

**HIDROLISIS MINYAK JARAK PAGAR MENGGUNAKAN KATALIS  
HETEROGEN CaO**

**SKRIPSI**



**FAIZ TAMAMY**

**DEPARTEMEN KIMIA  
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
UNIVERSITAS AIRLANGGA  
2012**

**HIDROLISIS MINYAK JARAK PAGAR MENGGUNAKAN KATALIS  
HETEROGEN CaO**

**SKRIPSI**

**Sebagai Salah Satu Syarat Untuk Memperoleh  
Gelar Sarjana Sains Bidang Kimia  
Pada Fakultas Sains dan Teknologi  
Universitas Airlangga**

Oleh :

**FAIZ TAMAMY**  
**NIM. 080810531**

**Tanggal lulus : 23 Juli 2012**

Disetujui oleh :

Pembimbing I,

Pembimbing II,

**Abdulloh, S.Si, M.Si**  
**NIP. 1970423 199702 1 001**

**Alfa Akustia W, S.Si, M.Si**  
**NIK. 139080770**

LEMBAR PENGESAHAN NASKAH SKRIPSI

Judul : **Hidrolisis minyak jarak pagar menggunakan katalis heterogen CaO**  
Penyusun : Faiz Tamamy  
Nim : 080810531  
Pembimbing I : Abdulloh, S.Si, M.Si  
Pembimbing II : Alfa Akustia W, S.Si, M.Si  
Tanggal Sidang : 23 Juli 2012

Disetujui oleh :

Pembimbing I,

Pembimbing II

**Abdulloh, S.Si, M.Si**  
**NIP. 1970423 199702 1 001**

**Alfa Akustia W, S.Si, M.Si**  
**NIK. 139080770**

Mengetahui,

Ketua Departemen Kimia

Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga

**Dr. Alfinda Novi Kristanti, DEA**

**NIP. 19671115 199102 2 001**

## **PEDOMAN PENGGUNAAN SKRIPSI**

Skripsi ini tidak dipublikasikan, namun tersedia di perpustakaan dalam lingkungan Universitas Airlangga. Diperkenankan untuk dipakai sebagai referensi kepustakaan, tetapi pengutipan seijin penulis dan harus menyebutkan sumbernya sesuai kebiasaan ilmiah.

**Dokumen skripsi ini merupakan hak milik Universitas Airlangga**



## KATA PENGANTAR

Puji syukur ke hadirat Allah SWT atas segala rahmat dan hidayah-Nya, sehingga penyusun dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **Hidrolisis minyak jarak pagar menggunakan katalis heterogen CaO**.

Penyusun menyadari bahwa penulisan skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak, untuk itu penyusun menyampaikan terima kasih kepada:

1. Bapak Abdulloh S.Si, M.Si selaku pembimbing I dan Ibu Alfa Akustia W, S.Si, M.Si selaku pembimbing II yang telah memberikan saran, doa dan bimbingan sampai terselesaikan skripsi ini.
2. Bapak Drs. Handoko, DEA selaku Dosen Wali yang senantiasa membimbing serta memberikan banyak masukan.
3. Ibu Dr. Alfinda Novi Kristanti, DEA selaku Ketua Departemen Kimia yang senantiasa memberikan dukungan.
4. Seluruh keluarga besar Departemen Kimia dan FSAINTEK yang telah memberikan banyak ilmu, masukan dan dukungan.
5. Bapak dan ibu selaku orang tua yang memberikan kasih sayang, doa, kepercayaan, dan dukungan baik secara moril maupun materi.
6. Teman – teman angkatan 2008 yang senantiasa menemani dalam menuntut ilmu.
7. Serta pihak – pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu yang banyak memberikan saran, masukan dan pengalamannya.

Skripsi ini disusun untuk memenuhi persyaratan akademis pendidikan sarjana dalam bidang kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga. Penyusun menyadari bahwa dalam penulisan skripsi ini masih banyak kekurangan, sehingga kritik dan saran yang membangun sangat diharapkan demi kesempurnaan skripsi ini.

Surabaya, Juli 2012

Penyusun

Faiz Tamamy



## DAFTAR ISI

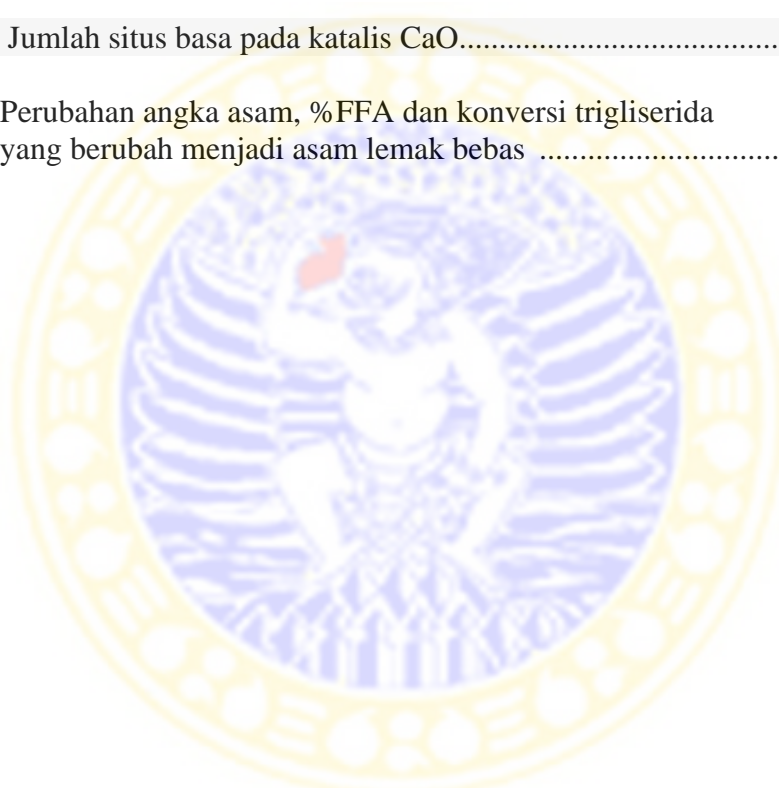
	Halaman
HALAMAN JUDUL .....	i
LEMBAR PERNYATAAN .....	ii
LEMBAR PENGESAHAN .....	iii
PEDOMAN PENGGUNAAN SKRIPSI .....	iv
KATA PENGANTAR .....	v
ABSTRAK .....	vii
ABSTRACT .....	viii
DAFTAR ISI .....	ix
DAFTAR TABEL .....	xi
DAFTAR GAMBAR .....	xii
DAFTAR LAMPIRAN .....	xiii
<b>BAB I PENDAHULUAN .....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang Masalah.....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	3
1.3 Tujuan Penelitian .....	4
1.4 Manfaat Penelitian .....	4
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA .....</b>	<b>5</b>
2.1 Minyak jarak pagar .....	5
2.2 Hidrolisis .....	7
2.3 Katalis .....	9
2.4 Kalsium Oksida (CaO) .....	10
2.5 Situs basa .....	11
2.6 Angka asam .....	12
2.7 Asam lemak .....	13
2.8 Difraksi Sinar-X (XRD) .....	14
2.9 <i>Surface area analyzer</i> .....	15
2.10 Trigliserida .....	18
<b>BAB III METODE PENELITIAN .....</b>	<b>20</b>
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian.....	20
3.2 Alat dan Bahan Penelitian.....	20
3.3 Diagram Alir Penelitian .....	21
3.4 Prosedur Penelitian.....	22
3.4.1 Pembuatan larutan KOH 0,1 N .....	22
3.4.2 Pembuatan larutan baku asam oksalat 0,1 N .....	22
3.4.3 Preparasi katalis CaO .....	22
3.4.4 Karakterisasi CaO .....	22
3.4.4.1 Penentuan luas permukaan CaO .....	22
3.4.4.2 Analisis difraksi sinar-X .....	23

3.4.4.3 Analisis situs basa .....	23
3.4.5 Hidrolisis minyak jarak pagar .....	24
3.4.5.1 Analisis bilangan asam .....	24
3.4.5.2 Penentuan asam lemak bebas .....	25
3.4.5.3 Penentuan konversi trigliserida .....	25
BAB IV PEMBAHASAN .....	26
4.1 Preparasi Katalis CaO.....	26
4.2 Karakterisasi Struktur Katalis CaO .....	26
4.2.1 <i>X-Ray Diffraction</i> .....	26
4.2.2 Luas permukaan CaO .....	28
4.2.3 Situs basa dan kekuatan basa katalis CaO.....	30
4.3 Aktivitas katalis CaO pada hidrolisis minyak jarak pagar .....	31
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	35
5.1 KESIMPULAN .....	35
5.2 SARAN .....	35
DAFTAR PUSTAKA .....	36
LAMPIRAN	



**DAFTAR TABEL**

Nomor	Judul Tabel	Halaman
2.1	Komposisi asam lemak minyak jarak pagar .....	7
2.2	Sifat fisik minyak jarak pagar .....	7
4.1	Hasil BJH desorpsi CaO sebelum dan sesudah dikalsinasi .....	26
4.2	Jumlah situs basa pada katalis CaO.....	29
4.3	Perubahan angka asam, %FFA dan konversi trigliserida yang berubah menjadi asam lemak bebas .....	30



## DAFTAR GAMBAR

Nomor	Judul Gambar	Halaman
2.1	Tanaman Jarak Pagar .....	5
2.2	Biji tanaman jarak pagar .....	6
2.3	Difraksi Bragg pada 2 bidang kisi .....	13
2.4	Tipe adsorpsi isoteremis .....	16
2.5	Alat <i>Surface Area Analyzer</i> Quantachrome seri Autosorb-1 .....	18
4.1	Difraktogram senyawa CaO .....	
4.2	Isoterm adsorpsi desorpsi N <sub>2</sub> CaO sebelum kalsinasi .....	27
4.3	Isoterm adsorpsi desorpsi N <sub>2</sub> CaO setelah kalsinasi .....	27
4.4	Hasil konversi trigliserida yang menjadi asam lemak bebas pada reaksi hidrolisis menggunakan katalis CaO .....	31
4.5	Mekanisme reaksi hidrolisis minyak jarak pagar dengan katalis CaO.....	32

## DAFTAR LAMPIRAN

Nomor	Judul Lampiran
1	Difraktogram katalis CaO sebelum kalsinasi
2	Difraktogram katalis CaO setelah kalsinasi
3	Hasil analisis BJH desorpsi katalis CaO sebelum kalsinasi
4	Hasil analisis BJH desorpsi katalis CaO setelah kalsinasi
5	Perhitungan situs basa
6	Pembakuan larutan KOH 0,1 N dengan larutan H <sub>2</sub> C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> 0,1 N
7	Perhitungan angka asam
8	Hasil penentuan % asam lemak bebas / FFA
9	Penentuan konversi trigliserida

**Tamamy F., 2012, Hidrolisis minyak jarak pagar menggunakan katalis heterogen CaO, Skripsi ini dibimbing oleh Abdulloh S.Si ., M.Si dan Alfa Akustia W S.Si ., M.Si Departemen Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga**

---

### ABSTRAK

Telah dilakukan hidrolisis minyak jarak pagar menggunakan katalis CaO. Reaksi ini dimaksudkan untuk meningkatkan nilai ekonomis minyak jarak pagar selain biodiesel. Katalis CaO Merck dan dikalsinasi terlebih dahulu pada suhu 800°C untuk menghindari terjadinya deaktivasi katalis dengan terbentuknya CaCO<sub>3</sub>. Pada penelitian ini dilakukan karakterisasi katalis CaO meliputi struktur kristal CaO, luas permukaan, jumlah situs basa dan kekuatan kebasaaan serta aktivitas katalitiknya. Hasil penelitian menunjukkan, katalis CaO memiliki luas permukaan 2,065 (m<sup>2</sup>/g) sebelum kalsinasi dan 26,451 (m<sup>2</sup>/g) setelah kalsinasi serta jumlah situs basanya sebesar 221,77 mmol/g. Untuk mengetahui kekuatan situs basa digunakan beberapa indikator. Perubahan warna terjadi ketika CaO dalam toluena ditetesi dengan indikator bromothymol biru (pK<sub>BH</sub>= 7,2) dan 2,4-dinitroanilin (pK<sub>BH</sub>= 15,0). Hal ini menunjukkan CaO dalam rentang indikator bromothymol biru (pK<sub>BH</sub>= 7,2) < CaO < 2,4-dinitroanilin (pK<sub>BH</sub>= 15,0). Hasil pengujian minyak jarak pagar dilakukan dengan varian waktu 15 hingga 180 menit dan didapatkan hasil konversi terbesar pada menit ke 60 yaitu sebesar 77,58%.

*Kata kunci : minyak jarak pagar, CaO, situs basa*

### **ABSTRACT**

Hydrolysis has been carried out using jatropha oil CaO catalyst. This reaction is intended to increase the economic value besides biodiesel. CaO catalyst from Merck and calcined at a temperature of 800°C to avoid catalyst deactivation by formation of CaCO<sub>3</sub>. In this research include the characterization of catalysts CaO crystal structure, surface area, the number of base sites and the strength of basicity and catalytic activity. The results showed, CaO catalyst has a surface area of 2,065 (m<sup>2</sup>/g) before calcination and 26,451 (m<sup>2</sup>/g) after calcination and the number of base sites 221,77 mmol/g. To know the strength of base sites multiple indicators used. The color change occurs when the CaO in toluene drops with bromothymol blue indicator (pK<sub>BH</sub> = 7,2) and 2.4-dinitroanilin (pK<sub>BH</sub> = 15,0). This shows the CaO in the range of bromothymol blue indicator (pK<sub>BH</sub> = 7,2) < CaO < 2.4-dinitroanilin (pK<sub>BH</sub> = 15,0). Jatropha oil testing results performed by a variant of 15 until 180 minutes and the obtained results of the largest conversion in the 60th minute with conversion of 77.58%.

*Keywords : jatropha oil, CaO, alkaline sites*

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Jarak pagar (*Jatropha curcas* L.) merupakan tumbuhan semak berkayu yang banyak ditemukan di daerah tropis. Tumbuhan ini dikenal sangat tahan kekeringan dan mudah diperbanyak dengan stek. Jarak pagar juga dikenal sebagai tanaman obat. Saat ini, jarak pagar dimanfaatkan sebagai sumber bahan bakar hayati untuk mesin diesel.

Pada pertengahan tahun 2004, Daimler Chrysler, salah satu perusahaan otomotif terkemuka, berhasil mengujicobakan penggunaan bahan bakar BTL (*Biomass to Liquid*) pertama di dunia pada mobil Mercedes-Benz seri C, menempuh jarak 5.900 km dalam kondisi lingkungan yang ekstrim di India. Bahan bakar tersebut kemudian diberi nama dagang *Sun Diesel*, diperoleh dari minyak jarak dan merupakan salah satu program Daimler Chrysler dalam mengembangkan biodiesel (India Daily, 19/7/04).

Pada tahun 2005, tanaman jarak pagar banyak dikembangkan di Indonesia. Minyak jarak pagar kasar atau disebut juga *crude jatropha oil* (CJO) banyak digunakan di industri farmasi, pelumas, cat, vernis, tinta cetak, tekstil, otomotif, logam dan karet (Amalia, *et al.*, 2006). Minyak jarak pagar mulai menjadi sorotan dunia semenjak melonjaknya harga bahan bakar minyak.

Kandungan minyak yang terdapat dalam biji baik cangkang maupun buah jarak pagar berkisar 25-35 % berat kering biji (Prihandana, *et al.*, 2007). Akan

tetapi, di dalam minyak jarak pagar terkandung racun antara lain zat kurcin (*curcin*) dan ester forbol yang membuat minyak jarak pagar tidak dapat digunakan sebagai minyak makan. Tanaman jarak kemudian menjadi pilihan utama untuk digunakan sebagai bahan bakar alternatif biodiesel karena tidak bersaing dengan produk pangan, seperti minyak kelapa dan CPO (*crude palm oil*) (Kompas, 15/07/06).

Di Indonesia, penelitian biodiesel dirintis oleh Lemigas dan Pertamina yang mencampur biodiesel dan solar dengan rasio 30:70 untuk kendaraan bermesin diesel komersial (Kompas, 19/07/05). Namun, timbul beberapa masalah terkait pengembangan minyak jarak sebagai bahan bakar alternatif yaitu, nilai viskositas dan titik nyala (*flash point*) minyak jarak yang masih cukup tinggi. Nilai viskositas minyak jarak kasar sebesar  $24,5 \text{ mm}^2\text{s}^{-1}$  pada suhu  $15^\circ\text{C}$  dan titik nyalanya sebesar  $225^\circ\text{C}$ . Nilai ini masih lebih tinggi dibandingkan minyak diesel yang hanya mempunyai viskositas sebesar  $2,60 \text{ mm}^2\text{s}^{-1}$  dan titik nyala  $68^\circ\text{C}$  (Raheman, *et al.*, 2007).

Disamping beberapa hal di atas, murahnya harga jual biji jarak yaitu sekitar Rp 500/kg telah membuat banyak petani menebang tanaman jaraknya karena harga yang terlalu murah sehingga tidak sesuai dengan biaya produksi (Suara Karya, 16/01/09). Hal inilah yang membuat nilai ekonomis minyak jarak pagar sangat rendah. Oleh karena itu, perlu dilakukan penelitian untuk mencari alternatif penggunaan lain dari minyak tersebut yang lebih sesuai dengan karakteristik sifatnya.

Salah satu usaha untuk meningkatkan nilai ekonomis minyak jarak pagar adalah menghidrolisis minyak jarak pagar menjadi asam lemaknya sehingga asam lemak yang terkandung di dalam minyak jarak pagar bisa dimanfaatkan lebih lanjut. Asam lemak penyusun minyak jarak pagar terdiri atas 22,7% asam jenuh dan 77,3% asam tak jenuh.

Selama ini, proses hidrolisis menggunakan katalis homogen NaOH. Katalis homogen berada dalam satu fasa dengan reaktan. Kondisi ini menyebabkan mudahnya interaksi antara molekul katalis dan reaktan. Namun, sulitnya pemisahan pada hasil akhir pada penggunaan katalis homogen menjadi penyebab dicarinya berbagai alternatif katalis terutama katalis heterogen untuk memudahkan pemisahan. Salah satu alternatif tersebut adalah dengan menggunakan katalis heterogen CaO. CaO sebagai katalis basa memiliki banyak manfaat, misalnya aktivitas katalitik yang tinggi, masa katalis yang tahan lama, dan biaya yang murah. Selain itu, penggunaan katalis CaO ini dapat mempermudah proses pemisahan antara katalis dengan produk serta katalis ini juga aman terhadap lingkungan. Penggunaan katalis heterogen CaO diharapkan dapat memisahkan produk hidrolisis dengan baik.

