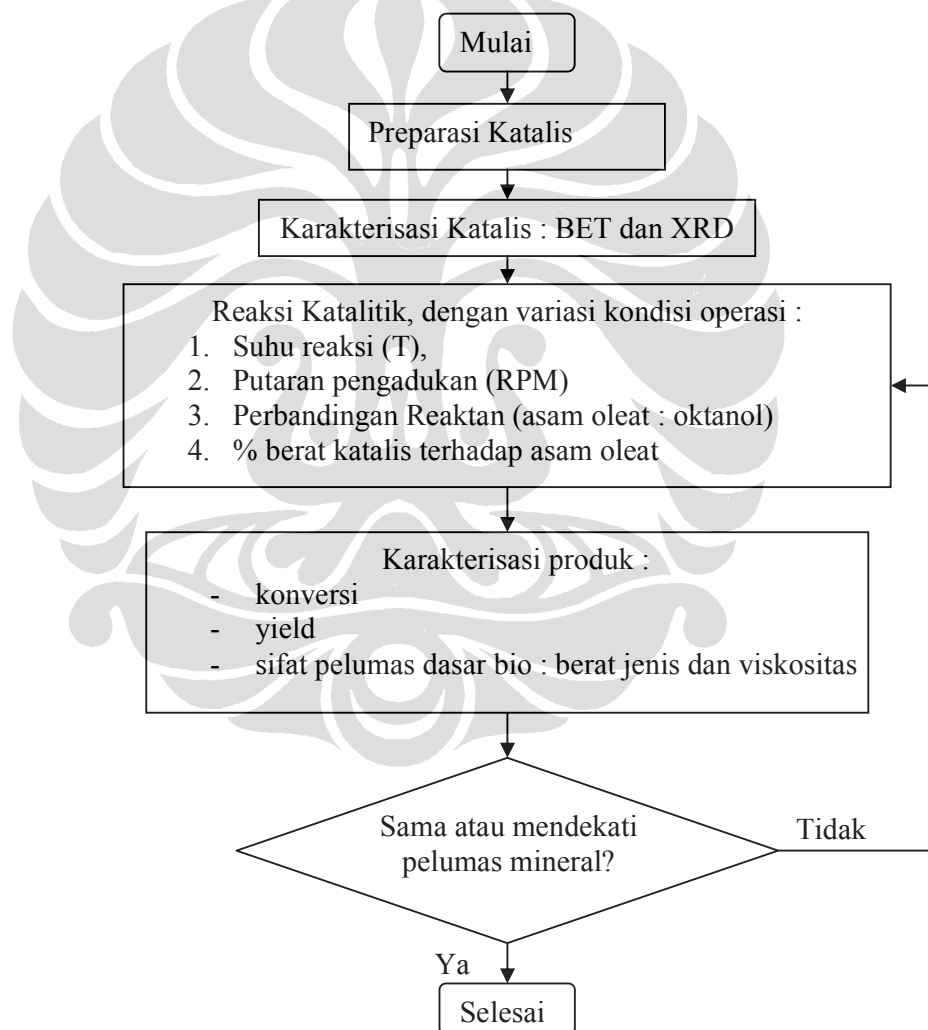


BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Rancangan penelitian yang dijalankan untuk memberikan alternatif sintesis pelumas dasar bio melalui proses esterifikasi asam lemak (asam karboksilat) berkatalis heterogen asam heteropoli yang diimbankan pada zeolit. Dengan demikian diharapkan permasalahan pemisahan katalis dan pemurnian produk pelumas dasar bio yang telah dilakukan sebelumnya diharapkan dapat diatasi.

Penelitian yang dijalankan dapat disajikan dalam diagram alir penelitian berikut :



Gambar 3.1. Diagram Alir Tahapan Penelitian

3.1. BAHAN KIMIA

Katalis :

- a. Asam super (asam heteropoli, HPA) yaitu $\text{H}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{WO}_3 \cdot 29\text{H}_2\text{O}$ dengan BM = 2880.17 g/mol, dibeli dari *supplier* (Merck)
- b. Zeolit alam Lampung dibeli dari *supplier* (kode barang Z-PK1)

Reaktan :

- a. Asam Oleat, dengan spesifikasi berikut :

- BM = 282.47
- Titik didih = 223 °C
- Titik leleh = 13.4 °C
- Berat jenis = 0.8935

- b. Oktanol dengan spesifikasi berikut :

- Kemurnian = 98%
- BM = 130.23 g/mol
- Berat jenis = 0.824 – 0.827
- Titik didih = 194-195 °C
- Titik leleh = -15.5 °C

Bahan kimia lainnya :

- KOH , dengan spesifikasi berikut
- KHP, dengan spesifikasi berikut
- Etanol dengan spesifikasi berikut :
- Etanol 96% ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)
 - Berat molekul : 46,1 gr/mol
 - Titik didih : 78,5°c
 - Titik beku : -117,3°c
 - Densitas : 0,7893 gr/ml
 - Spesifik gravity : 0,79
 - Viscositas : 1,2 cp
 - Larut dalam air, eter, aseton dan benzen
- Phenol Phtalein (PP)
 - Berat molekul : 3,18 gr/mol
 - Spesifik gravity : 1,299 gr/ml
 - Titik didih : 49°c

- Titik lebur : 261°C
 - Densitas : 0,38 gr/ml
 - Berwarna putih dan berbentuk serbuk
- b. Aquadest (H₂O)
- Berat molekul : 18 gr/mol
 - Densitas : 1 gr/ml
 - Spesifik gravity : 1
 - Viscositas : 1
 - Titik didih : 100°C
 - Titik beku : 0°C.

