

LAPORAN PENELITIAN
LEMBAGA PENELITIAN & PENGABDIAN MASYARAKAT



**Studi Hidrogenasi Minyak Biji Kapok
dengan Katalis Pd/C untuk Bahan Baku Biodiesel**

Peneliti Utama : Dr. Tedi Hudaya, ST, MEngSc
Dr. Ir. Tatang Hernas Soerawidjaja
Peneliti : Liana (2008620088)

JURUSAN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
UNIVERSITAS KATOLIK PARAHYANGAN
JALAN CIUMBULEUIT 94, BANDUNG – 40141
DESEMBER – 2011

ABSTRAK

Bahan bakar yang saat ini sangat banyak digunakan sebagai sumber energi adalah bahan bakar minyak (BBM). BBM merupakan sumber daya tak terbarui karena proses pembentukannya yang memakan waktu yang sangat lama. Untuk mengantisipasi terjadinya krisis bahan bakar, perlu dikembangkan bahan bakar berbasis sumber daya yang dapat diperbaharui, salah satunya adalah biodiesel. Bahan baku biodiesel yang potensial untuk dikembangkan di Indonesia adalah minyak biji kapok (*Ceiba pentandra*). Namun biodiesel yang berasal dari biji kapok ternyata bereaksi positif pada Uji Halphen, karena masih mengandung gugus siklopropenoid. Gugus siklopropenoid bersifat reaktif sehingga membuat biodiesel menjadi kental (*viscous*) dan menimbulkan deposit yang menyebabkan penyumbatan pada *nozzle* mesin/motor diesel.

Penelitian ini bertujuan untuk menentukan kondisi proses hidrogenasi yang cocok untuk mengkonversi gugus siklopropenoid dalam minyak biji kapok. Penelitian dilakukan dengan proses hidrogenasi perpindahan minyak biji kapok menggunakan larutan kalium format sebagai pendonor hidrogen. Katalis 5% palladium dengan penyangga karbon dibuat dan digunakan untuk mempercepat dan mendukung terjadinya proses hidrogenasi. Temperatur hidrogenasi dilakukan pada temperatur rendah agar reaksi polimerisasi gugus siklopropenoid tidak terjadi. Jumlah katalis Pd/C ditentukan agar proses hidrogenasi terjadi dengan efisien, mengingat harga Palladium yang tinggi. Metode titrasi menggunakan reagen Durbetaki dilakukan untuk mengetahui konsentrasi gugus siklopropenoid sebelum dan setelah proses hidrogenasi.

Proses hidrogenasi perpindahan dengan menggunakan larutan kalium format (KCOOH) 10M sebagai sumber hidrogen dapat mengkonversi gugus siklopropenoid yang terkandung dalam minyak kapok. Semakin lama proses hidrogenasi dilakukan, maka semakin banyak gugus siklopropenoid yang terkonversi. Namun, minyak kapok memiliki suatu batasan dimana minyak tersebut akan berubah strukturnya akibat terjadinya reaksi polimerisasi. Dalam rentang percobaan yang telah dilakukan, proses hidrogenasi lebih baik dilakukan pada temperatur 55°C.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Bahan bakar yang saat ini sangat banyak digunakan sebagai sumber energi dalam kehidupan sehari-hari maupun dalam industri adalah bahan bakar minyak. Bahan bakar minyak berasal dari minyak bumi yang proses pembentukannya memakan waktu yang sangat panjang (jutaan tahun) sehingga merupakan sumber daya tak terbarui. Dewasa ini, cadangan minyak bumi dunia menjadi kian langka padahal konsumsinya semakin meningkat. Sebagai akibatnya, harga minyak bumi terus-terusan meningkat dan marabahaya pemanasan global semakin nyata. Untuk meredam dampak-dampak buruk ini maka perlu dikembangkan berbagai bahan bakar berbasis sumber daya yang dapat diperbaharui, termasuk biodiesel. Biodiesel diharapkan dapat mengurangi pemakaian bahan bakar minyak yang biasa digunakan untuk kendaraan, mesin, dan motor diesel khususnya di bidang transportasi.

Biodiesel adalah salah satu bahan bakar alternatif yang berasal dari sumber daya hayati atau biomassa dan berbentuk ester metil asam lemak (*Fatty Acid Methyl Ester/FAME*). Salah satu bahan baku biodiesel yang potensial untuk dikembangkan di Indonesia adalah minyak biji kapok (*Ceiba pentandra*), karena selain termasuk minyak non-pangan, tanaman kapok merupakan tanaman yang mudah tumbuh dan sudah dibudidayakan. Pohon kapok sering juga dikenal sebagai kapok serta randu. Kapok banyak terdapat di Indonesia, terutama di Pulau Jawa.

Dalam Standar Nasional Indonesia (SNI) terdapat ketentuan/syarat bahwa biodiesel harus bereaksi negatif (-) pada uji Halphen. Biodiesel yang berasal dari biji kapok ternyata bereaksi positif pada uji Halphen, karena masih mengandung gugus siklopropenoid. Gugus siklopropenoid bersifat reaktif sehingga membuat biodiesel menjadi kental (*viscous*). Biodiesel yang kental tersebut dapat menyebabkan penyumbatan pada *nozzle* pada mesin/motor diesel tersebut.

Untuk mengatasi masalah tersebut, perlu dicari cara/metode untuk mengubah gugus siklopropenoid agar biodiesel yang berasal dari biji kapok menjadi bereaksi negatif pada uji Halphen. Metode yang dipandang dapat mengatasi masalah tersebut adalah dengan

hidrogenasi, karena gugus siklopropenoid pada biji kapok memiliki ikatan rangkap. Proses hidrogenasi dapat dilakukan dengan gas hidrogen langsung. Namun, untuk industri rakyat, proses yang paling mudah dilakukan adalah proses hidrogenasi perpindahan. Dalam proses hidrogenasi diperlukan adanya katalis untuk mendorong dan mempercepat terjadinya reaksi hidrogenasi tersebut. Katalis yang cocok digunakan dalam proses hidrogenasi minyak lemak bergugus siklopropenoid pada temperatur rendah adalah katalis palladium di atas karbon (Pd/C). Yang perlu diteliti lebih jauh pada proses hidrogenasi minyak lemak bergugus siklopropenoid ini adalah menentukan jumlah katalis Pd/C serta temperatur dan waktu yang tepat dalam proses hidrogenasi. Jumlah katalis Pd/C yang terlalu banyak akan membuat proses hidrogenasi menjadi tidak efisien, sedangkan jumlah katalis Pd/C yang terlalu sedikit akan membuat proses hidrogenasi kurang efektif.

1.2. Identifikasi Masalah Penelitian

- 1.2.1. Bagaimana prosedur hidrogenasi perpindahan yang benar pada minyak bergugus siklopropenoid seperti minyak biji kapok?
- 1.2.2. Berapa jumlah katalis Pd/C yang optimal dalam hidrogenasi minyak lemak bergugus siklopropenoid agar gugus siklopropenoid dapat terhidrogenasi dengan baik?
- 1.2.3. Berapa kisaran temperatur dan waktu yang tepat untuk proses hidrogenasi minyak lemak bergugus siklopropenoid?

1.3. Tujuan Penelitian

- 1.3.1. Memahami proses hidrogenasi perpindahan pada gugus siklopropenoid yang terkandung dalam minyak kapok.
- 1.3.2. Menentukan jumlah katalis Pd/C yang sesuai untuk mendukung proses hidrogenasi pada minyak lemak bergugus siklopropenoid.
- 1.3.3. Menentukan waktu dan temperatur yang tepat untuk proses hidrogenasi pada minyak lemak bergugus siklopropenoid.

1.4. Ruang Lingkup Penelitian

- 1.4.1. Temperatur operasi yang digunakan adalah temperatur rendah (<100 °C).
- 1.4.2. Tekanan operasi yang digunakan adalah tekanan atmosferik.

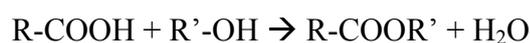
- 1.4.3. Jenis minyak yang digunakan dalam penelitian adalah minyak biji kapok (*Ceiba pertandra*).
- 1.4.4. Katalis yang digunakan adalah katalis 5%-Pd/C.
- 1.4.5. Proses hidrogenasi yang digunakan adalah hidrogenasi perpindahan dengan larutan pendonor hidrogen adalah larutan kalium format 10M.
- 1.4.6. Analisa gugus siklopropenoid adalah dengan metode titrasi menggunakan reagen Durbetaki.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Minyak dan Minyak Lemak

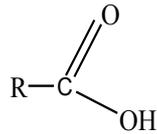
Lemak dan minyak lemak adalah senyawa yang tidak dapat larut dalam air dan terutama terdiri atas trigliserida. Trigliserida adalah triester dari asam lemak dengan gliserol. Ester adalah senyawa yang terbentuk dari reaksi antara asam karboksilat (R-COOH) dengan alkohol (R'-OH). Reaksi pembentukan ester yakni:



Gliserol adalah suatu trihidroksi alkohol yang terdiri atas tiga atom karbon. Masing-masing atom karbon pada trigliserida mengikat sebuah asam lemak, sehingga pada trigliserida mengikat tiga buah asam lemak [Poedjiadi,1994]. Pada temperatur kamar, lemak berbentuk padat sedangkan minyak lemak berbentuk cairan, namun keduanya memiliki struktur dasar yang sama. Umumnya minyak lemak yang berasal dari tumbuhan dikenal dengan minyak nabati, sedangkan lemak yang berasal dari hewan dikenal dengan lemak hewani.

Berdasarkan kandungan zat yang berbahaya bagi kesehatan, minyak lemak dibagi menjadi minyak lemak pangan dan minyak lemak non pangan. Minyak lemak pangan (*edible oil*) tidak mengandung zat yang berbahaya, sedangkan minyak lemak non pangan (*non edible oil*) mengandung zat yang berbahaya. Minyak lemak hasil pengolahan sehingga terbebas dari pengotor disebut dengan minyak lemak mulus (*refined oil*). Pengotor dalam minyak lemak dapat berupa zat warna/pigmen, zat pembentuk getah, dan sebagainya [Wijaya,2007].

Asam lemak adalah asam karboksilat dengan rantai atom karbon yang genap yakni sejumlah 6-30. Struktur asam lemak dapat dilihat pada Gambar 2.1. Lemak ataupun minyak lemak apabila dihidrolisis akan menghasilkan asam lemak. Asam lemak termasuk dalam asam lemah dan biasanya memiliki rumus umum R-COOH, dimana R adalah rantai karbon. Lemak, minyak lemak, dan asam lemak ini termasuk dalam golongan lipid [Poedjiadi,1994].



Gambar 2.1 Struktur asam lemak

Berdasarkan strukturnya, asam lemak dibagi menjadi dua yaitu asam lemak jenuh dan asam lemak tak jenuh. Asam lemak jenuh adalah asam lemak yang tidak memiliki ikatan rangkap, sedangkan asam lemak tak jenuh adalah asam lemak yang memiliki ikatan rangkap. Ikatan rangkap pada asam lemak tak jenuh membuat asam lemak tidak stabil dan dapat mengalami reaksi hidrolisis maupun hidrogenasi. Asam lemak tak jenuh yang terdapat di alam memiliki konfigurasi cis, yakni atom karbon pada ikatan rangkap terdapat pada sisi yang sama. Beberapa contoh asam lemak jenuh maupun tak jenuh dapat dilihat pada Tabel 2.1. Nama IUPAC dari asam oleat adalah asam cis-9-oktadekanoat, asam linoleat adalah asam cis-9,12-oktadekadienoat, dan asam linolenat yaitu asam cis-9,12,15-oktadekatrienoat.