## 1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang tersebut, maka dapat dirumuskan masalah sebagai berikut.

1. Bagaimana karakteristik katalis CaO yang digunakan meliputi luas permukaan dan kekuatan situs basanya?



2. Apakah katalis CaO terkalsinasi dapat digunakan dalam proses hidrolisis pada *crude jatropha oil* (CJO)?
3. Berapakah konversi trigliserida dalam *crude jatropha oil* (CJO) yang menjadi asam lemak bebas?

### 1.3 Tujuan Penelitian

1. Melakukan karakterisasi katalis CaO meliputi luas permukaan dan kekuatan situs basanya.
2. Memanfaatkan CaO terkalsinasi sebagai katalis dalam proses hidrolisis pada *crude jatropha oil* (CJO).
3. Menentukan konversi trigliserida yang menjadi asam lemak bebas dalam *crude jatropha oil* (CJO).

### 1.4 Manfaat Penelitian

Dengan melakukan proses hidrolisis pada *crude jatropha oil* (CJO) menjadi asam lemaknya menggunakan katalis CaO, diharapkan menjadi alternatif metode hidrolisis yang murah dan efektif. Selain itu, melalui penelitian ini diharapkan dapat memberikan kontribusi serta informasi ilmiah tentang katalis heterogen CaO serta pemanfaatan *crude jatropha oil* (CJO).

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Minyak Jarak Pagar

Jarak pagar (*Jatropha curcas L.*) merupakan tanaman yang sudah tidak asing lagi bagi masyarakat terutama saat zaman penjajahan Jepang. Pada saat itu, minyak jarak pagar dipergunakan sebagai bahan pelumas dan bahan bakar pesawat terbang. Tanaman ini sering dimanfaatkan masyarakat sebagai tanaman pagar serta sebagai obat tradisional, disamping sebagai bahan bakar dan minyak pelumas. Menurut Hambali *et al.* (2006), jarak pagar dapat hidup dan berkembang dari dataran rendah sampai dataran tinggi, curah hujan yang rendah maupun tinggi (300 – 2.380 mL/tahun) serta rentang suhu 20 – 26°C. Oleh karena sifat tersebut, tanaman jarak pagar mampu tumbuh pada tanah berpasir, bebatuan, lempung ataupun tanah liat sehingga jarak pagar dapat dikembangkan pada lahan kritis.



Gambar 2.1 Tanaman Jarak Pagar

Klasifikasi tanaman jarak pagar adalah sebagai berikut (Hambali, *et al.*, 2006) :

Kingdom	: Plantae
Divisi	: Spermatophyta
Sub Divisi	: Angiospermae
Kelas	: Dicotyledonae
Ordo	: Euphorbiales
Famili	: Euphorbiaceae
Genus	: <i>Jatropha L.</i>
Spesies	: <i>Jatropha curcas, L.</i>

Proses ekstraksi jarak pagar menjadi minyak dilakukan secara mekanik menggunakan mesin press, baik sederhana dengan skala kecil maupun skala produksi industri. Setelah biji jarak dikeringkan dan disortir berdasarkan kualitas, biji jarak pagar dimasukkan ke dalam mesin press mekanik. Hasil pengepresan diperoleh minyak mentah atau *crude jatropha oil* (CJO) dan sisa ampas. Biji jarak pagar mengandung minyak sekitar 30-50% dari berat kering bijinya (Hambali, *et al.*, 2006). Tabel 2.1 menunjukkan komposisi asam lemak dalam minyak jarak pagar dan Tabel 2.2 menunjukkan sifat fisik minyak jarak pagar.



Gambar 2.2 Biji tanaman jarak pagar

Tabel 2.1 : Komposisi asam lemak dalam minyak jarak pagar (Neyda, *et al.*, 2008)

Asam Lemak	Kadar (%)
Asam Miristat	0,38
Asam Palmitat	Maks 16,0
Asam Palmitoleat	1–3,5
Asam Stearat	6–7,0
Asam Oleat	42–43,5
Asam Linoleat	33–34,4
Asam Linolenat	>0,80
Asam Arakidonat	0,20
Asam Gadoleat	0,12

Tabel 2.2 : Sifat fisik minyak jarak pagar (Hambali, *et al.*, 2006)

Sifat Fisik	Jumlah
Titik nyala ( <i>flash point</i> )	236 °C
Densitas pada 15 <sup>0</sup> C	0,9177 g/cm <sup>3</sup>
Viskositas pada 30 <sup>0</sup> C	49,15 mm <sup>2</sup> /s
Residu karbon	0,34 % (b/b)
Kadar abu sulfat	0,007 % (b/b)
Titik tuang	-2,5 °C
Kadar air	935 ppm
Kadar sulfur	<1 ppm
Bilangan asam	4,75 mg KOH/g
Angka iodine	96,5 g iod/100 g minyak

## 2.2 Hidrolisis

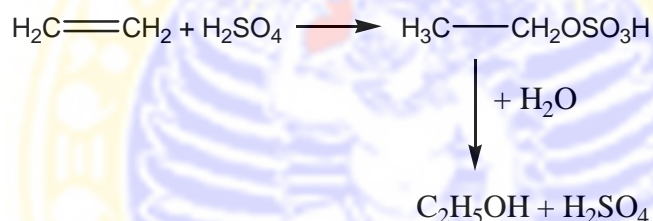
Hidrolisis adalah suatu proses kimia yang menggunakan H<sub>2</sub>O sebagai pemecah suatu persenyawaan termasuk inversi gula, saponifikasi lemak dan ester, pemecahan protein dan reaksi Grignard. Terdapat 3 jenis hidrolisis yang umum, yaitu :

### 1. Hidrolisis Murni

Hidrolisis murni merupakan suatu proses hidrolisis yang hanya menggunakan pereaksi H<sub>2</sub>O saja. Reaksinya lambat sehingga jarang digunakan dalam industri (tidak komersial). Reaksi hidrolisis murni hanya digunakan untuk senyawa-senyawa yang reaktif.

### 2. Hidrolisis dalam Larutan Asam

Hidrolisis dalam larutan asam merupakan suatu proses hidrolisis menggunakan asam encer atau pekat misal HCl atau H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> yang berfungsi sebagai katalisator. Pemakaian H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> lebih banyak digunakan karena HCl bersifat korosif.

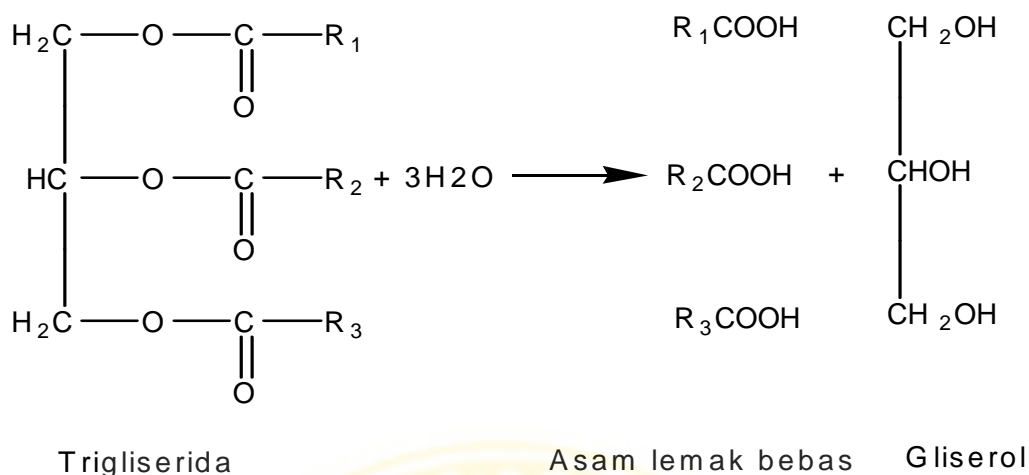


### 3. Hidrolisis dalam Larutan Basa

Hidrolisis dalam larutan basa merupakan suatu proses hidrolisis menggunakan basa encer atau pekat seperti NaOH dan KOH.



Dalam reaksi hidrolisis, lemak dan minyak diubah menjadi asam-asam lemak bebas dan gliserol. Reaksi hidrolisis mengakibatkan kerusakan lemak dan minyak karena terdapat sejumlah air dalam lemak dan minyak tersebut.



### 2.3 Katalis

Katalis adalah suatu zat yang mempercepat laju reaksi kimia pada suhu tertentu, tanpa mengalami perubahan atau terpakai oleh reaksi itu sendiri. Katalis memungkinkan reaksi berlangsung lebih cepat atau memungkinkan reaksi pada suhu lebih rendah akibat perubahan yang dipicunya terhadap pereaksi. Katalis menyediakan suatu jalur pilihan dengan energi aktivasi yang lebih rendah. Pada umumnya, kenaikan konsentrasi katalis juga meningkatkan laju reaksi. Jadi, katalis ikut bereaksi namun pada akhir reaksi diperoleh kembali (Sukardjo, 2002).

Katalis dapat dibedakan ke dalam dua golongan utama yaitu katalis homogen dan katalis heterogen. Katalis heterogen adalah katalis yang ada dalam fase berbeda dengan pereaksi dalam reaksi yang dikatalisisnya, sedangkan katalis homogen berada dalam fase yang sama. Katalis heterogen mengadsorpsi molekul-molekul pereaksi pada permukaan sehingga reaksi dapat berlangsung. Pada reaksi menggunakan katalis heterogen, katalis heterogen mempunyai suatu permukaan dimana pereaksi-pereaksi atau substrat untuk sementara terperangkap. Ikatan dalam substrat-substrat menjadi lemah sehingga produk baru dapat terbentuk.

Katalis heterogen lebih banyak digunakan dalam industri kimia karena mudah dipisahkan dari campuran antara reaktan dan produknya dan kestabilannya terhadap perlakuan panas (Setyawan dan Handoko, 2003). Keuntungan lain dari katalis heterogen adalah tidak korosif, ramah terhadap lingkungan, memiliki waktu paruh yang panjang, dan dapat memberikan aktivitas dan selektivitas yang tinggi (Liu, *et al.*, 2008).

#### 2.4 Kalsium Oksida (CaO)

Kalsium oksida (CaO) adalah suatu senyawa kimia yang terbentuk dari  $\text{CaCO}_3$  yang banyak digunakan sebagai bahan bangunan. CaO merupakan padatan berwarna putih, berbentuk kristal, dan bersifat basa. CaO memiliki sifat higroskopis, titik lelehnya  $2600^\circ\text{C}$  dan titik didihnya  $2850^\circ\text{C}$ , tidak larut dalam HCl, mempunyai struktur kristal rombohedral, dan memiliki luas permukaan  $0,56 \text{ m}^2/\text{g}$  (Ryu, *et al.*, 2007).

Kalsium oksida (CaO) diperoleh melalui reaksi dekomposisi termal dari bahan seperti batu kapur yang mengandung kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) pada suhu di atas  $800^\circ\text{C}$ . Proses ini disebut dengan kalsinasi. Tujuan dari proses kalsinasi adalah untuk membebaskan molekul karbon dioksida ( $\text{CO}_2$ ) dan  $\text{H}_2\text{O}$  yang terdapat dalam batuan kapur tersebut. CaO bersifat tidak stabil karena ketika didinginkan, CaO akan bereaksi dengan  $\text{CO}_2$  dari udara. Setelah waktu tertentu, CaO akan berubah kembali menjadi kalsium karbonat. CaO telah diterapkan sebagai katalis basa karena aktivitas katalitiknya yang tinggi, sifatnya yang tahan lama, dan biaya yang diperlukan cukup rendah (Reddy, *et al.*, 2006).

CaO banyak digunakan dalam industri misalnya, industri porselen dan kaca, pemurnian gula, pembuatan bubuk pemutih pakaian, kalsium karbida, dan kalsium sianida. Dalam bidang pertanian, CaO digunakan untuk menetralkan tanah yang asam karena sifatnya yang basa. Kegiatan pertanian ini biasanya disebut sebagai pengapuran.

## 2.5 Situs Basa

Aktivitas katalitik terkait erat dengan situs asam tertentu yang ada pada permukaan katalis. Berdasarkan definisi klasik Lewis, kekuatan basa dari sebuah katalis padat dapat ditentukan berdasarkan kemampuannya untuk menyumbangkan pasangan elektron pada molekul yang teradsorpsi. Sifat permukaan katalis heterogen basa telah dipelajari dengan berbagai metode dimana keberadaan situs basa dapat ditentukan. Metode karakterisasi yang berbeda akan memberikan informasi yang berbeda pula mengenai sifat permukaan katalis tersebut.

Ada banyak metode yang dapat digunakan untuk menentukan sifat asam dan basa katalis padat. Selain titrasi dan teknik spektroskopi (FTIR, XPS, NMR), metode desorpsi suhu juga sering digunakan. Metode yang paling banyak digunakan adalah analisis senyawa amonia untuk situs asam dan karbon dioksida untuk situs basa. Baru-baru ini, aplikasi uji aktivitas katalitik untuk uji karakterisasi situs asam dan basa suatu padatan telah dikembangkan secara intensif.

Penentuan kekuatan kebasaaan telah diperoleh dengan menggunakan titrasi dimana indikator yang teradsorpsi memiliki berbagai nilai  $pK_{BH}$ . Kekuatan situs



basa diekspresikan dengan fungsi keasaman yang didefinisikan dengan persamaan:

$$H^- = pK_{BH} + \log [B^-]/[BH]$$

Dimana [B<sup>-</sup>] dan [BH] masing-masing adalah konsentrasi indikator dan basa konjugasinya, dan pK<sub>BH</sub> adalah logaritma konstanta disosiasi dari indikator yang digunakan.

Indikator yang digunakan dalam penentuan situs basa adalah bromothymol blue (pK<sub>BH</sub> = 7.2), phenolphthalein (pK<sub>BH</sub> = 9.3), 2,4-dinitroaniline (pK<sub>BH</sub> = 15.0), and 4-nitroaniline (pK<sub>BH</sub> = 18.4). Indikator yang digunakan tersebut adalah beberapa indikator Hammett. Indikator Hammett didefinisikan sebagai suatu basa yang tidak bermuatan yang mampu berubah menjadi asam konjugat dengan adanya proses transfer dari satu proton yang dimiliki basa tersebut (Hammett, *et al.*, 1932). Jumlah situs-situs basa diukur melalui titrasi dengan phenolphthalein (Kouzu, *et al.*, 2007). Kekuatan situs basa bergantung pada kemudahan pelepasan proton dari reaksi yang dikatalisis dengan basa saat reaksi berlangsung.

## 2.6 Angka asam

Angka asam menunjukkan banyaknya asam lemak bebas yang terdapat dalam suatu lemak atau minyak (Sudarmadji, *et al.*, 2007). Angka asam dinyatakan sebagai jumlah miligram KOH yang dibutuhkan untuk menetralkan asam lemak bebas yang terdapat dalam satu gram lemak atau minyak.

$$\text{Angka asam} = \frac{\text{mL KOH} \times \text{N KOH} \times \text{BM KOH}}{\text{w sampel (g)}} \quad (2.1)$$

## 2.7 Asam lemak

Asam lemak merupakan suatu asam lemah. Di dalam air, asam lemak akan terdisosiasi sebagian. Umumnya, asam lemak berfasa cair atau padat pada suhu ruangan (27°C). Semakin panjang rantai karbon penyusunnya, semakin mudah membeku dan juga semakin sukar larut. Asam lemak dapat bereaksi dengan senyawa lain membentuk persenyawaan lipida. Asam lemak dan gliserol merupakan penyusun utama minyak nabati dan merupakan bahan baku untuk semua lipida pada makhluk hidup. Asam ini mudah dijumpai dalam minyak goreng, margarin, atau lemak hewan. Dua wujud lipida yang sering kita temukan adalah lemak dan minyak. Lemak pada suhu ruang berwujud padat sedangkan minyak pada suhu ruang berwujud cair.

Asam lemak tidak lain adalah asam karboksilat berderajat tinggi (memiliki rantai karbon lebih dari enam) dengan rumus kimia R-COOH. Contoh yang cukup sederhana misalnya H-COOH adalah asam formiat, H<sub>3</sub>C-COOH adalah asam asetat, H<sub>5</sub>C<sub>2</sub>-COOH adalah asam propionat, H<sub>7</sub>C<sub>3</sub>-COOH adalah asam butirrat dan seterusnya mengikuti gugus alkil yang mempunyai ikatan valensi tunggal, sehingga membentuk rumus bangun alkana.

Asam lemak dibedakan menjadi asam lemak jenuh dan asam lemak tak jenuh. Asam lemak jenuh hanya memiliki ikatan tunggal di antara atom-atom karbon penyusunnya, sementara asam lemak tak jenuh memiliki paling sedikit satu ikatan rangkap diantara atom-atom karbon penyusunnya. Kedua jenis ikatan dalam asam lemak inilah yang menyebabkan perbedaan sifat fisik antara asam lemak satu dengan lainnya.

## 2.8 Difraksi sinar-X (XRD)

Difraksi sinar-X (XRD) adalah suatu teknik serbaguna yang dapat memberikan informasi rinci tentang komposisi kimia dan struktur kristalografi bahan alami yang diproduksi. Difraksi sinar-X (XRD) merupakan salah satu teknik utama yang digunakan oleh ahli kimia untuk memeriksa sifat fisika-kimia dari suatu material padatan yang tidak diketahui.

Pada dasarnya, material dibedakan menjadi 2 bentuk yaitu bentuk amorf dan kristalin. Amorf adalah bentuk dimana atom-atom tersusun secara random dan tidak teratur. Berbeda dengan amorf, kristalin adalah suatu bentuk dengan atom-atom yang tersusun teratur, dimana terdapat suatu unit sel yang mengalami repetisi membentuk suatu pola yang disebut dengan kristal.

