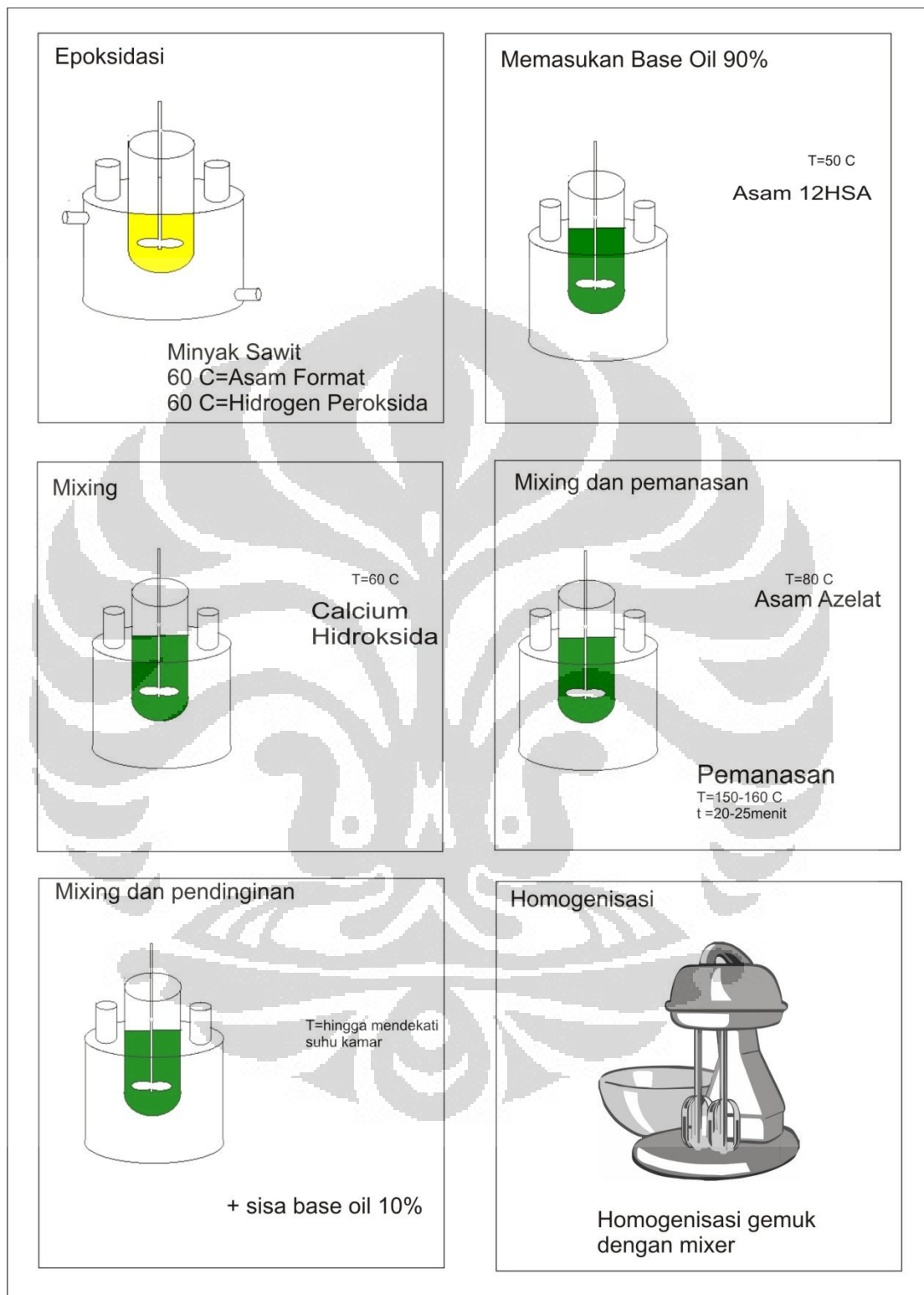
3.2 Sintesis Gemuk Ca-Azelat

Dalam pembuatan gemuk , perlu dipersiapkan bahan yang akan digunakan berdasarkan komposisi yang telah dihitung, persiapan dan pengecekan alat agar tidak menghasilkan gemuk yang tidak sesuai harapan.

3.2.1 Diagram Alir Sintesis Gemuk Ca-Azelat

Tahapan utama dalam pembuatan gemuk Ca-Azelat adalah preparasi *base oil* (epoksidasi) dalam reaktor epoksidasi, saponifikasi dalam reaktor batch tertutup, dan homogenisasi menggunakan mixer konvensional seperti yang diilustrasikan pada gambar 3.2 berikut.





Gambar 3. 2 Sintesis lemak kalsium kompleks

3.2.2 Prosedur Pembuatan Gemuk Ca-Azelat

Prosedur dalam pembuatan gemuk kalsium kompleks menggunakan *complexing agent* asam azelat dapat di jabarkan seperti tahap tahap di bawah ini :

- **Preparasi *Base oil***

1. Memasukan 10 liter minyak sawit ke dalam reaktor kemudian memanaskan hingga 60°C .
2. Memasukan asam formiat 400 ml secara perlahan, kemudian mereaksikan 1500ml hidrogen peroksida perlahan dengan tetap mengaduk dan pemanasan pada suhu $60-70^{\circ}\text{C}$ dan mengalirkan air ke dalam jaket air selama 1 jam.
3. Setelah 1 jam, pindahkan minyak melalui valve di bawah reaktor ke dalam wadah, kemudian mendinginkan sesaat sebelum dilakukan penyaringan air dan epoksida.
4. Campurkan hasil tersebut menggunakan air dengan perbandingan volume 1:1 kemudian mengaduknya. Diamkan sesaat kemudian terbentuklah air dan epoksidasi minyak. Buang air menggunakan selang.
5. Lakukan langkah 4 hingga 3 kali agar air yang terkandung dalam epoksidasi benar benar hilang.

- **Saponifikasi**

6. 90 % *base oil* dimasukan ke dalam reaktor *batch* tertutup, kemudian menambahkan asam 12-hidroksi stearat sesuai komposisi ketika suhu mencapai 50°C .
7. Reaktor ditutup, kemudian dilakukan pengadukan dan pemanasan bahan hingga suhu 60°C , dan menambahkan $\text{Ca}(\text{OH})_2\text{H}_2\text{O}$ secara perlahan.
8. Menaikan suhu hingga 80°C dan menambahkan asam azelat.
9. Pengadukan secara terus menerus hingga mencapai suhu $150^{\circ}\text{C} -160^{\circ}\text{C}$ selama 20-25 menit.
10. Setelah suhu tersebut tercapai, pemanas dimatikan hingga suhu turun sambil terus dilakukan pengadukan dengan penambahan sisa *base oil*.

