

# **UNIVERSITAS INDONESIA**

# PENGGUNAAN ASAM STEARAT DAN ASAM OLEAT SEBAGAI PENGGANTI ASAM 12-HIDROKSISTEARAT DALAM PEMBUATAN SABUN SEBAGAI *THICKENER* PADA GEMUK BIO KALSIUM KOMPLEKS

# **SKRIPSI**

OKKY SEPTI DWIPUTRA ZAHIR 0606076665

UNIVERSITAS INDONESIA FAKULTAS TEKNIK PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA

> DEPOK JUNI 2012



# PENGGUNAAN ASAM STEARAT DAN ASAM OLEAT SEBAGAI PENGGANTI ASAM 12-HIDROKSISTEARAT DALAM PEMBUATAN SABUN SEBAGAI *THICKENER* PADA GEMUK BIO KALSIUM KOMPLEKS

# **SKRIPSI**

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana

# OKKY SEPTI DWIPUTRA ZAHIR 0606076665

UNIVERSITAS INDONESIA FAKULTAS TEKNIK PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA

> DEPOK JUNI 2012

# HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini dinjukan oleh :

Nama : Okky Septi Dwiputra Zahir

NPM : 0606076665

Program Studi : Teknik Kimia

Judul Skripsi : Penggantan Asam Stearat dan Asam Oleat sebagai

Pengganti Asam 12-Hidroksistenrat dalam Pembuatan

Subun sebagai Thickener pada Gemuk Bio Kalsium

Kompleks

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

**DEWAN PENGUJI** 

Pembimbing : Dr.Ir. Sukirno, M.Eng

Penguji : M.Ibadurrohman, ST., MT., Msc. Eng

Penguji : Bambang Heru S., ST., MT

Penguji : Dr. Muhammad Sahlan, Ssi., M Eng.

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : 28 Juni 2012



#### **KATA PENGANTAR**

Puji dan syukur penulis panjatkan ke hadirat Allah SWT atas segala rahmat dan anugerahNya sehingga makalah skripsi dengan judul "Penggunaan Asam Stearat dan Asam Oleat Sebagai Penganti Asam 12-Hidroksistearat dalam Pembuatan Sabun Sebagai *Thickener* pada Gemuk Bio Kalsium Kompleks" dapat diselesaikan tepat waktu. Makalah ini disusun untuk memenuhi sebagian persyaratan akademis dalam meraih gelar Sarjana Teknik pada Program Studi Teknik Kimia Departemen kimia FTUI.

Dalam penyusunan makalah ini, penulis banyak mendapatkan bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

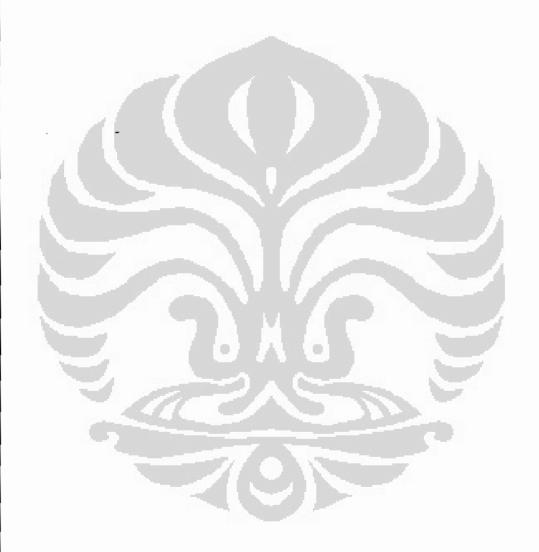
- 1. Bapak Prof. Dr. Ir. Widodo Wahyu Purwanto, DEA, selaku ketua Departemen Teknik Kimia FTUI.
- 2. Bapak DR.Ir. Sukirno, M.Eng selaku pembimbing seminar dan skripsi.
- 3. Bapak Prof. Dr. Ir. M. Nasikin, M.Eng, selaku dosen mata kuliah metodologi penelitian.
- 4. Kedua orang tua dan saudara-saudara atas kasih sayang, perhatian, doa, dan dukungan yang selalu diberikan selama ini.
- Rekan kerja satu tim atas kerja sama dan bantuannya dalam penyusunan skripsi ini.
- 6. Teman-teman angkatan 2006, terutama Haryo Mumpuni P., yang senantiasa menemani penulis dalam mencari literatur di internet hingga larut malam.
- 7. Pihak-pihak lain, yang tidak dapat disebutkan oleh penulis satu persatu, yang telah memberikan kontribusi hingga seminar ini dapat terselesaikan.

Penulis menyadari bahwa banyak kekurangan yang masih terdapat dalam penulisan makalah ini. Oleh karena itu, penulis sangat mengharapkan saran dan kritik dari pembaca dalam rangka memperbaiki penulisan makalah ini di masa yang akan datang dan semoga makalah ini dapat bermanfaat bagi pembaca.

Depok, 27 Juni 2012

at .

Penulis



# HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS

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

ini:

Nama

: Okky Septi Dwiputra Zahir

NPM

: 0606076665

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:

Penggunaan Asam Stearat dan Asam Oleat sebagai Pengganti Asam 12-Hidroksistearat dalam Pembuatan Sabun sebagai Thickener pada Gemuk Bio Kalsium Kompleks

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 Juli 2012

Yang menyatakan

(Okky Septi Dwiputra Zahir)

#### **ABSTRAK**

Nama : Okky Septi Dwiputra Zahir

Program studi: Teknik Kimia

Judul : Penggunaan Asam Stearat dan Asam Oleat Sebagai Penganti Asam

12-Hidroksistearat dalam Pembuatan Sabun Sebagai *Thickener* pada

Gemuk Bio Kalsium Kompleks

Pada penelitian ini, telah dibuat gemuk bio food grade berbasis turunan minyak kelapa sawit menggunakan thickener sabun kalsium kompleks. Pada penelitian ini, sebagai komponen sabun utama akan digunakan akan digunakan asam stearat dan asam oleat serta asam oleat yang telah terepoksidas sebagai pengganti asam 12hidroksistearat yang lebih umum digunakan. Dibuat variasi perbandingan massa base oil dengan thickener dengan variasi thickener 15% -19%. Untuk mendapatkan komposisi gemuk terbaik, rasio mol sabun utama dengan sabun pengompleks akan dibuat 1:5. Gemuk ini dibuat dengan tahapan saponifikasi di reaktor batch tertutup dengan skala 1 kg, pendinginan di crystallizer dan homogenisasi di homogenizer. Parameter uji pelumas gemuk yang dilakukan yaitu uji dropping point (ASTM D-566), uji penetrasi (ASTM D-217), dan uji anti aus four ball (ASTM D-4172). Hasil terbaik yang didapat yaitu gemuk pada komposisi 83% w/w base oil dan 17% w/w pengental dengan NLGI 2, dan dropping point 232 C untuk gemuk stearat dan 82% w/w base oil dengan NLGI 2, dan dropping point 263 C untuk gemuk oleat terepoksidasi. Gemuk dengan menggunakan asam oleat setelah beberapa kali pembuatan, tidak mendapatkan hasil yang diinginkan.

Kata Kunci: asam 12 hidroksi stearat, asam stearat, asam oleat

#### **ABSTRACT**

Name : Okky Septi Dwiputra Zahir

Study Program : Chemical Engineering

Topic : The use Stearate Acid and oleic acid as Substitute of 12-

hidroxy stearate in making soap as Thickener on Bio Calcium

Complex Grease

In this research, we make bio food grade grease based palm-kernel oil that use complex calcium soap as thickener. In this research, as main soap component used stearate acid and oleic acid as well as epoxidized oleic acid as substitute of 12-hidroxy stearate acid that commonly used. Made variations of mass ratio of base oil and thickener with thickener variations are 15% - 19%. To get the best grease composition, mol ratio of main soap and complexing soap made 1:5. This grease made with stage of saponification on closed batch reactor with scale of 1 kg, cooling on crystallizer and homogenization on homogenizer. As lubricating grease test parameters are dropping point test (ASTM D-566), penetration test (ASTM D-217), and four ball anti-wear test (ASTM D-4172). The best result obtained is grease with composition of 83% w/w base oil and 17% w/w thickener with NLGI 2, and 232 C dropping point for stearat grease and 82% base oil with NLGI 2, and 263 C dropping point for epoxidized oleat grease. Grease using oleat acid not showing any good result after several experiments.

Key words: 12 hidroxy stearate acid, stearate acid, oleic acid

# **DAFTAR ISI**

	N PERNYATAAN ORISINALITAS	
	N PENGESAHAN	
	VGANTAR	
LEMBAR F	PERSETUJUAN PUBLIKASI ILMIAH	vii
ABSTRAK		.viii
DAFTAR IS	SI	X
	GAMBAR	
DAFTAR T	ABEL	. xiv
BAB 1 PEN	NDAHULUAN	
1.1	Latar Belakang  Perumusan Masalah  Tujuan Penelitian	1
1.2	Perumusan Masalah	3
1.3	Tujuan Penelitian	4
1.4	Pembatasan Masalah	4
1.5	Sistematika Penulisan	5
BAB 2 TIN	JAUAN PUSTAKA	
2.1	Definisi Gemuk	
2.2	Fungsi Pelumas Gemuk	7
2.3	Bahan Dasar Pembuatan Gemuk	8
	2.3.1 Minyak Dasar (Base oil)	8
	2.3.2 Pengental (Thickener / Thickening Agent)	.12
	2.3.2 .1 Sabun	.12
	2.3.2.1.1 Asam lemak yang digunakan	.13
	2.3.2.1.1.1Asam 12-Hidroksistearat	13

	2.3.2.1.1.2Asam Stearat	14
	2.3.2.1.1.3Asam Oleat	14
	2.3.2.1.2 Sabun yang digunakan dalam pembuatan gemuk kalsium	15
	2.3.2.1.2.1 Sabun Kalsium Stearat	15
	2.3.2.1.2.2 Sabun Kalsium Oleat	.16
	2.3.2.1.2.3 Sabun Kalsium Epoksida Oleat	16
	2.3.2.2 Non Sabun	.17
	2.3.3 Additive	
	2.3.3.2 Exteme Pressure	
	2.3.3.3 Corrosion Inhibitor	
	2.3.3.4 Metal Deactivator.	
	2.3.3.5 Anti Wear	
2.4	Pembuatan Gemuk Bio Kalsium Kompleks	20
1		
2.5	Parameter Uji Gemuk	21
	Parameter Uji Gemuk	21
	2.5.2 Uji keausan (four ball test)	
	2.5.3 Dropping Point	25
BAB 3 MET	TODOLOGI PENELITIAN	
3.1	Metode Pelaksanaan Penelitian	26
3.2	Variabel Bebas dan terikat	27
3.3	Alat dan Bahan	27
	3.3.1 Bahan	27
	3.3.2 Alat	27

3.4	Proses	Pembuatan Gemuk	29
	3.4.1	Penentuan Komposisi	29
	3.4.2	Sintesa Produk	32
3.5	Pengu	jian Kualitas Gemuk	34
	3.5.1	Penetration (ASTM D-217)	34
	3.5.2	Dropping Point (ASTM D-566)	35
	3.5.3	Uji Four Ball Test (ASTM D-4172)	35
BAB 4 PEM	ІВАНА	SAN	
4.1	Pengar	ruh Jumlah Pengental Terhadap Tampilan Fisik Gemuk	37
4.2	44	ruh Jumlah Pengental Terhadap Uji Penetrasi	
4.3		ruh Jumlah Pengental Terhadap Uji Dropping point	
4.4		ruh Jumlah Pengental Terhadap Uji Four Ball Test	
BAB 5 KESIM	PULAN .		47
7			
DAFTAR P	USTAK	\$A	48
	2	105	

# DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Asam 12-Hidroksistearat	Ļ
Gambar 2.2	Struktur Kalsium Stearat	5
Gambar 2.3	Struktur Kalsium Oleat	5
Gambar 2.4	Penetration Tester23	3
Gambar 2.5	Four Ball Test24	Ļ
Gambar 2.6	Pengujian Dropping Point	1
Gambar 3.1	Diagram Alir Penelitian	5
Gambar 3.2	Reaktor Bio Pelumas untuk Epoksidasi RBDPO	7
Gambar 3.3	Reaktor Batch Tertutup Skala Pilot	7
Gambar 3.4	Homogenizer	3
Gambar 4.1	Kurva Jumlah Pengaruh Pengental Terhadap Penetrasi	2
Gambar 4.2	Kurva Jumlah Pengaruh Pengental Terhadap Dropping Point	1
Gambar 4.3	Kurva Jumlah Pengaruh Pengental Terhadap Keausan Logam46	5