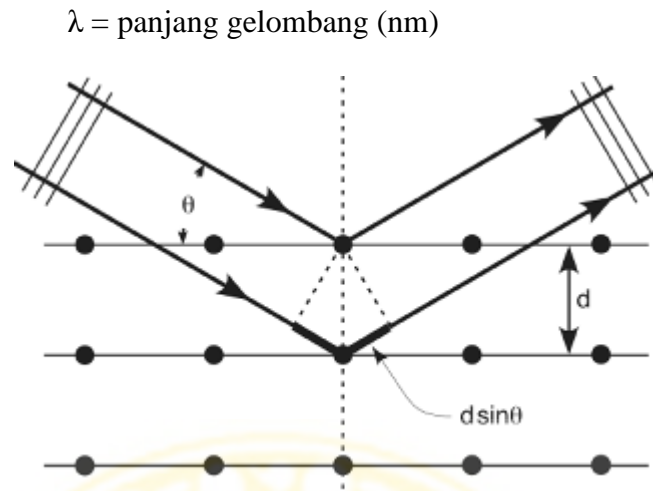
Apabila sinar X mengenai atom pada suatu kristal, maka elektron-elektron akan beresilasi pada frekuensi dan arah yang sama menghasilkan interferensi konstruktif (Skoog dan Leary, 1992). Pada tahun 1913, seorang fisikawan Inggris W.L Bragg menyatakan bahwa berkas sinar-X monokromatik yang jatuh pada sebuah kristal akan didifraksikan ke segala arah. Tetapi oleh karena keteraturan letak atom-atom pada arah tertentu gelombang hambur itu akan berinterferensi destruktif (Atkins, 2010). Perubahan sudut  $2\theta$  menjadi jarak antar bidang ( $d$ ) menggunakan rumus atau ketentuan hukum Bragg yaitu,

$$2d \sin \theta = n \lambda \quad (2.2)$$

Keterangan :  $d$  = jarak antar bidang (mm)

$\theta$  = sudut antar bidang ( $^{\circ}$ )

$n$  = difraksi orde = 1



Gambar 2.3 Difraksi Bragg pada 2 bidang kisi

Sampel yang akan dianalisis diletakkan pada *holder* difraktometer sinar X. Proses difraksi sinar X dimulai dengan menyalakan difraktometer sehingga diperoleh hasil difraksi yang disebut difraktogram. Hasil difraktogram ini menyatakan hubungan antara sudut difraksi  $2\theta$  dengan intensitas sinar X yang dipantulkan. Teknik difraksi sinar X juga digunakan untuk menentukan ukuran kristal, regangan kisi, komposisi kimia dan keadaan lain yang memiliki orde sama.

## 2.9 *Surface Area Analyzer (SAA)*

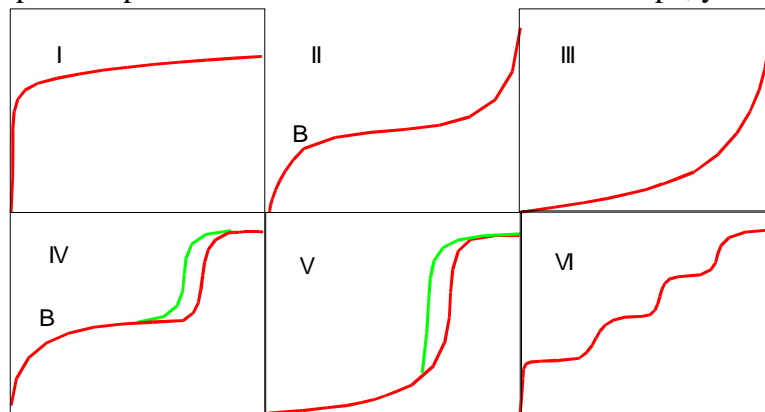
Luas permukaan merupakan luasan yang ditempati satu molekul zat terlarut atau lebih. Dengan demikian dapat dikatakan bahwa luas permukaan merupakan jumlah pori di setiap satuan luas dari sampel dan luas permukaan spesifiknya merupakan luas permukaan per gram. Luas permukaan dipengaruhi oleh ukuran partikel/pori, bentuk pori dan susunan pori dalam partikel (Martin, *et al.*, 1993). Untuk mengetahui luas permukaan suatu material padatan, biasanya

digunakan metode BET (Brunauer-Emmet-Teller) atau BJH (Barrett-Joyner-Halenda).

Pengukuran luas permukaan zat padat dengan alat *Surface Area Analyser* merupakan metode adsorpsi gas. Adsorpsi yang terjadi termasuk jenis adsorpsi fisik dan merupakan jenis adsorpsi sistem gas padat. Adsorpsi gas dengan zat padat berlangsung pada temperatur nitrogen cair ( $-196^{\circ}\text{C}$ ) (Nurwijayadi, 1998). Zat yang menyerap disebut adsorben dan zat yang terserap disebut adsorbat. Proses adsorpsi dipengaruhi oleh lima faktor yaitu (Jankwoska, *et al.*, 1991) yaitu, karakteristik fisik dan kimiawi adsorben (luas permukaan dan ukuran pori), karakteristik fisik dan kimiawi adsorbat (ukuran molekul dan polaritas molekul), konsentrasi adsorbat dalam larutan, karakteristik larutan (pH dan temperatur), dan lama adsorpsi.

*Surface Area Analyzer* (SAA) merupakan salah satu alat utama dalam karakterisasi material. Alat ini berfungsi untuk menentukan luas permukaan material, distribusi pori dari material dan adsorpsi isoterm suatu gas pada suatu bahan. Prinsip kerja *Surface Area Analyzer* menggunakan mekanisme adsorpsi gas. Gas yang digunakan pada umumnya adalah nitrogen, argon, dan helium.

Tipe adsorpsi isotermis berdasarkan IUPAC ada 6 tipe, yaitu :



Gambar 2.4 Tipe adsorpsi isotermis menurut IUPAC

Menurut IUPAC (1985), tipe I biasanya dijumpai pada material yang memiliki pori ukuran mikro ( $500\text{\AA}$ ). Tipe ini merepresentasikan proses adsorpsi berlapis – lapis yang tanpa halangan. Tipe II merupakan suatu material nonpori. Tipe III dan tipe V jarang dijumpai karena berbentuk uap misalnya isoterm dari uap air pada karbon tidak berpori. Tipe IV diasosiasikan dengan adanya fenomena kondensasi kapiler dalam pori ukuran meso (*mesoporous*) yang diindikasikan dengan *slope* yang tajam pada tekanan relatif yang tinggi. Bentuk isoterm ini pada awalnya mengikuti bentuk isotherm tipe II. Tipe VI merupakan tipe yang paling jarang ditemui karena bentuknya menyerupai tangga. Tipe ini biasanya ditemukan dengan adanya nitrogen di dalam suatu senyawa karbon khusus.

*Surface Area Analyzer* hanya memerlukan sampel dalam jumlah yang kecil, berkisar antara 0,1-0,01 g. Persiapan utama dari sampel sebelum dianalisa adalah dengan menghilangkan gas – gas yang terserap (*degassing*). Alat *Surface Area Analyzer* ini terdiri dari dua bagian utama yaitu, *degasser* dan *analyzer*. *Degasser* berfungsi untuk memberikan perlakuan awal pada bahan uji sebelum dianalisa. Fungsinya adalah untuk menghilangkan gas – gas yang terserap pada permukaan padatan dengan cara memanaskan dalam kondisi vakum. Biasanya *degassing* dilakukan selama lebih dari 6 jam dengan suhu berkisar antara 200 – 300°C tergantung dari karakteristik bahan uji. Proses *degassing* dilakukan dengan cara menutup ujung tabung berisi sampel dengan mantel pemanas dan ujung atas dihubungkan dengan port *degas*.



Gambar 2.5 Alat *Surface Area Analyzer* Quantachrome seri Autosorb-1

Keterangan :

- A = port *degassing*
- B = port analisa
- C = kontainer untuk menampung zat pendingin
- D = panel yang menunjukkan layout dari proses analisa

## 2.10 Trigliserida

Trigliserida (TG, triacylglycerol, TAG, atau triacylglyceride) adalah suatu estergliserol yang berasal dari reaksi tiga asam lemak dan gliserol. Trigliserida adalah senyawa utama yang terdapat pada minyak nabati (ikatan tidak jenuh) dan lemak hewan (ikatannya jenuh). Pada manusia, trigliserida adalah simpanan kalori yang tidak terpakai. Konsentrasi trigliserida yang tinggi di dalam darah berhubungan dengan konsumsi karbohidrat dan lemak berlebih. Kadar trigliserida yang tinggi dalam aliran darah akan menyebabkan penyakit jantung dan stroke.

Trigliserida terbentuk dengan adanya reaksi antara gliserol dengan tiga molekul asam lemak. Panjang rantai asam lemak pada trigliserida yang terdapat secara alami sangat bervariasi, namun panjang rantai yang paling umum adalah 16, 18, atau 20 atom karbon. Kadar trigliserida dalam tubuh dapat berkurang dengan rutin berolahraga, mengonsumsi omega-3 dari ikan, dan sumber lainnya.





## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Waktu dan Tempat Penelitian**

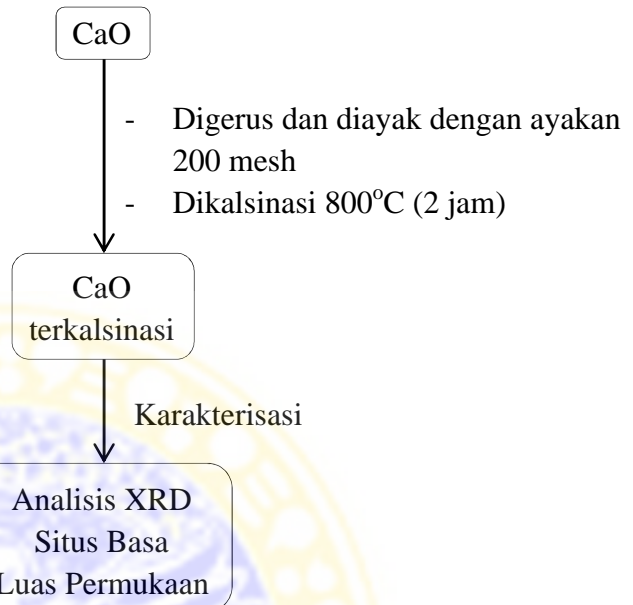
Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Fisik, Departemen Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga, Surabaya. Penelitian dilaksanakan selama 6 bulan, mulai bulan Januari sampai Juni pada tahun 2012.

#### **3.2 Alat dan Bahan Penelitian**

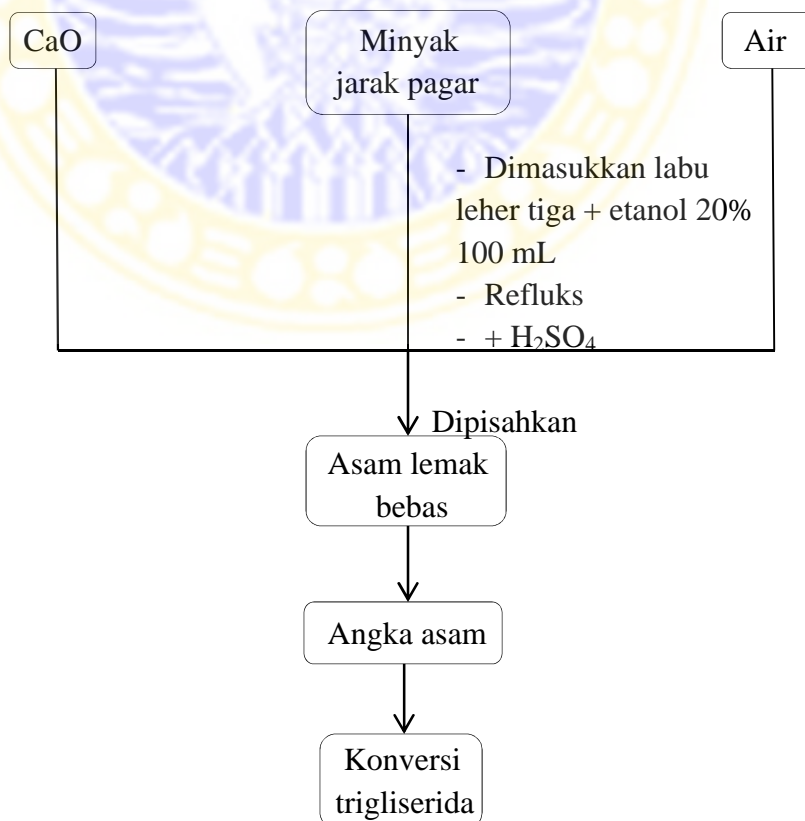
Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini terdiri dari Difraktometer sinar-X, *Surface Area Analyzer Gas Sorption Analyzer* NOVA-1000, *Quantachrome Corp*, *hot plate*, krus porselen, mortar agat, ayakan dengan ukuran 200 mesh, rotavapor, furnace, oven, pengaduk magnetik, neraca analitik *Ohaus PAJ603*, seperangkat refluks, termometer, corong pisah, labu leher tiga, *stirer*, labu destilasi, erlenmeyer, dan alat-alat gelas yang lazim digunakan pada laboratorium. Sedangkan bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah CaO (Merck, 99%), asam oksalat (Merck, 99,5%), minyak jarak pagar dari PTPN-XII Jember, air, asam sulfat (Merck, 98%), kalium hidroksida (Merck, 85%), indikator phenolptalein (Merck), n-heksana Univar (teknis), dan etanol (Merck, 96%).

### 3.3 Diagram Alir Penelitian

#### 1. Persiapan CaO



#### 2. Hidrolisis minyak jarak pagar



### **3.4 Prosedur Penelitian**

#### **3.4.1 Pembuatan Larutan KOH 0,1 N**

Sebanyak 6,6011 g KOH 85% ditimbang dengan teliti, kemudian dipindahkan ke dalam gelas beaker dan dilarutkan dengan akuades. Larutan yang terbentuk dipindahkan ke dalam labu ukur 1000 mL secara kuantitatif dan ditambahkan aquades sampai tanda batas. Campuran kemudian dikocok supaya homogen.

#### **3.4.2 Pembuatan larutan baku asam oksalat 0,1 N**

Sebanyak 0,63 g asam oksalat ditimbang dengan teliti kemudian dipindahkan ke dalam gelas beaker dan dilarutkan dengan akuades. Larutan yang terbentuk dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL secara kuantitatif dan ditambahkan aquades sampai tanda batas. Campuran kemudian dikocok supaya homogen.

#### **3.4.3 Preparasi katalis CaO**

Sebanyak 2 g CaO dipanaskan di dalam furnace selama 2 jam pada temperatur 800<sup>0</sup>C. Pemanasan dilakukan dengan tujuan untuk menghilangkan gas CO<sub>2</sub> dan H<sub>2</sub>O agar CaO tidak mengalami perubahan menjadi CaCO<sub>3</sub>.

#### **3.4.4 Karakterisasi CaO**

##### **3.4.4.1 Penentuan Luas Permukaan CaO**

Analisis luas permukaan padatan katalis, volume pori total dan rerata jari-jari pori menggunakan *Gas Sorption Analyzer NOVA-1000, Quantachrome Corp* metode Barrett-Joyner-Halenda (BJH) desorpsi dilakukan di ITS (Institut Teknologi Sepuluh Nopember).

#### 3.4.4.2 Analisis Difraksi Sinar-X

Difraksi sinar-X (XRD) adalah teknik nondestruktif serbaguna yang memberikan informasi rinci tentang komposisi kimia dan struktur kristalografi bahan alami dan produksi pabrik. Untuk analisis ini, serbuk CaO ditempatkan pada permukaan tempat sampel kemudian dibuat difraktogram pada sudut  $2\theta = 4^\circ$  sampai dengan  $60^\circ$  (Wigati,1998). Analisis difraksi sinar-X dilakukan untuk mengetahui struktur CaO. Data yang diperoleh dari analisis difraksi sinar-X ini disajikan dalam bentuk grafik yang absis dan ordinatnya menyatakan sudut difraksi dan intensitas difraksi.

#### 3.4.4.3 Analisis Situs Basa

Sebanyak 0,005 g katalis CaO dimasukkan ke dalam labu titrasi. Kemudian ditambahkan 5,0 mL toluena dan 3 tetes indikator phenolptalein. Larutan ini selanjutnya dititrasi dengan larutan asam oksalat 0,1 N sampai terjadi perubahan warna dari merah muda menjadi tidak berwarna. Titrasi dilakukan 3 kali pengulangan atau lebih. Metode titrasi katalis CaO dengan pentiter asam oksalat dan indikator phenolptalein ini digunakan untuk menentukan jumlah situs basa. (Kouzu, *et al.*, 2007)

Sebanyak 0,50 g katalis CaO dimasukkan kedalam labu titrasi. Kemudian ditambahkan 5,0 mL toluena dan 2-3 tetes indikator yang digunakan dalam penentuan situs basa yaitu bromothymol biru ( $pK_{BH}= 7,2$ ), phenolptalein ( $pK_{BH}= 9,3$ ), 2,4-dinitroanilin ( $pK_{BH}= 15,0$ ) dan 4-nitroanilin ( $pK_{BH}= 18,4$ ). Dari keempat indikator tersebut, yang memberikan perubahan warna merupakan rentang kekuatan situs basa.

### 3.4.5 Hidrolisis minyak jarak pagar

Sebanyak 10 g sampel minyak jarak pagar dimasukkan ke dalam labu alas bulat leher tiga dan ditambahkan 2 g katalis CaO dan etanol 20% sebanyak 100 mL. Minyak jarak pagar yang sudah dicampur CaO dan etanol 20% direfluks dengan variasi waktu selama 15; 30; 45; 60; 90; 120; 150; 180 menit sambil diaduk dengan pengaduk magnetik. Setelah proses refluks selesai, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 10% sebanyak 100 mL ditambahkan untuk mengendapkan CaO sebagai CaSO<sub>4</sub> sehingga terbentuk 3 lapisan. Lapisan atas merupakan lapisan asam lemak yang berwarna kuning kecoklatan, lapisan tengah merupakan lapisan air, dan lapisan bawah adalah CaSO<sub>4</sub> yang berwarna putih. Ketiga lapisan tersebut dipisahkan menggunakan *centrifuge* terlebih dahulu agar lebih mudah untuk memisahkan lapisan CaSO<sub>4</sub> dan lapisan air. Lapisan asam lemak dan lapisan air kemudian ditampung pada corong pisah untuk dipisahkan.