- **Homogenisasi**

11. Setelah suhu lemak turun menjadi suhu kamar, lemak siap untuk di homogenisasi menggunakan *mixer* konvensional.

3.2.3 Alat dan Bahan Pembuatan Lemak Ca-Azetat

Beberapa alat dan bahan yang akan digunakan dalam penelitian ini antara lain :

- **Peralatan**

1. Reaktor Batch Tertutup (Epoksidasi)

Reaktor penghasil epoksidasi dari minyak sawit mampu menampung lebih dari 10 liter minyak sawit. dilengkapi dengan *pressure gauge* serta termokople dan pada bagian bawah terdapat valve untuk mengalirkan hasil epoksidasi ke wadah untuk penyaringan air dan epoksidasi.



Gambar 3. 3 Reaktor Epoksidasi Minyak sawit

2. Reaktor *Batch* tertutup (saponifikasi)

Fungsi utama reaktor adalah tempat terjadinya reaksi saponifikasi dan pendispersian sabun dalam *base oil*. Reaktor dilengkapi dengan lubang untuk memasukan bahan serta *pressure gauge* untuk mengetahui tekanan dalam *autoclave* selama proses pemanasannya. pemanas yang digunakan adalah silicon cair yang diaduk agar pemanasan ke reaktor lebih merata. Kapasitas reaktor ini adalah 1 kg dengan material terbuat dari *stainless stell* agar tidak mudah terkorosi oleh asam yang digunakan.



Gambar 3. 4 Reaktor Batch tertutup

3. *Mixer*

Mixer digunakan untuk membuat lemak menjadi homogen dan memperhalus ukuran lemak.



Gambar 3. 5 Mixer konvensional

- **Bahan**

Bahan yang digunakan dalam penelitian antara lain:

1. *Base oil*, dalam hal ini RBDPO (*Refined Bleached Deodorized Palm Oil*).
2. Asam format dan hydrogen peroksida.
3. Kalsium hidroksida.
4. Asam azelat sebagai *complexing agent*.

3.3 Design Penelitian Gemuk Ca-Azelat

Dalam merancang penelitian, hal yang perlu dilakukan adalah menentukan variable penelitian, menentukan komposisi bahan, dan menentukan jenis data yang akan diambil.

3.3.1 Variable Gemuk Ca-Azelat

Tiga jenis variable dalam penelitian gemuk kalsium kompleks diantaranya :

Variable Kontrol

1. Waktu pengadukan selama 10 menit.
2. Waktu pendinginan selama 10 menit.
3. Suhu pemanasan mixing hingga 160°C.
4. Homogenisasi dilakukan hingga suhu kamar.

Variable Bebas

1. Komposisi *complexing agent*

Variable Terikat

1. Tampilan fisik gemuk (warna dan tekstur)
2. Bilangan penetrasi dan konsistensi gemuk
3. *Dropping point*
4. Ketahanan aus

3.3.2 Penentuan Komposisi Bahan Gemuk Ca-Azelat

Sebelum melangkah lebih lanjut untuk sintesis gemuk, hal pertama yang perlu dilakukan adalah menentukan komposisi gemuk, dimana akan ditentukan seberapa banyak *base oil* (epoksidasi minyak sawit), *thickener*, serta pengompleks yang digunakan.

- **Komposisi Epoksida**

Perhitungan komposisi epoksidasi yang digunakan sesuai dengan percobaan yang telah dilakukan sebelumnya di lab DTK. Komposisi tersebut telah terbukti memiliki keunggulan epoksidasi dari sejumlah variasi yang telah dilakukan, dan komposisi ini juga digunakan pada percobaan pembuatan gemuk di tahun tahun berikutnya. Komposisi tersebut berbasis pada 10 liter minyak sawit yang digunakan dengan kebutuhan terinci sebagai berikut.

- Minyak sawit 10liter
- Asam format 400ml
- Hidrogen peroksida 1500ml

- **Komposisi Gemuk Ca-Azelat**

Thickener terdiri dari sabun kalsium-12 hidroksi sterat dari penyabunan kalsium hidroksida dan asam 12-HSA serta agent pengompleks sabun kalsium asetat yang berasal dari penyabunan kalsium hidroksida dan asam azelat dimana azelat inilah yang kemudian akan divariasikan jumlahnya.

Berdasarkan penelitian-penelitian yang telah dibahas dalam tinjauan pustaka (Marius, 2007; Morway, 1963 dan Dreher, 1965), komposisi gemuk yang baik adalah 15% *thickener*, dengan variasi agent pengompleks asam azelat dimana variasinya berdasarkan penambahan jumlah mol asam azelat dari 0,1 hingga 0,4. Rincian lebih lanjut komposisi tersebut, tertera dalam table berikut.

Tabel 3. 1 Komposisi Gemuk kalsium kompleks yang akan dihasilkan

Formulasi Gemuk (gram)	mol Asam Azelat dan mol Kalsium Hidroksida				
	0	0,1	0,2	0,3	0,4
<i>Base oil</i> (gram)	850	850	850	850	850
Ca(OH) ₂ .H ₂ O (gram)	22,70	32,36	40,22	51,68	61,34
Asam 12 HAS (gram)	141	141	141	141	141
Asam Azelat (gram)	0	18,8	37,6	56,4	75,2

3.3.3 Tabel pengamatan data Gemuk Ca-Azelat

Membuat table pengamatan data sebagai setelah mengetahui variable dan komposisi bahan seperti contoh di bawah ini:

Tabel 3. 2 Data yang akan diambil

No	<i>Thickener</i>	Mol <i>complexing agent</i>	Sifat Fisik Gemuk	Uji penetrasi	<i>Dropping point</i>	Uji <i>Four ball test</i>
1	15 %	-				
2	15 %	0,1				
3	15 %	0,2				
4	15 %	0,3				
5	15%	0,4				

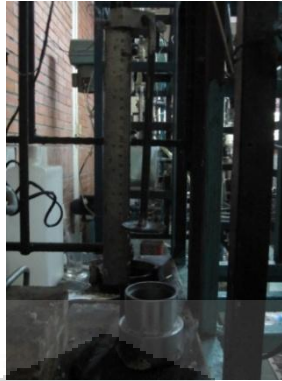
3.6 Uji Karakteristik Gemuk Ca-Azelat

Uji karakteristik yang akan dilakukan pada penelitian ini diantaranya uji penetrasi, uji *dropping point*, dan uji *four ball test*.

3.6.1 Penetration (ASTM-D-217) Gemuk Ca-Azelat

Pengujian ini menggunakan penetrometer yang bertujuan untuk mengetahui bilangan penetrasi yang menunjukkan konsistensi gemuk. Pengujian ini khususnya akan menguji penetration work gemuk kalsium kompleks dengan langkah langkah berikut :

1. Wadah penguji, cup, dibersihkan terlebih dahulu
2. Gemuk diaduk terlebih dahulu
3. Gemuk diletakkan ke dalam *cup*
4. Ujung kerucut dari penetrometer dibiarkan menyentuh dan jatuh ke permukaan gemuk, lalu dibiarkan berpenetrasi ke dalam gemuk selama 5 detik.
5. Kedalaman kerucut ke dalam gemuk menunjukkan bilangan penetrasi yang menunjukkan konsistensi gemuk.