# **DAFTAR TABEL**

Tabel 2.1	Komposisi Bahan Baku Pembuatan Gemuk Secara Umum6		
Tabel 2.2	Kelebihan dan Kekurangan Minyak Mineral sebagai <i>Base Oil</i> 9		
Tabel 2.3	Kelebihan dan Kekurangan Minyak Sintetis sebagai <i>Base Oil</i>		
Tabel 2.4	Kelebihan dan Kekurangan Minyak Nabati sebagai Base Oil11		
Tabel 2.5	Karakteristik Minyak Sawit		
Tabel 2.6	Sifat-sifat Fisik Kalsium Stearat		
Tabel 2.7	Karakteristik Gemuk Kalsium Kompleks yang Dibuat di Pasaran21		
Tabel 2.8	Konsistensi Berdasarkan NLGI		
Tabel 3.1	Komposisi Gemuk dengan variasi Base Oil yang Dibuat dengan		
	Pengental Sabun Kalsium Oleat		
Tabel 3.2	Komposisi Gemuk dengan variasi Base Oil yang Dibuat dengan		
	Pengental Sabun Kalsium Stearat		
Tabel 3.3	Komposisi Gemuk dengan variasi Base Oil yang Dibuat dengan		
	Pengental Sabun Kalsium Epoksida Oleat		
Tabel 3.4	Data Pengaruh Jumlah Agen Pengompleks Terhadap Uji Penetrasi,		
	Dropping Point, dan Uji Keausan34		
Tabel 4.1	Hasil uji penetrasi terhadap produk gemuk bio kalsium kompleks		
	dengan pengental kalsium stearat41		
Tabel 4.2	Hasil uji penetrasi terhadap produk gemuk bio kalsium kompleks		
	dengan pengental kalsium oleat terepoksidasi		
Tabel 4.3	Hasil uji dropping point terhadap gemuk bio kalsium kompleks dengan		
	pengental kalsium stearat		
Tabel 4.4	Hasil uji <i>dropping point</i> terhadap gemuk bio kalsium kompleks dengan		
	pengental kalsium oleat terepoksidasi		
Tabel 4.5	Hasil uji four ball test terhadap gemuk bio kalsium kompleks dengan		
	pengental kalsium stearat45		
Tabel 4.6	Hasil uji four ball test terhadap gemuk bio kalsium kompleks dengan		
	pengental kalsium oleat terepoksidasi		

# BAB 1 PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Gemuk atau *grease* adalah pelumas semi padat atau cairan sangat kental, yang merupakan koloid padat-cair yang terbuat dari cairan minyak dasar (*base oil*) dan padatan pengental (*thickening agent*). Sifatnya yang semi padat ini menyebabkan gemuk selain dapat berperan sebagai pelumas untuk mengurangi gesekan antara 2 logam juga dapat berperan sebagai penyekat.

Berdasarkan *base oil* penyusunnya, gemuk diklasifikasikan menjadi 3 jenis. Gemuk mineral dibuat dari bahan dasar pelumas dari minyak mineral. Gemuk sintetik dibuat dari minyak sintetis. Gemuk bio dibuat dari minyak berbahan dasar minyak tumbuhan. Berdasarkan jenis bahan pengental yang digunakan, gemuk terbagi menjadi dua yaitu berbahan sabun dan non sabun. Sebagian besar gemuk dibuat dengan menggunakan sabun sebagai pengentalnya. Sabun tersebut dihasilkan melalui reaksi saponifikasi antara asam lemak dengan basa dari logam alkali. Alkali yang banyak digunakan adalah lithium, kalsium, dan sodium, sedangkan asam lemak yang digunakan adalah asam 12-hidroksistearat.

Pembuatan gemuk dengan berbasis *base oil* minyak mineral dengan menggunakan tiga jenis pengental yang berbeda yaitu sabun lithium 12-hidroksistearat ditambahkan boron ester dan sabun lithium 12-hdroksistearat ditambahkan pengomplek azelat, dengan hasil uji memiliki *dropping point* > 200 C pada tingkat NLGI 2 (Lorimor, 2009)

Pembuatan gemuk lithium berbasis *base oil* minyak sawit menggunakan pengental sabun lithium 12-hidroksistearat dan pengompleks kalsium azelat yang divariasikan komposisinya memiliki kondisi optimum pada *dropping point* > 220 C pada tingkat NLGI 2 (Haryo, 2010).

Penggunaan secara luas asam 12-hidroksistearat untuk pembuatan gemuk berpengental sabun disebabkan oleh beberapa alasan. Secara teknis asam 12hidroksistearat dianggap sebagai asam lemak yang memiliki panjang rantai karbon paling ideal untuk digunakan sebagai komponen pembuatan sabun. Panjang rantai karbon asam lemak paling ideal sebagai komponen sabun pengental yaitu 18. Rantai karbon yang lebih kecil dari 18 akan menurunkan titik leleh dan mengurangi efek pengentalan, sedangkan panjang rantai karbon yang lebih besar dari 18 akan menaikkan kelarutannya dalam minyak dasar juga menurunkan efek pengentalan (Lansdown, 2007). Asam 12-hidroksistearat pada suhu ruang berbentuk padat, berwarna putih, larut dalam minyak, tidak larut dalam air, tidak berbahaya terhadap kulit dan merupakan asam lemak yang memiliki atom C-18 dan memiliki mempunyai gugus karboksilat dan hidroksida pada rantai karbon ke 12. Gugus hidroksi ini menjadi pembeda bagi asam 12-hidroksistearat jika dibandingkan dengan asam lemak lainnya. Adanya gugus gugus hidroksi ini memungkinkan terjadinya interaksi antar molekul asam lemak maupun molekul asam lemak dengan molekul minyak melalui ikatan hidrogen. Ikatan hidrogen pada asam lemak 12 hidroksi sterarat juga dianggap membuat dropping point gemuk yang dihasilkan akan lebih tinggi dibandingkan jika digunakan sabun pengental yang tidak memiliki gugus hidroksi.

Asam 12-hidroksistearat dibuat dari hidrolisa minyak jarak castor, oleh negara yang menghasilkan minyak tersebut. Walaupun Indonesia juga merupakan penghasil minyak jarak castor, namun sulit memperoleh asam 12-hidroksistearat. Sebagian besar jarak castor diekspor ke negara-negara penghasil asam 12-hidroksistearat, sedangkan kebutuhan akan asam 12-hidroksistearat di Indonesia masih mengandalkan impor dari luar dan sulit memperolehnya di pasaran.

Disisi lain, Indonesia merupakan penghasil minyak sawit yang besar dan telah dapat memproduksi asam lemak melalui hidrolisa minyak sawit tersebut. Diantara

jenis asam lemak yang dihasilkan yaitu asam stearat dan asam oleat, yang memiliki panjang rantai C-18. Dari sisi panjang rantai hidrokarbon kedua jenis asam lemak ini serupa dengan asam 12-hidroksistearat namun, berbeda dalam hal gugus hidroksinya. Oleh karena itu beberapa penelitian telah dilakukan untuk mencoba menggunakannya sebagai komponen pembuatan gemuk, menggantikan asam 12-hidroksistearat.

Pembuatan gemuk aluminium berbasis *base oil* minyak sawit menggunakan pengental kompleks sabun aluminium stearat dan sabun aluminium benzoat yang divariasikan komposisinya memiliki kondisi optimum pada *dropping point* 218 °C pada NLGI 2 (Monica, 2009).

Penggunaan asam oleat dalam pembuatan gemuk juga dibuat dengan skala industri pada tahun 2011 dengan nama produk SumTech *FGCO* oleh *Summit Industrial Product*. Produk ini dihasilkan dengan menggunakan *base oil* berbasis hidrokarbon sintetis dan sebagai pengentalnya adalah sabun kalsium oleat. Produk gemuk ini memiliki *dropping point* > 320 °C pada tingkat NLGI 2.

Pada penelitian ini akan digunakan asam stearat dan asam oleat,dan asam oleat yang telah diepoksidasi sebagai pengganti dari asam 12-hidroksistearat untuk komponen sabun pada pembuatan gemuk bio kalsium dengan *base oil* minyak sawit. Diharapkan kedua jenis asam lemak ini dapat memberikan produk gemuk bio kalsium kompleks yang memiliki sifat dan ketahanan yang mendekati gemuk bio kompleks yang menggunakan asam 12-hidroksistearat.

Pada penelitian ini, rasio sabun utama dan sabun pengompleks adalah 1:5, sebagai komposisi optimum yang dihasilkan sebelumnya (Wulandari, 2009). Pada penelitian ini dilakukan variasi komposisi campuran *base oil* dan pengental. Gemuk yang dihasilkan dari setiap variasi campuran akan diuji kualitasnya melalui pengukuran tingkat konsistensi (kekerasannya), *dropping point*, kemampuan mencegah keausan (*fourball test*). Hasilnya kemudian dibandingkan dengan hasil yang diperoleh dari penelitian sebelumnya.

#### 1.2 Rumusan Masalah

Dari latar belakang dirumuskan beberapa permasalahan yang ada pada penelitian ini yaitu :

- 1. Bagaimana pengaruh penggantian asam 12-Hidroksistearat dengan asam Stearat terhadap uji *dropping point, four ball test* dan *penetration value?*
- 2. Bagaimana pengaruh penggantian asam 12-Hidroksistearat dengan asam Oleat yang telah diepoksidasi terhadap uji *dropping point, four ball test* dan *penetration value?*
- 3. Bagaimana komposisi yang terbaik dari penggunaan asam stearat dan asam oleat sebagai pengganti? sehingga kualitas gemuk bio lithium komplek menjadi lebih baik dibandingkan gemuk komersil.

# 1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

- 1. Diperoleh produk gemuk bio kalsium yang terbuat dari sabun kalsium-stearat dan kalsium-oleat memiliki nilai *dropping point* mendekati dengan gemuk kalsium dari sabun kalsium-hidroksistearat.
- 2. Didapatkan hubungan antara penambahan perubahan komposisi *base oil* dan sabun dengan nilai *penetration* dan nilai *four ball test*.
- Didapatkan komposisi produk gemuk bio kalsium dari sabun oleat dan stearat yang memiliki kualitas mendekati atau mungkin bahkan lebih jika dibandingkan dengan gemuk dari hasil sabun hidroksistearat.

#### 1.4 Batasan Masalah

Permasalahan yang dibahas dalam makalah ini adalah:

- Komposisi thickener yang digunakan pada pembuatan gemuk bio kalsium adalah sebesar 15 % dari total komposisi gemuk dan dilakukan variasi – variasi komposisi campuran.
- 2. Rasio mol antara sabun utama dan sabun pengompleks dijaga tetap yaitu 1:5

- 3. Base oil yang digunakan adalah epoksidasi RBDPO (*Refined Bleach Deodorized Palm Oil*) dari berbagai minyak kelapa sawit dengan asumsi kandungan asam lemak yang dikandung sama.
- 4. Pengujian yang dilakukan untuk menguji kualitas gemuk bio kalsium adalah uji *dropping point*, *penetration value*, dan *four ball test*.

#### 1.5 Sistematika Penulisan

Sistematika penulisan makalah ini disusun sebagai berikut :

Abstrak

BAB 1 : Pendahuluan

Bab ini berisikan latar belakang masalah, rumusan masalah, tujuan penulisan, batasan masalah dan sistematika penulisan

BAB 2 : Tinjauan Pustaka

Bab ini berisikan tentang gemuk pelumas, bahan dasar gemuk pelumas, proses pembuatan gemuk bio kalsium, dan parameter uji gemuk bio.

BAB 3: Metode Penelitian

Bab ini berisikan tentang diagram alir penelitian, bahan dan alat yang digunakan, serta prosedur penelitian analisa gemuk pelumas dengan menggunakan alat *penetration*, *dropping point*, dan *four ball test* 

BAB 4:

Bab ini berisikan hasil dari penelitian beserta hasil uji gemuk, seperti uji penetrasi, uji *dropping point*, dan uji keausan (fourball test).

BAB 5:

Bab ini berisikan kesimpulan dari hasil penelitian yang dilakukan

# BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1. Definisi Gemuk

Gemuk adalah pelumas semi padat, atau cairan yang sangat kental yang dibuat dengan cara mendispersikan pengental (thickening agent), biasanya sabun, kedalam minyak dasar (base oil) . Jadi, pada prinsipnya pelumas gemuk merupakan suatu dispersi koloidal dari thickener atau bahan pengental dalam minyak pelumas yang dibentuk melalui pemanasan dua komponen tersebut secara bersamaan hingga thickener mengembang dan mengabsorb minyak (Sharma dkk, 2005).

Komposisi gemuk secara umum dapat dilihat dari tabel berikut

Tabel 2.1 Komposisi bahan baku pembuatan gemuk secara umum

% Komposisi	
75-95	
5-20	
0-15	

(Sumber: Adhvaryu, 2004)

Base oil merupakan komponen pelumasan utama yang memberikan sifat melumaskan pada gemuk. Base oil yang digunakan dapat diperoleh dari minyak mineral, minyak sintetis, maupun minyak hasil olahan dari tumbuhan atau minyak nabati.

