

Pengaruh Metode Destruksi Minyak Pelumas terhadap Analisis Fe, Cu, dan Ni dengan Spektrometri Serapan Atom

Abdul Haris

Laboratorium Kimia Analitik, Jurusan Kimia Fakultas MIPA, Universitas Diponegoro

Abstrak :

Telah dilakukan penelitian tentang pengaruh destruksi cara basah dan cara kering terhadap analisis Fe, Cu, dan Ni dalam minyak pelumas dengan SSA. Destruksi cara basah digunakan kombinasi H_2SO_4 dan HNO_3 dan cara kering dengan pemanasan $500-550^{\circ}C$. Hasil menunjukkan untuk analisis Fe dan Cu dapat dilakukan dengan destruksi cara basah dan cara kering, sedang untuk analisis Ni memberikan hasil yang lebih baik bila dilakukan dengan cara basah.

(Kata Kunci : Destruksi cara basah, cara kering, minyak pelumas, SSA)

Abstract :

The Influence of Lubricant Destruction methode of Fe, Cu and Ni analysis by Atomic Absorption spectrometry

It had been observed the influences wet and dry destruction methods of Fe, Cu and Ni analysis in lubricant using atomic absorption spectrometry. The wet destruction methode of sample has been prepared by combination $H_2SO_4-HNO_3$, and the dry methode has been done by heating the sample as temperatur $500-550^{\circ}C$. This result shown that analysis of Fe and Cu have been done with the wet and also dry destruction methods, while analysis of Ni given the better result by using the dry destruction than the wet destruction methode.

(Key words : wet destruction, dry destruction, lubricant, AAS)

PENDAHULUAN

Jika bagian-bagian dari mesin bergerak dan bersentuhan satu terhadap yang lain timbul gesekan, maka gesekan-gesekan ini dapat menimbulkan keausan permukaan logam dan keausan akan dipercepat bila suhunya semakin tinggi.

Fungsi utama minyak pelumas adalah mengatasi gesekan antara kedua permukaan logam yang bersentuhan.

Akan tetapi apabila tekanan atau kecepatan gerakan pada bagian mesin yang dilumasi mengakibatkan pecahnya lapisan selaput minyak pelumas, maka akan terjadi kontak antara permukaan logam, sehingga keausan akan tetap terjadi. Disamping itu minyak pelumas juga berfungsi sebagai fluida pendingin, pembersih dan penyekat di dalam mesin.⁽¹⁾

Melumasi mesin atau sistem yang bergerak telah banyak dilakukan orang. Bahan-bahan pelumas yang digunakan beraneka ragam, yang umumnya tergantung dari bahan yang banyak tersedia dan mudah diperoleh. Adapun minyak pelumas yang diperdagangkan saat ini berasal dari minyak bumi.

Kandungan unsur-unsur penyusun dalam minyak pelumas mayoritas terdiri dari hidrogen dan karbon, disamping itu juga terdapat unsur-unsur lain seperti belerang, nitrogen atau oksigen dalam jumlah yang relatif sedikit yang terikat dalam bentuk senyawa organik. Senyawa-senyawa tersebut antara lain dapat digolongkan sebagai senyawa parafin, senyawa naften dan senyawa aromatis. Beberapa logam terdapat dalam minyak pelumas tetapi jumlahnya sangat kecil karena dalam pengolahan minyak bumi logam-logam cenderung mengendap dalam fraksi residu.

Analisis kimia unsur-unsur dalam suatu cuplikan yang mengandung bahan organik biasanya dilakukan dengan mendestruksi cuplikan lebih dahulu. Destruksi yang akan digunakan sangat bergantung pada jenis cuplikan dan unsur-unsur yang akan diteliti.⁽²⁾

Cara yang umum untuk mendestruksi cuplikan dapat dilakukan dengan cara kering maupun cara basah. Destruksi cara kering biasanya dilakukan melalui pengabuan pada temperatur yang relatif tinggi, sedangkan destruksi cara basah dapat dilakukan dengan asam-asam mineral atau dengan bahan pelebur. Dalam destruksi cara basah

cuplikan direaksikan dengan asam-asam mineral dan oksidator kuat. Penggunaan asam nitrat sebagai oksidator cukup luas terutama untuk cuplikan yang banyak mengandung bahan organik.⁽³⁾

Dalam penelitian ini akan ditentukan kandungan Fe, Cu dan Ni dalam minyak pelumas pada mesin mobil dengan destruksi cara basah dan cara kering dengan metode analisis SSA.

METODOLOGI PENELITIAN

Bahan dan Alat

Pengadaan cuplikan

Dalam penelitian ini cuplikan diperoleh dari minyak pelumas yang telah digunakan pada mesin mobil berbahan bakar bensin yang telah menempuh jarak 0 ; 750 dan 1.500 km dengan beban ~ 720 kg. Semua cuplikan ditampung dan disimpan dalam botol polyetilen.

Bahan

Pelarut-pelarut asam anorganik HNO₃, H₂SO₄, serbuk Fe, Cu dan kristal NiSO₄, 6 H₂O.

Alat

Atomic absorption spektro photo-meter AA-782

Eksperimen

Destruksi cara kering

Sepuluh gram cuplikan ditimbang dalam krus porselin dan diuapkan pada 150-200°C dengan pemanas pasir selama 3,5 jam, kemudian dibakar pada suhu 500-550°C dalam tungku listrik selama 2 jam, selanjutnya didinginkan dan ditambahkan 15 ml aquabides didiamkan sehari semalam. Isi krus dipindahkan ke dalam labu takar 100 ml, ditambahkan 10 ml HNO₃ diencerkan dengan aquabides sampai batas.