Gambar 3. 6 Alat uji penetrasi

3.6.2 *Dropping point* (ASTM D-566) Gemuk Ca-Azelat

Pengujian ini bertujuan untuk mengetahui temperatur kritis di mana struktur gel Gemuk berubah fasa menjadi *liquid*. Peralatan yang digunakan terdiri atas termometer, *heated oil bath*, dan *cup* penguji. Prosedur pengujian *dropping point* yang dilakukan pada penelitian ini yaitu :

1. Cup pengujian dibersihkan.
2. Gemuk dimasukkan ke dalam *cup*, lalu dipadatkan ke dinding *cup* dengan menggunakan batangan pematat.
3. Termometer dimasukkan ke dalam *cup* tanpa menyentuh gemuk yang akan diuji.
4. Perangkat tersebut dimasukan ke dalam *heated oil bath* yang di dalamnya juga terpasang thermometer.
5. Setelah semua peralatan terpasang, *batch* dipanaskan hingga temperaturnya naik secara perlahan-lahan hingga terjadi tetesan emuk.
6. Dilakukan pengambilan nilai temperatur yang ditunjukkan kedua termometer ketika terjadi tetesan pertama. Kemudian kedua nilai temperatur tersebut dirata ratakan.

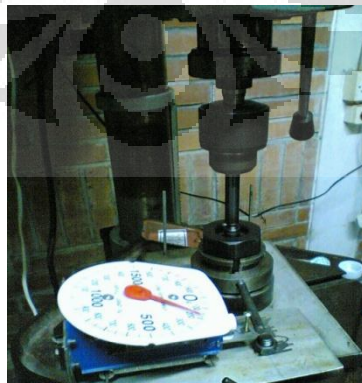


Gambar 3. 6 Alat Uji *Dropping point*

3.6.3 *Four ball test* (ASTM D-4172) Gemuk Ca-Azelat

Percobaan ini bertujuan untuk mengetahui performa gemuk dalam hal ketahanan aus. Prosedur pengujian yang dilakukan yaitu sebagai berikut :

1. Membersihkan mesin *four ball test* beserta bola yang digunakan dengan toluena, lalu dikeringkan.
2. Menimbang berat bola.
3. Meletakkan bola pada alat penguji. 3 bola diletakkan dibawah dan dipasang statis, sedangkan 1 bola diletakkan di atas ketiga bola lain dan dipasang pada bagian yang berputar.
4. Memasukkan Gemuk pada tempat yang tersedia hingga bola terendam.
5. Memasang beban dan bola diputar pada 1150 rpm.
6. Setelah 1 jam, berat bola ditimbang.
7. Mengulangi percobaan pada bebera nilai rpm dengan periode waktu istirahat selama 5 menit sebelum melakukan percobaan lagi.



Gambar 3. 7 Alat Uji *Four ball*

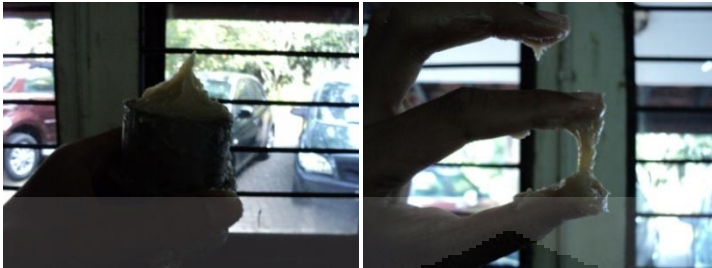
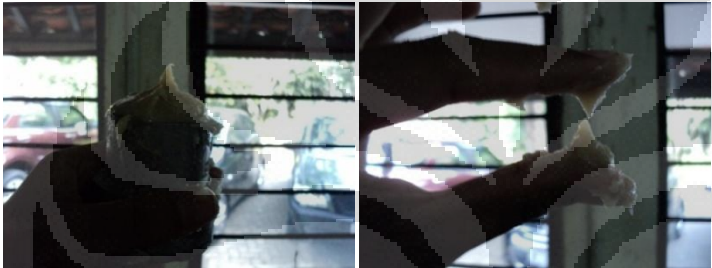
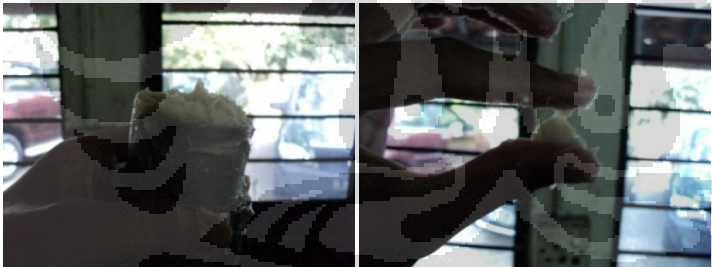
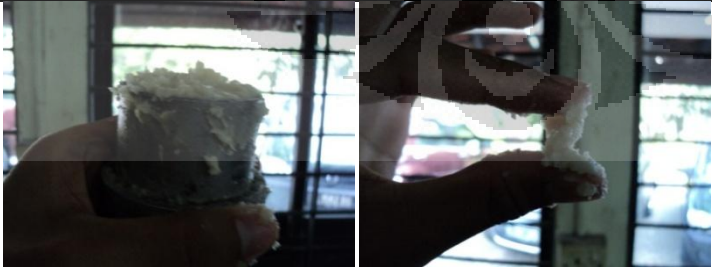
BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Gemuk yang dihasilkan dari penelitian ini adalah gemuk bio kalsium kompleks dengan asam azelat sebagai *complexing agent* nya. Gemuk dihasilkan dengan memvariasikan jumlah mol *complexing agent* kemudian diamati dan diuji untuk mengetahui pengaruh penambahan mol *complexing agent* terhadap tampilan fisik gemuk, uji penetrasi, *dropping point*, dan *four ball test*. Gemuk yang dihasilkan pada penelitian ini, akan dibandingkan hasilnya dengan gemuk kalsium kompleks Maria Wulandari, 2009 dengan agent pengompleks Ca-Asetat dilihat dari perbandingan penambahan berat asam azelat versus asam asetat. Perbandingan ini dilakukan mengingat kesamaan gemuk sama sama menggunakan kalsium hidroksida sebagai logam alkali untuk saponifikasi.

4.1 Pengaruh Jumlah Agen Pengkompleks Terhadap Tampilan Fisik Gemuk Ca-Azelat

Tampilan fisik gemuk adalah parameter pertama yang di amati pada gemuk yang dihasilkan pada penelitian kali ini. Hal paling utama yang diamati adalah tekstur gemuk tersebut, apakah gemuk tersebut, lembut, semi solid, atau keras. Berikut ini merupakan tekstur gemuk yang dihasilkan dari variasi *complexing agent* yang telah dilakukan.