#### 3.4.5.1 Analisis angka asam

Sebanyak 1 g sampel minyak jarak pagar yang telah dihidrolisis ditimbang dan dicampur dengan 5 mL etanol 96% dan 5 mL n-heksana. Kemudian ditambahkan 3 tetes indikator phenolptalein dan dititrasi dengan KOH 0,1 N. Sebelumnya, KOH telah dibakukan dengan asam oksalat 0,1 N. Titrasi dihentikan ketika warna larutan berubah menjadi merah muda yang dapat bertahan sampai 30 detik (Sudarmadji, *et al.*, 2007). Selanjutnya angka asam dapat diketahui dengan memasukkan data ke dalam rumus :

$$\text{Angka asam} = \frac{\text{mL KOH} \times \text{N KOH} \times \text{BM KOH}}{\text{w sampel (g)}} \quad (3.1)$$

### 3.4.5.2 Penentuan asam lemak bebas (*free fatty acid*/ FFA)

Asam lemak bebas (*free fatty acid*) adalah nilai yang menunjukkan jumlah asam lemak bebas yang ada di dalam lemak/minyak atau jumlah yang menunjukkan asam lemak bebas yang terdapat dalam lemak/minyak setelah lemak/minyak tersebut di hidrolisis. Asam lemak bebas (*free fatty acid*/FFA) yang terdapat dalam sampel minyak pagar, dapat diketahui jumlahnya dengan memasukkan data ke dalam rumus (Berios, *et al.*, 2007) :

$$\% \text{ FFA} = \frac{1}{2} \times \text{bilangan asam} \times 100 \% \quad (3.2)$$

### 3.4.5.3 Penentuan konversi trigliserida

Trigliserida dalam minyak jarak pagar yang berubah menjadi asam lemak bebas dapat diketahui jumlahnya dengan memasukkan data ke dalam rumus :

$$\% \text{ Konversi} = \frac{\% \text{ FFA setelah reaksi} - \% \text{ FFA awal}}{100\% - \% \text{ FFA awal}} \times 100\% \quad (3.3)$$

## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

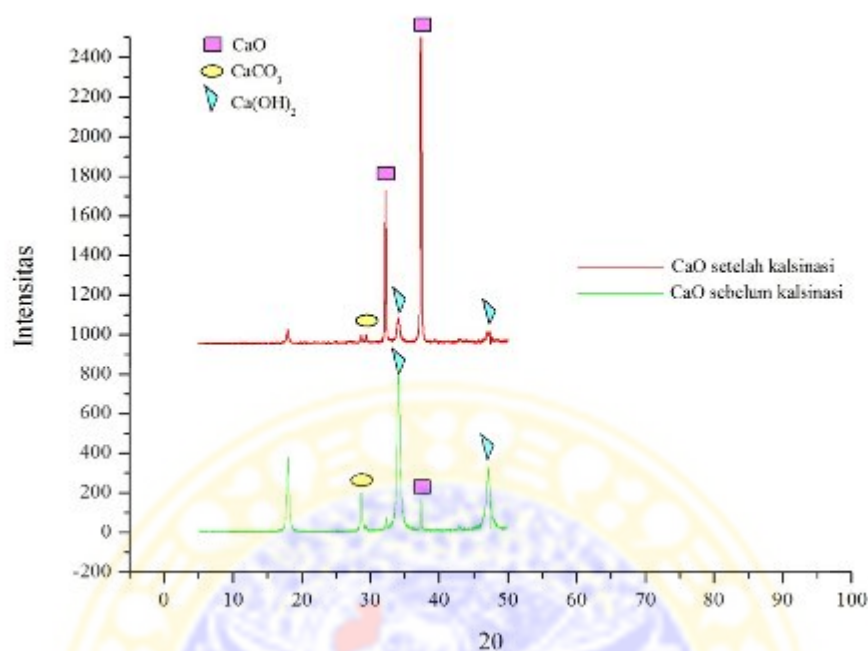
#### 4.1 Preparasi Katalis CaO

Katalis CaO dibuat dengan cara menumbuk sejumlah CaO menggunakan mortar agat agar padatan CaO mempunyai luas permukaan lebih besar. Selanjutnya, CaO di ayak dengan ayakan 200 mesh. Tujuan pengayakan dengan menggunakan ukuran 200 mesh adalah untuk memperoleh CaO dengan keseragaman ukuran yang tinggi. Selanjutnya, CaO dikalsinasi pada temperatur 800°C. Kalsinasi dilakukan dengan tujuan untuk menghilangkan gas CO<sub>2</sub> dan air yang teradsorb pada CaO agar CaO tidak mengalami perubahan menjadi CaCO<sub>3</sub>.

#### 4.2 Karakterisasi Struktur Katalis CaO

##### 4.2.1 *X-Ray Diffraction*

Karakterisasi menggunakan X-RD bertujuan untuk mengetahui perubahan struktur kristal pada CaO sebelum dan sesudah kalsinasi. Analisis X-RD dapat dilihat dengan membandingkan harga 2θ CaO sebelum dan setelah di kalsinasi. Berdasarkan hasil analisis diperoleh difraktogram CaO seperti ditunjukkan Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Difraktogram senyawa CaO

Pada difraktogram di atas dapat dilihat bahwa pada CaO sebelum kalsinasi menunjukkan adanya beberapa senyawa yaitu  $\text{CaCO}_3$ , CaO dan  $\text{Ca(OH)}_2$ . Puncak khas dari  $\text{CaCO}_3$  ditemukan pada  $2\theta = 29,4^\circ$ ;  $39,4^\circ$ ;  $43,2^\circ$ ;  $47,4^\circ$ ; dan  $48,5^\circ$  (Nakatani, *et al.*, 2009), puncak khas dari CaO ditemukan pada  $2\theta = 32,2^\circ$ ;  $37,3^\circ$ ;  $53,8^\circ$ ;  $64,1^\circ$ ;  $67,3^\circ$  (Nakatani, *et al.*, 2009), dan puncak khas dari  $\text{Ca(OH)}_2$  ditemukan pada  $2\theta = 28,6^\circ$ ;  $34,1^\circ$ ;  $47,1^\circ$ ;  $50,8^\circ$  (Ngamcharussrivichai, *et al.*, 2010). Hal ini dapat disimpulkan bahwa CaO sebelum kalsinasi tersusun atas senyawa  $\text{CaCO}_3$ , CaO dan  $\text{Ca(OH)}_2$  dengan kandungan tertinggi adalah senyawa  $\text{Ca(OH)}_2$ .

Puncak-puncak pada katalis CaO setelah dikalsinasi  $800^\circ\text{C}$  ditemukan pada  $2\theta = 32,2^\circ$ ;  $37,3^\circ$ ;  $53,8^\circ$ ;  $64,1^\circ$ ;  $67,3^\circ$  (Nakatani, *et al.*, 2009) yang



merupakan karakteristik puncak kristal CaO. Dibanding CaO sebelum kalsinasi, difraktogram CaO setelah kalsinasi menunjukkan adanya penurunan intensitas pada  $2\theta = 29,4^\circ$  yang merupakan puncak khas dari  $\text{CaCO}_3$  dan pada  $2\theta = 34,1^\circ$ ;  $47,1^\circ$  yang merupakan puncak khas  $\text{Ca(OH)}_2$  serta menunjukkan adanya peningkatan intensitas pada  $2\theta = 37,3^\circ$  yang merupakan puncak khas dari CaO. Hal ini menunjukkan adanya penambahan jumlah CaO setelah dikalsinasi.

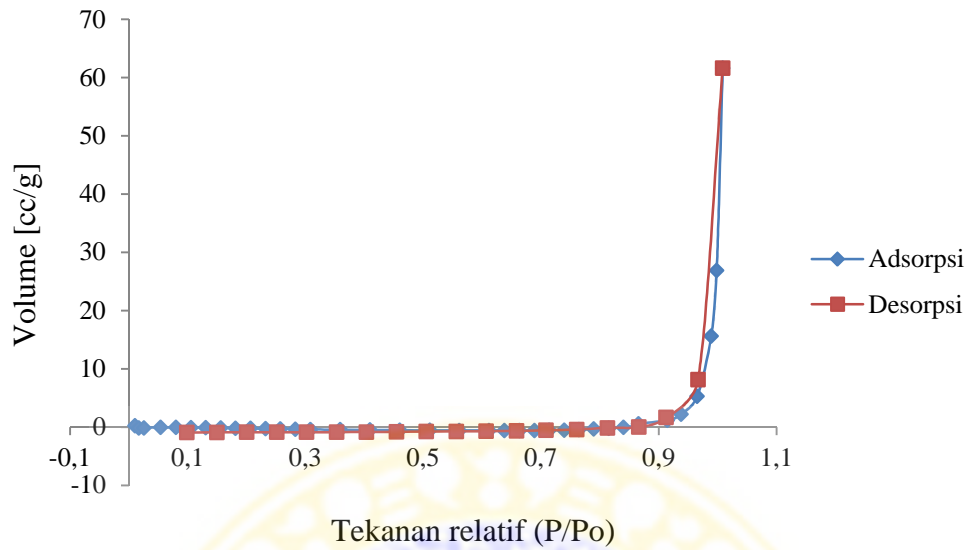
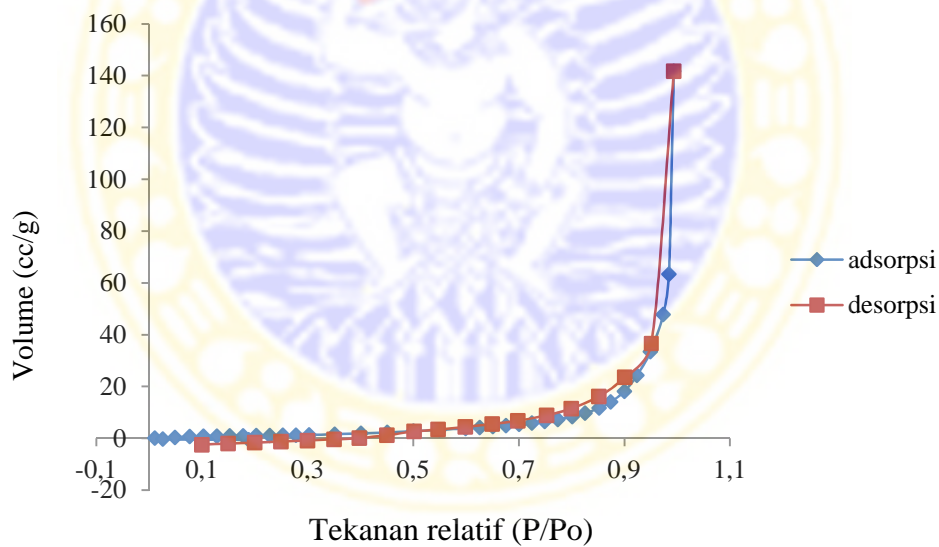
#### 4.2.2 Luas permukaan CaO

Karakterisasi menggunakan metode Barrett-Joyner-Halenda (BJH) desorpsi bertujuan untuk menentukan luas permukaan CaO. Analisis luas permukaan CaO dapat dilihat melalui hasil analisis adsorpsi-desorpsi nitrogen dengan metode BJH desorpsi. Hasil BJH desorpsi CaO sebelum dan sesudah di kalsinasi dapat dilihat pada Tabel 4.1 berikut ini.

Tabel 4.1 Hasil BJH desorpsi CaO sebelum dan sesudah dikalsinasi

Sampel	Luas Permukaan ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	Volume Pori Total ( $\text{cc/g}$ )
CaO sebelum kalsinasi	2,065	0,015
CaO setelah kalsinasi	26,451	0,234

Dapat dilihat pada tabel di atas bahwa luas permukaan dan volume pori total CaO setelah dikalsinasi menunjukkan perubahan hasil yang lebih besar daripada luas permukaan dan volume pori total CaO sebelum dikalsinasi. Hal ini dapat disimpulkan bahwa katalis CaO yang mempunyai luas permukaan yang lebih besar, tumbukan antar partikel dengan reaktan dapat dipastikan menjadi lebih besar kemungkinannya, serta dengan luas permukaan yang lebih besar maka reaksi dapat berjalan lebih cepat. Selain hal di atas, dapat dilihat pula tipe pori katalis CaO dari gambar isoterm linier berikut ini :

Gambar 4.2 Isotherm adsorpsi desorpsi N<sub>2</sub> CaO sebelum kalsinasiGambar 4.3 Isotherm adsorpsi desorpsi N<sub>2</sub> CaO sebelum kalsinasi

Dapat dilihat dari Gambar 4.2, isotherm linier menunjukkan bahwa CaO sebelum kalsinasi mempunyai bentuk pori yaitu non pori yang menunjukkan tipe isotherm II. Sedangkan Gambar 4.3, isotherm linier menunjukkan bahwa CaO setelah kalsinasi mempunyai bentuk pori mesopori yang menunjukkan tipe

isoterm IV. Adanya perubahan tipe isoterm ini menunjukkan bahwa proses kalsinasi menyebabkan terjadinya perubahan bentuk material CaO dari non pori menjadi mesopori. Hal ini didukung pula dengan data luas permukaan CaO sebelum kalsinasi yaitu 2,065 ( $\text{m}^2/\text{g}$ ) dan setelah kalsinasi yaitu 26,451 ( $\text{m}^2/\text{g}$ ). Dengan melihat gambar 4.2 dan 4.3 dapat disimpulkan bahwa kedua gambar tersebut mempunyai histeresis tipe I. Histeresis ataupun *loop* menunjukkan adanya perubahan struktur material dalam hal ini adalah CaO sebelum kalsinasi yang mempunyai struktur non pori menjadi suatu material mesopori setelah CaO dikalsinasi.

#### 4.2.3 Situs basa dan kekuatan basa katalis CaO

Dalam penelitian ini, kekuatan situs basa ditentukan dengan menggunakan indikator bromothymol biru ( $\text{pK}_{\text{BH}}= 7,2$ ), phenolptalein ( $\text{pK}_{\text{BH}}= 9,3$ ), 2,4-dinitroanilin ( $\text{pK}_{\text{BH}}= 15,0$ ), dan 4-nitroanilin ( $\text{pK}_{\text{BH}}= 18,4$ ). Kekuatan situs basa ditentukan sebagai rentang daerah indikator yang mengalami perubahan warna.

Sebanyak 0,50 g katalis CaO dimasukkan kedalam labu titrasi. Kemudian ditambahkan 5,0 mL toluena dan 2-3 tetes indikator (Kouzu, *et al.*, 2007). Pada penelitian ini, perubahan warna terjadi ketika CaO dalam toluena ditetesi dengan indikator bromothymol biru dimana terjadi perubahan warna dari tidak berwarna menjadi berwarna biru dan 2,4-dinitroanilin yang berubah warna dari tidak berwarna menjadi berwarna kuning. Hal ini menunjukkan bahwa CaO berada dalam rentang ( $\text{pK}_{\text{BH}}= 7,2$ ) < CaO < ( $\text{pK}_{\text{BH}}= 15,0$ ). Secara kuantitatif jumlah dari situs basa diukur melalui titrasi menggunakan asam oksalat dan indikator phenolptalein (Kouzu, *et al.*, 2007). Hasil yang didapatkan adalah CaO memiliki

situs basa sebesar 221,77 mmol/g. Jumlah situs basa katalis CaO ditunjukkan pada

Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Jumlah situs basa pada katalis CaO

No	Massa CaO (g)	V titrasi asam oksalat (mL)	Jumlah situs basa (mmol/g)
1	0,0058	24,40	216,23
2	0,0054	23,90	227,49
3	0,0056	24,15	221,66
	Rata-rata	24,15	221,77

Berdasarkan tabel di atas dapat dilihat bahwa dengan jumlah situs basa 221,77 mmol/g, CaO termasuk katalis basa yang bersifat kuat.

#### 4.3 Aktivitas katalis CaO pada hidrolisis minyak jarak pagar

Aktivitas katalis CaO pada reaksi hidrolisis minyak jarak pagar dapat dilihat dari beberapa aspek diantaranya perubahan angka asam. Untuk mengamati reaksi hidrolisis telah berlangsung dapat diamati dari perubahan angka asam yang semakin besar. Angka asam menunjukkan banyaknya asam lemak bebas yang terdapat dalam suatu lemak atau minyak (Sudarmadji, *et al.*, 2007). Angka asam ditentukan melalui proses titrasi. Sebanyak 10 g sampel minyak jarak pagar dititrasi dengan KOH 0,1 N yang telah dibaku dengan H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 0,1 N. Hasil pembakuan KOH dan perhitungan angka asam terdapat pada Lampiran 6 dan 7. Sebanyak 1 g sampel minyak jarak pagar yang telah dihidrolisis diambil kemudian dititrasi dengan KOH 0,1 N menggunakan indikator phenolptalein.

Selain dari parameter angka asam, reaksi hidrolisis yang telah berlangsung dapat dilihat dari konversi trigliserida yang menjadi asam lemak bebas. Asam lemak bebas (*free fatty acid*) adalah nilai yang menyatakan jumlah asam lemak bebas yang ada di dalam lemak/minyak atau jumlah yang menyatakan asam lemak

bebas yang terdapat dalam lemak/minyak setelah lemak/minyak tersebut dihidrolisis. Untuk menentukan asam lemak bebas digunakan persamaan :

$$\% \text{ FFA} = \frac{1}{2} \times \text{bilangan asam} \times 100 \% \quad (4.1)$$

Sedangkan untuk mengetahui trigliserida dalam minyak jarak pagar yang berubah menjadi asam lemak bebas dapat diketahui jumlahnya dengan menentukan hasil konversi menggunakan persamaan :

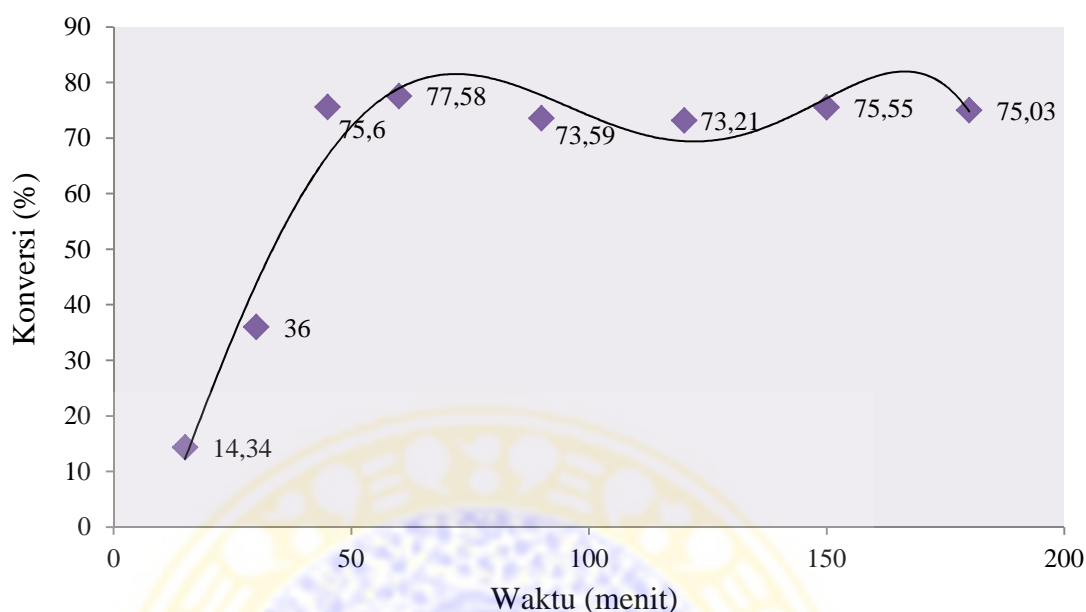
$$\% \text{ Konversi} = \frac{\% \text{ FFA setelah reaksi} - \% \text{ FFA awal}}{100\% - \% \text{ FFA awal}} \times 100\% \quad (4.2)$$

Tabel 4.3 menunjukkan perubahan angka asam, %FFA dan konversi trigliserida yang berubah menjadi asam lemak bebas

Tabel 4.3 Perubahan angka asam, %FFA dan konversi trigliserida yang berubah menjadi asam lemak bebas

No	t (menit)	Angka asam (mg KOH/g)	Jumlah asam lemak bebas (%FFA)	Konversi (%)
1	0	22,73	11,36	0
2	15	48,14	24,07	14,34
3	30	86,54	43,27	36,00
4	45	156,74	78,37	75,60
5	60	160,25	80,12	77,58
6	90	153,18	76,59	73,59
7	120	152,51	76,25	73,21
8	150	156,66	78,33	75,55
9	180	155,73	77,86	75,03

Dari Tabel 4.3 di atas diperoleh Gambar 4.5 menunjukkan perbandingan antara waktu dan hasil trigliserida yang berubah menjadi asam lemak bebas



Gambar 4.4 Hasil konversi trigliserida yang menjadi asam lemak bebas pada reaksi hidrolisis menggunakan katalis CaO

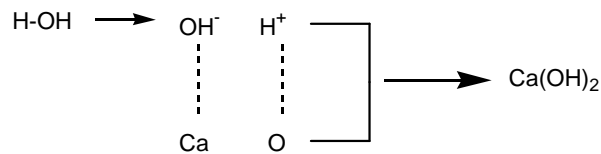
Pada Gambar 4.4 terlihat bahwa dengan waktu hidrolisis selama 15 menit hingga 60 menit terjadi peningkatan jumlah konversi trigliserida yang menjadi asam lemak bebas dari 14% -77%. Semakin lama waktu reaksi, semakin sering terjadi kontak antara molekul reaktan minyak jarak pagar dengan katalis CaO. Akan tetapi setelah menit ke 90, reaksi cenderung berlangsung konstan.