Tabel 2.1 Beberapa contoh asam lemak yang umum

Tipe Asam Lemak	Asam Lemak	Rumus Struktur
Jenuh	Asam butirat	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_2\text{COOH}$
	Asam kaproat	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_4\text{COOH}$
	Asam laurat	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{10}\text{COOH}$
	Asam miristat	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{12}\text{COOH}$
	Asam palmitat	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{COOH}$
	Asam stearat	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$
	Asam arakidat	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{18}\text{COOH}$
Tidak jenuh	Asam oleat	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_6\text{CHCOOH}$
	Asam linoleat	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_4\text{CH}=\text{CH}-\text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_6\text{CHCOOH}$
	Asam linolenat	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}=\text{CHCH}_2\text{CH}=\text{CH}-\text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_6\text{CHCOOH}$

Minyak lemak mengandung lebih banyak asam lemak tak jenuh. Pada asam lemak tak jenuh strukturnya cenderung berbelok bahkan melingkar. Struktur yang berbelok menyebabkan molekul sulit tersusun dengan rapi sehingga minyak lemak berbentuk cair.

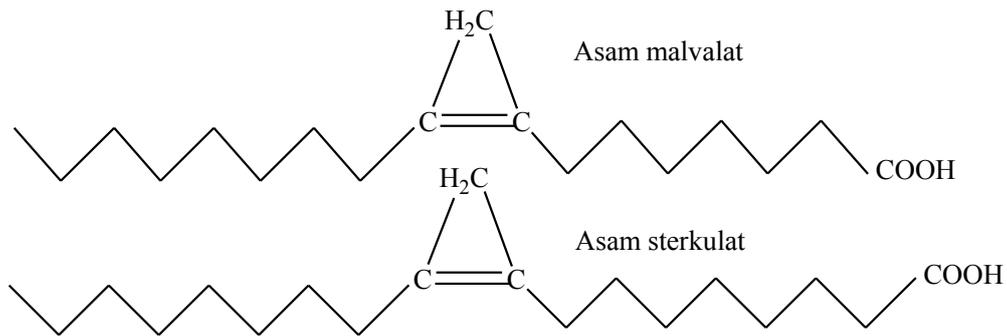
Titik leleh dari asam lemak tak jenuh lebih rendah daripada titik leleh asam lemak jenuh. Semakin tidak teratur struktur maka akan semakin rendah titik lelehnya dan cenderung berbentuk minyak lemak. Lemak mengandung lebih banyak asam lemak jenuh. Pada asam lemak dengan rantai jenuh strukturnya lurus sehingga molekulnya lebih mudah tersusun dan lemak berbentuk padat. Semakin panjang atom karbon dalam asam lemak, maka akan semakin tinggi titik lelehnya.

Beberapa minyak dari tumbuhan mengandung suatu gugus istimewa yakni gugus siklopropenoid. Asam lemak yang mengandung gugus siklopropenoid adalah asam malvalat (C-17) dan asam sterkulat (C-18). Kedua asam lemak tersebut mengandung gugus siklopropenoid. Pada asam sterkulat dan asam malvalat terdapat ikatan rangkap, sehingga termasuk sebagai asam lemak tak jenuh.

2.2. Asam Lemak Bergugus Siklopropenoid

Gugus siklopropenoid adalah gugus yang berbentuk rangkaian melingkar (siklo) menyerupai cincin dari propena pada suatu molekul/senyawa. Siklopropena memiliki beberapa sifat yaitu dipole moment yang tinggi (0.455D) untuk hidrokarbon, reaktivitas yang tinggi terhadap reaksi adisi didorong dengan disertai penurunan energi sebesar 26 kkal/mol dan reaksi pembukaan cincin [Greenberg dkk,1982]. Penurunan energi menunjukkan reaksi yang terjadi adalah reaksi eksoterm. Gugus siklopropenoid dapat menyebabkan kelainan biologis seperti perubahan warna putih telur ayam menjadi merah muda apabila ayam diberi makanan yang mengandung gugus siklopropenoid, inhibisi desaturasi asam lemak pada beberapa tanaman dan binatang, tertundanya kematangan seksual untuk tikus betina, kemandulan lalat, kerusakan sel hati pada binatang dan ikan, serta kelainan-kelainan lainnya [Berry,1979].

Gugus siklopropenoid ini terkandung dalam 2 macam asam lemak yaitu asam sterkulat (2-oktil-1-siklopropana-1-asam oktanoat) dan asam malvalat (2-oktil-1-siklopropana-1-asam heptanoat). Biasanya keberadaan asam malvalat tiga kali lebih banyak daripada asam sterkulat pada minyak tanaman [Greenberg dkk,1982]. Struktur dari asam sterkulat dan asam malvalat dapat dilihat pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Rumus bangun asam malvalat dan asam sterkulat

Gugus siklopropenoid biasa terdapat pada tanaman ordo *Malvales*. Tanaman yang minyaknya mengandung gugus siklopropenoid adalah kepoh (*Sterculia foetida*), kapas (*Gossypium hirsutum*), kapok (*Ceiba pentandra*), durian (*Durioa zibethinus*), melinjo (*Gnetum gnemon*), dan sebagainya [Berry,1979].

Minyak dari biji kepoh (*Sterculia foetida*) mengandung gugus siklopropenoid sekitar 50-70% dengan perbandingan asam sterkulat dan asam malvalat sebesar 10:1 [Greenberg dkk,1982]. Kulit biji durian mengandung 3-5% minyak dan minyak tersebut mengandung 65.4% gugus siklopropenoid. Minyak dari biji kapok (*Ceiba pentandra*) mengandung 10.1% gugus siklopropenoid. Minyak dari melinjo (*Gnetum gnemon*) mengandung 51.6% gugus siklopropenoid. Minyak dari biji kapas (*Gossypium hirsutum*) mengandung kurang dari 1% gugus siklopropenoid yang seluruhnya adalah asam malvalat [Berry,1979].

Cara untuk mengetahui keberadaan dari gugus siklopropenoid yaitu dengan melakukan uji Halphen. Senyawa yang mengandung gugus siklopropenoid akan bereaksi positif (+) pada uji Halphen. Uji Halphen adalah suatu uji kualitatif standar yang digunakan untuk mendeteksi keberadaan gugus siklopropenoid.

Pada uji Halphen, minyak dari biji yang akan diuji ditambahkan dengan larutan karbon disulfida (CS_2) yang mengandung 1% sulfur bebas sebanyak volume yang sama dengan minyak dan ditambah lagi dengan pentanol dengan volume yang sama juga. Larutan kemudian dipanaskan secara perlahan-lahan mencapai 110°C pada tabung yang terbuka. Adanya karbon disulfida (CS_2) yang hilang akan menghasilkan reaksi positif (+) pada uji Halphen ditandai dengan berubahnya warna larutan menjadi merah muda ataupun merah

[Greenberg dkk (1982)]. Uji Halphen akan memberikan reaksi positif apabila kandungan siklopropenoid pada sampel melebihi 0,01% [Zarins dkk,1969].

Uji lainnya yang dapat dilakukan untuk mengetahui keberadaan gugus siklopropenoid adalah uji Besson. Uji Besson dilakukan dengan cara melarutkan sampel dengan kloroform lalu mengaduk sampel dengan larutan 2% silver nitrat (AgNO_3) dalam alkohol absolut. Uji Besson yang positif ditandai dengan perubahan warna campuran menjadi coklat [Mehlenbacher dkk,1936]. Namun di Indonesia, standar uji yang diakui dalam Standar Nasional Indonesia adalah uji Halphen, sehingga uji Halphen lebih banyak digunakan untuk mengetahui keberadaan gugus siklopropenoid.

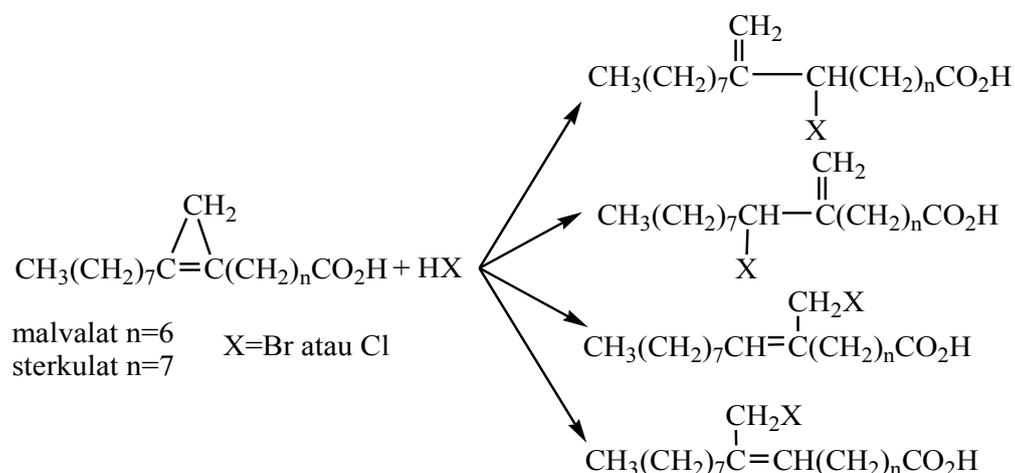
Selain untuk uji kualitatif gugus siklopropenoid, uji Halphen juga dapat dilakukan untuk uji secara kuantitatif dengan menggunakan spektrofotometer. Pada metode ini, diperlukan minyak yang mengandung gugus siklopropenoid yang telah diketahui secara benar komposisinya. Minyak tersebut diencerkan kemudian dilakukan uji Halphen dan dicatat absorbansinya. Beberapa konsentrasi gugus siklopropenoid dibuat untuk mendapatkan kurva standar yang menunjukkan hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi gugus siklopropenoid. Sampel yang dianalisis dilakukan uji Halphen kemudian dimasukkan ke spektrofotometer untuk diukur absorbansinya. Konsentrasi gugus siklopropenoid pada sampel dapat diketahui dari kurva standar.

Di samping itu, uji gugus siklopropenoid pada minyak dilakukan dengan titrasi minyak menggunakan hidrogen bromida dalam asam asetat glasial (HBr-HOAc) yang sering juga disebut sebagai reagen Durbetaki [Brown,1969]. Sebelum dititrasi sampel minyak ditambahkan alumina yang berguna untuk mengadsorpsi senyawa yang mengganggu keakuratan pengukuran pada sampel minyak seperti epoksida. Sampel yang telah diberi perlakuan kemudian diberi indikator kristal violet dan dititrasi dengan HBr pada 3°C lalu kemudian pada 55°C .

Titrasi sampel pada 3°C dilakukan untuk mengetahui jumlah senyawa pengganggu. Titrasi pada 55°C dilakukan sampai warna larutan berubah menjadi biru kehijauan dan berguna untuk mentitrasi gugus siklopropenoid dalam sampel. Konsentrasi gugus siklopropenoid baik dalam bentuk asam malvalat maupun asam sterkulat dapat ditentukan dari banyaknya volume yang diperlukan pada titrasi sampel dengan HBr yang memiliki Normalitas tertentu pada temperatur 55°C [Brown,1969].

Pada titrasi gugus siklopropenoid dengan HBr, HBr akan berikatan pada cincin siklopropena. Apabila semua cincin siklopropena telah berikatan dengan HBr, HBr akan berikatan dengan indikator kristal violet. Indikator kristal violet akan berikatan dengan ion H⁺ dari HBr dan ditandai dengan terjadinya perubahan warna menjadi biru kehijauan. Reaksi asam sterkulat maupun asam malvalat yang mengandung gugus siklopropenoid dengan reagen Durbetaki dapat dilihat pada Gambar 2.3 [Bailey dkk,1962]. Metode titrasi menggunakan reagen Durbetaki ini memiliki keakuratan 83% sampai 86%, karena terjadinya reaksi samping yang terjadi yakni reaksi adisi asam asetat pada gugus siklopropenoid yang dikatalisis oleh HBr dalam reagen Durbetaki [Feuge dkk,1968].