Thickener merupakan komponen pengental atau memberikan sifat semi padat pada gemuk. Hal ini dikarenakan partikel sabun didalam gemuk tidak berbentuk bulat atau butiran, melainkan merupakan struktur seperti jalinan benang sehingga memberikan tekstur berserat . Bahan pengental dapat berasal sabun (soap) atau dari bukan sabun (non soap), thickener yang berasal dari soap merupakan reaksi antara asam lemak dengan alkali hidroksida.

# 2.2 Fungsi Pelumas Gemuk

Pelumas gemuk memiliki fungsi utama yang sama dengan pelumas umumnya, yaitu berfungsi untuk mengurangi gesekan dan keausan antara dua bidang atau permukaan yang saling bersinggungan atau bergesekan. Fungsi lain dari gemuk yaitu .

- Mencegah masuknya debu dan kotoran lain ke dalam komponen mesin karena memiliki struktur yang semi padat sehingga dapat menghalangi masuknya debu dan kotoran.
- 2. Mencegah terjadinya korosi akibat debu dan kotoran yang masuk.
- 3. Mengurangi kebisingan mekanis

Gemuk pelumas umumnya digunakan pada:

- A, Mesin yang bekerja tidak periodik atau mesin yang tidak dipakai dalam waktu periode yang lama. Hal ini dikarenakan lapisan film pelumas pada gemuk pelumas dapat segera terbentuk (Albert, 1999).
  - 1. Mesin yang tidak dapat dicapai untuk pelumasan berkali-kali. Atau dengan kata lain mesin yang sulit untuk dilakukan penggantian pelumas cair, sehingga penggunaan gemuk pelumas dapat lebih efektif untuk melumasi bagian mesin ini.
  - Mesin-mesin yang beroperasi di bawah kondisi operasi temperatur tinggi dan tekanan tinggi. Mesin bekerja pada kecepatan rendah dan muatan yang berat.

Berdasarkan sifatnya gemuk pelumas memiliki keunggulan yaitu :

1) Berfungsi sebagai sealent

Fungsi sebagai *sealent* berarti *grease* dapat mencegah kebocoran dari pelumas atau dapat menghindarkan kontak dengan air dan udara sehingga dapat mencegah proses korosi .

2) Lebih murah dan efisien dalam penerapan di mesin

Mesin yang memiliki sistem pelumasan dengan pelumas cair membutuhkan sistem untuk sirkulasi. Hal ini akan mempertinggi biaya kerja, sehingga akan lebih mahal dibandingkan sistem yang menggunakan gemuk pelumas. Sebagai pembanding gemuk pelumas dalam penggunaannya tidak membutuhkan pompa sirkulasi sehingga akan lebih murah.

# 3) Dapat menahan padatan dalam suspensi

Kemampuan dapat menahan padatan dalam bentuk suspensi pelumas menjadi keunggulan gemuk pelumas sehingga dapat ditambahkan *additive* yang akan menaikan unjuk kerjanya. Sebagai contoh *additive* yang berfungsi sebagai *extreme presure* yaitu *molybdenum disulfide* atau *graphite* (Albert, 1999).

Disamping memiliki beberapa keunggulan gemuk pelumas juga memiliki kelemahan yaitu :

# 1) Lemah pada siklus pendinginan

Panas yang timbul pada saat terjadi friksi diantara dua metal tidak dapat terbawa melalui siklus konveksi hal ini dikarenakan gemuk pelumas tidak dapat bersirkulasi seperti pelumas cair.

2) Kesulitan dalam melakukan penggantian dibandingkan pelumas cair.

#### 2.3 Bahan Dasar Gemuk Pelumas

Bahan utama pembentuk gemuk yaitu *base oil* (pelumas utama), pengental (*thickener*), dan aditif. Proses yang dialami yaitu proses pengisian bahan baku, epoksidasi, penyabunan (saponifikasi), dan proses penyelesaian akhir (pencampuran).

### 2.3.1 Minyak Dasar (Base oil)

Base oil merupakan komponen utama dan terbesar pada gemuk pelumas. Base oil inilah yang berperan sebagai pelumas utama yaitu berperan sebagai bahan untuk memperkecil gaya gesek pada permukaan logam yang bergesekan. Komposisi base oil dari gemuk pelumas itu adalah 75-90 % dari total komposisi gemuk pelumas (Dizi,

2008). *Base oil* dapat berupa minyak mineral (hasil olahan minyak bumi), minyak sintetik, maupun minyak hasil olahan tumbuhan (minyak nabati). Dalam gemuk pelumas *bio*, *base oil* yang digunakan harus bersifat mudah diuraikan secara organik, dan minyak tumbuhan memenuhi kriteria tersebut karena berasal dari bahan organik yan dapat terurai (*biodegradable*). Dalam penelitian-penelitian yang dilakukan oleh peneliti sebelumnya, minyak sawit memiliki kriteria yang dapat digunakan sebagai *base oil* dalam pembuatan gemuk pelumas.

### A. Minyak Mineral

Minyak mineral secara umum dapat diartikan sebagai minyak yang diperoleh dari petroleum (lansdown, 1982). Minyak mineral merupakan bahan utama dalam pembuatan pelumas gemuk yang paling banyak dipakai saat ini. Kelebihan dan kekurangan minyak mineral pada pembuatan gemuk pelumas dapat dilihat pada tabel berikut ini.

Tabel 2.2 Kelebihan dan kekurangan minyak mineral sebagai base oil

Minyak Mineral			
Kelebihan	Kekurangan		
a. Jangkauan suhu operasi relatif luas sehingga dapat digunakan secara luas b. Sifat-sifat fisika dan kimianya mudah mudah dikontrol c. Tidak beracun (khusus white mineral oil) d. Mudah bercampur dengan aditif e. Tidak membentuk	a. Ketersediaannya semakin menipis seiring dengan penurunan ketersediaan minyak bumi b. Biodegradeability-nya rendah sehingga dapat mencemari lingkungan bila terbuang kea lam		
emulsi dengan air			

### B. Minyak Sintetis

Minyak sintetis merupakan minyak yang dibuat melalui sintetis kimiawi dengan memadukan senyawa-senyawa yang memiliki berat molekul rendah dan viskositas yang memenuhi syarat sebagai bahan dasar pelumas . Kelebihan dan kekurangan minyak sintetis dalam pembuatan gemuk dapat dilihat dari tabel dibawah

Tabel 2.3 Kelebihan dan kekurangan minyak sintetis sebagai base oil

	Minyak Sintetis		
Kelebi	han	Kekurangan	
a.	Dapat merekayasa	Proses produksi minyak	
	struktur minyak yang	sintetis sangat mahal dan	
	dihasilkan sedemikian	terkadang tidak ekonomis	
	rupa sehingga didapat		
	minyak sintetis yang		
	karakteristiknya sesuai		
	dengan yang diharapkan		
b.	Kestabilan yang tinggi		
	baik pada temperatur		
	tinggi maupun		
	temperatur rendah		

# C. Minyak Nabati

Minyak nabati merupakan minyak yang dihasilkan dari tumbuhtumbuhan berupa senyawa ester dari gliserin dan campuran dari berbagai jenis asam lemak, tidak larut dalam air tetapi larut dalam pelarut organik .

Kelebihan dan kekurangan minyak nabati dalam pembuatan gemuk dapat dilihat pada tabel berikut

Tabel 2.4 Kelebihan dan kekurangan minyak nabati sebagai base oil

	Minyak Nabati			
	Kelebihan	Kekurangan		
a.	Dapat dengan mudah terdegradasi	Struktur rantai yang		
	oleh lingkungkungan sehingga	banyak mengandung		
	lebih bersifat ramah lingkungan	ikatan tidak jenuh		
		sehingga mudah		
b.	Tidak beracun karena berasal dari	teroksidasi dan		
		membentuk asam lemask		

	bahan alami	yang dapat menyebabkan
		koroasi pada komponen
c.	Aman, tidak mudah terbakar	yang terbuat dari logam
	karena memiliki flash point yang	
	sangat tinggi yaitu lebih dari 290°C	Sangat mudah terbentuk
		emulsi dengan air yang
d.	Dapat diperbaharui (dapat	merupakan pelarut
	diregenerasi)	organik sehingga sulit
		dalam pemisahannya

Minyak nabati yang dapat digunakan adalah: minyak kelapa sawit, minyak kacang kedelai, minyak biji bunga matahari, minyak zaitun, minyak jarak dan lain sebagainya. Minyak sawit merupakan minyak nabati yang paling melimpah dan paling banyak dibuat didunia. Pemilihan minyak sawit dalam penelitian ini karena mudahnya memperoleh minyak sawit dan harganya yang cukup murah.

Minyak sawit bersifat padat pada suhu kamar, dengan titik cair berkisar antara 40-70  $^{0}$ C, hal ini dikarenakan minyak sawit mengandung beberapa macam asam lemak yang mempunyai titik cair yang berbeda-beda. Karakteristik dari minyak sawit dapat dilihat pada tabel dibawah ini :

Tabel 2.5 Karakteristik Minyak Sawit (Rondang, 2006)

Karakteristik	Nilai
Specific Gravity pada 37,8 °C	0,898-0,901
Iodine Value	44-58
Saponification Value	195-205
Unsaponification Value, %	< 0.8
Titer, <sup>0</sup> C	40-47

#### 2.3.2 Pengental (*Thickener / Thickening Agent*)

Bahan pengental atau *thickener* adalah pembentuk dari gemuk pelumas, *thickener* dapat berasal dari sabun (*soap*) alkali dan alkali tanah atau dapat juga berasal dari bukan sabun (*non soap*). *Thickener* yang digunakan sangat mempengaruhi kualitas dari gemuk yang dihasilkan, seperti sifat ketahanan pada tekanan tinggi, ketahanan terhadap suhu tinggi, dan ketahanan terhadap air. Berikut akan dijelaskan tentang pengental dari sabun dan non sabun.

# 2.3.2.1 Sabun (*Soap*)

Sabun merupakan bahan pengental yang terbentuk melalui mekanisme saponifikasi yaitu penyabunan antara asam lemak dengan alkali. Asam lemak yang digunakan dapat berasal dari hewan maupun tumbuhan. Sedangkan alkali yang digunakan adalah jenis logam dari golongan alkali dan alkali tanah seperti kalsium, lithium dan sodium.

Asam lemak terbaik yang digunakan dalam pembuaatan sabun pengental yaitu asam lemak dengan jumlah rantai atom karbon 18 (Lansdown, 2007). Panjang rantai karbon dalam asam karboksilat ini berpengaruh terhadap kemampuan dari sabun larut kedalam *base oil*...

Ikatan karbon ikatan rangkap yang terdapat dalam asam karboksilat menjadikan sabun lebih larut dalam minyak dasar mineral, mengurangi efek pengentalan, menurunkan *dropping point*, dan bahkan menurunkan kestabilan oksidasi sehingga jarang digunakan. Untuk memaksimalkan hasil yang didapat, asam lemak yang memiliki ikatan rangkap ini terlebih dahulu diepoksidasi.

Perbedaaan pokok antara gemuk pelumas yang menggunakan *thickener* dari sabun dengan yang menggunakan *thickener* bukan sabun adalah ketika bekerja pada suatu kondisi operasi yang menyebabkan kenaikan temperatur maka gemuk pelumas yang menggunakan *thickener* sabun akan terjadi perubahan fasa menjadi cair sedangkan gemuk pelumas yang menggunakan *thickener* bukan sabun hanya akan lembek saja.

# 2.3.2.1.1 Asam Lemak Yang Digunakan

Dalam pembuatan sabun, asam lemak yang akan digunakan tentunya harus memiliki kriteria tertentu. Panjang rantai karbon asam lemak paling ideal sebagai komponen sabun pengental yaitu 18. Rantai karbon yang lebih kecil dari 18 akan menurunkan titik leleh dan mengurangi efek pengentalan, sedangkan panjang rantai karbon yang lebih besar dari 18 akan menaikkan kelarutannya dalam minyak dasar juga menurunkan efek pengentalan (Lansdown, 2007)

Asam lemak yang dapat digunakan dalam pembuatan sabun dan memenuhi kriteria rantai karbon 18 yaitu asam 12-hidroksistearat, asam stearat, dan asam oleat.

#### 2.3.2.1.1.1 Asam 12-Hidroksistearat

Asam 12-hidroksistearat merupakan asam lemak jenuh yang diperoleh dari hidrolisa minyak jarak castor.

Asam 12 hidroksi stearat adalah asam lemak yang diperoleh melalui hidrogenasi dan hidrolisis castor oil. Asam 12 hidroksi stearat berwarna putih, tidak beracun, tidak berbahaya, larut dalam sejumlah pelarut organik, dan tidak larut dalam air. Asam 12 hidroksi stearat dapat meningkatkan *performance* secara keseluruhan dengan tekstur yang lebih baik, meningkatkan *heat stability*, dan meningkatkan *dropping point*.