Dapat dilihat pada Tabel 4.3 bahwa terjadi suatu hasil yang konstan mulai menit ke 45 s/d 180 menit. Menurut Kawashima *et al* (2009), hal ini disebabkan oleh terbentuknya senyawa kompleks Ca-gliserin yang menyebabkan reaksi hidrolisis tidak dapat berjalan lagi. Liu *et al* (2008) juga menyatakan reaksi hidrolisis berlangsung konstan karena telah terjadi deaktivasi katalis CaO seiring dengan berjalannya reaksi.

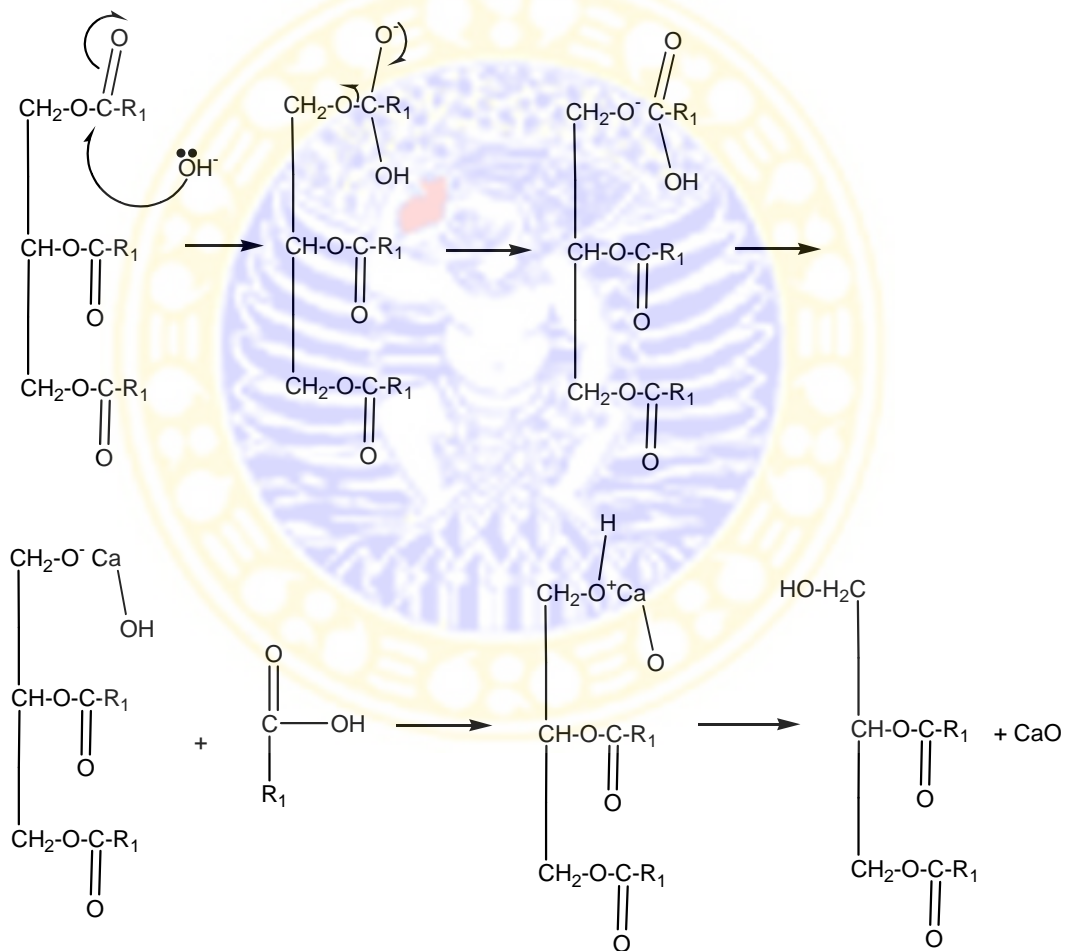
Mekanisme terjadinya reaksi hidrolisis minyak jarak pagar menggunakan katalis

CaO adalah sebagai berikut :

Tahap 1 :



Tahap 2 :



Gambar 4.5 Mekanisme reaksi hidrolisis minyak jarak pagar dengan katalis CaO

## BAB V

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1 KESIMPULAN

1. Karakterisasi katalis CaO meliputi luas permukaan, kekuatan situs basa, dan jumlah situs basa masing-masing mempunyai nilai 2,065 dan 26,451 ( $\text{m}^2/\text{g}$ ) sebelum dan sesudah kalsinasi, ( $\text{pK}_{\text{BH}}= 7,2$ ) < CaO < ( $\text{pK}_{\text{BH}}= 15,0$ ), dan 221,77 mmol/g.
2. Katalis heterogen CaO dapat digunakan dalam proses hidrolisis pada *crude jatropha oil* (CJO) dengan ditunjukkan naiknya angka asam pada variasi waktu yang digunakan.
3. Besar konversi trigliserida yang menjadi asam lemak bebas dengan variasi waktu 15; 30; 45; 60; 90; 120; 150; 180 menit berturut-turut sebesar 14,34; 36; 75,6; 77,58; 73,59; 73,21; 75,55; dan 75,03%.

#### 5.2 SARAN

Dengan diperoleh hasil yang cukup besar untuk konversi trigliserida menjadi asam lemak bebas, perlu adanya penelitian lebih lanjut mengenai pemisahan asam lemak bebas yang dihasilkan dari hasil hidrolisis minyak jarak pagar serta perlu dilakukan variasi luas permukaan CaO dengan menggunakan ukuran ayakan yang berbeda.



**DAFTAR PUSTAKA**

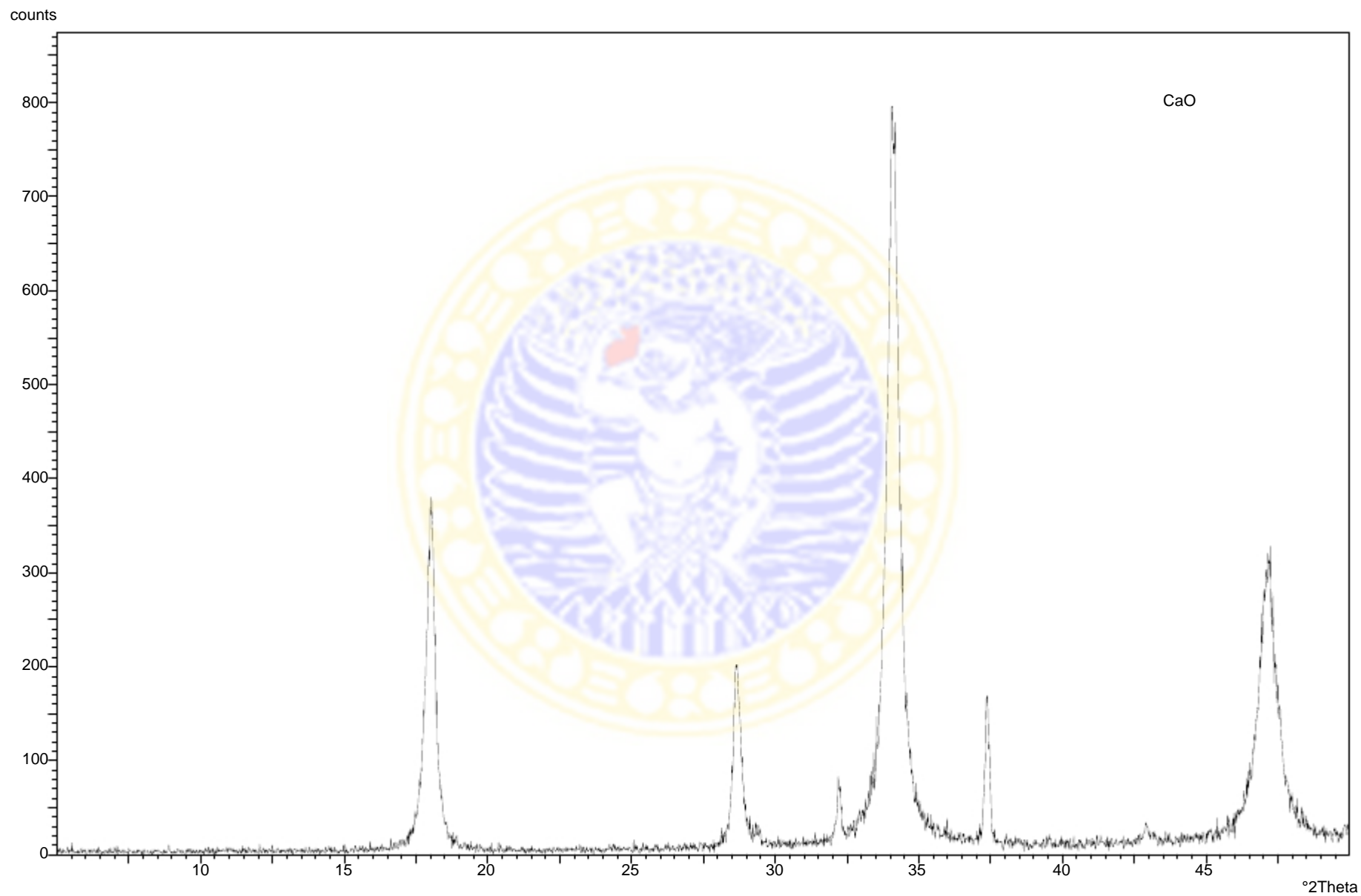
- Amalia, I., Yuliani, S., Dyahjatmayanti, D., 2006, **Deasidifikasi Dan Dekolorasi Minyak Jarak Pagar (*Jatropha Curcas L.*) Dengan Menggunakan Membran Mikrofiltrasi**, *Jurnal Teknik Industri Pertanian*, Volume 19(2), 78-83
- Atkins, P. W., 2010, *Physical Chemistry*, 9<sup>th</sup> ed, Oxford University Press, Oxford
- Berrios, M., Siles, J., Martin, M.A., Martin, A., 2007, **A kinetic study of the esterification of free fatty acids (FFA) in sunflower oil**, *Journal of Fuel*, Volume 86, 2383–2388
- Hambali, E. Suryani, E. Dadang, 2006, *Jarak Pagar Tanaman Penghasil Biodiesel*, cetakan 1, Penebar Swadaya, Depok, Halaman 46, 58
- IUPAC Reporting physisorption data for gas and solid system, 1985, *Pure Application Chemistry*, Volume 57, 603
- Jankowska, H., Swiatkowski, A., and Choma, J., 1991, *Activated Carbon*, Ellis Howood Limited, England
- Kawashima, Ayato., Matsubara, Koh., Honda, Katsuhisa., 2009, **Acceleration of catalytic activity of calcium oxide for biodiesel production**, *Elsevier Fuel*, Volume 100, 696-700
- Kouzu, Masato., Kasuno, Takekuzu., Tajika, Nasuhito, Sugimoto, Yoshikuzu., Yamanaka, Shinya., Hidaka, Jusuke, 2007, **Calcium Oxide as a Solide Base Catalyst for Transesterification of Soybean Oil and its Aplication to Biodiesel Production**, *Journal of Fuel*, Volume 87, 2798-2806
- L. P. Hammett and a. J. Deyrup, 1932, *Journal of Analytical Chemistry*, Volume 54, 2721
- Liu, X., He, H., Wang, Y., Zhu, S., Piao, X., 2008, **Transesterification of Soybean Oil to Biodiesel Using CaO as a Solid Base Catalyst**, *Elsevier Fuel*, Volume 87, 216-221
- Martin. A. Swarbrik, J., dab Cammarata, A, 1993, *Dasar-Dasar Farmasi Fisik dalam Ilmu Farmasi*, Penerbit Universitas Indonesia, Jakarta

- Nakatani, N., Takamori, H., Takeda, K., Sakugawa, H., 2009, **Transesterification of Soybean Oil using Combusted Oyster Shell Waste as a Catalyst**, *Bioresource Technology* 100, 1510-1513
- Neyda, C., Donato, A., Carneiro, J., Octavio, A., 2008, **Transesterification of *Jatropha curcas* oil glycerides: Theoretical and experimental studies of biodiesel reaction**, *Journal of Fuel*, Volume 87, 2286–2295
- Ngamcharussrivichai, Chawalit., Nunthasanti, Pramwit., Tanachai, Sithikorn., Bunyakiat, Kunchana., 2010, **Biodiesel Production Through Transesterification Over Natural Calciums**, *Fuel Processing Technology* 91, 1409-1415
- Nurwijayadi, 1998, *Petunjuk Praktikum Metalurgi Bahan Bakar Nuklir Pengukuran Luas Muka*, Pusat Pendidikan dan Latihan Badan Tenaga Atom Nasional, Yogyakarta
- Ono, Y., Baba, T., 2000, **Strong Solid Base Bases for Organic Reactions Catalysis**, *The Royal Society of Chemistry*, Volume 15
- Prihandana, R., Hambali, E., Mujdalipah, S., Hendroko, R., 2007, *Meraup Untung dari Jarak Pagar*, P.T Agromedia Pustaka, Jakarta
- Raheman, H., Tiwari, K., Kumar, A., 2007, **Biodiesel production from *jatropha* oil (*Jatropha curcas*) with high free fatty acids: An optimized process**, *Journal of Biomass and Bioenergy*, Volume 31, 569–575
- Reddy, C., Oshel, R., and Verkade, J. G., 2006, **Room Temperature Conversion of Soybean Oil and Poultry Fat to Biodiesel Catalyzed by Nanocrystalline Calcium Oxides**, *Journal of Energy & Fuels*, Volume 20(3), 1310-1314
- Ryu, K.H., B. An, Y.R., Kim., S.H. Lee., 2007, **Activation of methane to C<sub>2</sub> Hydrocarbon Over Unpromoted Calcium Oxide**, *Korean Chemistry Society*, Volume 28, 1049-1052
- Setyawan, D., P. Handoko., 2003, **Aktivitas Katalis Cr/Zeolit dalam Reaksi Konversi Katalitik Fenol dan Metil Isobutik Keton**, *Jurnal Ilmu Dasar*, Volume 2

- Skoog, D.A. dan Leary J. J., 1992, *Principles of Instrumental Analysis*, Saunders College Publishing, Philadelphia
- Sudarmadji, S., Suhardi., Haryono, B., 2007, *Analisa bahan makanan dan pertanian*. Liberty, Yogyakarta
- Sukardjo, 2002, *Kimia Fisika*, PT. Bina Aksara, Yogyakarta
- Sunarya, Y., Agus., 2007, *Mudah dan Aktif Belajar Kimia*. Cetakan 1. PT Setia Purnama Inves, Bandung. Halaman 168-169
- Wigati, 1998, *Karakteristik Pertukaran Kation Fe (III) pada Bentonit*, Skripsi, Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Airlangga, Surabaya



Lampiran 1. Hasil difraktogram katalis CaO sebelum kalsinasi



**X'Pert Graphics & Identify**  
(searched) peak list: CaOUser-1  
Date: 4/26/12 12:18

## Description:

Didik P.,Ph.D(Kimia ITS)

## Original scan:

CaO

## Scan created:

4/25/12 14:31

## Description of scan:

Didik P.,Ph.D(Kimia ITS)

## Used wavelength:

K-Alpha

## Wavelength (Å):

1.54056

**Peak search parameter set:**

## Set created:

**As Measured Intensities**

10/15/10 03:58

## Peak positions defined by:

Minimum of 2nd derivative

## Minimum peak tip width (°2Theta):

0.00

## Maximum peak tip width (°2Theta):

1.00

## Peak base width (°2Theta):

2.00

## Minimum significance:

0.60

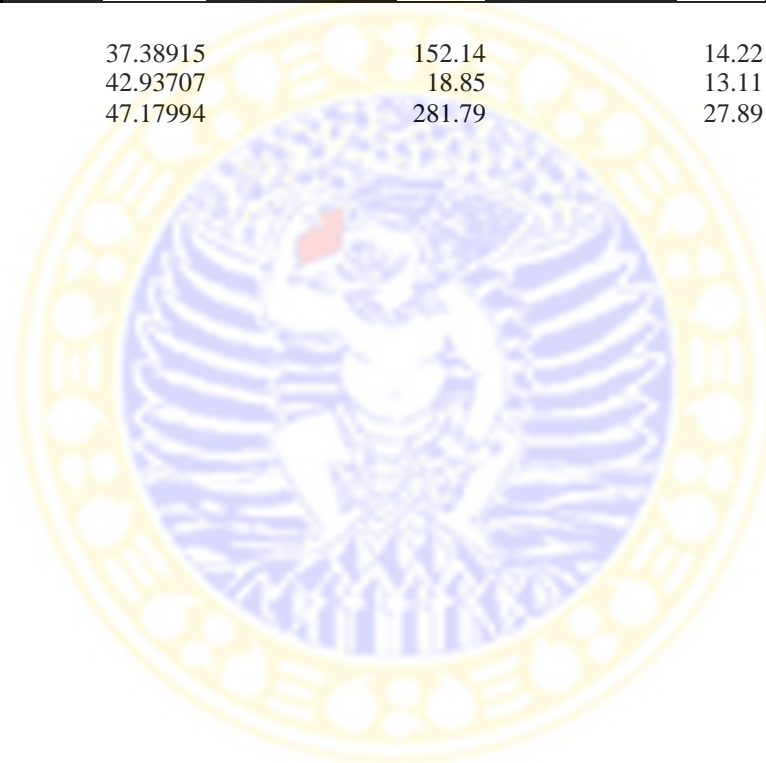
d-spacing (Å)	Relative Intensity (%)	Angle (°2Theta)	Peak Height (counts)	Background (counts)	Tip Width (°2Theta)	Significance
4.91067	48.51	18.04921	373.64	6.65	0.10000	1.53
3.24984	0.51	27.42152	3.96	7.41	0.08000	0.61
3.11100	24.68	28.67096	190.05	8.77	0.16000	3.58
3.03532	2.03	29.40166	15.61	9.56	0.16000	0.73
2.77399	6.73	32.24350	51.86	16.09	0.08000	0.71
2.62755	100.00	34.09392	770.17	23.09	0.08000	0.78