Metode penentuan konsentrasi gugus siklopropenoid juga dapat dilakukan dengan kromatografi gas-liquid/GLC dilakukan dengan menggunakan kolom gelas dan diberi unggun polietilen glikol 10%-berat yang teradsorbsi pada Diatomae ukuran 100-120 mesh. Analisis dioperasikan pada temperatur 180°C dengan gas pembawa nitrogen yang kecepatannya sebesar 30 mL/menit. Temperatur injektor dan detektor sebesar 200°C. Sebelum dianalisis, ester metil disiapkan dengan transmetilasi menggunakan natrium metoksida (CH₃ONa) 0.5N dalam metanol, disentrifugasi dan diekstraksi dengan eter petroleum pada 40-60 °C lalu dikeringkan dengan Na₂SO₄ anhidrat dan pelarut dipisahkan. Ester metil kemudian diberi AgNO₃-CH₃OH untuk menstabilkan asam lemak siklopropenoid (*cyclopropenoid fatty acid*/CPFA). Campuran dari asam lemak ester metil dengan CPFA dianalisa dengan GLC yang dilengkapi dengan detektor pembakaran ionisasi hidrogen. Pengidentifikasiian asam malvalat dan asam sterkulat dilakukan berdasarkan waktu retensi ester metil AgNO₃-CH₃OH dengan ester metil dari sampel. [Berry dkk,1979].



Gambar 2.3 Reaksi asam sterkulat dan malvalat dengan reagen Durbetaki

2.3. Biodiesel

Saat ini bahan bakar minyak sangat banyak digunakan sebagai sumber energi dalam kehidupan sehari-hari maupun dalam industri. Bahan bakar minyak yang digunakan banyak berasal dari minyak bumi yang hanya bisa diperoleh dalam jangka waktu yang sangat panjang. Seiring besarnya kebutuhan bahan bakar tersebut, dunia, termasuk Indonesia mengalami krisis bahan bakar. Untuk mengantisipasi krisis bahan bakar ini maka dikembangkan salah satu bahan bakar buatan yakni biodiesel. Biodiesel ini diharapkan dapat mengurangi pemakaian bahan bakar minyak yang biasa digunakan untuk kendaraan, mesin, dan motor diesel yang tidak sedikit. Biodiesel yang digunakan di Indonesia memiliki standar tersendiri yaitu Standar Nasional Indonesia (SNI).

Biodiesel adalah salah satu bahan bakar alternatif yang berasal dari sumber daya hayati atau biomassa. Biodiesel terdiri dari ester monoalkil dari asam-asam lemak yakni ester metil asam lemak (*Fatty Acid Methyl Esther/FAME*) [Soerawidjaja,2009].

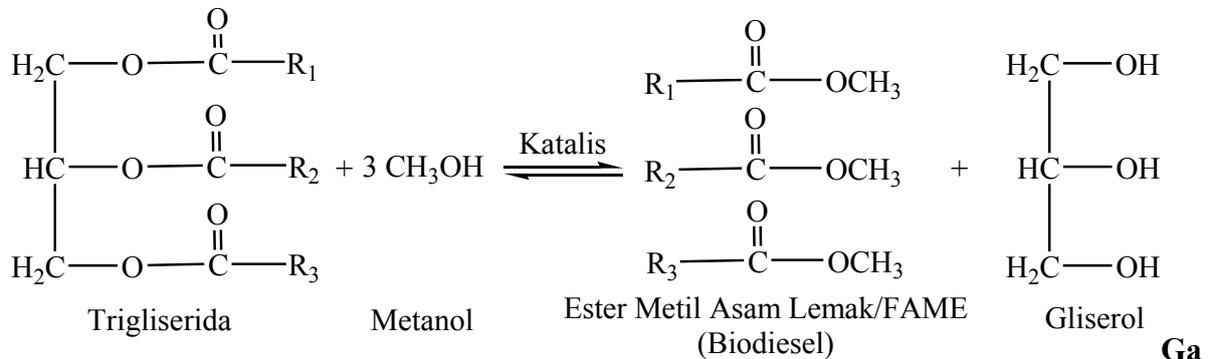
Kelebihan dari penggunaan biodiesel sebagai bahan bakar adalah :

1. Biodiesel dapat dibuat dari sumber daya alam yang dapat diperbaharui, sehingga dapat dibuat dalam jumlah banyak apabila diperlukan.
2. Penggunaan biodiesel dapat mengurangi penggunaan Bahan Bakar Minyak (BBM) yang termasuk sumber daya alam yang tidak dapat diperbaharui sehingga menghemat energi.
3. Emisi dari biodiesel menghasilkan lebih sedikit sulfur, asap, polusi, sisa bahan bakar yang tidak terbakar dan hidrokarbon polisiklik aromatik meskipun karbon monoksida, benzena, nitrogen oksida dan aldehida mungkin akan sedikit lebih tinggi daripada emisi bahan bakar yang biasa digunakan dalam mesin diesel..

Bahan utama dari biodiesel adalah trigliserida dan asam lemak bebas. Campuran dari trigliserida dan asam lemak dapat diolah dengan:

- a. Transesterifikasi yakni proses reaksi trigliserida dengan alkohol membentuk biodiesel/FAME dan gliserol. Proses ini biasanya dibantu dengan katalis basa seperti NaOH dan KOH atau senyawa yang mengandung gugus metoksida (OH^-). Reaksi tersebut disebut juga sebagai alkoholisis, dan karena pada pembuatan biodiesel umumnya digunakan metanol, maka disebut metanolisis. Reaksi yang terjadi dalam pembentukan biodiesel ditampilkan pada Gambar 2.4. Dengan tahapan reaksi seperti berikut:

1. Trigliserida + CH₃OH ⇌ Digliserida + R₁COOCH₃
2. Digliserida + CH₃OH ⇌ Monogliserida + R₂COOCH₃
3. Monogliserida + CH₃OH ⇌ Gliserol + R₃COOCH₃



mbar 2.4 Reaksi pembentukan biodiesel

b. Esterifikasi apabila minyak banyak mengandung asam lemak bebas. Asam lemak bebas akan bereaksi dengan metanol dibantu oleh katalis asam kuat yakni H₂SO₄ ataupun HCl menghasilkan biodiesel/FAME dan air. Pada proses esterifikasi ini dapat juga digunakan katalis basa. Namun katalis asam lebih baik dipakai karena katalis basa yang berlebih memungkinkan asam lemak bereaksi dengan basa mengalami proses saponifikasi (penyabunan). Proses saponifikasi terjadi karena asam lemak akan lebih tertarik dan berikatan dengan katalis basa daripada dengan metanol. Apabila terjadi saponifikasi, sabun yang terbentuk harus diberi asam agar menghasilkan asam lemak bebas kembali.

Proses transesterifikasi maupun esterifikasi tidak dapat dilakukan bersamaan. Hal ini disebabkan katalis yang dipakai pada proses transesterifikasi adalah basa sedangkan proses esterifikasi adalah asam. Apabila kedua proses dilakukan bersamaan, maka katalis basa dan katalis asam akan saling menetralkan sehingga menjadi netral dan penambahan katalis menjadi tidak berguna.

Untuk minyak lemak berangka asam tinggi, pembuatan biodiesel dilakukan dengan proses esterifikasi terlebih dahulu dan kemudian dengan proses transesterifikasi. Apabila minyak lemak berangka asam tinggi langsung dilakukan proses transesterifikasi, maka katalis basa pada transesterifikasi dapat mengalami penetralan oleh asam lemak yang terkandung pada minyak tersebut. Proses esterifikasi akan mengubah asam lemak menjadi ester metil asam lemak/FAME. Proses esterifikasi dilakukan hingga minyak memiliki angka asam yang cukup kecil. Minyak yang baik untuk pembuatan biodiesel adalah minyak yang benar-benar

mulus (*fully refined oil*) yakni minyak yang memiliki angka asam kurang dari 1. [Freedman dkk,1984]. FAME yang diperoleh kemudian harus dipisahkan dari metanol, gliserol dan air dengan menggunakan corong pemisah. FAME akan berada di atas, sedangkan metanol, air serta gliserol akan berada di bawah.

Biodiesel dapat dibuat dari berbagai macam minyak. Kebanyakan biodiesel yang berkembang saat ini berasal dari minyak kelapa sawit. Namun minyak kelapa sawit merupakan salah satu komoditas pangan yang sangat diminati dan banyak dikonsumsi di Indonesia. Hal ini dapat menyebabkan biodiesel dari minyak kelapa sawit berharga mahal. Selain itu, ditakuti akan terjadi lonjakan harga kelapa sawit apabila tanaman ini dipakai sebagai bahan baku pembuatan biodiesel. Bahan baku biodiesel lainnya yang potensial di Indonesia adalah biji kapok (*Ceiba pentandra*).

2.4.Minyak kapok

Kapok adalah salah satu tanaman yang banyak terdapat di Indonesia, terutama di Pulau Jawa. Pohon kapok memiliki tinggi sekitar 60-70 meter dan diameter mencapai 3 meter. Pohon kapok memiliki batang yang besar dan daunnya mencapai 20 cm. Pohon kapok dewasa dapat menghasilkan buah dengan panjang sekitar 15 cm. Kapok (*Ceiba pentandra*) termasuk dalam ordo *Malvales* dan family *Malvaceae*. Tanaman kapok sering juga disebut sebagai tanaman kapuk dan juga tanaman randu. Kapok biasanya dimanfaatkan seratnya untuk bahan isian kasur, bantal maupun pelampung [http://en.wikipedia.org/wiki/Ceiba_pentandra]. Gambar pohon kapok dan buah kapok dapat dilihat pada Gambar 2.5.

Minyak dari tanaman kapok terdapat pada daging biji. Biji kapok mengandung sekitar 20-25% minyak [Berry,1979]. Minyak biji kapok ini berwarna kuning dan sering dikenal sebagai “minyak klenteng”. Minyak biji kapok memiliki massa jenis 0.917 kg/L. Angka asam minyak kapok sebesar 1.7, angka Iodium 94.98 g-I₂/100g minyak, dan angka penyabunan 183 mg-KOH/g [Berry,1979]. Data komposisi asam lemak yang terkandung dalam minyak kapok menurut Berry (1979) dapat dilihat dari Tabel 2.2.



Gambar 2.5 Pohon dan buah kapok (*Ceiba pentandra*)

Kapok bukan komoditas pangan sehingga harganya relatif murah serta mudah didapatkan. Apabila biji kapok digunakan dalam pembuatan biodiesel, maka akan diperoleh keuntungan-keuntungan yaitu:

1. Biji kapok yang tidak bermanfaat dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan biodiesel.
2. Biji kapok relatif murah sehingga biodiesel yang dihasilkan pun akan relatif murah dan dapat dijangkau masyarakat.
3. Biodiesel dapat lebih banyak dipakai oleh masyarakat sehingga akan menghemat bahan bakar minyak.

Dalam Standar Nasional Indonesia (SNI) terdapat ketentuan/syarat dari biodiesel adalah bereaksi negatif pada uji Halphen. Biodiesel yang berasal dari biji kapok ternyata bereaksi positif pada uji Halphen, yang berarti biodiesel masih mengandung gugus siklopropenoid. Gugus siklopropenoid yang reaktif dapat mengalami reaksi dimerisasi ataupun polimerisasi pada saat mesin/motor diesel dinyalakan. Reaksi dimerisasi ataupun polimerisasi tersebut membuat biodiesel menjadi kental (*viscous*). Biodiesel yang kental tersebut dapat menyebabkan penyumbatan *nozzle* pada mesin/motor diesel tersebut. Oleh karena itu perlu dicari cara untuk dapat membuat biodiesel dari biji kapok ini bereaksi negatif terhadap uji Halphen.