Terdapatnya gugus hidroksi pada asam lemak ini menjadikan asam 12-hidroksistearat memiliki kriteria yang cocok untuk dijadikan bahan baku gemuk pelumas. Ikatan hidrogen pada asam 12-hidroksistearat ini yang diduga berperan kuat dalam meningkatkan *dropping point, heat stability* dan tekstur yang bagus. Gugus hidroksi ini membentuk ikatan hidrogen sehingga dapat mengikat minyak lebih kuat dan juga berperan dalam meningkatkan titik leleh.

Sejauh ini, asam 12 hidroksi stearat digunakan oleh Pertamina sebagai bahan baku pembuatan gemuk pelumas dan untuk memperolehnya, Pertamina mengimpor asam 12 hidroksi stearat dari negara-negara seperti India dan Amerika



Gambar 2.1 Asam 12 Hidroksi Stearat

#### 2.3.2.1.1.2 Asam Stearat

Asam stearat adalah asam lemak jenuh yang mudah diperoleh dari lemak hewani serta minyak masak. Wujudnya padat pada suhu ruang, dengan rumus kimia CH<sub>3</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>16</sub>COOH. Asam stearat memiliki titik didih 361 °C dan Titik lebur 69.6 °C. Tidak terdapatnya ikatan rangkap pada asam stearat merupakan keunggulan tersendiri. Sifat jenuhnya ini membuat asam stearat tahan terhadap oksidasi. Mudahnya memperoleh asam stearat di Indonesia diharapkan dapat menggantikan peran asam 12-hidroksistearat dalam pembuatan gemuk.

### 2.3.2.1.1.3 Asam Oleat

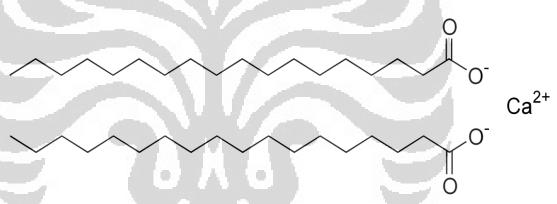
Asam oleat merupakan asam lemak tak jenuh yang banyak dikandung dalam minyak zaitun. Asam ini tersusun dari 18 atom C dengan satu ikatan rangkap diantara atom C ke-9 dan ke-10. Rumus kimia: CH<sub>3</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>7</sub>CHCH(CH<sub>2</sub>)<sub>7</sub>)COOH. Asam lemak ini pada suhu ruang berupa cairan kental dengan warna kuning pucat atau kuning kecoklatan. Asam ini memiliki titik leburnya 15.3 °C dan titik didihnya 360 °C. Terdapatnya ikatan rangkap (tidak jenuh) pada asam oleat ini mengakibatkan asam oleat mudah teroksidasi. Hal ini nantinya akan berpengaruh pada ketahanan oksidasi gemuk yang akan dihasilkan. Untuk menghilangkan ikatan rangkap pada asam oleat ini, perlu dilakukan epoksidasi terlebih dahulu. Selain itu, epoksidasi juga memungkinkan muncur gugus hidroksi seperti yang dimiliki oleh asam 12-Hidroksistearat jika bereaksi dengan air pada temperature panas saat didalam reaktor.

### 2.3.2.1.2 Sabun yang Digunakan dalam Pembuatan Gemuk Kalsium

Sabun kalsium yang dapat digunakan sebagai pengental untuk menggantikan sabun kalsium 12-hidroksistearat yaitu sabun kalsium stearat,sabun kalsium Oleat, dan sabun kalsium epoksida oleat.

#### 2.3.2.1.2.1 Sabun Kalsium Stearat

Kalsium stearat merupakan sabun yang diperoleh dengan memanaskan kalsium oksida atau kalsium hidroksida dengan asam stearat yang merupakan suatu asam lemak. Sabun ini tidak larut dalam air dan tidak terlalu berbusa. Sifat sulit larut dalam air ini memiliki nilai tambah sebagai pengental pada sabun karena gemuk yang didapatkan memiliki sifat yang tahan air.



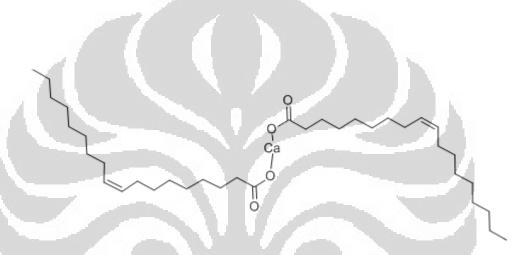
Gambar 2.2 Struktur molekul kalsium stearat

Tabel 2.6 Sifat fisik kalsium stearat

Rumus molekul	C36H70CaO4	
Massa molar	607,02 gr/mol	
Bentuk	Bubuk putih hingga putih kekuningan	
Densitas	1,08gr / cm3	
Titik leleh	1550C	
Kelarutan dalam air	0,004 gr/100ml pada suhu 15C	

#### 2.3.2.1.2.2.Sabun Kalsium Oleat

Kalsium oleat dibuat dengan mereaksikan asam oleat dengan kalsium hidroksida. Seperti halnya kalsium stearat, kalsium oleat juga sulit larut dalam air, ini dikarenakan terdapatnya 2 buah gugus oleat yang saling berseberangan, yang mengakibatkan molekul sabun menjadi tidak polar. Sifat yang kurang polar ini menjadi kelebihan dari sabun kalsium sebagai komponen pengental dalam gemuk karena mengakibatkan sifat gemuk yang dihasilkan menjadi tahan terhadap air.



Gambar 2.3 Struktur molekul kalsium oleate

### 2.3.2.1.2.3 Sabun kalsium epoksida oleat

Pada pembuatan sabun kalsium ini, dilakukan epoksidasi terlebih dahulu terhadap asam oleat. Epoksidasi ini bertujuan untuk menghilangkan ikatan rangkap yang terdapat pada asam oleat. Dengan hilangnya ikatan rangkap ini, sabun yang didapat menjadi lebih jenuh sehinggal sulit dioksidasi. Epoksidasi dilakukan dengan mereaksikan asam oleat dengan hidrogen dan bantuan dari asam formiat sebagai katalis. Secara keseluruhan reaksi terjadi dalam 2 tahap, dapat dilihat pada gambar dibawah:

Tahap 1: 
$$O$$
 $R'COOH + H_2O_2 \longrightarrow R'COOH + H_2O$ 
(asam formiat)

Setelah dilakukan epoksidasi, epoksida oleat kemudian direaksikan dengan kalsium hidroksida untuk mendapatkan sabun kalsium hasil epoksidasi oleat.

Reaksi penyabunan pada penelitian ini:

- 1. Asam oleat + Kalsium Hidroksida → Kalsium oleat + air
- 2. Asam stearat + Kalsium Hidroksida → Kalsium stearat + air
- 3. Asam oleat hasil epoksidasi + Kalsium Hidroksida → Kalsium oleat epoksida + air

# 2.3.2.2 Bukan Sabun (Non Soap)

Thickener non sabun merupakan bahan pengental yang tidak menggunakan asam lemak dan alkali sebagai bahan pengental. Gemuk yang dihasilkan dengan menggunakan bahan pengental jenis ini akan lebih mampu bertahan pada temperatur tinggi tidak mudah mencair sehingga mampu memberikan pelumasan pada mesin mesin dengan baik.

#### 2.3.3 Additive

Additive digunakan untuk meningkatkan performa gemuk pelumas. Additive akan menyempurnakan kinerja dari gemuk pelumas, bahkan additive akan menutupi kekurangan yang ada pada gemuk pelumas. Dengan adanya additive kemampuan dari sifat alamiah dari pelumas akan meningkat. Sehingga dengan adanya additive maka usia pemakaian dari gemuk pelumas menjadi lebih lama disamping kemampuannya untuk melindungi logam yang dilumasi menjadi lebih baik.

Secara umum *additive* adalah senyawa-senyawa yang dapat meningkatkatkan perfoma dari gemuk pelumas, dengan adanya *additive* maka gemuk pelumas akan tahan terhadap tekanan yang ekstrem, tahan terhadap oksidasi, tahan terhadap korosi. Dan dapat lebih menjaga keausan dari logam yang dilumasi. Beberapa additive yang biasa digunakan adalah *anti oxidant*, *extreme preasure*, *corrosion inhibitor*, *metal deactivator*, *anti wear*.

#### 2.3.3.1 Anti Oxidant

Anti Oxidant adalah additive yang berfungsi mencegah terjadinya oksidasi terhadap molekul-molekul gemuk. Oksidasi pada gemuk pelumas dapat terjadi pada lubricating oil (base oil) dan asam lemak. Akibat proses oksidasi ini maka akan menghasilkan senyawa-senyawa peroxide, terutama hydroperoxide yang bersifat asam. Dengan adanya asam yang terbentuk maka akan menyebabkan terbentuknya karat pada logam yang dilumasi. Anti Oxidant, akan bereaksi dengan senyawa peroxide yang terbentuk dan menghasilkan suatu inhibitor radical, dimana inhibitor radical ini tidak dapat bereaksi lagi, baik dengan oxygen maupun molekul-molekul gemuk (Dizi, 2007).

#### 2.3.3.2 Extreme Pressure

"Extreme pressure (EP) adalah additive yang dapat mencegah keausan yang terjadi pada saat terjadi beban yang berat diakibatkan tekanan yang ekstrim" (Albert, 1999, hal. 50). Extreme pressure membentuk suatu lapisan film pada logam yang dilumasi menjadi sangat keras (solid friction) sehingga mencegah keausan. Keausan yang terjadi pada suatu peralatan dapat dibagi menjadi tiga tipe yaitu:

#### 1) Abrasive wear

Adalah keausan yang disebabkan oleh karena adanya gesekan antara permukaan logam suatu peralatan dengan *abrasive contaminant* (unsur lain yang sifatnya dapat menggores misalnya: debu dan partikel logam.

#### 2) Corrosive wear

Adalah keausan yang disebabkan karena adanya pengaruh senyawa-senyawa asam terhadap permukaan logam suatu peralatan.

#### 3) Adhesive wear

Adalah keausan yang disebabkan oleh karena adanya *metal to metal contact* antara permukaan logam yang bergerak.

# 2.3.3.3 Corrosion Inhibitor

Corrosion inhibitor adalah additive yang dapat melindungi permukaan peralatan yang terbuat dari bahan bukan metal (non ferrous metal), terhadap pengaruh senyawa asam untuk menghindari terjadinya korosi (Albert,1999, hal. 56). Mekanisme kerja additive di dalam gemuk pelumas adalah bereaksi dengan peralatan bukan metal sehingga membentuk lapisan yang tahan terhadap korosi yang melekat kuat pada permukaan logam tersebut sehingga lapisan tersebut akan menghalangi logam dengan oksigen dan senyawa asam yang terbentuk akibat oksidasi lubricating oil (base oil) atau asam lemak.

### 2.3.3.4 Metal Deactivator

Memiliki fungsi yang hampir sama dengan *anti oxidant*, namun mekanisme kerjanya berbeda. Terjadinya oksidasi dapat dipercepat oleh logam-logam seperti tembaga, besi dan lain-lain, karena logam-logam tersebut bertindak sebagai katalisator. *Metal deactivator additive* akan bereaksi dengan permukaan logam yang dilumasi sehingga membuat logam-logam yang bertindak menjadi katalisator tersebut menjadi tidak aktif, sehingga oksidasi bisa dicegah. Contoh additive yang bertindak sebagai metal deactivator adalah *heterocyclic sulfur-nitrogen compound*.

#### 2.3.3.5 *Anti Wear*

Anti wear adalah additive yang berfungsi untuk mengurangi gesekan terutama ketika mesin baru dijalankan, karena anti wear membuat lapisan film pada permukaan logam dan dapat menahan pelumas sehingga tidak lepas ikatannya dengan logam yang dilumasi contoh senyawa yang tergolong additive anti wear adalah alkyl derivative of 2-5 di mercapte 1-3-4 thiadiazol.

### 2.4 Pembuatan Gemuk Bio Kalsium Kompleks

Pembuatan gemuk bio kalsium komplek bukan yang pertama kali dilakukan. Hasil pembuatan gemuk bio kalsium kompleks yang pernah dilakukan dapat digunakan sebagai pembanding dan diharapkan penelitian ini jika dilakukan dengan pengental yang berbeda, hasil uji kualitasnya mendekati nilai uji yang pernah dibuat sebelumnya. Pembuatan gemuk bio kalsium kompleks yang digunakan sebagai pembanding, yaitu:

# i. Pembuatan Gemuk Bio Kalsium Kompleks, DTK 2009.

Pembuatan gemuk bio kompleks oleh Maria Wulandari dilakukan dengan mereaksikan kalsium hidroksida dengan asam 12-hidroksistearat sebagai sabun utama dan kalsium hidroksida dengan asam asetat sebagai sabun pengompleks sebagai pengental. Base oil yang digunakan dalam percobaan ini adalah minyak sawit yang telah diepoksidasi.

Dalam percobaan ini, persentase base oil dengan pengental dibuat tetap dengan rasio massa 85% *base oil* dan 15 % pengental. Pada pengental, perbandingan antara mol sabun kompleks,yaitu kalsium hidroksistearat dan kalsium asetat diubah-ubah sampai didapat komposisi yang paling bagus.