Philips Analytical

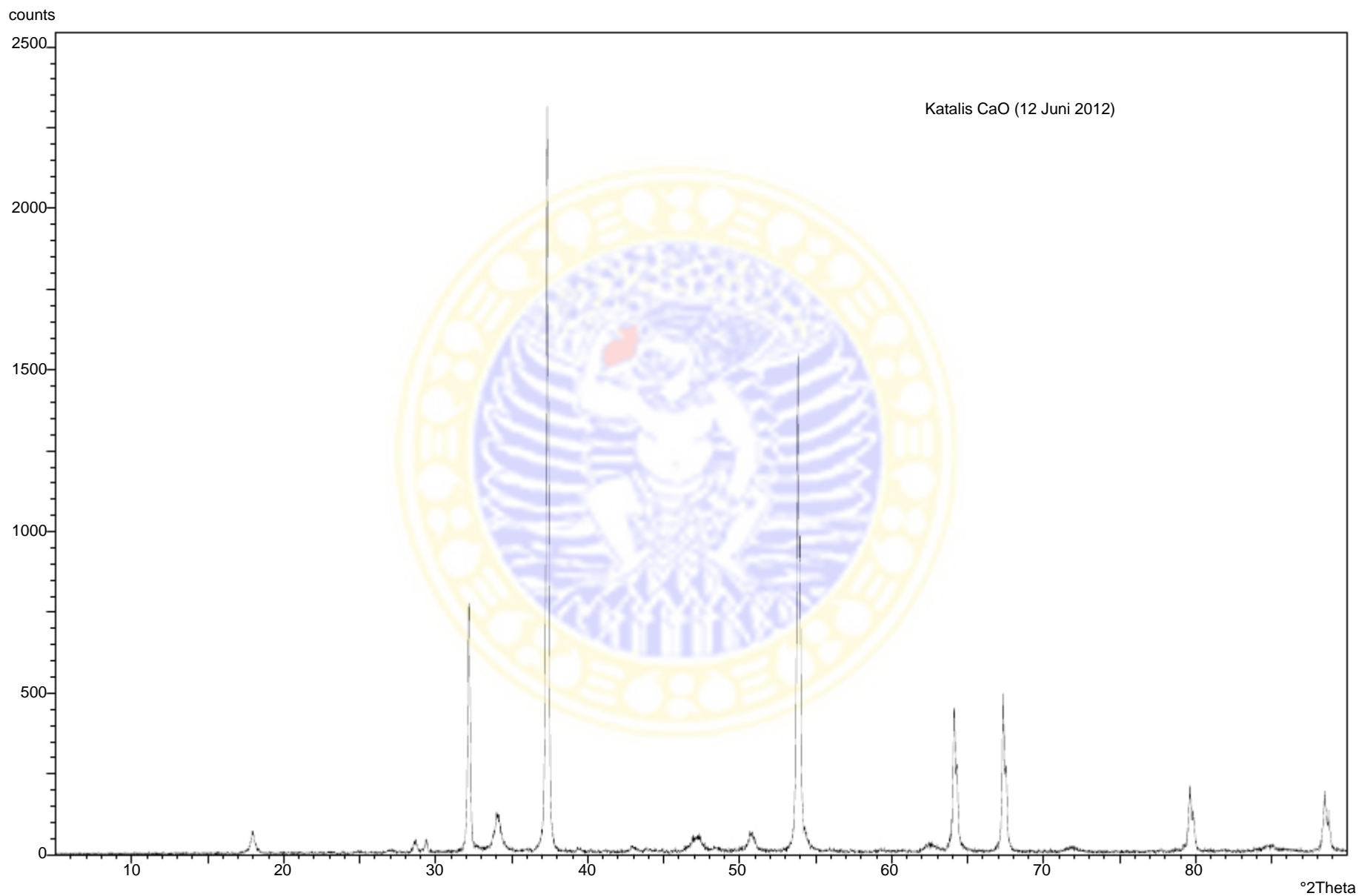
Page: 1

**X'Pert Graphics & Identify**  
(searched) peak list: CaOUser-1  
Date: 4/26/12 12:18

d-spacing (Å)	Relative Intensity (%)	Angle (°2Theta)	Peak Height (counts)	Background (counts)	Tip Width (°2Theta)	Significance
2.40319	19.75	37.38915	152.14	14.22	0.14000	4.82
2.10465	2.45	42.93707	18.85	13.11	0.12000	0.81
1.92479	36.59	47.17994	281.79	27.89	0.40000	7.73



Lampiran 2. Hasil difraktogram CaO setelah kalsinasi



**X'Pert Graphics & Identify**  
 (searched) peak list: Katalis CaO\_12juni12

User-1  
 Date: 6/12/12 08:21

Description:  
 Bpk Didik P( Kimia ITS)

Original scan:  
 Scan created:  
 Description of scan:  
 Bpk Didik P( Kimia ITS)

Katalis CaO\_12juni12  
 6/12/12 06:52

Used wavelength:  
 Wavelength (Å):

K-Alpha  
 1.54056

**Peak search parameter set:**

Set created:  
 Peak positions defined by:  
 Minimum peak tip width (°2Theta):  
 Maximum peak tip width (°2Theta):  
 Peak base width (°2Theta):  
 Minimum significance:

**As Measured Intensities**  
 10/15/10 03:58  
 Minimum of 2nd derivative  
 0.00  
 1.00  
 2.00  
 0.60

d-spacing (Å)	Relative Intensity (%)	Angle (°2Theta)	Peak Height (counts)	Background (counts)	Tip Width (°2Theta)	Significance
7.49038	0.02	11.80500	0.44	2.20	0.10000	0.66
4.92241	2.69	18.00579	62.01	3.32	0.28000	4.82
3.84307	0.11	23.12459	2.50	3.63	0.32000	0.68
3.56142	0.19	24.98183	4.30	3.88	0.48000	0.61
3.29670	0.36	27.02436	8.26	4.29	0.40000	1.13
3.11163	1.51	28.66505	34.90	4.63	0.24000	2.96

Philips Analytical

Page: 1



**X'Pert Graphics & Identify**  
 (searched) peak list: Katalis CaO\_12juni12

**User-1**  
**Date: 6/12/12 08:21**

d-spacing (Å)	Relative Intensity (%)	Angle (°2Theta)	Peak Height (counts)	Background (counts)	Tip Width (°2Theta)	Significance
3.03614	1.79	29.39356	41.37	4.77	0.08000	0.70
2.77632	33.31	32.21577	768.56	5.35	0.18000	19.13
2.62795	4.91	34.08852	113.19	5.73	0.28000	4.12
2.48647	0.33	36.09297	7.63	6.13	0.32000	0.63
2.40443	100.00	37.36924	2307.61	6.39	0.12000	12.12
2.39745	47.35	37.48207	1092.56	6.41	0.06000	1.91
2.28142	0.36	39.46540	8.33	6.82	0.32000	1.05
2.18923	0.19	41.20100	4.34	7.17	0.24000	0.61
2.10352	0.70	42.96115	16.22	7.54	0.16000	0.61
2.05404	0.28	44.04953	6.46	7.77	0.32000	0.63
1.91597	1.74	47.41056	40.13	11.28	0.20000	0.71
1.79555	2.16	50.80760	49.82	12.16	0.28000	2.39
1.70065	66.86	53.86407	1542.83	11.64	0.12000	10.39
1.69597	33.56	54.02485	774.35	11.61	0.08000	1.61
1.55525	0.22	59.37592	5.15	8.14	0.48000	0.70
1.48808	0.76	62.34735	17.62	9.02	0.48000	1.09
1.45039	19.15	64.15758	441.99	9.56	0.14000	7.29
1.44711	11.29	64.32052	260.42	9.61	0.08000	0.97
1.38869	20.96	67.37760	483.68	9.58	0.10000	3.63
1.38555	11.39	67.55091	262.82	9.51	0.08000	1.19
1.31279	0.56	71.85376	12.85	8.05	0.80000	2.60
1.20250	8.99	79.66805	207.47	9.48	0.12000	2.95
1.19995	4.72	79.87159	108.81	9.47	0.12000	0.90
1.17517	0.16	81.90987	3.77	9.37	0.48000	0.65
1.14168	0.57	84.86021	13.24	11.30	0.64000	1.78
1.10363	7.73	88.52609	178.41	8.69	0.12000	2.38
1.10109	4.79	88.78341	110.52	8.69	0.06000	0.89

Lampiran 3. Luas permukaan CaO sebelum kalsinasi dengan metode BJH desorpsi

Quantachrome® ASiQwin™- Automated Gas Sorption Data Acquisition and Reduction  
© 1994-2011, Quantachrome Instruments  
version 2.0



<b>Analysis</b>			<b>Report</b>		
Operator:	Lab. Energi ITS	Date:2012/05/23	Operator:	Lab. Energi ITS	Date:2012/06/07
Sample ID:	mei22.CaO	Filename:	iq_phisy_st1_2012_05_23_16_10_54_CaO.qps		
Sample Desc:		Comment:			
Sample Weight:	0.1256 g	Instrument:	Autosorb iQ Station 1		
Approx. Outgas Time:	32.0 hrs	Final Outgas Temp.:	300 °C		
Analysis gas:	Nitrogen	Non-ideality:	6.58e-05 1/mmHg		
Analysis Time:	4:28 hr:min	Bath temp.:	77.35 K		
Analysis Mode:	Standard			<b>Extended info:</b>	Available
VoidVol. Mode:	He Measure	Cold Zone V:	0.739379 cc	<b>CellType:</b>	9mm
				<b>VoidVol Remeasure:</b>	on
				<b>Warm Zone V:</b>	10.1328 cc

**BJH Pore Size Distribution Desorption**

**Data Reduction Parameters Data**

	Thermal Transpiration: on	Eff. mol. diameter (D): 3.54 Å	Eff. cell stem diam. (d): 4.0000 mm
	Po override: 760.00 mmHg		
<b>t-Method</b>	Calc. method: de Boer	Ignoring P-tags below 0.35 P/Po	
<b>BJH/DH method</b>	Moving pt. avg.: off	Temperature 77.350K	
<b>Adsorbate</b>	Nitrogen	<b>Cross Section:</b> 16.290 Å²	<b>Liquid Density:</b> 0.898 g/cc
	<b>Molec. Wt.:</b> 28.013		

**BJH Pore Size Distribution Desorption Data**

Radius [Å]	Pore Volume [cc/g]	Pore Surf Area [m²/g]	dV(r) [cc/Å/g]	dS(r) [m²/Å/g]	dV(logr) [cc/g]	dS(logr) [cc/g]
15.3757	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00
17.2092	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00
19.3341	5.7447e-06	5.9425e-03	2.5214e-06	2.6083e-03	1.1212e-04	1.1598e-01
21.8397	5.7447e-06	5.9425e-03	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00
24.8881	5.7447e-06	5.9425e-03	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00
28.7121	5.7447e-06	5.9425e-03	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00
33.6372	1.8135e-05	1.3309e-02	2.2260e-06	1.3235e-03	1.7201e-04	1.0228e-01
40.3986	1.1473e-04	6.1130e-02	1.2140e-05	6.0100e-03	1.1256e-03	5.5725e-01
50.4747	5.3166e-04	2.2633e-01	3.4187e-05	1.3546e-02	3.9539e-03	1.5667e+00
67.4026	1.5201e-03	5.1964e-01	4.5635e-05	1.3541e-02	7.0212e-03	2.0834e+00
97.9414	3.6737e-03	9.5939e-01	5.4634e-05	1.1157e-02	1.2153e-02	2.4817e+00
207.9886	1.6176e-02	2.0665e+00	6.3665e-06	6.1220e-03	2.8465e-02	2.7372e+00

**BJH desorption summary**

Surface Area = 2.065 m²/g  
Pore Volume = 0.015 cc/g  
Pore Radius Dv(r) = 207.989 Å

Quantachrome® ASiQwin™- Automated Gas Sorption Data  
Acquisition and Reduction  
© 1994-2011, Quantachrome Instruments  
version 2.0



<b>Analysis</b>		<b>Report</b>	
Operator:	Lab. Energi ITS	Operator:	Lab. Energi ITS
Sample ID:	mei22.CaO	Filename:	iq_phisy_st1_2012_05_23_16_10_54_CaO.qps
Sample Desc:		Comment:	
Sample Weight:	0.1256 g	Instrument:	Autosorb iQ Station 1
Approx. Outgas Time:	32.0 hrs	Final Outgas Temp.:	300 °C
Analysis gas:	Nitrogen	Non-ideality:	6.58e-05 1/mmHg
Analysis Time:	4:28 hr:min	Bath temp.:	77.35 K
Analysis Mode:	Standard		
VoidVol. Mode:	He Measure	Cold Zone V:	0.739379 cc
		Extended info:	Available
		CellType:	9mm
		VoidVol Remeasure:	on
		Warm Zone V:	10.1328 cc

**Isotherm**

**Data Reduction Parameters Data**

Thermal Transpiration: on	Eff. mol. diameter (D): 3.54 Å	Eff. cell stem diam. (d): 4.0000 mm
Po override: 760.00 mmHg		
Adsorbate: Nitrogen	Temperature: 77.350K	
Molec. Wt.: 28.013	Gross Section: 16.200 Å²	Liquid Density: 0.808 g/cc

**Isotherm Data**

Relative Pressure	Volume @ STP [cc/g]	Relative Pressure	Volume @ STP [cc/g]	Relative Pressure	Volume @ STP [cc/g]
1.02985e-02	0.2416	6.11764e-01	-0.5738	9.12246e-01	1.6413
1.69652e-02	-0.1352	6.37456e-01	-0.5807	8.65767e-01	0.4544
2.55960e-02	-0.1249	6.63022e-01	-0.5817	8.12515e-01	-0.1310
5.36780e-02	-0.0572	6.88527e-01	-0.5697	7.60281e-01	-0.4235
7.95977e-02	-0.0541	7.13669e-01	-0.5460	7.08526e-01	-0.5613
1.05418e-01	-0.0713	7.39246e-01	-0.5091	6.58051e-01	-0.6487
1.30492e-01	-0.1072	7.64458e-01	-0.4481	6.06843e-01	-0.7020
1.55847e-01	-0.1435	7.89244e-01	-0.3416	5.55866e-01	-0.7404
1.81104e-01	-0.1843	8.14780e-01	-0.2116	5.05058e-01	-0.7730
2.06482e-01	-0.2265	8.39867e-01	-0.0336	4.54467e-01	-0.8261
2.31959e-01	-0.2743	8.65224e-01	0.2112	4.03326e-01	-0.8531
2.57171e-01	-0.3119	8.89175e-01	0.5598	3.53014e-01	-0.8745
2.82506e-01	-0.3614	9.14362e-01	1.1664	3.01887e-01	-0.8751
3.08067e-01	-0.4006	9.37558e-01	2.1964	2.50898e-01	-0.8824
3.58809e-01	-0.4526	9.65102e-01	5.2930	1.99825e-01	-0.8853
4.09245e-01	-0.4996	9.88936e-01	15.6121	1.49229e-01	-0.8992
4.59901e-01	-0.5301	9.98301e-01	26.9094	9.83535e-02	-0.9413
5.10916e-01	-0.5496	1.00863e+00	61.6395		
5.61048e-01	-0.5657	0.66658e-01	8.1264		

Quantachrome® ASiQwin™- Automated Gas Sorption Data  
Acquisition and Reduction  
© 1994-2011, Quantachrome Instruments  
version 2.0



<b>Analysis</b>			<b>Report</b>		
Operator:	Lab. Energi ITS	Date:2012/05/23	Operator:	Lab. Energi ITS	Date:2012/06/07
Sample ID:	mei22.CaO	Filename:	iq_phisy_st1_2012_05_23_16_10_54_CaO.qps		
Sample Desc:		Comment:			
Sample Weight:	0.1256 g	Instrument:	Autosorb iQ Station 1		
Approx. Outgas Time:	32.0 hrs	Final Outgas Temp.:	300 °C		
Analysis gas:	Nitrogen	Non-ideality:	6.58e-05 1/mmHg		
Analysis Time:	4:28 hr:min	Bath temp.:	77.35 K		
Analysis Mode:	Standard			<b>Extended info:</b>	Available
VoidVol. Mode:	He Measure	Cold Zone V:	0.739379 cc	<b>CellType:</b>	9mm
				<b>VoidVol Remeasure:</b>	on
				<b>Warm Zone V:</b>	10.1328 cc

**Multi-Point BET**

**Data Reduction Parameters Data**

Thermal Transpiration: on	Eff. mol. diameter (D): 3.54 Å	Eff. cell stem diam. (d): 4.0000 mm
Po override: 760.00 mmHg		
<b>Adsorbate</b> Nitrogen	Temperature 77.350K	
<b>Molec. Wt.:</b> 28.013	<b>Cross Section:</b> 16.200 Å²	<b>Liquid Density:</b> 0.808 g/cc

**Multi-Point BET Data**

Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [ W((Po/P) - 1) ]	Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [ W((Po/P) - 1) ]
5.36780e-02	-0.0572	-7.9383e+02	2.06482e-01	-0.2265	-9.1910e+02
7.95977e-02	-0.0541	-1.2799e+03	2.31959e-01	-0.2743	-8.8104e+02
1.05418e-01	-0.0713	-1.3229e+03	2.57171e-01	-0.3119	-8.8825e+02
1.30492e-01	-0.1072	-1.1205e+03	2.82506e-01	-0.3614	-8.7178e+02
1.55847e-01	-0.1435	-1.0292e+03	3.08067e-01	-0.4006	-8.8930e+02
1.81104e-01	0.1843	0.5090e+02			