Tabel 2.2 Komposisi asam lemak dalam minyak kapok

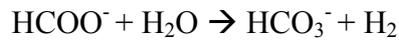
Asam Lemak	Jumlah (%)
Asam miristat (C14:0)	0.25
Asam palmitat (C16:0)	24.31
Asam palmitoleinat (C16:1)	0.4
Asam stearat (C18:0)	2.65
Asam oleat (C18:1)	21.88
Asam linoleat (C18:2)	38.92
Asam linolenat (C18:3) - Asam arakidat (C20:0)	1
Asam malvalat	7.18
Asam behenat (C22:0)	0.44
Asam sterkulat	2.96

2.5. Hidrogenasi Minyak Lemak Bergugus Siklopropenoid

Cara yang dapat dilakukan untuk membuat biodiesel dari biji kapok bereaksi negatif pada uji Halphen adalah dengan proses hidrogenasi. Hidrogenasi adalah suatu reaksi kimia yang melibatkan adisi atau penambahan molekul hidrogen pada suatu molekul. Biasanya reaksi hidrogenasi ini terjadi pada molekul-molekul yang memiliki ikatan rangkap yang tidak jenuh seperti alkena ataupun alkuna. Hidrogen akan teradisi pada ikatan rangkap molekul tersebut sehingga dihasilkan suatu produk yang jenuh. Reaksi di mana ikatan diputuskan ketika hidrogen diadisi dikenal sebagai hidrogenolisis. Dengan hidrogenasi diharapkan gugus siklopropenoid dapat hilang akibat terjadinya penjumlahan ikatan bahkan reaksi pembukaan cincin pada gugus siklopropenoid oleh hidrogen. Hasil dari reaksi yang terjadi pada hidrogenasi gugus siklopropenoid dapat dilihat pada Gambar 2.6. Produk hasil hidrogenasi memiliki struktur yang lebih stabil daripada struktur asli gugus siklopropenoid [Kawase dkk, 1968].

Proses hidrogenasi dapat dilakukan dengan berbagai cara, yakni hidrogenasi biasa yang memakai gas hidrogen (H_2) sebagai sumber hidrogennya; dan hidrogenasi perpindahan/hidrogenasi transfer yaitu proses hidrogenasi yang tidak menggunakan gas hidrogen (H_2) sebagai sumber hidrogen, namun memakai hidrogen yang terkandung dalam

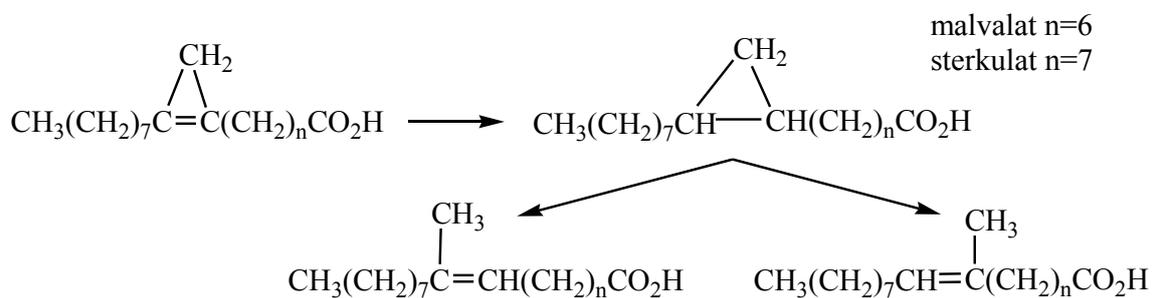
suatu senyawa lain seperti larutan kalium format sebagai pendonor hidrogen. Reaksi yang terjadi pada senyawa format membentuk gas hidrogen (H₂) adalah sebagai berikut:



Reaksi yang terjadi pada hidrogenasi perpindahan yaitu:



Dengan D adalah donor hidrogen dan A adalah akseptor/penerima hidrogen [Arkad dkk,1986].



Gambar 2.6 Gugus yang dihasilkan dari hidrogenasi gugus siklopropenoid

Proses hidrogenasi minyak lemak bergugus siklopropenoid sebaiknya dilakukan pada temperatur yang tidak terlalu tinggi, karena pada temperatur yang tinggi gugus siklopropenoid menjadi tidak stabil dan dapat mengalami polimerisasi dan dimerisasi. Reaksi pembukaan cincin pada hidrogenasi gugus siklopropenoid merupakan reaksi yang eksoterm sehingga temperaturnya perlu dijaga agar tidak terjadi polimerisasi [Zarins dkk,1982].

Proses hidrogenasi dapat menyebabkan penurunan angka iodium. Angka iodium adalah bilangan yang menunjukkan kejenuhan dari suatu molekul. Makin banyak ikatan rangkap suatu molekul maka semakin tak jenuh molekul tersebut dan angka iodium semakin tinggi. Angka iodium ini menyatakan jumlah gram iodium yang diperlukan untuk mengadisi 100 gram minyak. Penurunan angka iodium setelah proses hidrogenasi ini terjadi karena ikatan rangkap akan terhidrogenasi membentuk ikatan yang jenuh. Semakin kecilnya angka iodium menunjukkan berkurangnya ikatan rangkap pada bahan. Penurunan angka iodium harus diamati agar tetap sesuai dengan nilai minimum biodiesel pada Standar Nasional Indonesia (SNI).

Kendala dalam proses hidrogenasi minyak lemak bergugus siklopropenoid yaitu belum diketahuinya jumlah katalis yang benar-benar sesuai dan temperatur operasi yang cocok untuk hidrogenasi gugus siklopropenoid ini. Katalis adalah suatu bahan yang mengandung senyawa/komponen tertentu, yang dapat membuat suatu reaksi terjadi lebih cepat. Katalis dapat menyediakan suatu cara/tahap alternatif serta menurunkan energi aktivasi yang membuat proses reaksi menjadi lebih cepat. Pemakaian katalis dapat mempercepat reaksi dan mempengaruhi kinetika reaksi, namun tidak mempengaruhi termodinamika reaksi yang terjadi dan tidak mengubah senyawa hasil reaksi [Chorkendorff dkk,2003].

Dari penelitian-penelitian sebelumnya, katalis nikel, platina, rhodium, dan palladium digunakan untuk proses hidrogenasi minyak yang mengandung gugus siklopropenoid. Dari kebanyakan penelitian yakni Zarins dkk (1982), Arkad dkk (1986), dan Sugianto (2007), katalis yang paling baik adalah palladium.

Proses yang dilakukan oleh Zarins dkk (1982) yakni dengan mengubah minyak lemak menjadi metil ester terlebih dahulu. Proses hidrogenasi dilakukan dengan secara langsung dengan gas H₂ pada tekanan atmosferik yang dialirkan secara kontinu dan dilengkapi pengaduk serta oil bath untuk menjaga temperatur. Pelarut yang digunakan adalah heptana dan asam asetat pada temperatur kamar sedangkan untuk temperatur tinggi (150-180°C) digunakan dekana dan metil laurat. Pada proses hidrogenasi minyak dari biji kepok (*Sterculia foetida*), pemanasan minyak dengan di bawah nitrogen pada suhu 150°C menggunakan konsentrasi katalis sebesar 0.5% katalis 10%-Pd/C dapat mengkonversi hampir keseluruhan gugus siklopropenoid yang terkandung pada minyak dalam waktu 30 menit [Zarins dkk,1982].

Hidrogenasi ester metil asam lemak bergugus siklopropenoid juga pernah dilakukan secara hidrogenasi perpindahan, yakni dengan menggunakan larutan kalium format sebagai pendonor hidrogen dan 0.5% katalis 5%-Pd/C dan 10%-Pd/C pada ester metil biji kapok. Proses hidrogenasi dilakukan dengan menggunakan pelarut metanol. Namun ternyata biodiesel pada temperatur 65°C, menjadi kental (*viscous*) yang menandakan adanya reaksi polimerisasi yang terjadi pada gugus siklopropenoid dalam minyak lemak biji kapok tersebut. [Putri dkk,2008].

Penelitian serupa lainnya juga menggunakan proses hidrogenasi perpindahan pada ester metil minyak kedelai, yakni asam linolenat, asam linoleat, dan asam oleat dengan menggunakan larutan kalium format 10M sebagai pendonor hidrogen dan jumlah katalis yang

bervariasi dari 0.1-0.4% palladium dalam bentuk katalis 10%-Pd/C. Proses hidrogenasi dilakukan pada temperatur 20°C, 50°C, 80°C, dan 110°C dengan pengadukan sebesar 900 rpm dan waktu reaksi 16 jam. Hasil pada temperatur 80°C menunjukkan biodiesel bereaksi negatif pada uji Halphen. [Arkad dkk,1986].

Berdasarkan penelitian dari Arkad dkk (1986), dilakukan penelitian serupa oleh Sugianto (2007) namun untuk ester metil biji kapok. Larutan kalium format digunakan sebagai donor elektron. Pada proses hidrogenasi digunakan perbandingan volume ester metil dengan metanol sebesar 1:1, katalis 10%-Pd/C, temperatur 65°C, kecepatan pengadukan 900 rpm dan waktu reaksi 16 jam. Biodiesel hasil hidrogenasi menunjukkan reaksi negatif pada uji Halphen [Sugianto,2007].

Proses hidrogenasi secara perpindahan lebih baik untuk dilakukan karena tidak perlu memakai gas hidrogen (H₂) secara langsung. Gas hidrogen (H₂) dapat berbahaya apabila bocor ataupun meledak akibat tekanan yang terlalu tinggi. Dengan menggunakan proses hidrogenasi perpindahan, gas hidrogen (H₂) diganti dengan larutan pendonor kalium format sehingga meminimalkan resiko berbahaya yang mungkin terjadi. Selain itu, apabila proses hidrogenasi yang digunakan memakai gas hidrogen (H₂), akan sulit untuk diterapkan oleh masyarakat umum ataupun industri skala kecil. Penggunaan larutan kalium format pun dapat mengurangi biaya yang diperlukan untuk proses hidrogenasi daripada menggunakan gas hidrogen (H₂) secara langsung. Pada proses hidrogenasi perlu ditambahkan pelarut butanol agar dapat mempercepat perpindahan massa yang terjadi.

Pengaruh temperatur pada proses hidrogenasi minyak lemak bergugus siklopropenoid perlu diteliti lebih lanjut agar dapat diketahui kisaran temperatur yang cocok untuk proses hidrogenasi perpindahan minyak lemak bergugus siklopropenoid terutama minyak biji kapok. Temperatur yang terlalu tinggi dapat menyebabkan gugus siklopropenoid mengalami reaksi polimerisasi. Temperatur yang berbeda akan memerlukan waktu untuk proses hidrogenasi yang berbeda pula. Selain temperatur, pengaruh jumlah katalis pada proses hidrogenasi pun perlu diteliti lebih lanjut. Katalis Pd/C memiliki harga yang mahal sehingga perlu diketahui kisaran jumlah yang cocok untuk proses hidrogenasi. Apabila katalis terlalu banyak, proses hidrogenasi menjadi tidak efisien, sedangkan apabila terlalu sedikit, proses hidrogenasi tidak akan terjadi dengan baik.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Metodologi Penelitian

Penelitian dilakukan untuk mengetahui pengaruh dari jumlah katalis Pd/C serta temperatur dan waktu proses hidrogenasi perpindahan terhadap keberadaan gugus siklopropenoid pada minyak lemak dari biji kapok. Penelitian diawali dengan melakukan proses pembuatan katalis 5%-Pd/C.

Proses hidrogenasi yang digunakan merupakan proses hidrogenasi perpindahan dengan menggunakan larutan kalium format (KCOOH) 10M sebagai larutan pendonor hidrogen. Prosedur serta kondisi pada proses hidrogenasi minyak kapok mengikuti prosedur yang dilakukan Arkad dkk (1986) namun dengan modifikasi alat yang dilengkapi dengan penyangga katalis. Untuk mengetahui komposisi gugus siklopropenoid yang masih berada dalam sampel secara tepat dilakukan metode titrasi menggunakan reagen Durbetaki.

Penelitian dilakukan dengan menggunakan jumlah katalis 5%-Pd/C serta temperatur yang bervariasi. Dengan penelitian ini dapat diketahui kondisi yang cocok (temperatur, waktu dan jumlah katalis) untuk melakukan hidrogenasi pada minyak lemak bergugus siklopropenoid, khususnya minyak biji kapok.