Gambar	Keterangan
 <p data-bbox="467 609 870 638">Gambar4.1a gemuk Ca Konvensional</p>	<ul style="list-style-type: none"> • Gemuk kalsium konvensional • Tanpa agent pengompleks • Warna putih kehijauan • Tekstur lembut
 <p data-bbox="448 1003 886 1033">Gambar4.1b b Gemuk Ca-Azelat 0.1 mol</p>	<ul style="list-style-type: none"> • Gemuk kalsium kompleks 0.1 mol asam azelat • Warna putih kehijauan • Tekstur lembut
 <p data-bbox="457 1373 876 1402">Gambar4.1c Gemuk Ca-Azelat 0.2 mol</p>	<ul style="list-style-type: none"> • Gemuk kalsium kompleks 0.2 mol asam azelat • Warna putih terang • Tekstur semi solid
 <p data-bbox="457 1701 876 1730">Gambar4.1d Gemuk Ca-Azelat 0.3 mol</p>	<ul style="list-style-type: none"> • Gemuk kalsium kompleks 0.3 mol asam azelat • Warna putih terang • Tekstur keras berpasir



Gambar 4. 1 Uji tampilan fisik gemuk

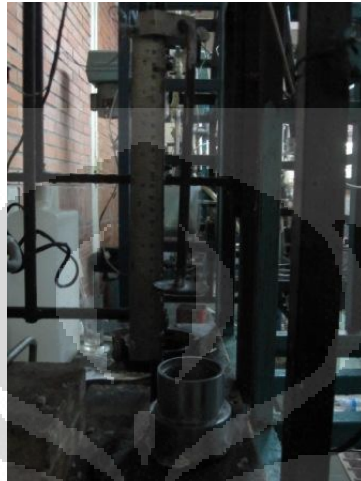
Dari gambar 4.1 , pengamatan kualitatif yang dapat dilihat dari pengaruh penambahan asam azelat adalah perubahan warna dan tekstur gemuk yang cukup dilihat dengan mata telanjang. Dilihat dari warna, penambahan asam azelat membuat gemuk semakin berwarna putih terang.

Menurut Math,2008, uji tekstur gemuk dapat dilakukan dengan cara sederhana menggunakan ibu jari dan telunjuk, dimana gemuk ditempelkan dengan tekanan tertentu diantara keduanya kemudian secara perlahan dipisahkan hingga gemuk terentang seperti pada gambar. Rentangan ini kemudian dinamakan serat gemuk, dimana gemuk yang berserat lebih panjang lebih disukai karena kemampuan pelumasan dan menjangkau sela sela logam lebih baik dibanding yang tidak berserat.

Penambahan asam azelat membuat serat gemuk semakin pendek bahkan pada penambahan 0,3-0,4 mol asam azelat, terbentuk gemuk yang keras, cenderung berpasir dan tidak berserat. Hal ini dipengaruhi oleh mekanisme pemerangkapan *base oil* dalam gemuk melalui skema seperti pada spons. Pemerangkapan tersebut terjadi karena interaksi *thickener* dan *base oil*, efek kapiler, serta interaksi sabun Ca-Hidroksi stearat. Semakin banyak pengompleks yang ditambahkan, semakin keras gemuk yang dihasilkan dan makin tidak stabil susunan struktur gemuk sehingga tidak bisa memerangkap *base oil* secara sempurna.

Pada penelitian ini dikembangkan sebuah alat untuk melakukan uji tarik gemuk, karena penggunaan telunjuk dan ibu jari dinilai tidak sama jumlah gemuk yang diuji untuk setiap tarikan sampel. Dengan adanya alat ini, diharapkan jumlah dan luas

permukaan sampel yang ditarik akan sama untuk setiap percobaannya, dan gaya yang digunakan dapat diukur dari perbandingan waktu selama penarikan alat berlangsung. Alat yang dikembangkan seperti tertera pada gambar 4.2 berikut.



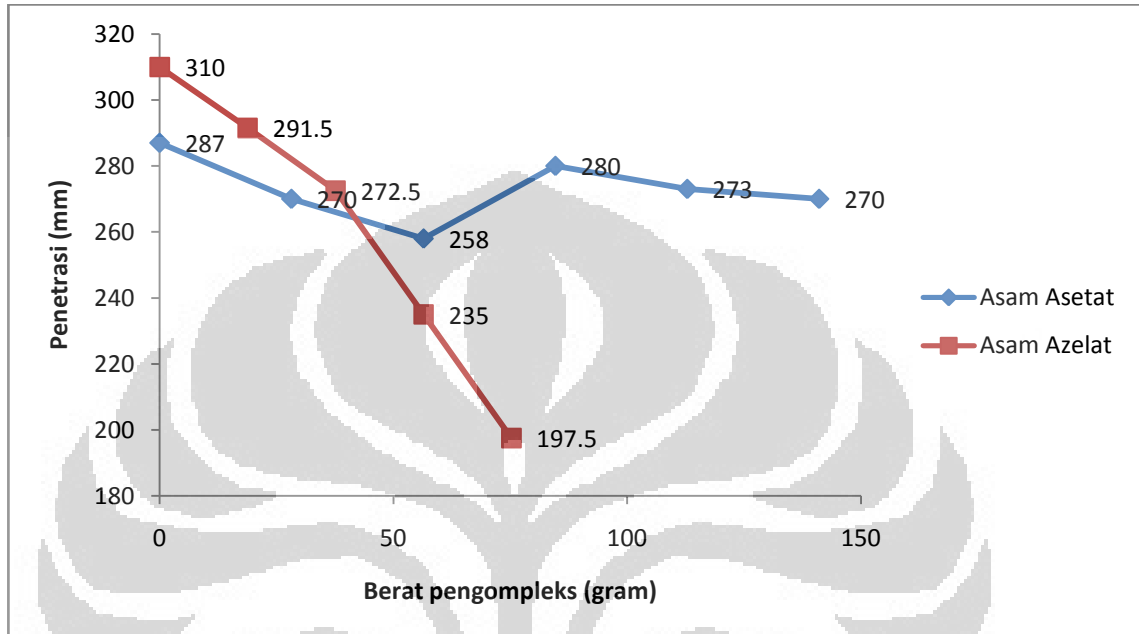
Gambar 4. 2 Alat uji tarik serat gemuk

Penggunaan alat dinilai kurang efektif karena besarnya ukuran vessel penampung dan permukaan penarik gemuk sehingga serat tidak mengalami penarikan sebaik penarikan menggunakan ibu jari dan telunjuk yang memiliki luas permukaan relative kecil. Saran yang diberikan untuk penelitian ke depan adalah memperkecil ukuran alat sehingga serat lebih mudah tertarik sesuai ukuran permukaan alat yang relative kecil.