**BET summary**

Slope = 1087.389  
 Intercept = -1.193e+03  
 Correlation coefficient, r = 0.525235  
 C constant = 0.088  
 Surface Area = 0.000 m²/g



<b>Analysis</b>		<b>Report</b>	
<b>Operator:</b>	Lab. Energi ITS	<b>Operator:</b>	Lab. Energi ITS
<b>Sample ID:</b>	mei22.CaO	<b>Filename:</b>	iq_phisy_st1_2012_05_23_16_10_54_CaO.qps
<b>Sample Desc:</b>		<b>Comment:</b>	
<b>Sample Weight:</b>	0.1256 g	<b>Instrument:</b>	Autosorb iQ Station 1
<b>Approx. Outgas Time:</b>	32.0 hrs	<b>Final Outgas Temp.:</b>	300 °C
<b>Analysis gas:</b>	Nitrogen	<b>Non-ideality:</b>	6.58e-05 1/mmHg
<b>Analysis Time:</b>	4:28 hr:min	<b>Bath temp.:</b>	77.35 K
<b>Analysis Mode:</b>	Standard	<b>Cold Zone V:</b>	0.739379 cc
<b>VoidVol. Mode:</b>	He Measure	<b>Extended info:</b>	Available
		<b>CellType:</b>	9mm
		<b>VoidVol Remeasure:</b>	on
		<b>Warm Zone V:</b>	10.1328 cc

**Total Pore Volume**

**Data Reduction Parameters Data**

<b>Thermal Transpiration:</b> on	<b>Eff. mol. diameter (D):</b> 3.54 Å	<b>Eff. cell stem diam. (d):</b> 4.0000 mm
<b>Po override:</b> 760.00 mmHg	<b>Temperature:</b> 77.350K	
<b>Adsorbate:</b> Nitrogen	<b>Cross Section:</b> 16.200 Å²	<b>Liquid Density:</b> 0.808 g/cc
<b>Molec. Wt.:</b> 28.013		

**Total Pore Volume summary**  
**Total Pore Volume**

Total pore volume = 9.534e-02 cc/g for  
pores smaller than -1088.8 Å (Radius)  
at P/Po = 1.00863



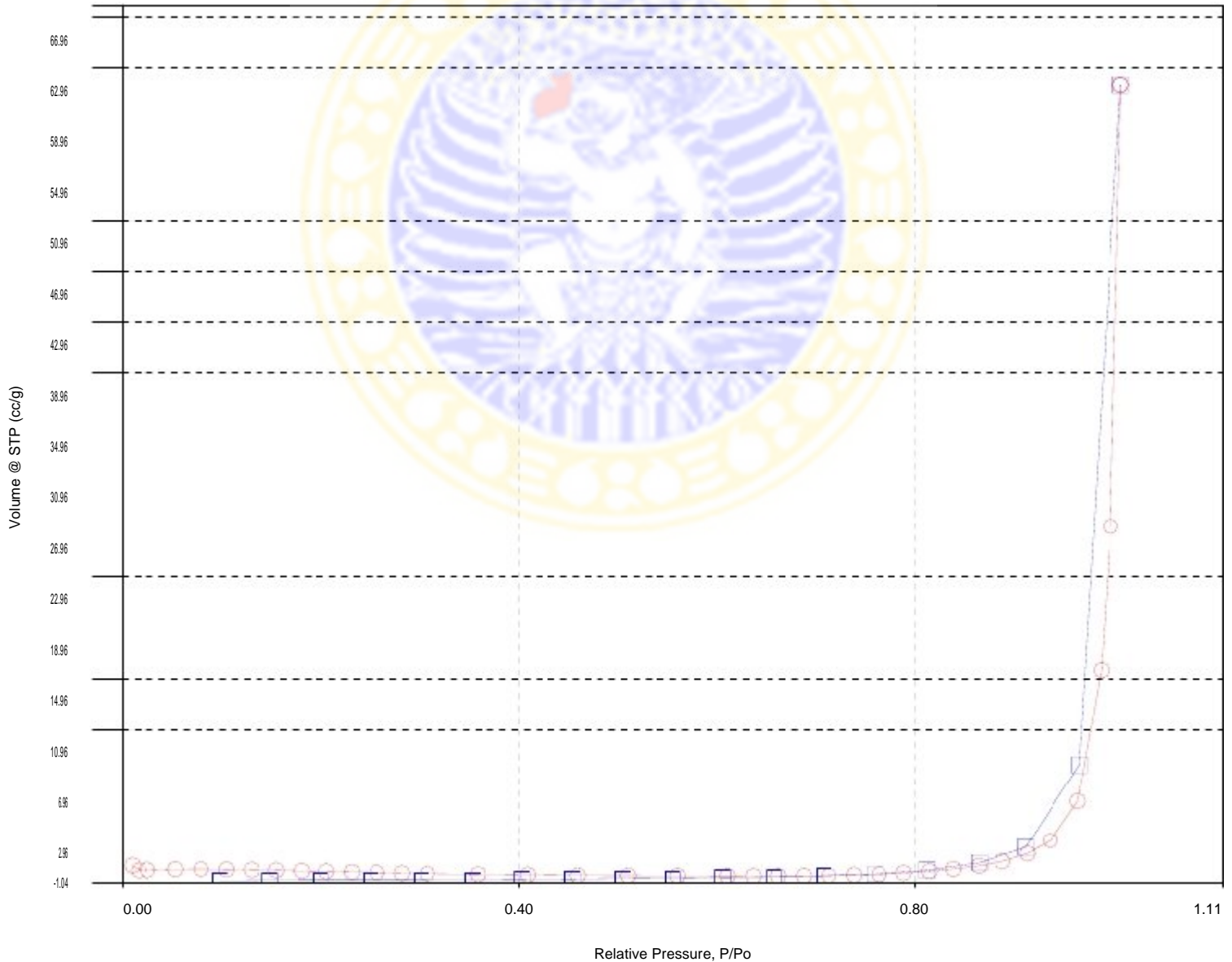
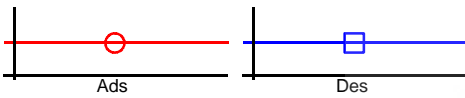
Quantachrome® ASiQwin™- Automated Gas Sorption Data Acquisition and Reduction  
 © 1994-2011, Quantachrome Instruments  
 version 2.0



<b>Analysis</b>		<b>Report</b>	
Operator:	Lab. Energi ITS	Operator:	Lab. Energi ITS
Sample ID:	mei22.CaO	Filename:	iq_phisy_st1_2012_05_23_16_10_54_CaO.qps
Sample Desc:		Comment:	
Sample Weight:	0.1256 g	Instrument:	Autosorb iQ Station 1
Approx. Outgas Time:	32.0 hrs	Final Outgas Temp.:	300 °C
Analysis gas:	Nitrogen	Non-ideality:	6.58e-05 1/mmHg
Analysis Time:	4:28 hr:min	Bath temp.:	77.35 K
Analysis Mode:	Standard		
VoidVol. Mode:	He Measure	Cold Zone V:	0.739379 cc
		Extended info:	Available
		CellType:	9mm
		VoidVol Remeasure:	on
		Warm Zone V:	10.1328 cc

**Isotherm : Linear**

Data Reduction Parameters			
Thermal Transpiration:	on	Eff. mol. diameter (D):	3.54 Å
Po override:	760.00 mmHg	Eff. cell stem diam. (d):	4.0000 mm
Adsorbate:	Nitrogen	Temperature:	77.350K
	Molec. Wt.: 28.013	Cross Section:	16.200 Å <sup>2</sup>
		Liquid Density:	0.808 g/cc



Lampiran 4. Luas permukaan CaO setelah kalsinasi dengan metode BJH desorpsi

Quantachrome® ASiQwin™- Automated Gas Sorption Data Acquisition and Reduction  
© 1994-2011, Quantachrome Instruments  
version 2.0



<b>Analysis</b>			<b>Report</b>		
Operator:	Lab. Energi ITS	Date:2012/07/03	Operator:	Lab. Energi ITS	Date:2012/07/04
Sample ID:	jul03.CaO stlh Kalsin	Filename:	BET_iq_phisy_st1_2012_07_03_CaO stlh Kalsin.qps		
Sample Desc:		Comment:			
Sample Weight:	0.1887 g	Instrument:	Autosorb iQ Station 1		
Approx. Outgas Time:	46.1 hrs	Final Outgas Temp.:	300 °C		
Analysis gas:	Nitrogen	Non-ideality:	6.58e-05 1/mmHg		
Analysis Time:	6:53 hr:min	Bath temp.:	77.35 K		
Analysis Mode:	Standard			<b>Extended info:</b>	Available
VoidVol. Mode:	He Measure	Cold Zone V:	1.63446 cc		
				<b>CellType:</b>	6mm
				<b>VoidVol Remeasure:</b>	on
				<b>Warm Zone V:</b>	10.1926 cc

**BJH Pore Size Distribution Desorption**

**Data Reduction Parameters Data**

<b>t-Method</b>	Thermal Transpiration: on	Eff. mol. diameter (D): 3.54 Å	Eff. cell stem diam. (d): 4.0000 mm
<b>BJH/DH method</b>	Calc. method: de Boer		
<b>Adsorbate</b>	Moving pt. avg.: off	Temperature 77.350K	
	Nitrogen	Cross Section: 16.200 Å²	Liquid Density: 0.806 g/cc
	Molec. Wt.: 28.013		

**BJH Pore Size Distribution Desorption Data**

Diameter	Pore Volume	Pore Surf Area	dV(d)	dS(d)	dV(logd)	dS(logd)
[nm]	[cc/g]	[m²/g]	[cc/nm/g]	[m²/nm/g]	[cc/g]	[cc/g]
1.6879	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00
1.9354	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00
2.1866	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00
2.4513	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00
2.7397	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00
3.0508	6.1386e-05	8.0486e-02	1.9193e-04	2.5165e-01	1.3470e-03	1.7661e+00
3.4105	2.1340e-03	2.5113e+00	5.1855e-03	6.0818e+00	4.0675e-02	4.7706e+01
3.8378	5.2739e-03	5.7840e+00	6.9038e-03	7.1956e+00	6.0936e-02	6.3512e+01
4.3063	6.1842e-03	6.6295e+00	1.8876e-03	1.7533e+00	1.8697e-02	1.7367e+01
4.8744	7.5194e-03	7.7252e+00	2.0413e-03	1.6751e+00	2.2877e-02	1.8773e+01
5.6144	9.0689e-03	8.8291e+00	1.8762e-03	1.3367e+00	2.4211e-02	1.7249e+01
6.5326	1.0954e-02	9.9832e+00	1.8652e-03	1.1421e+00	2.8001e-02	1.7145e+01
7.8225	1.4256e-02	1.1672e+01	2.1044e-03	1.0761e+00	3.7777e-02	1.9317e+01
9.6000	1.8956e-02	1.3630e+01	2.3671e-03	9.8628e-01	5.2136e-02	2.1723e+01
12.4043	2.7626e-02	1.6426e+01	2.3930e-03	7.7167e-01	6.7860e-02	2.1883e+01
17.5460	4.1387e-02	1.9563e+01	2.0660e-03	4.7099e-01	8.2457e-02	1.8798e+01
31.0575	6.4414e-02	2.2529e+01	1.1309e-03	1.4565e-01	7.7887e-02	1.0031e+01
172.5261	2.3359e-01	2.6451e+01	6.4431e-04	1.4938e-02	1.9506e-01	4.5225e+00

**BJH desorption summary**

Surface Area = 26.451 m²/g  
Pore Volume = 0.234 cc/g  
Pore Diameter Dv(d) = 3.838 nm

Quantachrome® ASiQwin™- Automated Gas Sorption Data  
Acquisition and Reduction  
© 1994-2011, Quantachrome Instruments  
version 2.0



<b>Analysis</b>			<b>Report</b>		
Operator:	Lab. Energi ITS	Date:2012/07/03	Operator:	Lab. Energi ITS	Date:2012/07/04
Sample ID:	jul03.CaO stlh Kalsin	Filename:	BET_iq_phisy_st1_2012_07_03_CaO stlh Kalsin.qps		
Sample Desc:		Comment:			
Sample Weight:	0.1887 g	Instrument:	Autosorb iQ Station 1		
Approx. Outgas Time:	46.1 hrs	Final Outgas Temp.:	300 °C		
Analysis gas:	Nitrogen	Non-ideality:	6.58e-05 1/mmHg		
Analysis Time:	6:53 hr:min	Bath temp.:	77.35 K		
Analysis Mode:	Standard				
VoidVol. Mode:	He Measure	Cold Zone V:	1.63446 cc		
			Extended info:	Available	
			CellType:	6mm	
			VoidVol Remeasure:	on	
			Warm Zone V:	10.1926 cc	

**Isotherm**

**Data Reduction Parameters Data**

<b>Adsorbate</b>	Thermal Transpiration: on	Eff. mol. diameter (D): 3.54 Å	Eff. cell stem diam. (d): 4.0000 mm
	Nitrogen	Temperature 77.350K	
	Molec. Wt.: 28.013	Cross Section: 16.200 Å <sup>2</sup>	Liquid Density: 0.806 g/cc

**Isotherm Data**

Relative Pressure	Volume @ STP [cc/g]	Relative Pressure	Volume @ STP [cc/g]	Relative Pressure	Volume @ STP [cc/g]
1.02706e-02	0.1329	5.98960e-01	3.8515	9.00347e-01	23.5409
1.88184e-02	-0.5208	6.25912e-01	4.1859	8.51429e-01	16.1574
2.54102e-02	-0.3125	6.50509e-01	4.5588	7.99073e-01	11.4926
4.87011e-02	0.3961	6.75730e-01	4.9464	7.52335e-01	8.8537
7.62814e-02	0.6781	7.00501e-01	5.4030	6.98051e-01	6.8227
1.02802e-01	0.8068	7.24943e-01	5.9196	6.49748e-01	5.5245
1.27851e-01	0.8799	7.48831e-01	6.5251	5.98416e-01	4.3931
1.52562e-01	0.9356	7.73933e-01	7.3104	5.47123e-01	3.4035
1.77687e-01	1.0002	8.01437e-01	8.4074	5.01317e-01	2.6549
2.02731e-01	1.0542	8.25425e-01	9.6808	4.50272e-01	1.2191
2.27859e-01	1.1119	8.52174e-01	11.6577	3.97827e-01	0.1014
2.52985e-01	1.1757	8.74083e-01	14.0283	3.49966e-01	-0.4022
2.77613e-01	1.2459	8.99953e-01	18.1186	2.99478e-01	-0.8388
3.02633e-01	1.3143	9.23800e-01	24.3400	2.49249e-01	-1.2527
3.51265e-01	1.5865	9.49174e-01	33.4224	1.99356e-01	-1.6421
4.00917e-01	1.9195	9.73513e-01	47.7898	1.49076e-01	-2.0253
4.50609e-01	2.3141	9.84290e-01	63.3384	9.95428e-02	-2.4562
5.00561e-01	2.7700	9.93641e-01	141.7370		
5.49689e-01	3.2816	9.50992e-01	36.6034		



Quantachrome® ASiQwin™- Automated Gas Sorption Data  
Acquisition and Reduction  
© 1994-2011, Quantachrome Instruments  
version 2.0



<b>Analysis</b>		<b>Report</b>	
Operator:	Lab. Energi ITS	Operator:	Lab. Energi ITS
Sample ID:	jul03.CaO stlh Kalsin	Filename:	BET_iq_phisy_st1_2012_07_03_CaO stlh Kalsin.qps
Sample Desc:		Comment:	
Sample Weight:	0.1887 g	Instrument:	Autosorb iQ Station 1
Approx. Outgas Time:	46.1 hrs	Final Outgas Temp.:	300 °C
Analysis gas:	Nitrogen	Non-ideality:	6.58e-05 1/mmHg
Analysis Time:	6:53 hr:min	Bath temp.:	77.35 K
Analysis Mode:	Standard		
VoidVol. Mode:	He Measure	Cold Zone V:	1.63446 cc
		Extended info:	Available
		CellType:	6mm
		VoidVol Remeasure:	on
		Warm Zone V:	10.1926 cc

**Multi-Point BET**

**Data Reduction Parameters Data**

<b>Adsorbate</b>	Thermal Transpiration: on	Eff. mol. diameter (D): 3.54 Å	Eff. cell stem diam. (d): 4.0000 mm
	Nitrogen	Temperature 77.350K	
	Molec. Wt.: 28.013	Cross Section: 16.200 Å <sup>2</sup>	Liquid Density: 0.806 g/cc

**Multi-Point BET Data**

Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [ W((Po/P) - 1) ]	Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [ W((Po/P) - 1) ]
4.87011e-02	0.3961	1.0341e+02	2.02731e-01	1.0542	1.9299e+02
7.62814e-02	0.6781	9.7446e+01	2.27859e-01	1.1119	2.1234e+02
1.02802e-01	0.8068	1.1363e+02	2.52985e-01	1.1757	2.3048e+02
1.27851e-01	0.8799	1.3330e+02	2.77613e-01	1.2459	2.4679e+02
1.52562e-01	0.9356	1.5395e+02	3.02633e-01	1.3143	2.6419e+02
1.77687e-01	1.0002	1.7286e+02			

**BET summary**

Slope = 701.172  
 Intercept = 5.039e+01  
 Correlation coefficient, r = 0.992038  
 C constant = 14.915  
 Surface Area = 4.634 m<sup>2</sup>/g



<b>Analysis</b>		<b>Report</b>	
<b>Operator:</b>	Lab. Energi ITS	<b>Operator:</b>	Lab. Energi ITS
<b>Sample ID:</b>	jul03.CaO stlh Kalsin	<b>Filename:</b>	BET_iq_phisy_st1_2012_07_03_CaO stlh Kalsin.qps
<b>Sample Desc:</b>		<b>Comment:</b>	
<b>Sample Weight:</b>	0.1887 g	<b>Instrument:</b>	Autosorb iQ Station 1
<b>Approx. Outgas Time:</b>	46.1 hrs	<b>Final Outgas Temp.:</b>	300 °C
<b>Analysis gas:</b>	Nitrogen	<b>Non-ideality:</b>	6.58e-05 1/mmHg
<b>Analysis Time:</b>	6:53 hr:min	<b>Bath temp.:</b>	77.35 K
<b>Analysis Mode:</b>	Standard	<b>Cold Zone V:</b>	1.63446 cc
<b>VoidVol. Mode:</b>	He Measure		
		<b>Extended info:</b>	Available
		<b>CellType:</b>	6mm
		<b>VoidVol Remeasure:</b>	on
		<b>Warm Zone V:</b>	10.1926 cc