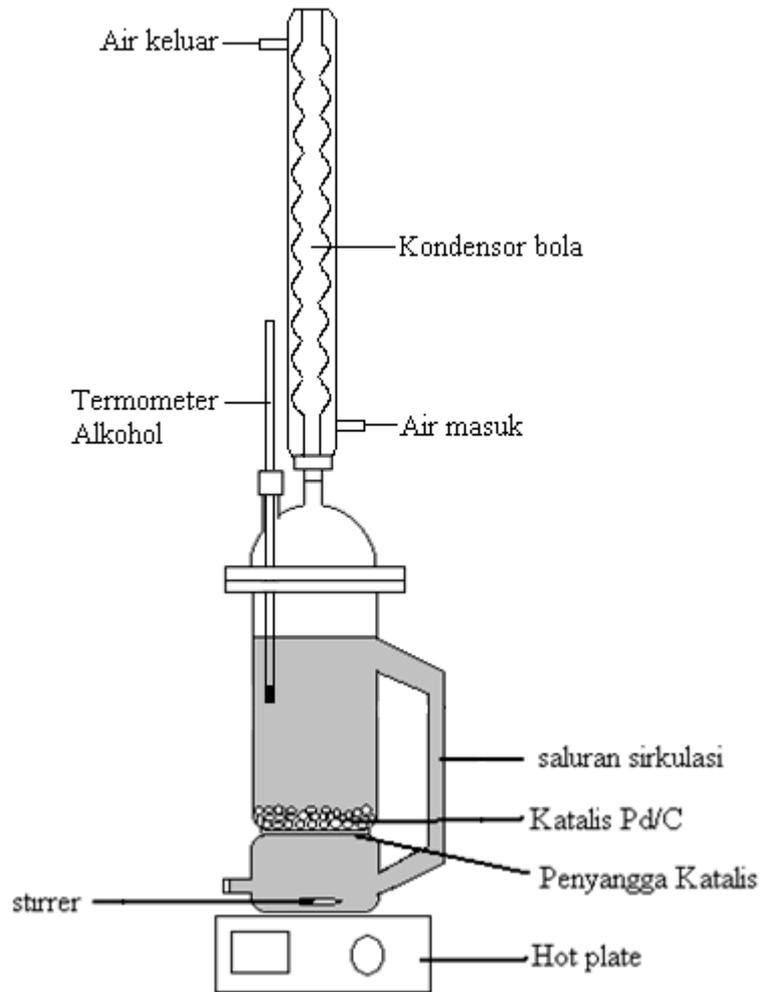
3.2. Peralatan dan Bahan

3.2.1. Peralatan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian yaitu:

- Proses Hidrogenasi Perpindahan

Perangkat proses hidrogenasi perpindahan dapat dilihat pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1 Perangkat hidrogenasi perpindahan

Hot plate dan *magnetic stirrer* berguna untuk mengaduk minyak biji kapok, larutan KCOOH dan metanol. Alat hidrogenasi menyerupai gelas yang diberi saluran di pinggirnya untuk sirkulasi serta penyangga katalis. Katalis disangga oleh alat gelas berbentuk piringan bulat berlubang dengan diameter yang sama dengan diameter dalam gelas. Lubang pada piringan penyangga ini berguna untuk minyak dan larutan lainnya mengalir. *Hot plate* dan *magnetic stirrer* berguna untuk mengatur temperatur proses hidrogenasi serta mengaduk campuran agar menjadi homogen.

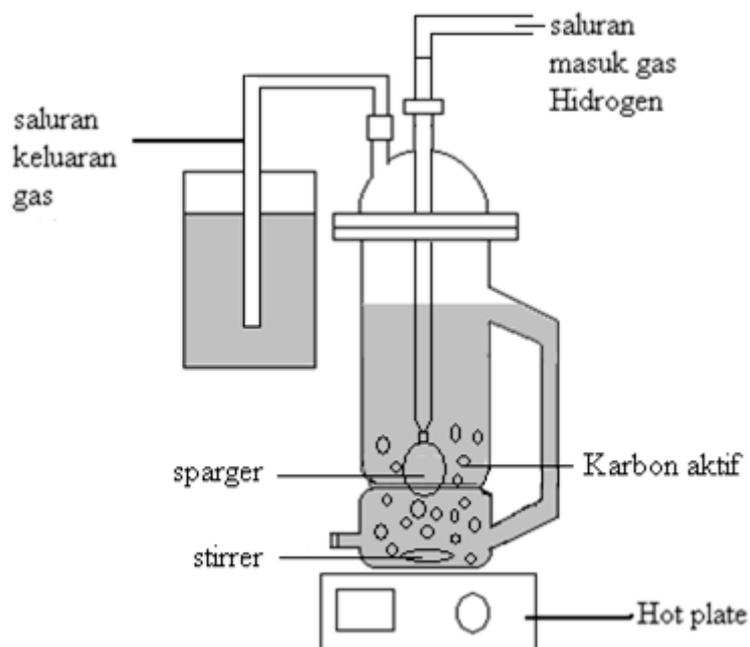
Campuran minyak biji kapok, larutan KCOOH dan metanol dalam gelas diatur agar tingginya mencapai saluran sirkulasi. Campuran akan mengalir ke bawah melewati katalis Pd/C dan kemudian melewati penyangga katalis. Di bawah penyangga katalis terdapat *magnetic stirrer* yang akan

mengaduk campuran. Campuran akan bersirkulasi melewati saluran dan kembali ke atas. Dengan demikian, campuran akan terus bersirkulasi dan kontak katalis dengan minyak menjadi baik.

Alat lainnya yang digunakan yaitu:

1. Oven
 2. Corong pemisah
 3. Penyaring Buchner dan pompa vakum
- Proses Pembuatan Katalis Pd/C

Perangkat proses pembuatan katalis dapat dilihat pada Gambar 3.2.



Gambar 3.2 Perangkat proses pembuatan katalis

Proses pembuatan katalis menggunakan alat gelas yang sama dengan pada proses hidrogenasi perpindahan. Saluran di bawah ditutup sedangkan saluran di atas digunakan sebagai saluran masukan gas hidrogen. Pada ujung saluran masukan gas hidrogen dipasang *sparger* yang berfungsi untuk memecah gelembung gas hidrogen menjadi kecil sehingga dapat terdispersi dalam sistem. Saluran keluaran gas yang berada di atas dihubungkan dengan pipa. Ujung pipa dicelupkan dalam air pada gelas kimia. Karbon aktif dimasukkan dalam perangkat hidrogenasi dan diaduk dengan *magnetic stirrer*.

Awalnya gas hidrogen dimasukkan selama kurang lebih 15 menit untuk mendesak udara yang terdapat dalam reaktor hidrogenasi. Dengan demikian, sebagian besar gas yang mengisi ruang kosong dari reaktor adalah gas hidrogen lalu masukkan gas hidrogen dihentikan. Apabila gas hidrogen bereaksi dengan ion Pd^{2+} maka air di gelas kimia akan naik melalui pipa yang berhubungan dengan reaktor. Setelah air naik, maka gas hidrogen dialirkan kembali. Akhir proses hidrogenasi ditandai dengan tidak naiknya lagi air pada pipa yang tercelup ke gelas kimia.

Alat lainnya yang digunakan dalam proses pembuatan katalis adalah:

1. Gelas kimia
 2. *Magnetic stirrer*
 3. *Hot plate*
 4. Penyaring Buchner
 5. Desikator vakum
- Metode Titrasi dengan reagen Durbetaki

Alat yang digunakan dalam titrasi menggunakan reagen Durbetaki adalah:

1. Labu Erlenmeyer 25 mL
 2. Gelas kimia 100 mL
 3. *Magnetic stirrer*
 4. *Hot plate*
 5. Buret
 6. Statif
 7. *Stopwatch*
- Peralatan Penunjang

Peralatan penunjang yang digunakan antara lain:

1. Timbangan digital
2. Pipet tetes
3. Pipet ukur
4. Gelas ukur
5. Spatula

6. Corong gelas
7. *Filler*
8. Viskometer Ostwald
9. Piknometer
10. Termometer alkohol

3.2.2. Bahan

Bahan yang digunakan serta kegunaannya dapat dilihat pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1 Bahan penelitian dan kegunaannya

No.	Bahan	Kegunaan
1	Minyak biji kapok (Ceiba pertandra)	Bahan yang akan diteliti
2	KOH	Bahan untuk pembuatan garam KCOOH
3	HCOOH	Bahan untuk pembuatan garam KCOOH
4	Metanol	Pelarut dalam proses hidrogenasi perpindahan
5	PdCl ₂	Sumber Palladium dalam pembuatan katalis 5%-Pd/C
6	HCl pekat	Pelarut PdCl ₂
7	Natrium asetat trihidrat	Memastikan semua PdCl ₂ larut dan sebagai reaktan pada proses pembuatan katalis
8	Karbon aktif granular	Tempat terdispersinya palladium (<i>support</i>)
9	Air	Pelarut
10	Gas H ₂	Sumber hidrogen pada pembuatan katalis
11	Silika gel	Mengeringkan katalis
12	Butanol	Pelarut/emulsifier pada proses hidrogenasi perpindahan
13	Na ₂ SO ₄	Menyerap air yang masih terdapat dalam minyak
14	Toluen	Pelarut dalam titrasi menggunakan reagen Durbetaki
15	Asam asetat	Memberikan suasana asam pada titrasi
16	Reagen Durbetaki	Reagen untuk mengadisi gugus siklopropenoid
17	Asam asetat glasial	Pelarut untuk mengurangi konsentrasi reagen Durbetaki
18	Indikator kristal violet	Indikator pada titrasi minyak menggunakan reagen Durbetaki

3.3. Pembuatan Katalis 5%-Pd/C

1. 1.7 gram palladium klorida (PdCl_2) dilarutkan dalam 1.7 mL asam klorida pekat dan 20 mL air dengan cara ditaruh dalam gelas kimia dan dipanaskan dalam bak pemanas dalam 2 jam sampai benar-benar larut.
2. Larutan dari nomor 1 ditambahkan dengan larutan yang mengandung 30 gram natrium asetat trihidrat dalam 200 mL air dalam labu hidrogenasi.
3. 20 gram karbon aktif yang telah dicuci (proses pencucian : karbon aktif dimasukkan ke gelas kimia berisi asam klorida pekat yang telah diencerkan air dengan perbandingan 1:30, lalu dipanaskan pada temperatur 100°C selama 2 jam) ditambahkan dalam labu hidrogenasi dan dihidrogenasi dalam perangkat hidrogenasi bertekanan atmosferik sampai tidak ada lagi hidrogen yang terabsorb.
4. Katalis diambil dengan penyaring Buchner dan dicuci dengan 100 mL air sebanyak 5 kali.
5. Katalis dikeringkan pada temperatur kamar menggunakan silika gel dalam desikator vakum kemudian disimpan dalam botol gelas yang ditutup rapat.

3.4. Proses Hidrogenasi Perpindahan

1. Minyak kapok yang telah diukur viskositasnya dicampur dengan metanol dengan perbandingan 1:1 dan ditaruh dalam reaktor hidrogenasi.
2. Sejumlah katalis Pd/C dan larutan kalium format (KCOOH) 10M dimasukkan ke dalam reaktor hidrogenasi yang dilengkapi penyangga katalis kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* agar terkontak dengan baik selama waktu tertentu.
3. Temperatur diatur dengan menggunakan *hot plate*.
4. Katalis Pd/C dipisahkan.
5. Fasa minyak dengan alkohol dipisahkan dengan menggunakan corong pemisah.
6. Minyak dicuci dengan air lalu dikeringkan dalam *oven* pada temperatur 65°C untuk memisahkan alkohol yang tersisa.
7. Minyak dikeringkan dalam desikator berisi Na_2SO_4 dan diukur kembali viskositasnya.

3.5. Metode Titration Menggunakan Reagen Durbetaki

- 0.5-2 gram sampel minyak, 0.7 mL toluen, 1.5 mL asam asetat glasial, dan 4 tetes indikator kristal violet dimasukkan dalam labu Erlenmeyer 10 mL.
- Labu Erlenmeyer ditaruh dalam gelas kimia berisi air dengan temperatur 55°C.
- Buret berisi reagen Durbetaki diatur agar berada di atas labu Erlenmeyer.
- Campuran dalam labu Erlenmeyer dititrasi dengan reagen Durbetaki sampai warnanya berubah menjadi biru-kehijauan selama 30 detik. Volume reagen yang dibutuhkan dicatat.
- Mol gugus siklopropenoid dalam sampel ditentukan dengan rumus:

$$gugus\ siklopropenoid = \frac{Nv}{w} \frac{mmol\ gugus\ siklopropenoid}{gram\ minyak}$$

Dengan N adalah normalitas larutan HBr dalam asam asetat glasial, v adalah jumlah volume reagen yang diperlukan dalam satuan mL, dan w adalah massa sampel dalam satuan gram.