Hasil terbaik dari percobaan ini adalah didapat rasio mol antara sabun kompleks dan sabun utama sebesar 5 : 1. Pada percobaan ini berhasil didapatkan gemuk dengn NLGI 2 dan *dropping point* pada 324 <sup>0</sup>C. Pembuatan sabun kompleks kalsium dengan menggunakan asam stearat dan asam oleat serta asam oleat

terepoksidasi sebagai pengganti asam 12-hidroksistearat diharapkan memiliki nilai uji kualitas yang mendekati pada percobaan ini.

# ii. Pembuatan Produk Gemuk Sintetik Kalsium Kompleks dengan Pengental Kalsium Oleat SumTech FGCO oleh Summit Industrial Product

Pada produk *SumTech FGCO* ini, dihasilkan dengan menggunakan pengompleks Kalsium asetat dengan komponen sabun utamanya kalsium oleat.

Produk ini berhasil mendapatkan gemuk sintetik kalsium kompleks dengan NLGI 2 dan *dropping point* diatas 320 C. Selain itu,produk ini juga berhasil mendapatkan sertifikat NSF sebagai pelumas yang aman terhadap bahan makanan

Data properties dari produk ini dapat dilihat pada tabel dibawah

Tabel 2.7 Karakteristik gemuk kalsium kompleks yang dibuat di pasaran

Produk	SumTech FGCO #2
Nilai NLGI	2
Warna	Putih
Tekstur	Lembut
Base Oil	Hidrokarbon sintetis
Thickener Tipe	Kalsium oleat
Dropping point	320 C
NSF Certified	H1

Summit *Industrial Product* (2011)

### 2.5 Parameter Uji Gemuk Pelumas

Parameter uji pelumas gemuk penting untuk dilakukan demi mengetahui kualitas gemuk yang telah dibuat. Hal ini dikarenakan gemuk pelumas yang diperoleh harus memiliki kestabilan dalam kualitas. Kualitas dari gemuk pelumas ditentukan

dari beberapa parameter uji. Jenis dan jumlah pengental (*thickener*) serta viskositas pelumas menentukan sifat gemuk pelumas yang terbentuk, warna dan tekstur, diteliti secara visual. Parameter uji pelumas gemuk menggunakan standar uji dari ASTM (*American Standard Thermal Material*). Parameter uji kualitas gemuk yang akan dilakukan adalah sebagai berikut:

#### 2.5.1 Konsistensi

Konsistensi / Consistency adalah suatu keaadaan yang menunjukan kekerasan atau kelunakan suatu gemuk pelumas . Konsistensi gemuk bergantung pada jenis dan banyaknya bahan pengental yang digunakan serta viskositas dari base oil. Gemuk dapat mengeras ataupun melunak karena efek kontaminasi, penguapan minyak ataupun gaya mekanik Kepadatan suatu gemuk pelumas dinyatakan dengan "angka penetrasi", dimana penetapannya dilakukan dengan menggunakan alat yang disebut "penetrometer". Angka penetrasi adalah suatu angka dalam satuan 0.1 mm, yang menyatakan kedalaman menembusnya "penetrator cone" ke dalam contoh pelumas gemuk yang diuji konsistensi diukur dengan menggunakan uji penetrasi (ASTM D217) menggunakan penetrometer, dan dinyatakan dalam bilangan penetrasi. Semakin besar bilangan penetrasi suatu pelumas, semakin rendah konsistensi gemuk tersebut. Pengujian dilakukan dalam dua macam cara:

#### 1) Unworked Penetration

Dimana angka penetrasi yang didapatkan merupakan keadaan asli dari pelumas gemuk tanpa adanya perlakuan usaha (ditekan atau dikocok).

#### 2) Worked Penetration

Terhadap contoh yang diuji terlebih dahulu diberikan usaha (ditekan atau dikocok) dengan menggunakan alat yang disebut "*grease worker*", sebanyak 0, 60, dan 1000 langkah. Angka penetrasi yang didapatkan memberikan gambaran mengenai tentang keadaan gemuk pelumas pada pemakaiaannya nanti. Umumnya *worked penetration* lebih tinggi (lebih lembek) daripada *unworked penetration*.

Berikut ini adalah tabel nilai konsistensi berdasarkan NLGI:

Tabel 2.8 Konsistensi berdasarkan NLGI (National Lubricating Grease Institute, 1984)

Bilangan NLGI	Worked penetration pada suhu 25°C (0.1 mm)*	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 hard
4	175-205	Keras
5	130-160	Sangat keras, seperti sabun
6	85-115	Sangat keras, seperti sabun



Gambar 2.4 Penetration Tester

## 2.5.2 Four Ball Test (Uji Keausan)

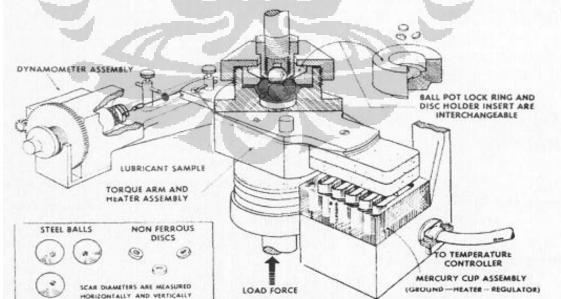
Four ball test dilakukan untuk mengetahui performa atau kemampuan dari suatu gemuk untuk melindungi permukaan logam dari keausan akibat gesekan yang dialami.

Metode uji keausan dapat dilakukan dengan metode Four Ball Test sesuai dengan prosedur standar ASTM D-4172. Analisis dilakukan dengan membandingkan perubahan massa bola sebelum dan sesudah proses pengujian (Rush, 1997). Semakin kecil nilai koefisien friksinya maka akan semakin kecil pula keausan yang ditimbulkan

Kondisi pelumasan pada metode ini adalah pelumasan batas, dimana terjadi kontak antar logam dengan adanya beban dan putaran. Secara garis besar, alat ini terdiri dari empat buah bola, tiga bola berasa dibawah dan satu bola berada diatas, bola-bola tersebut memiliki ukuran yang seragam dan dilumasi dengan gemuk pelumas yang akan diuji. Bola yang terletak diatas berputar dengan putaran antara 600 rpm sampai 1800 rpm dengan beban dari 0,1 kg sampai dengan 50 kg, ketiga bola yang lain yang terletak diatas dipasang secara statis.

DYNAMOMETER ASSEMBLY

Peralatan yang digunakan dalam four ball test yaitu seperti berikut:

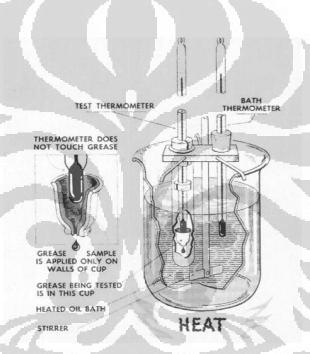


Gambar 2.5 Four ball test (Rush, 1997)

## 2.5.3 Dropping Point

Uji *dropping point* bertujuan untuk mengetahui kondisi suhu pada saat gemuk tampak mulai mencair. Semakin tinggi nilai *dropping point*, maka semakin bagus performa dari gemuk yang dihasilkan. Hal ini karena dalam beberapa penerapannya, gemuk digunakan untuk melumasi bagian logam yang bekerja pada suhu tinggi.

Metode pengukuran *dropping point* menggunakan ASTM D-566 (Rush, 1997). Berikut adalah contoh peralatan yang digunakan untuk menguji *dropping point*.



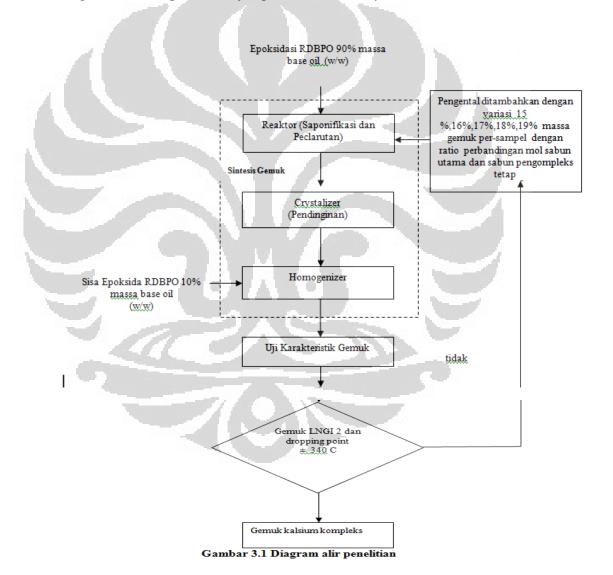
Gambar 2.6 Pengujian dropping point (Rush, 1997)

# BAB 3 METODE PENELITIAN

## 3.1 Metode Pelaksanaan Penelitian

Metode penelitian yang akan dilakukan pada penelitian ini bertujuan untuk menetapkan langkah-langkah yang akan dilakukan untuk mencapai tujuan dari penelitian ini.

Diagram alir dari penelitian yang akan dilakukan yaitu:



#### 3.2 Variabel Bebas dan Terikat

Terdapat satu variabel bebas atau variabel yang divariasikan dalam penelitian ini yaitu rasio massa bahan pengental terhadap massa base oil. Variabel yang dijaga tetap yaitu rasio mol antara sabun utama dan sabun pengompleks yang dijaga 1:5, mengacu pada rasio terbaik yang didapat oleh peneliti sebelumnya. Komposisi bahan pembuatan gemuk kalsium kompleks asetat menggunakan perbandingan persentase berat. Komposisi bahan pengental dibuat bervariasi antara 15% - 19 % dari seluruh berat gemuk yang dibuat. Sedangkan variasi komposisi bahan sabun pengompleks yang dilakukan yaitu tetap pada perbandingan mol 1:5. Parameter yang ingin diketahui dari penelitian ini (variabel terikat) adalah:

- 1. Penetration value
- 2. Dropping point
- 3. Ketahanan aus

## 3.3 Alat Dan Bahan

#### 3.3.1 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu:

- 1. Epoksida RBDPO (Refined Bleached Deodorized Palm Oil) sebagai base oil.
- 2. Kalsium hidroksida sebagai alkali dalam pembuatan bahan pengental.
- 3. Asam stearat dan asam oleat sebagai asam lemak dalam pembuatan bahan pengental.
- 4. Asam asetat sebagai agen pengompleks dalam pembuatan sabun kalsium kompleks.
- 5. Hidrogen peroksida untuk mengepoksidasi asam oleat.

## 3.3.2 Peralatan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu:

- Reaktor bio pelumas : 1 unit
- Kontaktor berpengaduk (*Autoclave*) : 1 unit
- *Mixer* : 1 unit

Reaktor bio pelumas digunakan untuk mengepoksidasi RBDPO untuk digunakan sebagai *base oil* pada pembuatan gemuk. Reaktor yang digunakan

merupakan reaktor bertekanan dengan kapasitas 20 L. Sehingga volume minyak RBDPO yang dimasukkan ke dalamnya maksimal ± 10 L. Reaktor dioperasikan pada suhu 60-65°C, dengan menggunakan jaket air. Berikut ini gambar reaktor bio pelumas untuk epoksidasi RBDPO:



Gambar 3.2 Reaktor bio pelumas untuk epoksidasi RBDPO

Reaktor yang yang digunakan merupakan jenis reaktor bertekanan dengan kapasitas 2 kg, sehingga berat sampel percobaan maksimal  $\pm$  1 kg. Hal ini untuk menghindari kenaikan tekanan yang sangat besar selama proses pemanasan (proses pemanasan berlangsung pada suhu tinggi  $\pm$  195°C). Foto reaktor yang digunakan adalah sebagai berikut:



Gambar 3.3 Reaktor batch tertutup skala pilot

Fungsi utama reaktor adalah sebagai tempat terjadinya reaksi saponifikasi dan pendispersian sabun dalam *base oil*. Reaktor dilengkapi dengan *pressure gauge* untuk mengetahui tekanan dalam *autoclave* selama proses pemanasannya. Untuk aspek keamanan, reaktor dilengkapi dengan *pressure safety valve* untuk melepaskan tekanan berlebih di dalam reactor

Selain reaktor bio pelumas dan reaktor gemuk tertutup, pada penelitian ini juga digunakan *homogenizer* untuk mengahaluskan gemuk sehingga strukturnya homogen. *Homogenizer* yang digunakan adalah *mixer* seperti pada gambar berikut.



Gambar 3.4 Homogenizer

## 3.4 Pembuatan Gemuk

## 3.4.1 Penentuan Komposisi

Langkah awal dari penelitian ini yaitu penentuan komposisi awal bahan-bahan yang akan digunakan. Komposisi awal untuk pembuatan pelumas gemuk kalsium kompleks ini ditentukan dari hasil studi berbagai literatur yang kemudian dilakukan analisis dengan mempertimbangkan hal-hal berikut :

- Kesesuaian dengan produk pelumas gemuk yang akan dibuat, yaitu pelumas gemuk dengan nomor NLGI 2
- Kesesuaian dengan bahan baku yang akan digunakan, yaitu kalsium hidroksida
- Kesesuaian dengan kuantitas produk pelumas gemuk yang akan dibuat atau skala pembuatan, yaitu skala lab dengan kuantitas produksi 1000 gram.