**Total Pore Volume**

**Data Reduction Parameters Data**

<b>Adsorbate</b>	<b>Thermal Transpiration:</b> on	<b>Eff. mol. diameter (D):</b> 3.54 Å	<b>Eff. cell stem diam. (d):</b> 4.0000 mm
	<b>Nitrogen</b>	<b>Temperature</b> 77.350K	<b>Liquid Density:</b> 0.806 g/cc
	<b>Molec. Wt.:</b> 28.013	<b>Cross Section:</b> 16.200 Å <sup>2</sup>	

**Total Pore Volume summary**  
**Total Pore Volume**

Total pore volume = 2.198e-01 cc/g for  
pores smaller than 303.8 nm (Diameter)  
at P/Po = 0.99364



Quantachrome® ASiQwin™- Automated Gas Sorption Data  
Acquisition and Reduction  
© 1994-2011, Quantachrome Instruments  
version 2.0



<b>Analysis</b>		<b>Report</b>	
<b>Operator:</b>	Lab. Energi ITS	<b>Operator:</b>	Lab. Energi ITS
<b>Sample ID:</b>	jul03.CaO stlh Kalsin	<b>Filename:</b>	BET_iq_phisy_st1_2012_07_03_CaO stlh Kalsin.qps
<b>Sample Desc:</b>		<b>Comment:</b>	
<b>Sample Weight:</b>	0.1887 g	<b>Instrument:</b>	Autosorb iQ Station 1
<b>Approx. Outgas Time:</b>	46.1 hrs	<b>Final Outgas Temp.:</b>	300 °C
<b>Analysis gas:</b>	Nitrogen	<b>Non-ideality:</b>	6.58e-05 1/mmHg
<b>Analysis Time:</b>	6:53 hr:min	<b>Bath temp.:</b>	77.35 K
<b>Analysis Mode:</b>	Standard	<b>Cold Zone V:</b>	1.63446 cc
<b>VoidVol. Mode:</b>	He Measure		
		<b>Extended info:</b>	Available
		<b>CellType:</b>	6mm
		<b>VoidVol Remeasure:</b>	on
		<b>Warm Zone V:</b>	10.1926 cc

**Average Pore Size**

**Data Reduction Parameters Data**

<b>Adsorbate</b>	<b>Thermal Transpiration:</b> on	<b>Eff. mol. diameter (D):</b> 3.54 Å	<b>Eff. cell stem diam. (d):</b> 4.0000 mm
	<b>Nitrogen</b>	<b>Temperature</b> 77.350K	
	<b>Molec. Wt.:</b> 28.013	<b>Cross Section:</b> 16.200 Å <sup>2</sup>	<b>Liquid Density:</b> 0.806 g/cc

**Average Pore Size summary**

Average pore Diameter = 1.89727e+02 nm



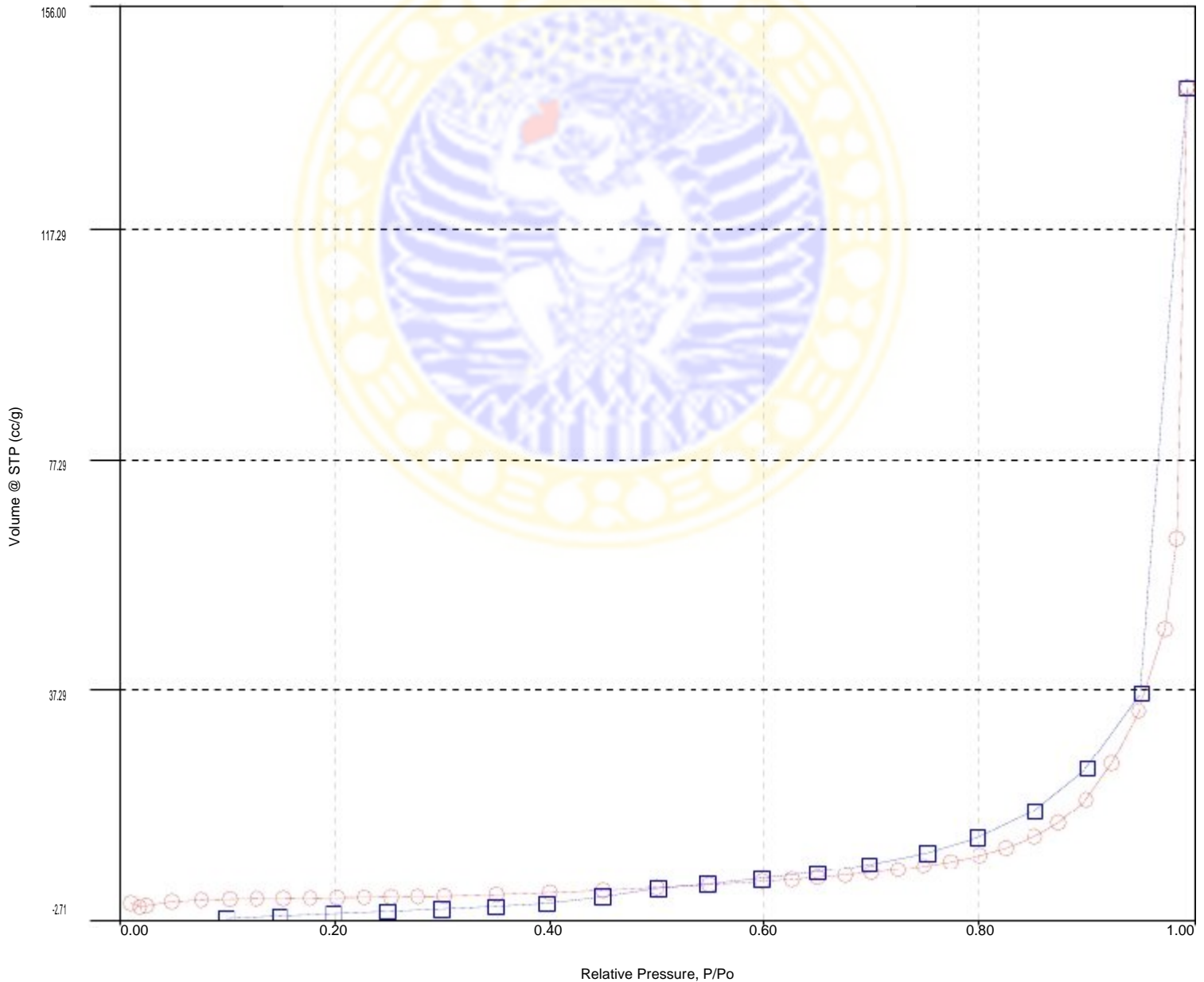
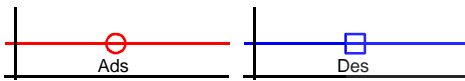
Quantachrome® ASiQwin™- Automated Gas Sorption Data  
Acquisition and Reduction  
© 1994-2011, Quantachrome Instruments  
version 2.0



<b>Analysis</b>			<b>Report</b>		
Operator:	Lab. Energi ITS	Date:2012/07/03	Operator:	Lab. Energi ITS	Date:2012/07/04
Sample ID:	jul03.CaO stlh Kalsin	Filename:	BET_iq_phisy_st1_2012_07_03_CaO stlh Kalsin.qps		
Sample Desc:		Comment:			
Sample Weight:	0.1887 g	Instrument:	Autosorb iQ Station 1		
Approx. Outgas Time:	46.1 hrs	Final Outgas Temp.:	300 °C		
Analysis gas:	Nitrogen	Non-ideality:	6.58e-05 1/mmHg		
Analysis Time:	6:53 hr:min	Bath temp.:	77.35 K		
Analysis Mode:	Standard				
VoidVol. Mode:	He Measure	Cold Zone V:	1.63446 cc		
			Extended info:	Available	
			CellType:	6mm	
			VoidVol Remeasure:	on	
			Warm Zone V:	10.1926 cc	

**Isotherm : Linear**

Data Reduction Parameters					
<b>Adsorbate</b>	Thermal Transpiration:	on		Eff. mol. diameter (D):	3.54 Å
	Nitrogen			Temperature	77.350K
	Molec. Wt.:	28.013		Cross Section:	16.200 Å <sup>2</sup>
				Eff. cell stem diam. (d):	4.0000 mm
				Liquid Density:	0.806 g/cc



## Lampiran 5. Perhitungan jumlah situs basa

Mmol basa = mmol asam

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

No	Massa CaO (g)	V titrasi asam oksalat (mL)	Jumlah situs basa (mmol/g)
1	0,0058	24,40	216,23
2	0,0054	23,90	227,49
3	0,0056	24,15	221,66
Rata-rata	0,0056	24,15	221,77

$$M = \frac{N}{2}$$

$$M = \frac{0,1028}{2}$$

$$M = 0,0514$$

$$\text{Mmol basa} = 24,15 \times 0,0514$$

$$= 1,24 \text{ mmol}/0,0056 \text{ g}$$

$$= 221,77 \text{ mmol/g}$$

Lampiran 6. Pembakuan larutan KOH 0,1 N dengan larutan H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 0,1 N

$$\text{Mr H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = 126,07$$

$$\text{BE H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = \text{BM}/2 = 126/2 = 63,035$$

$$\text{Massa H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = \frac{\text{BE} \times \text{V} \times \text{N}}{1000} = \frac{63 \times 100 \times 0,1}{1000} = 0,63$$

Massa H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O yang ditimbang 0,6480 g

$$M \text{ H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = \frac{\text{massa} \times 1000}{(\text{Mr} \times \text{V}) \text{as. oksalat}}$$

$$= \frac{0,6480 \times 1000}{126,07 \times 100}$$

$$= 0,0514$$

$$N \text{ H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = 2 \times 0,0514 = 0,1028$$

Tabel hasil pembakuan larutan KOH dengan menggunakan larutan baku asam oksalat.

V H <sub>2</sub> C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> ·2H <sub>2</sub> O (mL)	N H <sub>2</sub> C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> ·2H <sub>2</sub> O	V KOH	V KOH rata-rata
10,0	0,1028	9,70	9,716
10,0	0,1028	9,75	
10,0	0,1028	9,70	

$$V \times N (\text{KOH}) = V \times N (\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$$

$$N \text{ KOH} = \frac{V \times N (\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})}{V \text{ KOH}}$$

$$= \frac{10 \times 0,1028}{9,716}$$

$$= 0,1058 \text{ N}$$

## Lampiran 7. Perhitungan angka asam

Perhitungan angka asam dari minyak jarak pagar dengan katalis CaO menggunakan persamaan :

$$\text{Angka asam} = \frac{\text{mL KOH} \times \text{N KOH} \times \text{BM KOH}}{\text{w sampel (g)}}$$

1. Waktu : 15 menit

Massa minyak jarak pagar yang telah dihidrolisis : 1,0789 dan 1,0424 g

Massa CaO : 2,0077 g

Replikasi	V KOH titrasi (mL)	Perolehan angka asam (mg KOH/g)	Nilai angka asam rata-rata (mg KOH/g)
1	8,80	47,04	48,14
2	8,90	49,24	

2. Waktu : 30 menit

Massa minyak jarak pagar yang telah dihidrolisis : 1,1268 dan 1,1663 g

Massa CaO : 2,0438 g

Replikasi	V KOH titrasi (mL)	Perolehan angka asam (mg KOH/g)	Nilai angka asam rata-rata (mg KOH/g)
1	17,10	87,53	86,54
2	17,30	85,55	

3. Waktu : 45 menit

Massa minyak jarak pagar yang telah dihidrolisis : 1,0227 dan 1,0223 g

Massa CaO : 2,0455 g

Replikasi	V KOH titrasi (mL)	Perolehan angka asam (mg KOH/g)	Nilai angka asam rata-rata (mg KOH/g)
1	27,60	155,66	156,74
2	28,00	157,82	

4. Waktu : 60 menit

Massa minyak jarak pagar yang telah dihidrolisis : 1,0392 dan 1,0137 g

Massa CaO : 2,0432

Replikasi	V KOH titrasi (mL)	Perolehan angka asam (mg KOH/g)	Nilai angka asam rata- rata
1	28,50	159,11	160,25
2	28,20	161,39	

5. Waktu : 90 menit

Massa minyak jarak pagar yang telah dihidrolisis : 1,0159 dan 1,0484 g

Massa CaO : 2,0321 g

Replikasi	V KOH titrasi (mL)	Perolehan angka asam (mg KOH/g)	Nilai angka asam rata- rata
1	27,0	154,19	153,18
2	27,5	152,18	

6. Waktu : 120 menit

Massa minyak jarak pagar yang telah dihidrolisis : 1,0230 dan 1,0360 g

Massa CaO : 1,032 g

Replikasi	V KOH titrasi (mL)	Perolehan angka asam (mg KOH/g)	Nilai angka asam rata- rata
1	28,20	153,48	152,51
2	28,40	151,54	

7. Waktu : 150 menit

Massa minyak jarak pagar yang telah dihidrolisis : 1,081 dan 1,049 g

Massa CaO : 2,068 g

Replikasi	V KOH titrasi (mL)	Perolehan angka asam (mg KOH/g)	Nilai angka asam rata- rata
1	29,0	155,64	156,66
2	28,5	157,62	



8. Waktu : 180 menit  
 Massa minyak jarak pagar yang telah dihidrolisis : 1,0480 dan 1,0936 g  
 Massa CaO : 2,0009

Replikasi	V KOH titrasi (mL)	Perolehan angka asam (mg KOH/g)	Nilai angka asam rata-rata
1	28,8	158,51	155,73
2	29,0	152,95	

Tabel hasil pengukuran angka asam pada reaksi hidrolisis menggunakan katalis CaO

Waktu (menit)	Angka asam (mg KOH/g)
15	48,14
30	86,54
45	156,74
60	160,25
90	153,18
120	152,51
150	156,66
180	155,73

## Lampiran 8. Hasil Penentuan % Asam lemak bebas / FFA

Penentuan asam lemak bebas menggunakan persamaan :

$$\% \text{ FFA} = \frac{1}{2} \times \text{bilangan asam} \times 100 \%$$

Tabel hasil penentuan asam lemak bebas pada reaksi hidrolisis menggunakan katalis CaO

Waktu (menit)	% Asam lemak bebas / FFA
15	24,07
30	43,27
45	78,37
60	80,12
90	76,59
120	76,25
150	78,33
180	77,86

### Lampiran 9. Penentuan Konversi Triglicerida

Triglicerida dalam minyak jarak pagar yang berubah menjadi asam lemak bebas dapat diketahui jumlahnya dengan memasukkan data ke dalam rumus :

$$\% \text{ Konversi} = \frac{\% \text{ FFA setelah reaksi} - \% \text{ FFA awal}}{100\% - \% \text{ FFA awal}} \times 100\%$$

Perhitungan konversi triglicerida dari minyak jarak pagar dengan katalis CaO

1. Waktu : 15 menit

Massa minyak jarak pagar : 10,1901 g

Massa CaO : 2,0077 g

$$\% \text{ Konversi} = \frac{\% \text{ FFA setelah reaksi} - \% \text{ FFA awal}}{100\% - \% \text{ FFA awal}} \times 100\%$$

$$= \frac{24,0738 - 11,367}{100 - 11,367} \times 100\%$$

$$= 14,34\%$$

2. Waktu : 30 menit

Massa minyak jarak pagar : 10,0151 g

Massa CaO : 2,0438 g

$$\% \text{ Konversi} = \frac{\% \text{ FFA setelah reaksi} - \% \text{ FFA awal}}{100\% - \% \text{ FFA awal}} \times 100\%$$

$$= \frac{43,2737 - 11,367}{100 - 11,367} \times 100\%$$

$$= 36,00\%$$

3. Waktu : 45 menit

Massa minyak jarak pagar : 10,0532 g

Massa CaO : 2,0455 g

$$\% \text{ Konversi} = \frac{\% \text{ FFA setelah reaksi} - \% \text{ FFA awal}}{100\% - \% \text{ FFA awal}} \times 100\%$$

$$= \frac{78,3740 - 11,367}{100 - 11,367} \times 100\%$$

$$= 75,60\%$$

4. Waktu : 60 menit

Massa minyak jarak pagar : 10,0293

Massa CaO : 2,0432

$$\begin{aligned} \% \text{ Konversi} &= \frac{\% \text{ FFA setelah reaksi} - \% \text{ FFA awal}}{100\% - \% \text{ FFA awal}} \times 100\% \\ &= \frac{80,1280 - 11,367}{100 - 11,367} \times 100\% \\ &= 77,58\% \end{aligned}$$

5. Waktu : 90 menit

Massa minyak jarak pagar : 10,0931 g

Massa CaO : 2,0321 g

$$\begin{aligned} \% \text{ Konversi} &= \frac{\% \text{ FFA setelah reaksi} - \% \text{ FFA awal}}{100\% - \% \text{ FFA awal}} \times 100\% \\ &= \frac{76,5948 - 11,367}{100 - 11,367} \times 100\% \\ &= 73,59\% \end{aligned}$$

6. Waktu : 120 menit

Massa minyak jarak pagar : 10,579 g

Massa CaO : 1,032 g

$$\begin{aligned} \% \text{ Konversi} &= \frac{\% \text{ FFA setelah reaksi} - \% \text{ FFA awal}}{100\% - \% \text{ FFA awal}} \times 100\% \\ &= \frac{76,2553 - 11,367}{100 - 11,367} \times 100\% \\ &= 73,21\% \end{aligned}$$

7. Waktu : 150 menit

Massa minyak jarak pagar : 10,021 g

Massa CaO : 2,068 g

$$\begin{aligned} \% \text{ Konversi} &= \frac{\% \text{ FFA setelah reaksi} - \% \text{ FFA awal}}{100\% - \% \text{ FFA awal}} \times 100\% \\ &= \frac{78,3318 - 11,367}{100 - 11,367} \times 100\% \end{aligned}$$

$$= 75,55\%$$

8. Waktu : 180 menit

Massa minyak jarak pagar : 10,0470

Massa CaO : 2,0009

$$\% \text{ Konversi} = \frac{\% \text{ FFA setelah reaksi} - \% \text{ FFA awal}}{100\% - \% \text{ FFA awal}} \times 100\%$$

$$= \frac{77,8691 - 11,367}{100 - 11,367} \times 100\%$$

$$= 75,03\%$$

Tabel hasil konversi trigliserida yang menjadi asam lemak bebas pada reaksi hidrolisis menggunakan katalis CaO

Waktu (menit)	% Konversi
15	14,34
30	36,00
45	75,60
60	77,58
90	73,59
120	73,21
150	75,55
180	75,03