3.6. Jadwal Penelitian

Penelitian ini akan dilakukan selama 5 bulan. Jadwal rencana kerja dapat dilihat pada Tabel 3.2.

Tabel 3.2 Jadwal penelitian

No	Kegiatan	Agustus				September				Oktober				November				Desember			
		1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4
1	Persiapan Alat dan Bahan	■	■	■	■	■	■	■	■												
2	Modifikasi Alat			■	■	■	■	■	■												
3	Pembuatan Katalis Pd/C									■	■										
4	Percobaan Utama											■	■	■	■	■	■				
5	Interpretasi Hasil Percobaan									■	■	■	■	■	■	■					
6	Penyelesaian Laporan															■	■	■	■	■	■

BAB IV

PEMBAHASAN

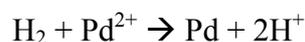
4.1. Proses Pembuatan Katalis 5%-Pd/C

Proses pembuatan katalis 5%-Pd/C dilakukan dengan proses hidrogenasi langsung menggunakan gas hidrogen. Perangkat peralatan dapat dilihat pada Gambar 3.2. Perangkat tersebut didesain sedemikian rupa sehingga kontak antara gas hidrogen dengan larutan lainnya dapat berlangsung dengan baik.

Awalnya palladium dalam bentuk PdCl₂ dilarutkan dengan HCl pekat dan ditambahkan air. Karena serbuk PdCl₂ sulit untuk larut, maka perlu dilakukan proses pemanasan. Proses pelarutan ini dilakukan selama kurang lebih 2 jam untuk memastikan PdCl₂ telah larut seluruhnya. Hasil proses pelarutan ini adalah larutan PdCl₂ dalam HCl yang berwarna coklat tua dan bersifat asam.

Larutan PdCl₂ dalam HCl kemudian dimasukkan ke dalam reaktor hidrogenasi yang telah berisi larutan natrium asetat (NaCH₃COO). Larutan natrium asetat ini merupakan larutan garam basa sehingga terjadi proses netralisasi. Karbon aktif yang telah dicuci kemudian dimasukkan juga ke dalam reaktor hidrogenasi. Pencucian karbon aktif diperlukan untuk menghilangkan senyawa pengotor yang terkandung dalam karbon. Setelah itu, reaktor ditutup dan proses hidrogenasi dilakukan.

Gas hidrogen dimasukkan dalam reaktor hidrogenasi selama selang waktu tertentu untuk mendesak udara yang terdapat pada reaktor. Dengan terdesaknya udara, maka ruang kosong pada reaktor akan diganti oleh gas hidrogen. Jumlah gas hidrogen yang banyak mendukung terjadinya reaksi antara gas hidrogen dengan larutan PdCl₂. Reaksinya adalah sebagai berikut :



Gas hidrogen akan mereduksi ion Pd²⁺ menjadi Pd yang kemudian akan terdispersi pada permukaan karbon. Terjadinya reaksi tersebut terlihat dengan naiknya air pada ujung pipa saluran keluaran gas yang tercelup dalam air pada gelas kimia.

Pada awal reaksi, kenaikan air cukup cepat. Namun seiring berjalannya waktu, reaksi semakin lambat yang ditandai dengan lamanya kenaikan air pada pipa. Selesaiannya reaksi ditandai dengan tidak naiknya lagi air pada pipa. Hal ini menunjukkan gas hidrogen tidak lagi berkurang jumlahnya dan tidak terjadi reaksi. Perubahan kecepatan reaksi ini terjadi karena

pada awal, jumlah ion Pd²⁺ masih banyak sehingga reaksi berjalan dengan cepat. Penurunan konsentrasi ion Pd²⁺ menyebabkan reaksi berjalan semakin lama. Reaksi keseluruhan dalam proses pembuatan katalis 5%-Pd/C adalah sebagai berikut:



Katalis 5%-Pd/C ini kemudian dipisahkan menggunakan penyaring Buchner dan dibantu dengan pompa vakum untuk mempercepat proses filtrasi. Katalis kemudian dicuci dengan air lalu dikeringkan pada temperatur kamar dalam desikator. Filtrat dari proses pembuatan katalis ini berubah warna dari coklat tua menjadi bening sedikit kekuningan. Perubahan warna ini menunjukkan telah terjadinya reaksi dan Pd telah teradsorp pada permukaan karbon sehingga warnanya memudar dan bahkan mendekati bening.

4.2. Analisis Awal Minyak

Sebelum dilakukan proses hidrogenasi, minyak kapok dilakukan beberapa analisis terlebih dahulu yakni densitas, viskositas, dan analisis gugus siklopropenoid dengan titrasi menggunakan reagen Durbetaki. Hasil analisis awal minyak dapat dilihat pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Analisis awal minyak

Warna	Kuning tua
Densitas	911.09 kg/m ³ = 0.91109 kg/L
Viskositas	0.0467 N.s/m ² = 46.7 cP
Gugus siklopropenoid	0.408 mmol/gram minyak

Minyak kapok yang digunakan berasal dari kota Semarang. Densitas minyak kapok yang digunakan yakni 0.91109 kg/L berbeda sedikit dengan densitas minyak kapok dari literatur yakni 0.917 kg/L. Hal ini menunjukkan minyak kapok yang dipakai dalam percobaan memiliki karakteristik yang tidak jauh berbeda dengan literatur. Gugus siklopropenoid yang terkandung dalam minyak kapok sebesar 0.408 mmol/gram minyak. Gambar minyak kapok awal sebelum diproses dapat dilihat pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Minyak kapok awal

4.3. Proses Hidrogenasi Perpindahan

Proses hidrogenasi perpindahan dilakukan dengan perangkat seperti pada Gambar 3.1 untuk mengubah ikatan rangkap pada gugus siklopropenoid minyak kapok menjadi gugus lainnya pada Gambar 2.6. Minyak hasil dari hidrogenasi perpindahan dapat dilihat pada Gambar 4.2. Data minyak hasil hidrogenasi perpindahan dapat dilihat pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Hasil proses hidrogenasi perpindahan minyak kapok

Run	1	2	3	4	5	6
Volume minyak (mL)	115	115	115	115	115	115
Jumlah Pd dalam bentuk katalis 5%-Pd/C (%-b minyak)	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
Temperatur (°C)	65	65	65	65	65	55
Waktu (jam)	3	12	3	6	9	6
Polimerisasi	-	✓	-	-	-	-
Gugus siklopropenoid akhir (mmol gugus/gram minyak)	0.38	-	0.396	0.322	0.154	0.262
Viskositas minyak (cP)	168.17	-	-	50.49	51.57	62.69



Gambar 4.2 Minyak hasil proses hidrogenasi perpindahan

Minyak hasil proses hidrogenasi tidak jauh berbeda dengan minyak awal sebelum diproses. Minyak juga tidak menjadi keruh yang menunjukkan bahwa minyak telah bersih dari air, metanol, serta larutan garam yang digunakan selama proses hidrogenasi.

Pada run 1 yakni proses hidrogenasi yang dilakukan pada temperatur 65°C selama 3 jam, minyak diperoleh dengan warna dan kekentalan yang tidak jauh berbeda dengan minyak yang belum diproses.

Pada run 2, minyak kapok setelah dicuci dan dioven masih berbentuk cair. Namun setelah didiamkan beberapa saat dalam desikator, minyak berubah strukturnya menjadi kental dan kenyal. Perubahan struktur ini disebabkan terjadinya proses polimerisasi gugus siklopropenoid pada minyak kapok. Hal ini mungkin dikarenakan terlalu lamanya proses hidrogenasi (12 jam). Gambar minyak yang telah berubah strukturnya dapat dilihat pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Struktur minyak kapok yang terpolimerisasi

Pada run 3, dilakukan penambahan butanol sebagai emulsifier. Hasil dari run 3 ini kemudian dibandingkan dengan hasil run 1 yakni pada waktu proses hidrogenasi yang sama

sebesar 3 jam. Hasil dari proses hidrogenasi menggunakan butanol sebagai emulsifier ternyata mengalami penurunan gugus siklopropenoid yang lebih sedikit. Oleh karena itu, pada run-run percobaan lainnya, butanol sebagai emulsifier tidak lagi digunakan.

Awalnya minyak, metanol, dan larutan KCOOH berada dalam 2 fasa, yakni fasa minyak pada bagian bawah, sedangkan fasa cair (metanol dan larutan KCOOH) pada bagian bawah. Metanol yang awalnya bening berubah menjadi putih susu pada saat dimasukkan larutan KCOOH 10M. Keadaan awal campuran dapat dilihat pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Keadaan awal sebelum proses hidrogenasi

Setelah reaktor hidrogenasi dirangkai dan dijalankan, minyak mengalami sirkulasi oleh dorongan *magnetic stirrer* dari bagian bawah reaktor melalui saluran samping menuju ke atas dan kemudian jatuh kembali. Proses sirkulasi tersebut dapat dilihat pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5 Sirkulasi minyak pada proses hidrogenasi

Pada temperatur 65°C campuran metanol, minyak dan larutan KCOOH berada pada keadaan mendidih. Hal ini menyebabkan kontak yang semakin baik sehingga pada saat proses hidrogenasi, campuran terlihat membentuk 1 fasa dan dapat dilihat pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Proses hidrogenasi pada 65°C

Dari Tabel 4.2 dapat dilihat bahwa pada temperatur 65°C penurunan gugus siklopropenoid semakin besar seiring bertambahnya waktu proses hidrogenasi. Namun, pada run 2 yakni selama 12 jam, terjadi polimerisasi minyak. Oleh karena itu, run selanjutnya memakai temperatur yang lebih rendah yakni 55°C .

Pada run 6, proses hidrogenasi dilakukan pada 55°C selama 6 jam. Saat proses ini dilakukan, terlihat kontak antara minyak dan larutan lainnya yang kurang baik, yakni tetap terbentuk 2 fasa. Fasa minyak berada di bagian bawah, sedangkan fasa cair berada di bagian atas. Tidak seperti pada temperatur proses 65°C yakni dimana kontak dibantu juga oleh mendidihnya campuran, kontak hanya terjadi karena dorongan *magnetic stirrer* sehingga minyak tersirkulasi dari bagian bawah ke atas pada reaktor hidrogenasi. Proses sirkulasi tersebut sama seperti pada Gambar 4.5. Apabila dibandingkan dengan run 3 yakni pada waktu proses hidrogenasi yang sama, hasil penurunan gugus siklopropenoid lebih besar. Hal ini menunjukkan bahwa walaupun kontak yang terjadi pada run 3 lebih baik, namun pada temperatur 55°C dapat menghasilkan penurunan gugus siklopropenoid yang lebih besar, sehingga proses hidrogenasi lebih cocok dilakukan pada temperatur tersebut.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

- 5.1.1. Semakin lama waktu hidrogenasi, maka penurunan gugus siklopropenoid akan semakin besar.
- 5.1.2. Minyak kapok memiliki suatu batasan (temperatur dan waktu tertentu) dimana minyak akan mengalami polimerisasi.
- 5.1.3. Proses hidrogenasi perpindahan pada minyak kapok baik dilakukan pada temperatur 55 °C.

5.2. Saran

- 5.2.1. Perlu dicari katalis lainnya selain katalis Pd/C yang harganya lebih murah mengingat harga palladium yang cukup mahal.
- 5.2.2. Perlu mencari cara penentuan gugus siklopropenoid lainnya selain analisis Durbetaki.