• Komposisi terbaik untuk menghasilkan gemuk kalsium kompleks terdiri dari 15% berat *thickener* dan rasio mol 12 hidroksistearat dan kalsium asetat yaitu 1 : 5 (Maria, 2009). Gemuk yang dihasilkan dari penelitian tersebut cukup bagus dan memenuhi persyaratan NLGI 2. Atas dasar inilah dalam penelitian ini rasio mol sabun utama dengan sabun pengompleks dijaga sebesar 1 : 5,dan pengubahan komposisi dilakukan terhadap perbandingan massa thickener dan base oil. Berikut ini merupakan tabel dari komposisi gemuk yang akan dibuat.

Tabel 3.1 Komposisi gemuk dengan komposisi variasi base oil yang dibuat dengan pengental sabun kalsium oleat

% Pengental	15%	16%	17%	18%	19%	Total
(gram)			400			Kebutuhan
	Trans.					bahan
Base oil(gram)	850,0	840,0	830,0	820,0	810,0	4150,0
Pengental	150,0	160,0	170,0	180,0	190,0	850,0
(gram)		A 10				
<b>Total Gemuk</b>	1000,0	1000,0	1000,0	1000,0	1000,0	5000,0
(gr)			1 A			
Ca(OH)2.2H2O	71,0	75,7	80,5	85,2	89,9	402,3
total (gram)						
Asam Asetat	64,5	68,8	73,1	77,4	81,7	365.7
(gram)				B.		
Asam oleat	60,8	64,9	68,9	73,0	77,4	893
(gram)	1 1 1					
Total bahan	196,3	209,4	222,5	235,6	249	1112,8
pengental			-		- A	
(gram)						

Tabel 3.2 Komposisi gemuk dengan komposisi variasi *base oil* yang dibuat dengan pengental sabun kalsium stearat

% Pengental	15%	16%	17%	18%	19%	Total
(gram)						Kebutuhan
		10.10.000	-53			bahan
Base oil(gram)	850,0	840,0	830,0	820,0	810,0	4150,0
Pengental	150,0	160,0	170,0	180,0	190,0	850,0
(gram)						
<b>Total Gemuk</b>	1000,0	1000,0	1000,0	1000,0	1000,0	5000,0
(gr)						
Ca(OH)2.2H2O	70.8	75.5	80.2	84.9	89.7	401,1
total (gram)			400			
Asam Asetat	64.3	68.6	72.9	77,2	81,5	364,5
(gram)						
Asam stearat	61,1	65,2	69,3	73,4	77,4	346,4
(gram)						
Total bahan	196,2	209,3	222,4	235,5	248,6	1112
pengental(gram)		40.7			T	<i>a</i> 1

Tabel 3.3 Komposisi gemuk dengan komposisi variasi *base oil* yang dibuat dengan pengental sabun kalsium epoksida oleat

% Pengental (gram)	15%	16%	17%	18%	19%	Total Kebutuhan bahan
Base oil(gram)	850,0	840,0	830,0	820,0	810,0	4150,0
Pengental (gram)	150,0	160,0	170,0	180,0	190,0	850,0
Total Gemuk (gr)	1000,0	1000,0	1000,0	1000,0	1000,0	5000,0
Ca(OH)2.2H2O total (gram)	69,4	74,0	78,7	83,3	87,9	393,3
Asam Asetat (gram)	63,1	67,3	71,5	75,7	79,9	357,5
Asam oleat epoksida(gram)	62,8	67,0	71,2	75,4	79,6	356
Total bahan pengental (gram)	195,3	208,3	221,4	234,4	247,4	1107

Pada perhitungan total massa bahan pembuatan gemuk, lebih banyak dibandingkan gemuk yang dihasilkan. Hal ini dikarenakan adanya molekul air yang terdapat pada kalsium hidroksida hidrat.

#### 3.4.2 Sintesa Produk

Dalam sintesa produk ini, terdapat beberapa tahap yang akan dilakukan. Prinsip-prinsip dasar pembuatan gemuk pelumas:

- 1) Menentukan komposisi gemuk : perbandingan antara *base oil, thickener*, dan *complexing agent*.
- 2) Pembuatan *base oil* epoksidasi RBDPO dan juga asam oleat yang diepoksidasi
- 3) Mereaksikan antara bahan baku (*raw material*) dengan urutan-urutan tertentu. Berupa reaksi saponifikasi.
- 4) Proses pendinginan : dimana akan terbentuk gemuk pelumas yang masih kasar.
- 5) Homogenisasi : proses menghomogenkan baik secara komposisi maupun ukuran partikel.

Berikut merupakan prosedur pembuatan pelumas gemuk lithium kompleks yang telah dilakukan pada penelitian ini:

- Pembuatan base oil epoksidasi RBDPO dengan mereaksikan RBDPO dan hidrogen peroksida dengan katalis asam formiat. Berikut adalah prosedur yang dilakukan:
- Panaskan 10 liter RBDPO hingga mencapai suhu 60°C dan dilakukan pengadukan.
- Masukkan katalis asam formiat sebanyak 400 ml secara perlahan kemudian 1,5 liter H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> secara perlahan dengan dilakukan pengadukan (setiap penambahan 100 mL ditunggu hingga bereaksi (ditandai dengan kenaikan suhu) setelah suhu kembali ke 60°C dilakukan kembali penambahan hingga seluruh H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> habis)

- Pengadukan dilakukan selama 1 jam dan pertahankan suhu reaksi pada 60-65°C dengan menggunakan jaket air.
- Setelah reaksi dilakukan, diamkan sesaat. Produk akan terpisah menjadi dua fasa yaitu hasil epoksidasi dan air beserta sisa H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> dan asam formiat. Pisahkan menggunakan corong pisah.
- Setelah dipisahkan, dilakukan pencucian dengan menggunakan air untuk menghilangkan sisa asam formiat dari produk. Pencucian dilakukan sebanyak
   3-4 kali menggunakan air dengan perbandingan volume 1:1.
- Panaskan kembali produk yang telah dicuci pada suhu 68°C dalam kondisi vakum untuk menghilangkan kandungan air yang tersisa.
- Produk epoksidasi RBDPO yang telah bebas air digunakan sebagai base oil.
- 2) Pembuatan epoksida asam oleat. dengan mereaksikan asam oleat dan hidrogen peroksida dengan katalis asam formiat. Prosedur yang dilakukan kurang lebih sama dengan epoksidasi RBDPO, berbeda dalam jumlah hidrogen peroksida dan jumlah asam oleat yang akan diepoksidasi. Dalam epoksidasi ini, asam oleat yang akan diepoksidasi sebanyak 345 gr dan hidrogen peroksida kemurnian 50% sebanyak 83 gr.

## 3) Dalam Reaktor tertutup

- a. Pembuatan gemuk kalsium kompleks sabun oleat
- Dimasukkan pelumas cair (base oil) sebanyak 90% dari total massa base oil yang digunakan pada suhu 25 °C.
- Dimasukan asam stearat 5,86 % w/w dari total bobot gemuk, pada suhu 25 °C dan pengadukan dipercepat. Lakukan dengan variasi yang berbeda untuk 5 sampel
- Dimasukan Kalsium Hidroksida sebanyak 2 3 % dari total bobot gemuk pada suhu 65 °C
- Dimasukan asam asetat dan kalsium hidroksida untuk agen pengompleks sebanyak 1 - 4 % per bobot total gemuk pada suhu 80 °C

- Dilakukan pengadukan dan pemanasan pada temperatur 160 <sup>o</sup>C tekanan 3 6
   bar. Reaksi saponifikasi ini dilakukan selama 1 jam.
- Suhu reaktor diatur pada suhu 165 °C dan ketika proses telah sampai pada suhu tersebut maka dipertahankan selama 15 menit lalu suhu proses diturunkan dengan mematikan *heater*.
- Setelah terjadi reaksi saponifikasi, pemanas kemudian dimatikan dan reaktor dibiarkan tetap mengaduk.
- Dilakukan pengadukan dan penghilangan air dan udara dengan menambahkan kembali base oil sehingga menjadi 100 % berat, yaitu sebanyak 10 % berat base oil.
- Diaduk sampai temperatur proses sama dengan temperatur kamar.
- Dipindahkan gemuk pelumas ke unit Homogenizer.
  - b. Pembuatan gemuk kalsium kompleks sabun stearat.

Pembuatan gemuk kompleks dari sabun oleat memiliki komposisi yang hampir mirip dengan pembuatan gemuk kalsium kompleks stearat.

Pembuatan dilakukan dengan komposisi yang terdapat pada tabel 3.1 dan tabel 3.3

Dalam Unit Homogenizer.

 Dilakukan pengadukan menggunakan mixer sehingga gemuk pelumas menjadi homogen.

## 3.5 Pengujian Kualitas Gemuk

Setelah proses pembuatan gemuk selesai dilakukan dan menghasilkan pelumas gemuk kalsium kompleks, gemuk hasil percobaan tersebut harus terlebih dahulu melewati beberapa tahap pengujian untuk dapat diketahui kualitasnya. Pengujian yang dilakukan dalam penelitian ini antara lain, uji penetrasi (*penetration*), uji *dropping point*, dan *four ball test*.

## 3.5.1 Penetration (ASTM D-217)

Pengujian penetrasi dari gemuk yang dihasilkan menggunakan alat yang disebut *penetrometer*. Dalam penelitian ini terdapat dua jenis pengujian yang akan dilakukan yaitu *unworked penetration* dan *worked penetration*.

#### A. Unworked Penetration

- a. Gemuk yang dihasilkan ditempatkan ke dalam wadah penguji.
- b. Tanpa adanya perlakuan (ditekan ataupun dikocok), pelumas gemuk langsung ditempatkan ke dalam penetrometer.
- c. Ujung kerucut dari penetrometer dibiarkan jatuh masuk (penetrasi) ke dalam permukaan gemuk.
- d. Nilai penetrasi, yaitu kedalaman masuknya penetrometer dapat diketahui

#### B. Worked Penetration

- a) Sebelum diuji, pelumas gemuk terlebih terlebih dahulu diberikan usaha, baik itu ditekan atau dikocok dengan menggunakan alat yang disebut "gemuk *worker*" sebanyak 0, 60 dan 10000 langkah.
- b) Gemuk yang dihasilkan ditempatkan ke dalam wadah penguji.
- c) Ujung kerucut dari penetrometer dibiarkan jatuh masuk (penetrasi) ke dalam permukaan gemuk.
- d) Nilai penetrasi, yaitu kedalaman masuknya penetrometer dapat diketahui.

Dalam penelitian ini, Worked Penetration tidak dilakukan.

## 3.5.2 Dropping point (ASTM D-566)

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

- a) Wadah penguji dibersihkan.
- b) Gemuk dimasukkan ke dalam wadah, lalu dipadatkan ke dinding wadah dengan menggunakan batangan pemadat.

- c) Termometer dimasukkan ke dalam wadah, tetapi tidak menyentuh gemuk yang akan diuji.
- d) Masukkan perangkat tersebut ke dalam *heated oil batch* yang di dalamnya juga terpasang termometer.
- e) Setelah semua peralatan terpasang, panaskan *heated oil batch* hingga temperaturnya naik secara perlahan-lahan hingga terjadi tetesan gemuk.
- f) Mencatat temperatur yang ditunjukkan kedua termometer ketika terjadi tetesan pertama. Lalu temperatur tersebut dirata-ratakan.

## 3.5.3 Uji *Four Ball* (ASTM D-4172)

Pengujian *four ball* bertujuan untuk mengukur tingkat keausan logam yang dilindungi oleh gemuk dengan prosedur pengujian yang dilakukan sebagai berikut:

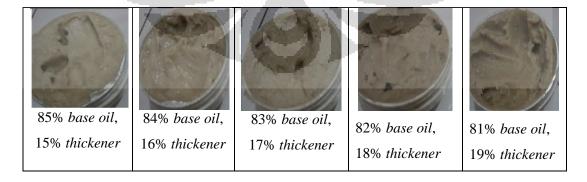
- a) Mencuci bola baja dengan toluen, kemudian mengeringkan di udara bebas.
- b) Menimbang keempat bola.
- c) Memasang bola pada alat penguji. Tiga bola dipasang di bagian bawah dan dipasang statis, sedangkan 1 bola dipasang di atas ketiga bola lain pada bagian yang berputar.
- d) Mengaplikasikan gemuk pada bola baja hingga area kontak keempat bola baja terendam ( $\pm 2,5ml$ ).
- e) Mengencangkan *four ball machine* dengan tang dan kunci inggris kemudian diletakkan pada tempatnya.
- f) Memasang beban dan kecepatan bola 1150 rpm.
- g) Setelah 1 jam, bola dibersihkan dan ditimbang sehingga dapat diketahui tingkat keausan (massa logam yang hilang akibat keausan) = (massa sebelum massa sesudah pengujian).