3.2. PROSEDUR KERJA

3.2.1. Preparasi Zeolit Alam Lampung Sebagai Pengemban

Preparasi zeolit alam Lampung sebagai pengemban dilaksanakan di Laboratorium Dasar Proses Kimia Departemen Teknik Kimia FTUI

Tahapan preparasi :

1. Dealuminasi

- a. Zeolit alam Lampung, 250 gram direndam dalam larutan HF 1% selama 20 menit sambil terus diaduk.
- b. Sampel zeolit kemudian dicuci dengan aquades hingga bersih dari asam sebanyak 2-3 kali.
- c. Sampel direndam dalam larutan HCl 6M selama 2 jam sambil terus diaduk.
- d. Sampel zeolit kemudian dicuci dengan aquades hingga bersih dari asam sebanyak 2-3 kali.
- e. Sampel diletakkan dalam cawan porselin dan dikeringkan dalam oven (tungku udara) digital selama ± 2 jam pada suhu 120⁰C.

2. Pertukaran kation

- a. Sampel zeolit direndam dalam NH₄NO₃ 1N sambil diaduk dengan pengaduk listrik selama 10 jam dengan kecepatan 500 rpm.
- b. sampel dibersihkan dengan aquades yang dibantu dengan pengering vakum dan diletakkan dalam cawan porselin.
- c. Sampel dikeringkan didalam tungku udara digital pada suhu 110⁰C selama 2 jam.

3. Kalsinasi

Sampel dimasukkan dalam tungku udara digital (*furnace*) selama 5 jam pada suhu 420⁰C. selanjutnya dikeringkan dalam udara terbuka.

3.2.2. Penyisipan asam heteropoli, H₃PW₁₂O₄₀ (HPW)

Metode penyisipan yang digunakan adalah metode impregnasi basah (*incipient wetness*).

Tahapannya adalah sebagai berikut

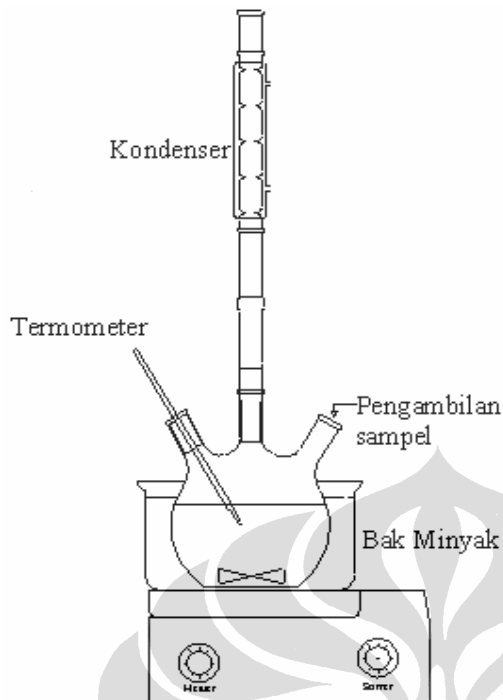
- a. Sejumlah tertentu zeolit, masing-masing 40 gram, direndam dalam senyawa H₃PW₁₂O₄₀.29H₂O dengan konsentrasi 5%, 10% dan 20% berat yang dilarutkan dalam air.
- b. HPW/Zeolit dikeringkan pada suhu 100⁰C selama 1 jam.

3.2.3. Karakterisasi Katalis

- a. Metode BET, untuk mengetahui sifat tektur katalis, seperti luas spesifik, rata-rata diameter pori dan volume diameter.
- b. XRD, untuk analisa struktur dari katalis.

3.2.4. Sintesis Pelumas Dasar Bio

Produksi oktil ester sebagai pelumas dasar bio dilakukan pada reaktor tumpak (*batch*) berpengaduk volume 100 ml, dengan susunan seperti terlihat pada Gambar 3.1. Reaksi dilakukan hingga waktu reaksi maksimal 420 menit.