DAFTAR PUSTAKA

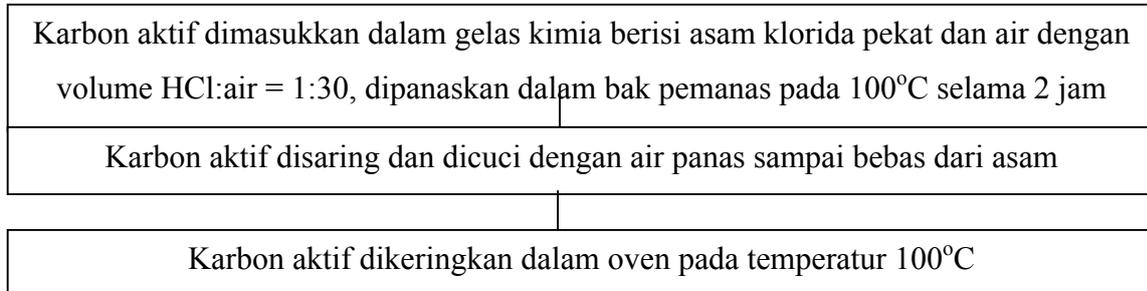
- Poedjiadi, A. (1994), *Dasar-Dasar Biokimia*, Penerbit Universitas Indonesia, Jakarta, pp. 51-60
- Wijaya, F. (2007), *Minyak Lemak dan Biodiesel dari Biji Nyampung (Calophyllum inophyllum)*, Universitas Katolik Parahyangan, Bandung
- Greenberg, A., J. Harris. (1982), *Cyclopropenoid Fatty Acid*, Journal of Chemical Education, 59, pp. 539 – 543.
- Berry, S. K. (1979), *Cyclopropenoid Fatty Acids in Some Malaysian Edible Seeds and Nuts*, Journal of Food Science and Technology, 17, pp. 224-227
- Zarins, Z. M., R. K. Willich, R. O. Feuge (1969), *Reaction of Cyclopropene Esters With Hydrogenation Catalysts*, Journal of The American Oil Chemists' Society, 47, pp. 215-218
- Mehlenbacher, V. C. (1936), *Color Tests for Kapok Oil*, Laboratories of Swift and Company, Los Angeles, California, pp. 136-138
- Brown, L. E. (1969), *Methods for the Determination of Cyclopropenoid Fatty Acid VIII : The HBr Titration Methods Applied to Small Samples*. Journal of the American Oil Society, 46, pp. 654 – 656.1
- Bailey, A. V., F. C. Magne, G. J. Boudreaux, dan E. L. Skau (1962), *Reaction of Cyclopropenoid Fatty Acid Derivatives With Hydrogen Halides*. Journal of the American Oil Society, 40, pp. 69-70.
- Feuge, R. O., Z. Zarins, J. L. White, dan R. L. Holmes (1968), *Titration of Cyclopropene Esters With Hydrogen Bromide*. Journal of the American Oil Society, 46, pp. 185 – 188.
- Soerawidjaja, T. H. (2009), *Teknologi Kemurgi : Biodiesel Generasi I*, Institut Teknologi Bandung, Bandung
- Freedman, B., E. H. Pryde, dan T. L. Mounts (1984), *Variables Affecting the Yields of Fatty Esters from Transesterified Vegetable Oils*, Journal of The American Oil Chemists' Society, 61 (10), pp. 1638-1643
- http://en.wikipedia.org/wiki/Ceiba_pentandra
- Berry, S. K. (1979), *The Characteristic of the Kapok (Ceiba pentandra, Gaertn.) Seed Oil*, Pertanika Malaysia, 2 (1), pp. 1 – 4.

- Kawase, Y., H. Nuzuma, dan K. Yasuda (1968), **Improvement of Foaming Tendency of Kapok Seed Oil by Catalytic Hydrogenation**, Journal of The American Oil Chemists' Society, 45, pp. 852-854.
- Arkad, O., H. Wiener, N. Garli, dan Y. Sasson (1986), **Catalytic Transfer Hydrogenation of Soybean Oil Methyl Ester Using Inorganiz Formic Acid Salts as Donors**, Journal of the American Oil Society, 64 (11), pp.1529-1532
- Zarins, Z. M., J. L. White, R. K. Willich, dan R. O. Feuge (1982), **Hydrogenation of Cyclopropenoid Fatty Acids Occuring in Cottonseed Oil**, Journal of The American Oil Chemists' Society, 59 (12), pp. 511-515
- Chorkendorff, I., J.W. Niemantsverdriet (2003), **Concepts of Modern Catalysis and Kinetics**, 2nd Ed., WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, pp. 1-8
- Putri, M. A., dan Zillillah (2008), **Pembuatan Biodiesel Halphen Negatif Secara Langsung dari Biji Kapok**, Institut Teknologi Bandung, Bandung, pp. 1-7
- Sugianto, K. S. (2007), **Upaya Pembuatan Biodiesel Bereaksi Negatif terhadap Uji Halphen dari Minyak Biji Kapuk/Randu**, Universitas Katolik Parahyangan, Bandung
- Mozingo, R. (1955), **Organic Synthesis Collective**, Volume 3, John Wiley, New York, pp. 685
- Vogel, A. I., A. R. Tatchell, B. S. Furnis, A. J. Hannaford, dan P. W. G. Smith (1989), **Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry**, 5th ed, Longman, London, pp 452

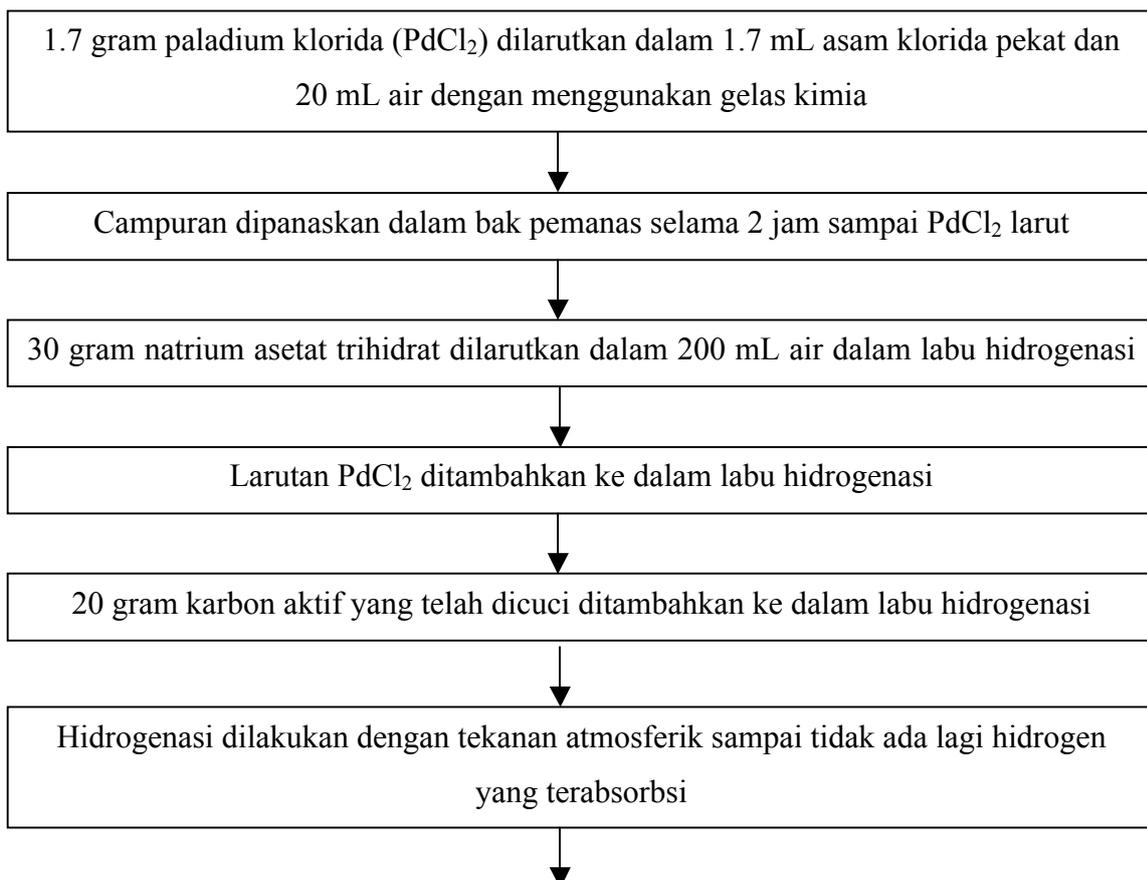
LAMPIRAN A

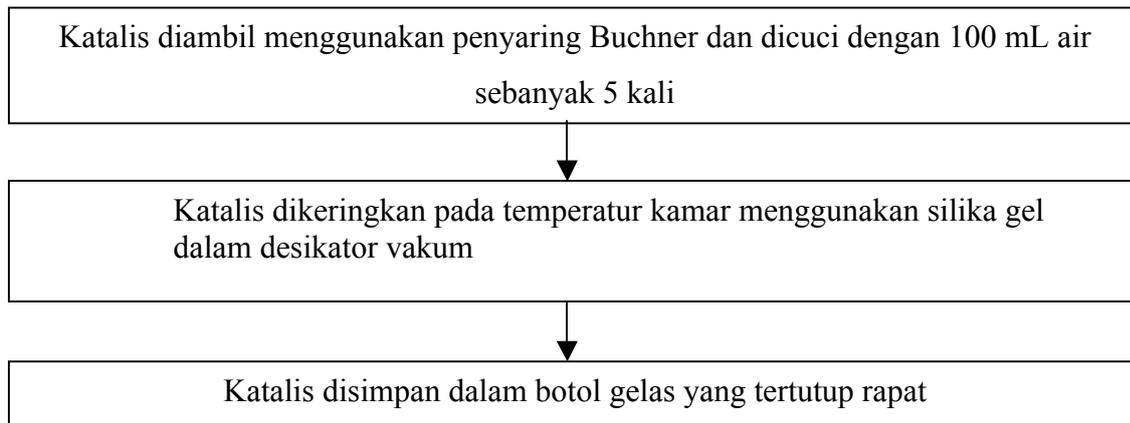
FLOW-CHART PROSEDUR KERJA

A.1. Prosedur Pencucian Karbon Aktif Untuk Katalis [Vogel,1989]

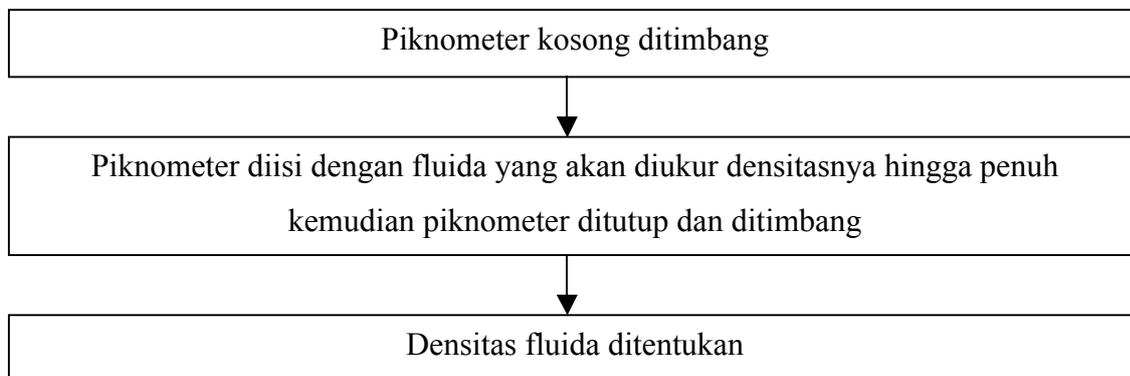


A.2. Prosedur Pembuatan Katalis 5%-Pd/C [Mozingo,1955]