4.2 Pengaruh Jumlah Agent Pengompleks Terhadap Uji Penetrasi Gemuk Ca-Azelat

Parameter uji penetrasi dilambangkan dengan bilangan penetrasi yang berbanding terbalik dengan bilangan konsistensi (*NLGI Grade*). Sebelum melakukan uji penetrasi terlebih dulu dilakukan kalibrasi alat uji menggunakan dua gemuk komersil, yang kemudian dibuat kurva kalibrasi (lampiran) untuk digunakan pada pengujian selanjutnya.

Konsistensi yang didapat dari penelitian kali ini dibandingkan dengan penelitian yang dilakukan oleh Maria Wulandari; 2009 di Laboratorium DTK FTUI terangkum dalam gambar 4.3.



Gambar 4.3 Grafik berat pengompleks vs Bilangan Penetrasi

Dari grafik tersebut, diketahui bahwa penambahan sabun pengompleks, kalsium azelat, semakin menurunkan nilai penetrasi gemuk kalsium kompleks yang didapat. Penurunan penetrasi tersebut berarti semakin meningkatkan konsistensi gemuk kalsium azelat yang didapat. Konsistensi semakin meningkat seiring dengan penambahan molekul *thickener* dan pengompleks, terutama untuk molekul yang berukuran kecil. Hal ini dikarenakan semakin kecil molekul, makin luas permukaan molekul tersebut dan semakin tinggi pula reaksi yang mendorong terjadinya agregasi. Di sisi lain, dengan semakin bertambahnya molekul *thickener* gemuk akan mengalami pengerasan struktur (Czarny,1995)

Gemuk kalsium azelat yang didapat, mengalami peningkatan konsistensi atau penurunan bilangan penetrasi sesuai dengan teori pendukung tersebut. Peningkatan tersebut relatif besar dengan penambahan sedikit saja pengompleks karena agent pengompleks yang digunakan adalah Ca-Azelat yang berukuran relatif besar dan

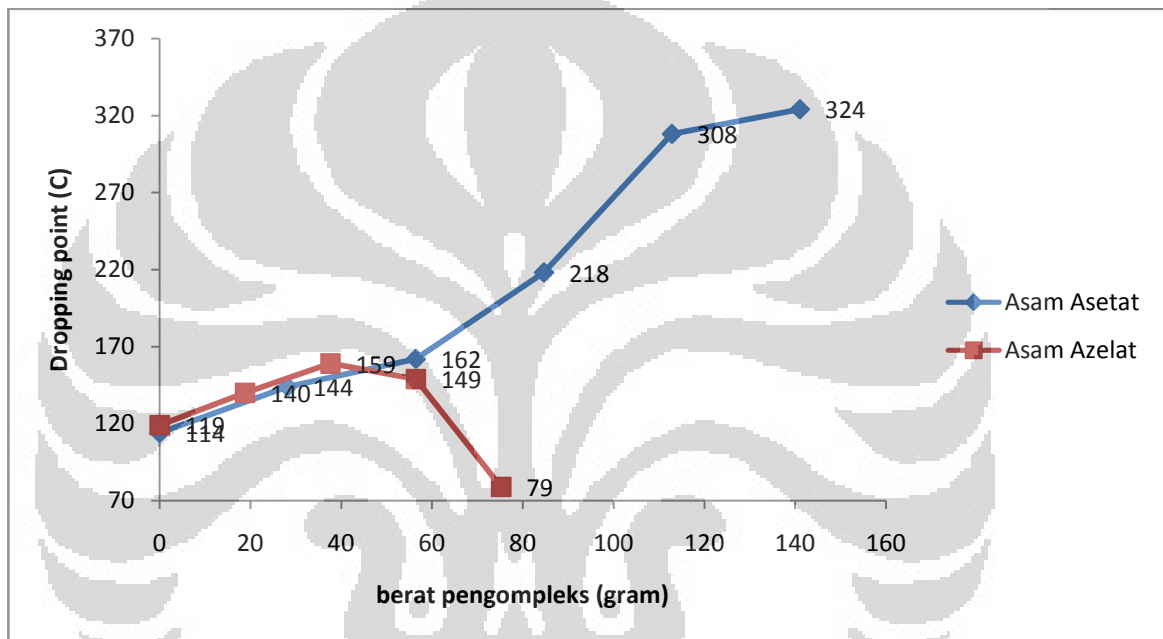
memiliki luas permukaan yang kecil, sehingga cepat meningkatkan kekerasan gemuk yang didapat. Jika dibandingkan, asam asetat memiliki luas permukaan yang lebih kecil (dilihat dari berat molekul) sehingga reaksi dari luas permukaan yang kecil lebih baik dibandingkan luas permukaan yang besar.

Hal yang perlu menjadi catatan adalah adanya perbedaan gemuk yang dihasilkan tanpa pengompleks pada percobaan kali ini, dengan gemuk yang dihasilkan oleh Wulan,2009. Perbedaan terdapat pada penetrasi gemuk Ca-Azelat 310mm dan gemuk Ca-Asetat adalah 287mm. Hal ini terjadi karena tekanan operasi pada pembuatan gemuk fluktuatif yang cenderung susah dikontrol. Adanya perbedaan tekanan operasi akan menyebabkan gemuk memiliki konsistensi yang meningkat (mengeras) karena meningkatnya gaya tarik antar molekul sabun yang dihasilkan oleh ikatan hydrogen yang terjadi pada gugus hidroksil pada reaksi sabun Ca-Hidroksi stearat (Wulan,2009).

Tekanan membuat gaya tarik molekul membesar karena jarak atom O dan H yang semakin dekat sehingga matriks gemuk semakin kuat dan meningkatkan kekerasan gemuk karena tegangan permukaan juga meningkat. Matriks yang kuat ini memerangkap *base oil* lebih kuat karena gaya tarik molekul yang besar, yang digambarkan sebagai mekanisme saling mengunci pada jarring jarring matriks gemuk oleh Landsdown (1982).

4.3 Uji *Dropping point* Gemuk Ca-Azelat

Pada uji ini akan dilihat pengaruh rasio mol pengompleks terhadap *dropping point* gemuk yang dihasilkan. Pada kondisi *dropping point*, gemuk akan mulai menjadi cair karena struktur gemuk yang mulai tercerai berai. Gambar 4.4 adalah grafik perbandingan gemuk Ca-Azelat dan Ca-Asetat berdasarkan *dropping point* yang didapat.



Gambar 4. 4 Grafik berat pengompleks vs *Dropping point*

Gemuk kalsium konvensional (tanpa pengompleks) yang didapat memiliki *dropping point* 114⁰C dan 119⁰C. Seiring dengan penambahan pengompleks, maka *dropping point* akan meningkat. Peningkatan ini ada karena adanya reaksi antara sabun konvensional dan pengompleks yang ditambahkan, sehingga matriks ikatan pada gemuk kalsium kompleks menjadi lebih kuat untuk memerangkap *base oil*, dan akan dibutuhkan energy yang lebih untuk memutuskan matriks ini.