Gambar 3.1. Reaktor tunak

A. Variasi kondisi reaksi yang dilakukan adalah :

1. Suhu reaksi (T) : 150°C dan 180°C, dengan waktu reaksi 420 menit pada putaran pengaduk 480 rpm, perbandingan mol asam oleat:alkohol = 1:6 dan banyaknya katalis 2%
2. Perbandingan Reaktan (asam oleat : oktanol) : 1:2 dan 1:6, dengan waktu reaksi 420 menit pada putaran 480 rpm dan banyaknya katalis 2%.
3. Putaran pengadukan (n) : 240 rpm dan 480 rpm, dengan waktu reaksi 420 menit pada perbandingan mol asam oleat:alkohol = 1:6 dan banyaknya katalis 2%
4. % berat katalis terhadap asam oleat : 1% dan 2%, dengan waktu reaksi 420 menit pada putaran 480 rpm, perbandingan mol asam oleat:alkohol = 1:6 dan banyaknya katalis 2%

Karena tahapan ini juga merupakan tahapan untuk menguji kinerja dari katalis yang telah dibuat dimana indikator keberhasilan terlihat dari konversi reaktan dan yield produk, berat jenis dan viskositas dari produk. Selain itu juga produk ‘terbaik’ yang didapat diuji dengan menggunakan :

- a. FT-IR, untuk mengetahui perubahan gugus fungsi.
- b. GC-MS, untuk mengetahui komposisi penyusun pelumas dasar bio

B. Penentuan konversi asam oleat dengan metode titrasi

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

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

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

1. Standarisasi larutan KOH dengan titrasi terhadap asam KHP. Sebanyak 0.1 gr KHP dilarutkan kedalam sedikit air (10ml). Lalu diberi 2-3 tetes indikator fenoptalein. Larutan KHP ini kemudian dititrasi dengan KOH sampai timbul warna merah yang tidak hilang selam 30 detik.
2. Hitung konsentrasi KOH dengan rumus :

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

Dimana, W_{KHP} = berat KHP yang dilarutkan (=0.1 gr)

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

BM_{KHP} = berat molekul KHP = 204.21

3. Sebanyak 1 gr asam oleat dimasukkan kedalam erlenmeyer, kemudian dilarutkan dengan 25 ml etanol dan diberikan 2-3 tetes fenoftalein.
4. Larutan kemudian dititrasi dengan KOH dengan konsentrasi yang sudah dihitung pada langkah 2.
5. menitrasi etanol yang digunakan pada larutan di langkah 3 dengan KOH yang sama dengan penggunaan untuk menitrasi asam oleat.
6. Sampel diambil ± 1.4 mL pada waktu selang reaksi 30 menit pertama dan setiap 60 menit untuk waktu selang selanjutnya. Kemudian sampel di *centrifuge* untuk memisahkannya dengan katalis. Sampel dipindahkan ke Erlenmeyer 50 mL lalu ditimbang beratnya dan ditambahkan 2 mL etanol. Sampel selanjutnya dititrasi dengan KOH hingga terjadi perubahan warna.
7. penghitungan % konversi asam oleat dengan rumus berikut :

$$\% \text{konversi asam oleat} = \frac{(V_t - V_b) \cdot M \cdot \text{BM}_{\text{KOH}}}{W_s} \times 100\% \quad (3.3)$$

Dimana, V_t	= volume KOH untuk menitrasi asam oleat
V_b	= volume KOH untuk menitrasi etanol
M	= molaritas KOH hasil perhitungan pada langkah 2
BM_{KOH}	= 56.11
W_s	= berat asam oleat yang dilarutkan kedalam etanol (= 1 gr)

C. Penentuan Sifat Fisik Pelumas Dasar Bio

1. Penentuan berat jenis dengan prosedur sebagai berikut :

Penentuan berat jenis dilakukan dengan menggunakan piknometer dan ditimbang dengan timbangan digital. Mula-mula ditimbang piknometer kosong. Kemudian ke dalam piknometer dimasukkan air yang telah didinginkan dan ditimbang pada suhu ruang (25°C), sehingga diperoleh volume air dalam piknometer. Selanjutnya sampel produk ester (pelumas dasar bio) dimasukkan dalam piknometer yang sama pada suhu ruang (25°C) dan ditimbang beratnya. Berat jenis dihitung dengan rumus (SII 0069-75):

$$\text{Berat jenis sampel} = \frac{\text{Berat sampel dalam piknometer}}{\text{Berat air dalam piknometer}} \times \text{berat jenis air} \quad (3.4)$$

2. Pengukuran viskositas

Penentuan viskositas dilakukan dengan menggunakan viscometer Ostwald 500 dan mencatat waktu yang diperlukan suatu fluida untuk mencapai batasan tertentu. Prosedur yang dilakukan mengenai penentuan viskositas antara lain :

- a. Memasukkan sampel ke dalam viskometer melalui ujung reservoir kecil. Mengisi sampel sampai reservoir kecil pada bagian atas, kemudian tahan permukaan sampel dalam viskometer dengan penghisap karet
- b. Mengukur viskositas sampel pada suhu ruang dengan melonggarkan penghisap karet pelan-pelan agar permukaan cairan dalam viskometer turun. Pada saat permukaan cairan sampai pada batas atas reservoir kecil bagian bawah, aliran cairan dalam viskometer mulai dilepaskan dan waktu mulai dihitung sampai cairan dalam reservoir habis.
- c. Menghitung viskositas sampel dengan persamaan sebagai berikut :

$$\eta = \frac{\pi \cdot r^4 \cdot g \cdot h \cdot \rho \cdot t}{g \cdot V \cdot l} \quad \text{atau} \quad \frac{\eta_1}{\eta_2} = \frac{\rho_1 t_1}{\rho_2 t_2} \quad (3.5)$$