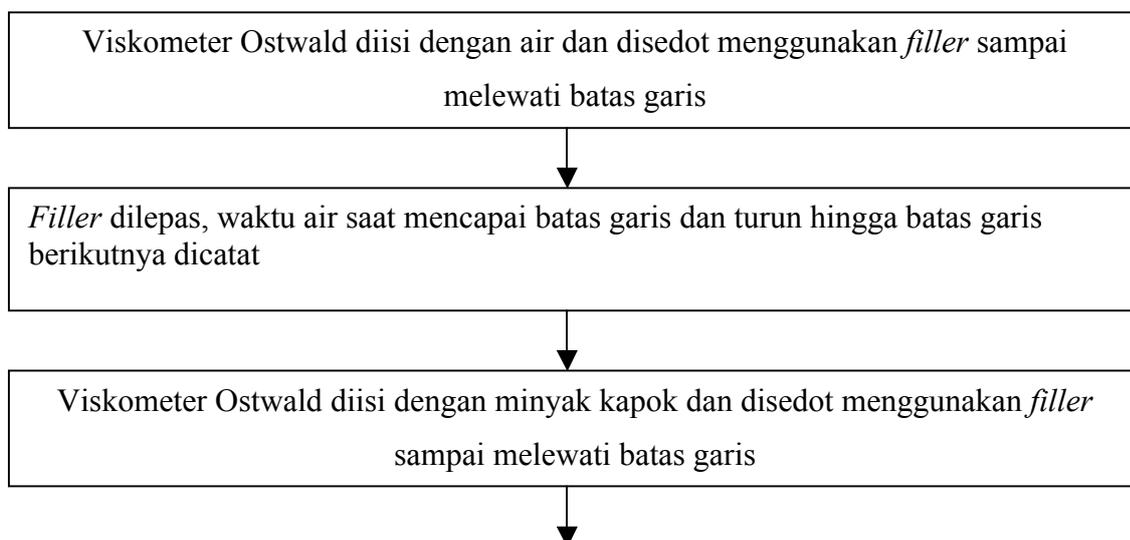




A.3. Prosedur Pengukuran Densitas



A.4. Prosedur Pengukuran Viskositas



Filler dilepas, waktu minyak saat mencapai batas garis dan turun hingga batas garis berikutnya dicatat



Viskositas minyak ditentukan

$$\mu = \mu_0 \times \frac{\rho t}{\rho_0 t_0}$$

Dengan μ adalah viskositas minyak, μ_0 adalah viskositas air, ρ adalah densitas minyak, ρ_0 adalah densitas air, t adalah waktu untuk minyak, sedangkan t_0 adalah waktu untuk air.

A.5. Prosedur Proses Hidrogenasi Perpindahan

Minyak kapok dicampur dengan metanol dengan perbandingan 1:1 kemudian ditaruh dalam reaktor hidrogenasi



Magnetic stirrer, penyangga katalis, sejumlah katalis Pd/C dimasukkan ke dalam reaktor hidrogenasi



Larutan kalium format (KCOOH) 10M dengan jumlah berlebih (1,5 kali jumlah teoritis) dimasukkan ke dalam reaktor hidrogenasi.



Temperatur dan kecepatan pengadukan diatur dengan *hot plate*



Proses dilakukan selama waktu tertentu lalu katalis Pd/C dipisahkan

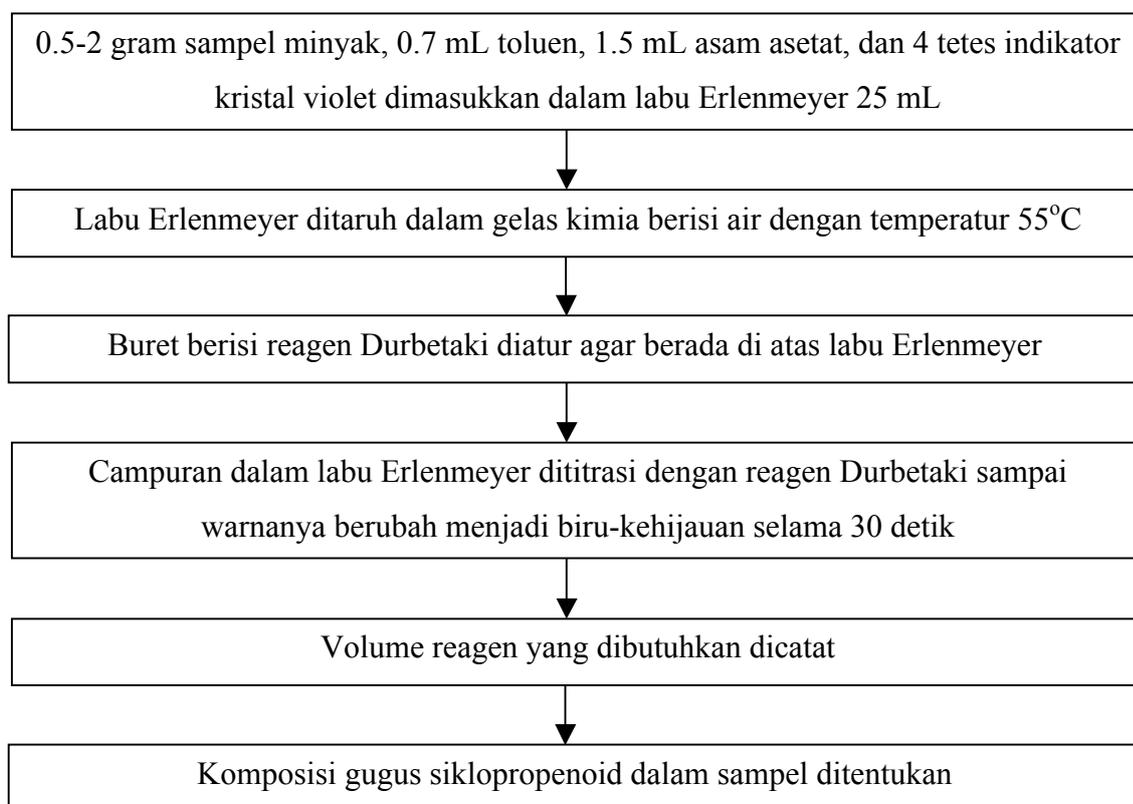


Fasa minyak dengan alkohol dipisahkan dengan menggunakan corong pemisah



Minyak dicuci beberapa kali dan dikeringkan dalam *oven* pada temperatur 65°C lalu ditaruh dalam desikator vakum berisi Na₂SO₄

A.6. Prosedur Analisis Titrasi Menggunakan Reagen Durbetaki



$$\text{gugus siklopropenoid} = \frac{Nv}{w} \frac{\text{mmol gugus siklopropenoid}}{\text{gram minyak}}$$

Dengan N adalah normalitas larutan HBr dalam asam asetat glasial, v adalah jumlah volume reagen Durbetaki yang diperlukan dalam satuan mL, dan w adalah massa sampel dalam satuan gram.

LAMPIRAN B

TABEL DATA DAN HASIL ANTARA

C.1. Densitas Minyak

Massa piknometer	12.29 gram
Massa air	10.05 gram
Densitas air	996.35 kg/m ³
Volume piknometer	1.00868 x 10 ⁻⁵ m ³
Massa minyak	9.19 gram
Densitas minyak	911.09 kg/m ³

C.2. Viskositas Minyak

Viskositas Awal Minyak

Waktu air (t ₀)	55 s
Waktu minyak (t)	3300 s
Densitas air (ρ ₀)	996.35 kg/m ³
Densitas minyak (ρ)	911.09 kg/m ³
Viskositas air (μ ₀)	0.8514 x 10 ⁻³ N.s/m ²
Viskositas minyak (μ)	0.0467 N.s/m ² = 46.7 cP

Viskositas Minyak Hasil Percobaan

Run percobaan	1	2	3	4	5	6
Temperatur (°C)	65	65	65	65	65	55
Waktu (jam)	3	12	3	6	9	6
Waktu minyak (s)	11880	-	-	3567	3643	4429
Viskositas minyak (N.s/m ²)	0.16817	-	-	0.05049	0.05157	0.06269
Viskositas minyak (cP)	168.17	-	-	50.49	51.57	62.69

C.3. Kandungan Gugus Siklopropenoid

Konsentrasi reagen Durbetaki (N) = 0.02 N

Massa minyak (w) = 0.5 gram

Run percobaan	Awal	1	2	3	4	5	6
Temperatur (°C)	-	65	65	65	65	65	55
Waktu (jam)	-	3	12	3	6	9	6
Volume reagen Durbetaki (1) (mL)	10.1	9.5	-	9.8	8.1	3.7	6.5
Volume reagen Durbetaki (2) (mL)	10.3	9.5	-	10	8	4	6.6
Volume reagen Durbetaki (mL)	10.2	9.5	-	9.9	8.05	3.85	6.55
Gugus siklopropenoid (mmol gugus/gram minyak)	0.408	0.38	-	0.396	0.322	0.154	0.262

LAMPIRAN C

CONTOH PERHITUNGAN

D.1. Densitas Minyak

$$\text{Massa piknometer} = 12.29 \text{ gram}$$

$$\text{Massa piknometer + air (27.4}^\circ\text{C)} = 22.34 \text{ gram}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa air (27.4}^\circ\text{C)} &= (\text{Massa piknometer + air}) - (\text{Massa piknometer}) \\ &= (22.34 - 12.29) \text{ gram} \\ &= 10.05 \text{ gram} \\ &= 0.01005 \text{ kg}\end{aligned}$$

$$\text{Densitas air (27.4}^\circ\text{C)} = 996.35 \text{ kg/m}^3$$

$$\begin{aligned}\text{Volume piknometer} &= \text{Massa air (27.4}^\circ\text{C)} / \text{Densitas air (27.4}^\circ\text{C)} \\ &= 0.01005 \text{ kg} / 996.35 \text{ kg/m}^3 \\ &= 1.00868 \times 10^{-5} \text{ m}^3\end{aligned}$$

$$\text{Massa piknometer + minyak (27.4}^\circ\text{C)} = 21.48 \text{ gram}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa minyak (27.4}^\circ\text{C)} &= (\text{Massa piknometer + minyak}) - (\text{Massa piknometer}) \\ &= (21.48 - 12.29) \text{ gram} \\ &= 9.19 \text{ gram} \\ &= 0.00919 \text{ kg}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Densitas minyak (27.4}^\circ\text{C)} &= \text{Massa minyak (27.4}^\circ\text{C)} / \text{Volume piknometer} \\ &= 0.00919 \text{ kg} / 1.00868 \times 10^{-5} \text{ m}^3 \\ &= 911.09 \text{ kg/m}^3\end{aligned}$$

D.2. Viskositas Minyak

$$\text{Waktu untuk air (}t_0\text{)} = 55 \text{ s}$$

$$\text{Waktu untuk minyak (}t\text{)} = 3300 \text{ s}$$

$$\text{Densitas air (27.4}^\circ\text{C)} (\rho_0) = 996.35 \text{ kg/m}^3$$

$$\text{Densitas minyak (27.4}^\circ\text{C)} (\rho) = 911.09 \text{ kg/m}^3$$

$$\text{Viskositas air (27.4}^\circ\text{C)} (\mu_0) = 0.8514 \times 10^{-3} \text{ N.s/m}^2$$

$$\mu = \mu_0 \times \frac{\rho t}{\rho_0 t_0}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Viskositas minyak } (\mu) &= (0.8514 \times 10^{-3} \times 911.09 \times 3300) / (996.35 \times 55) \\
 &= 0.0467 \text{ N.s/m}^2 \\
 &= 0.0467 \times 1000 \text{ cP} \\
 &= 46.7 \text{ cP}
 \end{aligned}$$

D.3. Kandungan Gugus Siklopropenoid

Analisis Awal Minyak

$$\text{Konsentrasi reagen Durbetaki (N)} = 0.02 \text{ N}$$

$$\text{Massa minyak (w)} = 0.5 \text{ gram}$$

$$\text{Volume reagen Durbetaki (1)} = 10.1 \text{ mL}$$

$$\text{Volume reagen Durbetaki (2)} = 10.3 \text{ mL}$$

$$\text{Volume reagen Durbetaki (v)} = (10.1 + 10.3) / 2 = 10.2 \text{ mL}$$

$$\text{gugus siklopropenoid} = \frac{Nv}{w} \frac{\text{mmol gugus siklopropenoid}}{\text{gram minyak}}$$

$$\text{Gugus siklopropenoid} = 0.02 \text{ N} \times 10.2 \text{ mL} / 0.5 \text{ gram}$$

$$= 0.408 \text{ mmol gugus siklopropenoid/gram minyak}$$