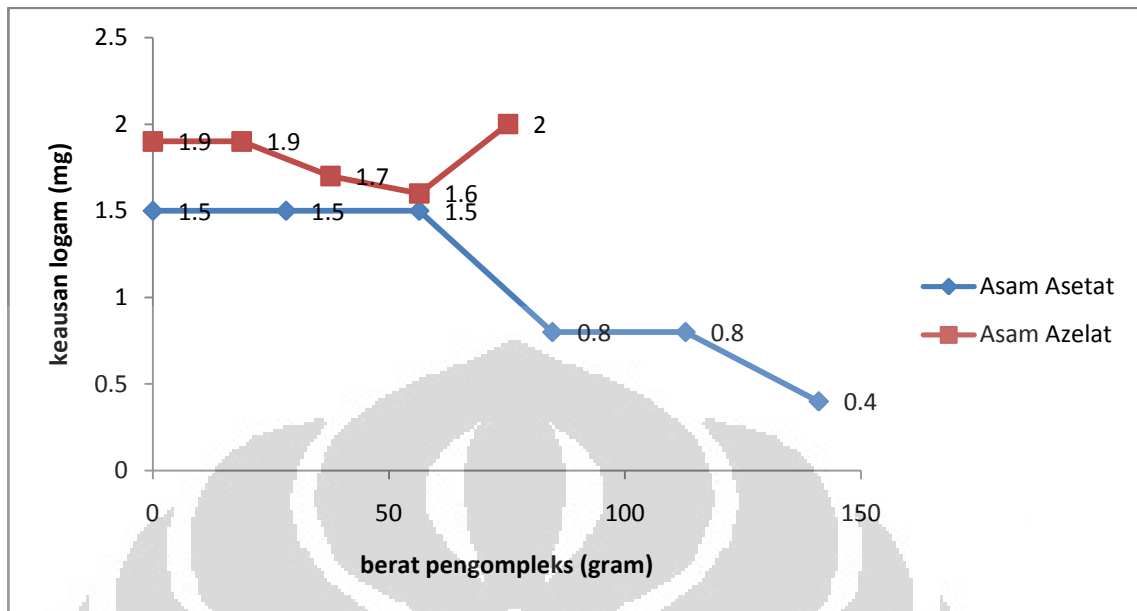
Penambahan Ca-Azelat yang menyebabkan *dropping point* meningkat hanya terjadi hingga 0,2 mol Azelat dengan nilai 159⁰C. Hasil ini jauh dibawah hasil gemuk

Ca-Asetat Wulan, 2009, dimana pada gemuk Ca-Asetat hingga 324°C . Hal ini dikarenakan struktur dan luas permukaan asetat lebih kecil dibanding azelat, sehingga seperti telah dijelaskan sebelumnya, terjadi gaya yang lebih besar untuk terjadinya sebuah reaksi dengan ukuran partikel yang lebih kecil, sehingga dibutuhkan energy yang lebih untuk bisa merusak ikatan tersebut.

Penambahan hingga 0.3 mol azelat akan menurunkan nilai *dropping point* gemuk tersebut. Hal ini terlihat karena pada penambahan ini, gemuk yang dihasilkan kasar, keras, dan cenderung berpasir, seperti pada teori sebelumnya. Tekstur ini diakibatkan pada susunan matriks gemuk yang tidak stabil sehingga hanya membutuhkan energy lebih kecil untuk merusak ikatan yang tidak stabil ini. Struktur yang terbentuk juga tidak baik dalam memerangkap base oil sehingga lebih mudah memecahkan ikatan ikatan yang terbentuk dalam susunan gemuk dengan komposisi 0,3 dan 0,4 mol asam azelat.

4.4 Uji *Four ball* Gemuk Ca-Azelat

Uji *four ball* digunakan untuk mengetahui tingkat ketahanan aus gemuk. Semakin rendah (mg) keausan bola baja yang didapat semakin baik sifat anti-aus gemuk. Berat keausan logam didapatkan dengan cara mengurangi nilai berat logam awal sebelum dilakukan uji dengan berat setelah dilakukan uji *four ball test* seperti terangkum dalam gambar 4.5.



Gambar 4. 5 Grafik berat pengompleks vs Keausan Logam

Semakin besar kandungan agen pengkompleks dalam gemuk, semakin baik kemampuan anti aus gemuk seperti yang terlihat pada grafik. Hal ini dikarenakan semakin besar agen pengkompleks, semakin banyak interaksi antara sabun Ca-hidroksi stearat dan sabun Ca-Azelat, sehingga gemuk semakin liat. Tingkat keliatan gemuk ini juga yang menyebabkan gemuk mampu melumasi hingga ke sudut sudut bola sehingga mengurangi keausan.

Dari semua uji yang telah dilakukan, gemuk terbaik dihasilkan dengan rasio mol 0,2 mol asam azelat atau 37,6 gram asam azelat sebagai pengompleks, yang menghasilkan gemuk dengan tingkat konsistensi yang cukup baik, *dropping point* tertinggi, dan keausan yang baik meskipun tidak sebaik gemuk Ca-Asetat seperti yang dihasilkan Maria Wulandari,2009.

Uji terakhir yang seharusnya dilakukan adalah foto SEM untuk melihat *fiber structure* gemuk seperti yang telah dijelaskan pada pembahasan pembahasan sebelumnya. Struktur ini adalah bagian yang cukup penting dalam menganalisa kualitas gemuk yang dihasilkan. SEM yang digunakan di Indonesia ternyata belum mampu untuk melakukan pencitraan terhadap gemuk yang memiliki fasa semi solid. Hal ini dikarenakan teknologi di tempat pengujian SEM seperti LIPPI, BATAN, Lemigas, dan Departemen Metalurgi Universitas Indonesia mengharuskan sampel SEM tidak mengandung air atau minyak untuk proses pencitraan. Sampel yang di citrakan harus benar benar kering dan padat. Beberapa sampel melalui proses coating yang umumnya menggunakan platina agar sampel bersifat konduktif yang dapat menghantarkan electron yang difoto menggunakan lensa bermedan magnetic sehingga dapat dicitrakan. Jika sampel mengandung air atau minyak, ketika proses pencitraan akan mengganggu perpindahan electron yang diberikan dari alat yang biasanya berakibat pada hasil pencitraan yang tidak focus dan terkadang tidak bisa diabadikan gambarnya. Hal ini bertolak belakang dengan gemuk yang lebih dari 80 % kandungannya berupa minyak. Alat yang ada pada tempat tersebut mengharuskan gemuk untuk benar benar kering tidak mengandung air dan minyak. Jika hal ini dilakukan dikhawatirkan dapat merusak struktur gemuk dan alat yang digunakan, sehingga esensi pengamatan SEM tidak dapat dilakukan.