## BAB 4 PEMBAHASAN

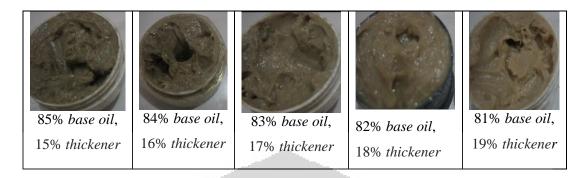
Pada bab ini akan ditampilkan hasil penelitian pembuatan serta pengujian gemuk bio kalsium stearat kompleks asetat, gemuk bio kalsium oleat kompleks asetat, dan gemuk bio kalsium oleat terepoksidasi kompleks asetat. Gemuk bio kalsium kompleks asetat yang dihasilkan akan diuji kualitasnya sehingga diketahui pengaruh dari penambahan jumlah pengompleks terhadap fisik gemuk, nilai *dropping point*, penetrasi maupun uji *four ball* dengan rasio mol sabun utama dan pengompleks dijaga tetap yaitu 1:5. Hasil pengamatan dan pengujian akan dijelaskan lebih lanjut berikut ini.

## 4.1 Pengaruh Jumlah Pengental Terhadap Tampilan Fisik Gemuk

Dalam penelitian ini dibuat dengan 5 macam variasi massa *base oil* dan *thickener* yaitu sabun kalsium stearat dengan penambahan asam asetat serta sabun kalsium oleat terepoksidasi dengan penambahan asam asetat dengan perbandingan mol sabun utama dan pengompleks dijaga tetap, yaitu perbandingan 1 :5 . Variasi komposisi *base oil* dan *thickener* yang diujikan adalah 85% w/w 15% w/w, 84% w/w 16% w/w, 83% w/w dan 17% w/w, 82% w/w 18% w/w, serta 81% w/w 19% w/w, maka didapatkan tampilan gemuk sebagai berikut ini:



Gambar 4.1 Tampilan gemuk kompleks Ca-stearat



Gambar 4.2 Tampilan gemuk kompleks Ca-oleat terepoksidasi

## Aroma:

Gemuk kalsium kompleks asetat yang dihasilkan dari penelitian ini secara umum berbau khas minyak kelapa sawit dan sudah tidak berbau asam, walau pun dalam pembuatan base oil epoksidasi RBDPO menggunakan katalis asam. Hal ini menunjukkan bahwa selama proses pembuatan epoksida RBDPO asam telah ternetralkan kembali karena pada epoksidasi asam hanya digunakan sebagai katalis.

#### Warna:

Dari gambar 4.1 dan gambar 4.2 dapat dilihat sedikit perbedaan penampakan gemuk yang dihasilkan dengan pengental kalsium stearat dan pengental kalsium oleat terepoksidasi. Gemuk dengan pengental kalsium oleat terepoksidasi berwarna lebih kehitaman dibandingkan dari gemuk dengan pengental kalsium stearat. Hal ini mungkin diakibatkan dari warna asam lemak yang digunakan. Asam oleat terepoksidasi berbentuk cairan berwarna coklat kehitaman sehingga warna gemuk yang dihasilkan juga berwarna lebih gelap. Asam stearat berbentuk serbuk berwarna putih sehingga gemuk yang dihasilkan cenderung lebih berwarna cerah dibandingkan dengan gemuk dari asam oleat terepoksidasi.

## **Tekstur:**

Tekstur yang dihasilkan dari penelitian ini dilihat dari Tabel 4.1 di atas menunjukan penambahan jumlah pengental menyebabkan gemuk yang terbentuk menjadi lebih keras dan kurang berserat. Tekstur gemuk ini dapat dilihat dengan

menekan gemuk dengan ibu jari dan telunjuk kemudian dilepaskan secara perlahan akan menunjukkan kemampuan 'mulur' gemuk. Gemuk yang dihasilkan dengan pengental kalsium oleat terepoksidasi cenderung lebih lunak dibandingan dengan gemuk yang dihasilkan dari pengental kalsium stearat. Hal ini mungkin dikarenakan asam oleat berbentuk cairan dan asam stearat berbentuk serbuk, sehingga struktur sabun pengikat minyak yang terbentuk menjadi lebih lunak jika menggunakan asam oleat terepoksidasi.

## 4.2 Pengaruh Jumlah Pengental Terhadap Uji Penetrasi

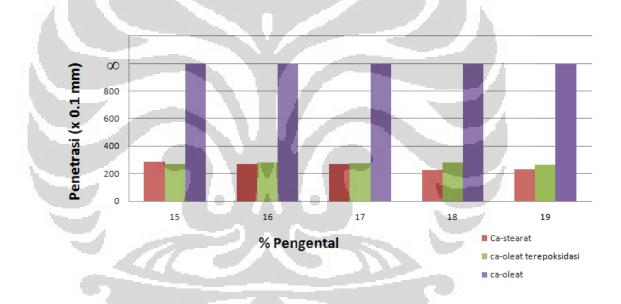
Uji penetrasi dilakukan untuk menentukan tingkat kekerasan atau konsistensi dari gemuk yang dibuat. Untuk gemuk kalsium kompleks yang dihasilkan dari penelitian ditunjukkan dalam tabel-tabel berikut ini:

Tabel 4.1 1Hasil uji penetrasi terhadap produk gemuk bio kalsium kompleks dengan pengental kalsium stearat

Jumlah Pengental(%)	Penetrasi (x 0,1	NLGI	Consistency
	mm)		
15	285	1	Creamy
16	270	2	Lunak
17	268	2	Lunak
18	227	3	Semi hard
19	230	3	Semi hard

Tabel 4. 2 Hasil uji penetrasi terhadap produk gemuk bio kalsium kompleks dengan pengental utama kalsium oleat terepoksidasi

Jumlah Pengental	Penetrasi (x 0,1	NLGI	Consistency
(%)	mm)		
15	270	2	Lunak
16	280	2	Lunak
17	276	2	Lunak
18	279	2	Lunak
19	266	2	Lunak



Gambar 4.3 Grafik antara penetrasi dengan persen pengental

Berdasarkan teori, tekstur gemuk dipengaruhi oleh struktur matriks yang terbentuk. Dalam matriks gemuk, molekul-molekul sabun membentuk jaringan berpori yang dapat memerangkap minyak (Stachowiak, 2005).

Dari grafik dapat dilihat bahwa semakin banyak jumlah pengental yang ditambahkan cenderung mengakibatkan nilai penetrasi semakin menurun atau konsistensi gemuk akan semakin bertambah. Semakin banyak jumlah pengental atau

sabun kalsium stearat / kalsium oleat terepoksidasi dan sabun kalsium asetat ditambahkan, maka jumlah serat-serat dalam matriks juga akan semakin banyak dan membentuk jaringan-jaringan pemerangkap minyak yang lebih rapat sehingga terbentuk struktur yang lebih kuat dengan konsistensi yang makin tinggi. Akibatnya, nilai penetrasi semakin kecil.

Hal ini sesuai dengan hasil penelitian yang dilakukan oleh penelitian lain yang menyatakan bahwa nilai konsistensi gemuk sangat bergantung pada struktur mikro dan dimensi dari sabun logamnya (Adhvaryu, 2004). Semakin meningkat konsentrasi sabun kompleks, maka struktur mikro akan semakin kuat serta semakin kecil dan rapat matriks yang terbentuk sehingga gemuk yang dihasilkan akan semakin keras.

Pada gemuk dari kalsium oleat, hasil uji penetrasi menunjukkan angka yang sangat tinggi (∞) karena gemuk yang dihasilkan berwujud encer dan cair (NLGI 000). Pada gemuk kalsium oleat, sabun kalsium oleat kurang mampu mengikat minyak dengan baik. Perlu dilakukan variasi dengan penambahan jumlah kalsium oleat untuk mendapatkan gemuk yang diinginkan untuk mendapatkan kemampuan pengikatan minyak yang sama dengan jika menggunakan *thickener* kalsium stearat atau kalsium oleat terepoksidasi.

Berdasarkan tabel, gemuk yang dihasilkan dari kalsium oleat terepoksidasi cenderung lebih lunak dibandingkan dengan gemuk kalsium stearat. Hal ini dikarenakan sabun kalsium oleat terepoksidasi yang cenderung lebih encer dibandingkan sabun kalsium stearat.

## 4.3 Pengaruh Jumlah Pengental Terhadap Dropping point

Uji *dropping point* dilakukan untuk mengetahui pada suhu berapa gemuk yang dihasilkan mulai berubah fasa atau mencair. Semakin kuat struktur suatu gemuk akan semakin sulit untuk berubah fasa pada suhu tinggi. Gemuk akan mengalami perubahan fasa saat struktur gemuk mengalami kerusakan dan tidak mampu untuk

memerangkap *base oil* di dalam matriks strukturnya pada suhu tertentu, hal ini disebut dengan nilai *dropping point*.

Gemuk mulai berubah fasa karena sabun yg terdapat dalam gemuk mulai berubah fasa dan mencair. Perubahan fasa ini disebabkan putusnya ikatan kalsium dengan stearat / oleat terepoksidasi serta kalsium dengan asetat akibat pemanasan pada suhu tinggi sehingga minyak yang terperangkap dalam jaringan-jaringan matriks lepas.

Nilai *dropping point* gemuk yang dihasilkan dari penelitian ini disajikan dalam bentuk tabel berikut ini:

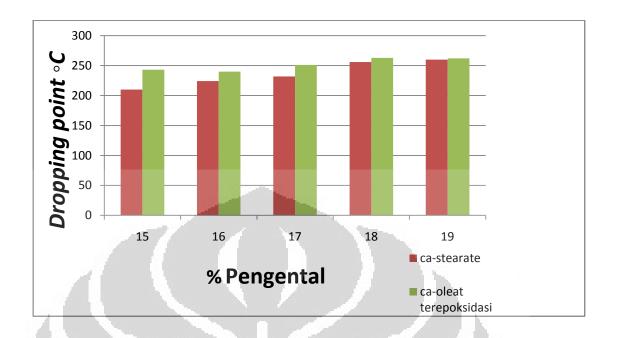
Tabel 4. 3 Hasil uji *dropping point* terhadap produk gemuk bio kalsium kompleks dengan pengental kalsium stearat

Jumlah Pengental (%)	Dropping point (°C)
15	210
16	224
17	232
18	256
19	260

Tabel 4. 4 Hasil uji *dropping point* terhadap produk gemuk bio kalsium kompleks denagan pengental kalsium oleat terepoksidasi

Jumlah Pengental(%)	Dropping point (°C)
15	243
16	240
17	251
18	263
19	262

Data dari tabel-tabel di atas dapat dilihat dalam bentuk grafik berikut:



Gambar 4.4 Grafik antara dropping point dengan persen pengental

Dari data yang diperoleh, dapat dilihat gemuk kalsium kompleks asetat yang dihasilkan dengan menggunakan pengental kalsium stearat memiliki *dropping point* > 210. Gemuk kalsium asetat dengan menggunakan pengental kalsium oleat terepoksidasi memiliki dropping point > 240 atau lebih besar dari *dropping point* jika menggunakan kalsium stearat sebagai pengental.

Perbedaan ini mungkin disebabkan oleh interaksi ikatan gugus epoksi yang mudah diserang oleh molekul air yang terdapat dalam reaksi sehingga membentuk 2 buah gugus O-H. Gugus O-H ini kemudian berperan dalam sabun membentuk ikatan hidrogen antar molekul. Ikatan hidrogen ini menyebabkan molekul sabun yang mengikat *base oil* lebih bersifat tahan panas karena membutuhkan energi panas yang lebih untuk memutuskannya.

Secara umum, penambahan jumlah pengental menyebabkan meningkatnya nilai *dropping point*. Peningkatan *dropping point* yang seiring dengan peningkatan komposisi Ca-stearat / Ca-oleat terepoksidasi ini berkaitan erat dengan struktur matriks gemuk. Peningkatan jumlah Ca-stearat / Ca-oleat terepoksidasi akan

menyebabkan jaringan yang terbentuk melalui interaksi antarmolekul sabun dalam matriks gemuk menjadi lebih banyak dan lebih rapat sehingga ikatan antarmolekul sabunnya menjadi lebih kuat. Semakin kuat ikatan antar molekul sabun, maka semakin banyak energi yang dibutuhkan untuk memutuskan ikatan yang terjadi sehingga nilai *dropping point*-nya juga semakin tinggi.

## 4.4 Pengaruh Jumlah Pengental Terhadap Uji Four Ball

Ketahanan aus dilakukan untuk mengetahui kemampuan gemuk yang dihasilkan untuk memberikan perlindungan pada logam terhadap gesekan yang dialami. Uji ketahanan aus ini dilakukan dengan *four ball test*. Nilai keausan dari logam pada uji four ball adalah selisih dari berat ke empat bola sebelum dan sesudah dilakukan uji *four ball*. Semakin sedikit selisih berat dari ke empat bola, maka semakin baik kemampuan gemuk untuk melindungi logam dari keausan.