Destruksi Cara Basah

Satu gram cuplikan dimasukkan ke dalam labu kyeldahl dari 100 ml, dan ditambahkan 20 ml HNO₃ (p) dan diaduk, kemudian dibiarkan dalam lemari asam selama 15 menit. Campuran dipanaskan secara perlahan selama 10 menit, selanjutnya didinginkan dan ditambahkan 15 ml H₂SO₄ (p). Selanjutnya campuran dipanaskan sambil diaduk selama 5 menit. Campuran didinginkan dan ditambahkan 1 ml HNO₃ (p)

dan dipanaskan. Ulangi penambahan 1 ml HNO₃ (p) dan pemanasan sampai diperoleh larutan yang jernih. Larutan diencerkan ke dalam labu takar 100 ml dengan aquabides.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Berdasarkan hitungan addisi standar, maka hasil kandungan Fe, Cu dan Ni disajikan pada tabel berikut ini.

Tabel 1 Kandungan Fe, Cu dan Ni dari hasil destruksi cara kering dengan metode adisi standar SSA

Cuplikan	Konsentrasi (ppm)		
	Fe	Cu	Ni
Minyak pelumas/720 kg, 0 km	0,92	- *	- *
Minyak pelumas/720 kg, 750 km	1,24	1,76	- *
Minyak pelumas/720 kg, 1500 km	2,88	4,30	0,21

Tabel 2 Kandungan Fe, Cu dan Ni dari hasil destruksi cara basah dengan metode analisis SSA

Cuplikan	Konsentrasi (ppm)		
	Fe	Cu	Ni
Minyak pelumas/720 kg, 0 km	0,96	- *	0,11
Minyak pelumas/720 kg, 750 km	1,26	1,94	0,23
Minyak pelumas/720 kg, 1500 km	2,90	4,33	0,63

**dibawah deteksi alat*

Dari tabel 1 dan 2, kandungan Fe, Cu dan Ni dihitung secara addisi standar, karena cuplikan mengandung bahan terlarut yang dapat menimbulkan gangguan pada pengukuran absorbansinya, sehingga sulit untuk dibuat larutan standar yang identik dengan larutan cuplikan. Pada cara ini cuplikan ditambahkan larutan standar dari unsur yang diteliti.

Destruksi cara kering dipersiapkan dengan terlebih dahulu cuplikan yang berupa cairan dipanaskan secara bertahap di udara terbuka dengan maksud untuk menguapkan air dan komponen-komponen yang bertitik didih rendah, menguraikan serta mengoksidasi cuplikan. Dalam proses destruksi cara kering ini tidak digunakan bahan pembantu pengabuan.

Destruksi cara basah ber-langsung pada suhu yang jauh lebih rendah dibandingkan dengan destruksi cara kering, sehingga kehilangan unsur-unsur yang diteliti karena penguapan lebih sedikit atau bahkan dapat ditiadakan. Dalam destruksi ini, digunakan HNO_3 (p) sebagai oksidator, tetapi dalam praktek ternyata pada titik didih asam tersebut tidak mampu mengoksidasi dengan sempurna bahan-bahan organik dalam cuplikan. Kombinasi HNO_3 - HSO_4 sebagai bahan pengoksidasi adalah dimaksudkan untuk dapat menaikkan suhu destruksi, sehingga bahan-bahan organik yang sukar dioksidasi pada titik didih HNO_3 dapat dioksidasi dengan sempurna.

Dari hasil yang disajikan pada tabel 1 dan 2 tampak jelas perbedaan hasil kandungan Ni. Penyediaan cuplikan dengan destruksi cara basah akan memberikan hasil yang lebih baik bila dibandingkan dengan cara kering, hal ini dimungkinkan karena Ni dalam minyak pelumas dapat berada dalam senyawa kompleks organik yang volatil dan akan mudah menguap sebelum pengabuan. Kehilangan Ni selama proses pengabuan ini dapat dicegah dengan menggunakan "ashing aid" seperti berzena asam sulfonat atau - toluena asam sulfat yang ditambahkan ke dalam cuplikan sebelum atau selama pengabuan.

KESIMPULAN

Berdasar pada hasil penelitian dan pembahasan, maka penentuan kandungan Fe, Cu dan Ni dalam minyak pelumas dengan metode SSA,

penyediaan cuplikan dapat dilakukan dengan destruksi cara kering dan cara basah.

Dari hasil penelitian didapatkan penentuan kandungan Fe dan Cu dalam minyak pelumas atau bahan yang banyak mengandung senyawa organik. Dengan metode analisis SSA penyediaan cuplikan dapat dipilih dengan destruksi cara basah dan cara kering karena memberikan hasil yang tidak berbeda secara signifikan.

Penentuan kandungan Ni dalam minyak pelumas atau bahan yang banyak mengandung senyawa organik dengan metode SSA, penyediaan cuplikan akan memberikan hasil yang lebih baik bila dilakukan dengan destruksi cara basah, karena Ni dapat sebagai senyawa kompleks organik yang volatil.

DAFTAR PUSTAKA

1. Petrovsky, N., 1972, Marine Internal Combustion Engines, volume 3, halaman 496, 497, Mir Publishers, Moscow.
2. Winefordner, R.D., 1976, Trace Analysis Spectroscopic Methods For elements, volume 46, halaman 63-69, John Wiley and Sons, New York.
3. Sandell, B.E. dan H. Onishi, 1978, Photometric Determination of Trace of Metal General Aspects, edisi 4, hlm 112-123, John Wiley & Sons, New York
4. Cantle, J.E., 1982, Atomic Absorption Spectrometry, volume 5, hlm 24, 25, 287-289, 297-300, Elsevier Scientific Publishing Company, San Fransisco.
5. Basset, J., 1978, Vogel' Texbook of Quantitative In organic Analysis, edisi 4, halaman 810-813, ELBS and Longman, London.