BAB V KESIMPULAN

Dari penelitian dan pembahasan yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa :

1. Penggunaan asam azelat sebagai *complexing agent* meningkatkan kualitas gemuk bio food grade kalsium konvensional dilihat dari uji *dropping point*, uji penetrasi, dan uji keausan logam (*four ball test*).
2. Penambahan agent pengompleks hanya terjadi sampai 0,2 mol, penambahan agent pengompleks berikutnya akan menurunkan *dropping point* dan konsistensi gemuk.
3. Gemuk bio food grade kalsium kompleks terbaik pada penelitian ini dihasilkan dari komposisi 0,2 mol asam azelat sebagai agent pengompleks atau 37,6 gram dengan nilai *dropping point* 159 °C dan NLGI grade 2 yang diharapkan bisa digunakan untuk segala jenis aplikasi pelumasan.

DAFTAR PUSTAKA

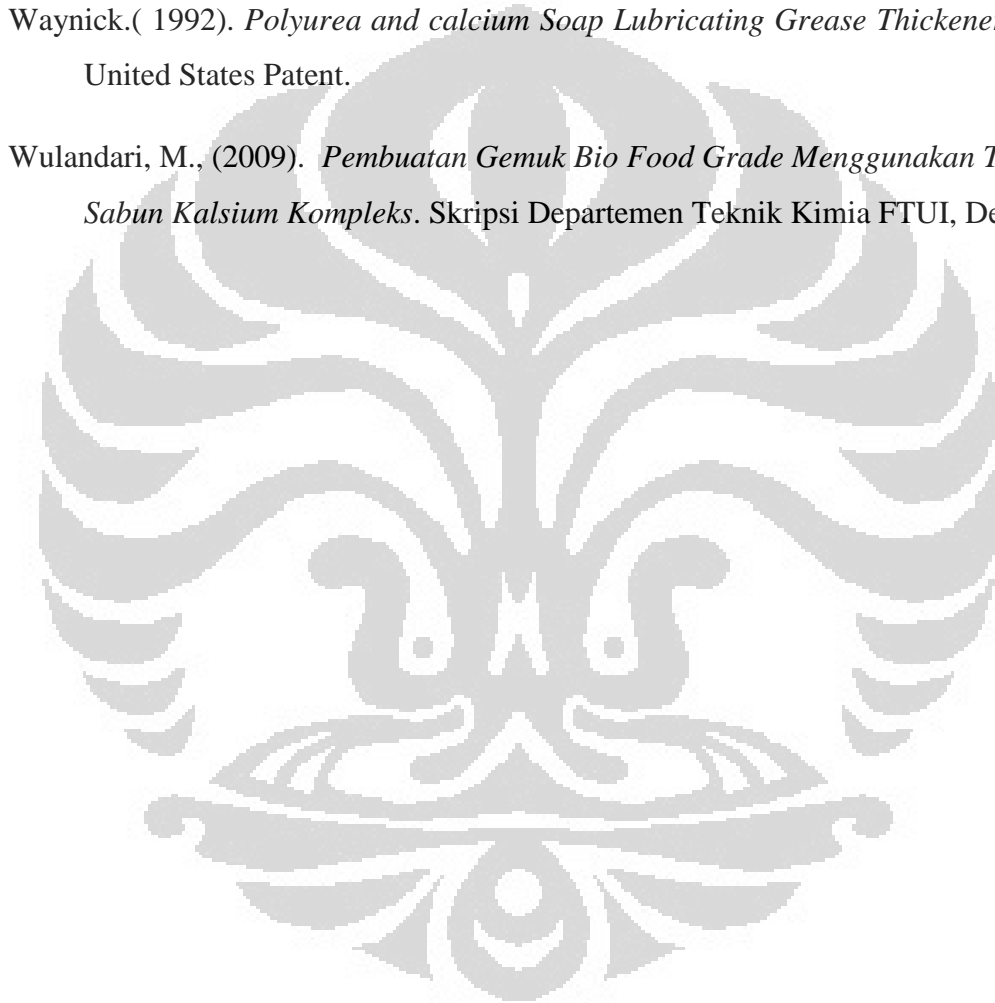
- Adhvaryu, A. Sung, C. Erhan, Z.S., (2004). *Fatty Acids and Antioxidant Effects on Grease Microstructures. Industrial Crops and Product an International Journal.*
- Adhvaryu, A., (2004). *Preparation of Soybean Oil-Based Greases : Effect of Composition and Structure on Physical Properties. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 52.*
- Andriana, M., (2009). *Pembuatan Gemuk Bio foodgrade Menggunakan Thickener Sabun Aluminium Kompleks.* Skripsi Departemen Teknik Kimia FTUI, Depok.
- Delgado, M.A (2005). *Relationship Among Microstructure, Rheology, and Processing of a lithium Lubricating Grease.* Institution of Chemical Engineers.
- Hannelid, L., (2009). *Introduction to Rheology of Lubricating Grease Publication.* European Lubricating Grease Institute.
- Ishchuk, Yu. L. (2005). *Lubricating Grease Manufacturing Technology.* New Delhi. New Age International (P) Limited Publisher.
- Koltermann. (2000). *Lubricating Grease.* United States Patent.
- Mauludi, I.H., (2008). *Pembuatan Gemuk Bio Lithium Komplek Menggunakan Pelumas Hasil Epoksidasi Minyak Sawit.* Skripsi Departemen Teknik Kimia FTUI, Depok.
- Mortier, R M., Fox, M.F., Orszulik, S.T., (ed). (2010). *Chemistry and Technology of Lubricants 3rd.* Springer. London.
- Pawlak, Z., (2003). *Tribochemistry of Lubricating Oils.* University of Technology and Agriculture Bydgoszcz :Poland.
- Schweitzer, J. Scanning Elektron Microscope (SEM). <http://www.purdue.edu>

Sub, Y.K.,(2002). *Surface Rheological Transitions in Langmuir Monolayers of Bi-Competitive Fatty Acids.*

Tuszynski, W., Tullytown, P.A., Bessette, P.A., Dartmouth,M.A., (2008).*An Evaluation on Sebacic Acid and Azelaic Acid as Thickener in Lithium Complex Grease.* Published in the NLGI Spokesman.

Waynick.(1992). *Polyurea and calcium Soap Lubricating Grease Thickener System.* United States Patent.

Wulandari, M., (2009). *Pembuatan Gemuk Bio Food Grade Menggunakan Thickener Sabun Kalsium Kompleks.* Skripsi Departemen Teknik Kimia FTUI, Depok.