Berikut ini hasil dari uji four ball yang disajikan dalam tabel:

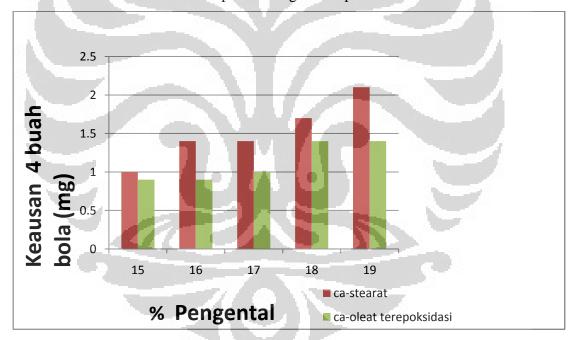
Tabel 4. 5 Hasil uji *four ball* terhadap produk gemuk bio kalsium kompleks dengan pengental kalsium stearat

Jumlah Pengental (%)	Δ massa 4 bola sebelum-
	sesudah(mg)
15	
16	1.4
17	1.4
18	1.7
19	2.1

Tabel 4. 6 Hasil uji *four ball* terhadap produk gemuk bio kalsium kompleks dengan pengental kalsium oleat terepoksidasi

Jumlah Pengental (%)	Δ massa 4 bola sebelum-
	sesudah(mg)
15	0.9
16	0.9
17	1
18	1.4
19	1.4

Dari tabel-tabel di atas dapat dibuat grafik seperti berikut:



Gambar 4.5 Grafik antara keausan dengan persen pengental

Dari tabel dan grafik di atas dapat dilihat bahwa gemuk yang dihasilkan dari penelitian memiliki nilai keausan yang semakin bertambah. . Bertambahnya nilai kausan disebabkan makin kerasnya struktur gemuk yang disebabkan bertambahnya

jumlah pengental sabun yang menyebabkan struktur semakin rapat. Dengan struktur yang keras tersebut, pelumasan menjadi tidak sempurna dan gemuk tidak menyusup pada sela-sela bola yang diujikan dan memberikan lapisan perlindungan sehingga pelumasan tidak sempurna. Bertambahnya persentase pengental juga mengakibatkan berkurangnya persentase dari *base oil* yang berperan dalam pelumasan, sehingga bertambahnya nilai keausan dengan penambahan persentase pengental mungkin disebabkan jumlah *base oil* yang semakin kecil.

Struktur gemuk yang lebih lunak ini juga menyebabkan nilai keausan dari gemuk kalsium oleat terepoksidasi lebih rendah dibandingkan keausan dari gemuk kalsium stearat.



## BAB 5 KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian ini dapat disimpulkan bahwa:

- 1. Gemuk stearat dengan kualitas terbaik didapat pada komposisi 83% w/w *base oil* dan 17% w/w pengental dengan NLGI 2, dan *dropping point* 232 C serta uji keausan 1,4 mg.
- 2. Gemuk oleat dengan kualitas terbaik didapat pada komposisi 82% w/w dengan NLGI 2, dan *dropping point* 263 C serta uji keausan 1.4 mg.
- 3. Penambahan jumlah komposisi pengental mengakibatkan meningkatnya nilai konsistensi, *dropping point*, serta keausan.
- 4. Gemuk yang dihasilkan masih memiliki kualitas dibawah gemuk dengan menggunakan asam 12-hidroksistearat sebagai komponen asam lemak sehingga untuk menghasilkan kualitas yang sama perlu ditambahkan beberapa additive.

#### DAFTAR PUSTAKA

- Adhvaryu, A., Erhan, S. Z., dan Perez, J. M.. Preparation of Soybean Oil-Based Greases: Effect of Composition and Structure on Physical Properties. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 52. 2004.pp. 6456-6459.
- Caines, A., dan Roger, H. (1996). *Automotive Lubricants Reference Book*. United States: Society of Automotive Engineers, Inc.
- Chtourou, M., Trabelsi, M., dan Frikha, M.H. (2004). *Utilization of Olive-Residue Oil in the Formulation of Lubricating Calcium Greases*. Journal of The American Oil Chemists Society, 81. pp. 809-812.
- Czarny, R. (1995). *Effect of Changes in Grease Structure on Sliding Fraction*. Industrial Lubrication and Tribology, 47. p. 3-7.
- Drake, D.A. and Wulfers, Thomas F, 1992. *Environmentally Friendly Grease Compositions*. United States Patent No 5154840.
- Fenjerry, Y. (2006). Pembuatan dan Karakterisasi EPOME Gliserol dan EPOME Monoalkohol Sebagai Pelumas Foodgrade. Skripsi Departemen Teknik Kimia FTUI, Depok.
- Fessenden, R. J. dan Fessenden, J.S. (1999). Kimia Organik Jilid 1. Jakarta: Erlangga.
- Hotten, B.W. (1964). Advances in Petroleum Chemistry and Refining. New York: Interscience Publishers.
- Kennedy, C.S. dan Zelman, F. (2001). *Dibasic acids to reduce coefficient of friction in rolling oils*. United States Patent No 4390438
- Landsdown, A.R. (1982). Lubrication: A Practical Guide to Lubricant Selection.

  United Kingdom: Pergamon Press.
- Marius. (2007). Pembuatan Grease Calcium dan Grease Lithium Berbahan Dasar EPOME Gliserol. Skripsi Departemen Teknik Kimia FTUI, Depok.
- National Lubricating *Grease* Institute [NLGI]. (1984). *Lubricating Grease Guide*. Kansas City, Missouri.

- Newsoroff, George P. (1990). Lithium Complex Grease Thickener and High Dropping Point Thickened Grease. United States Patent No 4897210
- Rush, R. E. (1997). A Review of the more Common Standard Grease Tests in Use Today. *Journal of The Society of Tribologists and Lubrication Engineers*, 53. pp.17-26.
- Sukirno, Fajar, R., Bismo, S. and Nasikin, M. (2009). *Biogrease Based on Palm Oil and Lithium Soap Thickener: Evaluation of Antiwear Property*. World Applied Sciences Journal 6 (3): pp 401-407.
- Tuszynski, W. dan Bessette P. A. (2008, July). *An Evaluation of Sebasic Acid and Azelaic Acid as Thickener in Lithium Complex Greases*. NLGI Spokesman, Vol. 72, No. 4.
- Witte Jr., Arnold C., Stone, Aubrey L. and Woloszyn, Patrick F. (1984) *Lithium Complex Soap Thickened Grease Containing Calcium Acetate*. United States Patent No 4483776
- Wulandari, M (2009) *Pembuatan Gemuk* Bio Food Grade *Menggunakan* Thickener *Sabun Kalsium Kompleks* . Skripsi Departemen Teknik Kimia FTUI, Depok

#### **LAMPIRAN**

## L.1 Perhitungan Komposisi Gemuk Bio

Reaksi yang terjadi pada gemuk ini ada 2 yaitu reaksi penyabunan untuk sabun utama dan reaksi penyabunan pada sabun pengompleks.

A.Reaksi penyabunan pada sabun utama.

Terdapat 3 reaksi yaitu:

- 2 Asam oleat +  $Ca(OH)2 \rightarrow Ca(oleat)2 + air$
- 2 Asam stearat +  $Ca(OH)2 \rightarrow Ca(stearat)2 + air$
- 2 Asam oleat epoksida +  $Ca(OH)2 \rightarrow Ca(oleat epoksida)2 + air$
- B. Reaksi penyabunan pada sabun kompleks.
- 2 Asam asetat + Ca(OH)2 → Ca(asetat)2 + air Pada setiap gemuk, terdapat perbandingan mol antara sabun utama dan sabun pengompleks yaitu 1:5

## Gemuk Bio lithium kompleks dengan base oil 85% massa dan 15% thickener

Rasio massa molar sabun pengompleks dengan rasio massa molar sabun utama merupakan rasio massa sabun pengompleks dengan sabun utama.

1. Pada gemuk kompleks kalsium oleat

Massa kalsium asetat dalam pengental = 85.0 gr (0.5374 mol) dan massa kalsium oleat dalam pengental = 65 gr (0.1078 mol)

Dengan persamaan koefisien reaksi pada sabun utama, mol asam oleat = 2 x mol kalsium oleat = 2 x mol Ca(OH)2. Sehingga mol asam oleat = 0.2156 mol dan mol Ca(OH)2 = 0.1078 mol. Didapat massa asam oleat = 60.9 gr dan massa Ca(OH)2 = 8gr

Dengan persamaan koefisien reaksi pada sabun kompleks, mol asam asetat = 2 x mol kalsium asetat = 2 x mol Ca(OH)2. Sehingga mol asam asetat = 1,0748 mol dan mol Ca(OH)2 = 0,5374 mol. Didapat massa asam asetat = 64,5 gr dan massa Ca(OH)2 = 39,8 gr. Massa total Ca (OH)2 yang digunakan dalam percobaan ini adalah 47,8 gram. Dalam percobaan ini Ca(OH)2 dalam bentuk hidrat Ca(OH)2.2H20, sehingga massa hidrat yang digunakan 71,0 gr.

2. Pada gemuk kompleks kalsium stearat.

5 Mr Ca(asetat)2 : Mr Ca(stearat)

5(158,17):607.02=1,3:1

Massa kalsium asetat dalam pengental = 84.8 gr (0.536 mol) dan massa kalsium stearat dalam pengental = 65.2 gr (0.1074 mol)

Dengan persamaan koefisien reaksi pada sabun utama, mol asam stearat = 2 x mol kalsium stearat = 2 x mol Ca(OH)2. Sehingga mol asam stearat = 0.2148 mol dan mol Ca(OH)2 = 0.1074 mol. Didapat massa asam stearat = 61.1 gr dan massa Ca(OH)2 = 7.9 gr

Dengan persamaan koefisien reaksi pada sabun kompleks, mol asam asetat =  $2 \times \text{mol kalsium asetat} = 2 \times \text{mol Ca(OH)}$ 2. Sehingga mol asam asetat = 1,072 mol dan mol Ca(OH)2 = 0,536 mol. Didapat massa asam asetat = 64,3 gr dan massa Ca(OH)2 = 39,7 gr. Massa total Ca (OH)2 yang digunakan dalam percobaan ini adalah 47,6 gram. Dalam percobaan ini Ca(OH)2 dalam bentuk hidrat Ca(OH)2.2H20, sehingga massa hidrat yang digunakan 70,8 gr.

3. Pada kalsium kompleks epoksida oleat.

5 Mr Ca(asetat)2 : Mr Ca(epoksida oleat)

5(158,17):635=1,245:1

Massa kalsium asetat dalam pengental = 84,2 gr (0,536 mol) dan massa kalsium epoksida oleat dalam pengental = 65,8 gr (0,1074 mol)

Dengan persamaan koefisien reaksi pada sabun utama, mol asam epoksida oleat = 2 x mol Ca(OH)2. Sehingga mol asam epoksida oleat = 0,2148 mol dan mol Ca(OH)2 = 0,1074 mol. Didapat massa asam epoksida oleat = 61,1 gr dan massa Ca(OH)2 = 7,9 gr

Dengan persamaan koefisien reaksi pada sabun kompleks, mol asam asetat = 2 x mol kalsium asetat = 2 x mol Ca(OH)2. Sehingga mol asam asetat = 1,072 mol dan mol Ca(OH)2 = 0,536 mol. Didapat massa asam asetat = 64,3 gr dan massa Ca(OH)2 = 39,7 gr. Massa total Ca (OH)2 yang digunakan ldalam percobaan ini adalah 47,6 gram. Dalam percobaan ini Ca(OH)2 dalam bentuk hidrat Ca(OH)2.2H20, sehingga massa hidrat yang digunakan 70,8 gr

Perhitungan untuk komposisi pengental 16%, 17%, 18%, dan 19% dan dibuat dalam bentuk tabel di BAB Metodologi penelitian

## L.2 Perhitungan jumlah Hidrogen peroksida yang digunakan dalam epoksidasi asam oleat

Reaksi epoksidasi asam oleat yaitu:

$$RCH = CHCOOR + H_2O_2 \longrightarrow RCH - CHCOOR + R'COH$$

0

(asam oleat)

(epoksida oleat)

`Dari persamaan reaksi yang ada, jumlah mol epoksida oleat yang dihasilkan = mol hidrogen peroksida yang digunakan. Dari data **tabel 3.3** didapatkan kebutuhan epoksida oleat yaitu sebanyak 356 gram, atau 0,56 mol. Maka didapatkan kebutuhan akan hydrogen peroksida sebesar 0,56 mol (rasio koefisien reaksi) atau 19,1 gram. Hidrogen peroksida yang digunakan memiliki kemurnian 50%, sehingga penggunaan hydrogen peroksida yang digunakan sebanyak 38,2 gram