- $$\text{mol thickening agent} = \frac{\text{berat sabun kalsium hidroksi stearat}}{\text{Mr sabun kalsium hidroksi stearat}}$$

$$\text{mol thickening agent} = \frac{150 \text{ gram}}{638 \frac{\text{gram}}{\text{mol}}} = 0.235 \text{ mol}$$

- Berat asam 12 HSA

$$\begin{aligned} \text{Mol asam 12 HAS} &= 2 \times \text{mol sabun Ca - hidroksi stearat} \\ &= 2 \times 0.235 \text{ mol} \\ &= 0.47 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Berat asam 12 HAS} &= \text{mol} \times \text{Mr 12 HSA} \\ &= 0.47 \times 300 \text{ mol/gram} \\ &= 141 \text{ gram} \end{aligned}$$

- Berat kalsium hidroksida (Ca(OH)₂ · H₂O)

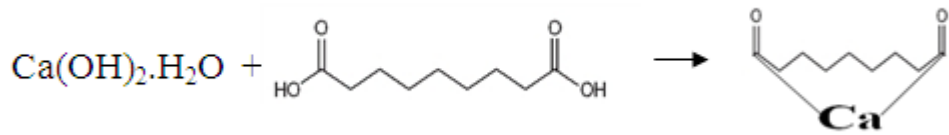
$$\begin{aligned} \text{Mol Ca(OH)}_2 \cdot \text{H}_2\text{O} &= 0.235 \text{ mol} \\ \text{Berat Ca(OH)}_2 \cdot \text{H}_2\text{O} &= \text{mol} \times \text{Mr Ca(OH)}_2 \cdot \text{H}_2\text{O} \\ &= 0.235 \times 92 \text{ mol/gram} \\ &= 21.62 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Berat Ca(OH)}_2 \cdot \text{H}_2\text{O} \text{ eksek 5\%} &= 21.62 \text{ gram} \times 1.05 \\ &= 22.70 \text{ gram} \end{aligned}$$

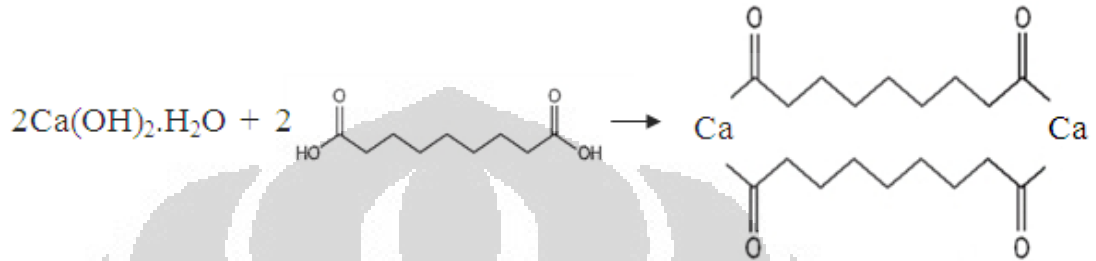
Komposisi thickening agent tetap untuk semua variasi pengompleks gemuk bio-kalsium kompleks.

- *Complexing agent*

Reaksi pembentukan *complexing agent* pada asam azelat dan calcium hidroksida dapat digambarkan pada reaksi berikut.



atau



Variasi yg dilakukan berdasarkan jumlah mol reaktan calcium hidroksida dan asam azealat yaitu 0.1 mol ; 0.2 mol; dan 0.3 mol.

- Mol Asam Azelat = 0.1 mol
 Berat Asam Azelat = mol x Mr Asam Azelat
 = 0.1 mol x 188 gram/mol
 = 18.8 gram
- Mol $\text{Ca(OH)}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ = 0.1 mol
 Berat $\text{Ca(OH)}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ = mol x Mr $\text{Ca(OH)}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$
 = 0.1 x 92 gram/mol
 = 9.2 gram

Berat $\text{Ca(OH)}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ekses 5% sehingga kalsium hidroksida untuk mereaaksikan Asam Azelat $1.05 \times 9.2 \text{ gram} = 9.66 \text{ gram}$

$$\begin{aligned} \text{Total Berat } \text{Ca(OH)}_2 \cdot \text{H}_2\text{O} &= 9.66 \text{ gram} + 22.70 \text{ gram} \\ &= 32.36 \text{ gram} \end{aligned}$$

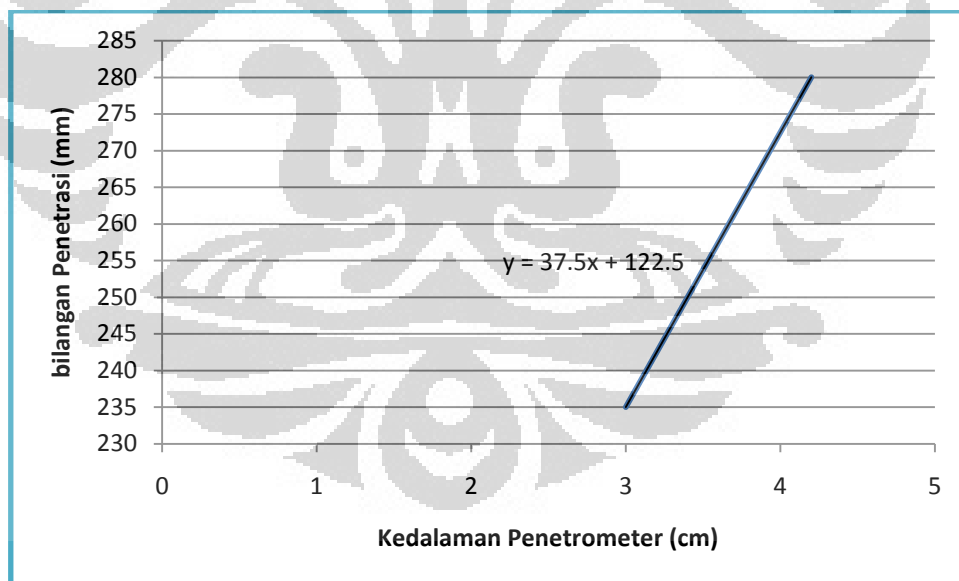
Dengan cara tersebut, dapat dihitung jumlah komposisi gemuk untuk variasi selanjutnya yang tercantum dalam table berikut :

Formulasi Gemuk (gram)	mol Asam Azelat dan mol Kalsium Hidroksida				
	0	0,1	0,2	0,3	0,4
<i>Base oil</i> (gram)	850	850	850	850	850
Ca(OH) ₂ .H ₂ O (gram)	22,70	32,36	40,22	51,68	61,34
Asam 12 HAS (gram)	141	141	141	141	141
Asam Azelat (gram)	0	18,8	37,6	56,4	75,2

Berikut adalah data kalibrasi menggunakan gemuk komersil NLGI 2 dan NLGI 3:

Penetrasi standar (x 0,1 mm)	Penetrasi alat (cm)
235 (NLGI3)	3
280 (NLGI2)	4.2

Berikut ini grafik hasil kalibrasi:



Dari grafik di atas dapat ditentukan nilai kalibrasi penetrometer yang digunakan dengan standar NLGI yaitu: $y = 37,5x + 122,5$.