



**AKTIVITAS KATALITIK DOLOMIT GRESIK  
SEBAGAI KATALIS HETEROGEN DALAM PRODUKSI BODIESEL  
DARI MINYAK JARAK PAGAR**

**SKRIPSI**

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

**Disetujui oleh :**

**Pembimbing I,**

**Pembimbing II,**

**Abdulloh, S.Si., M.Si  
NIP. 197104231997021001**

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

**LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI**

**Judul** : **Aktivitas Katalitik Dolomit Gresik sebagai Katalis Heterogen dalam Produksi Biodiesel dari Minyak Jarak Pagar**

**Penyusun** : **Afiyan Kristiono**

**NIM** : **080810128**

**Tanggal Sidang** : **17 Juli 2012**

**Disetujui Oleh:**

**Pembimbing I,**

**Pembimbing II,**

**Abdulloh, S.Si., M.Si**  
**NIP. 197104231997021001**

**Alfa Akustia Widati, 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

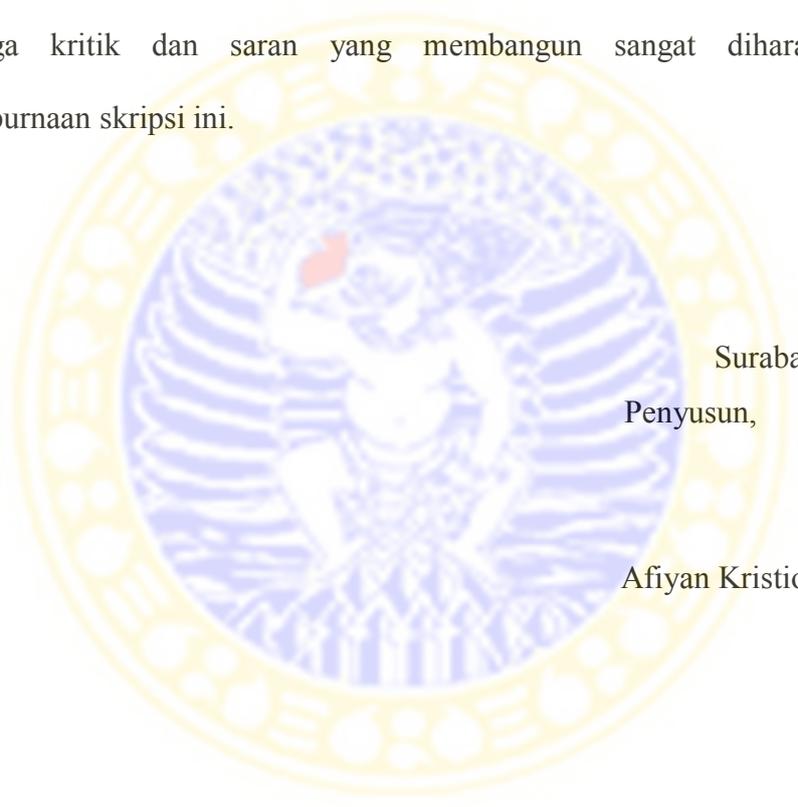
Puji syukur kehadirat Allah SWT atas segala rahmat dan hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **“Aktivitas Katalitik Dolomit Gresik sebagai Katalis Heterogen dalam Produksi Biodiesel dari Minyak Jarak Pagar ”**.

Penulisan skripsi ini tidak lepas dari bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, dalam kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Kementrian Agama RI yang telah memberikan kesempatan untuk melanjutkan studi ke Universitas Airlangga melalui Program Beasiswa Santri Berprestasi (PBSB).
2. Pak Abdulloh S.Si., M.Si selaku dosen pembimbing I yang telah meluangkan waktunya untuk memberikan saran, nasehat dan masukan dalam penyelesaian skripsi ini.
3. Ibu Alfa Akustia Widati, S.Si, M.Si. selaku dosen pembimbing II atas arahan, bimbingan dan nasehatnya selama penyusunan skripsi ini
4. Ibu Usreg Sri Handajani selaku dosen wali atas motivasi dan dukungan yang telah diberikan.
5. Seluruh staf pengajar atas ilmu yang telah diberikan.
6. Ibu tercinta atas doa dan dukungan baik moral maupun spiritual demi terselesaikannya skripsi ini
7. Teman-teman kimia angkatan 2008, 2009, 2010 serta teman-teman CSSMoRA Unair yang selalu memberi motivasi pada penulis untuk menyelesaikan skripsi ini.

8. Pak Khotib, Pak Arifin, Kharis UB serta semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu yang banyak memberikan bantuan, saran, dan pengalamannya.

Skripsi ini disusun untuk memenuhi persyaratan akademis pendidikan sarjana dalam bidang kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga. Penulis 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,

Afiyan Kristiono

**Kristiono, Afiyan, 2012, Aktivitas Katalitik Dolomit Gresik Sebagai Katalis Heterogen Dalam Produksi Biodiesel Dari Minyak Jarak Pagar, Skripsi ini dibawah bimbingan Abdulloh, S.Si., M.Si. dan Alfa Akustia Widati, S.Si., M.Si., Departemen Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga, Surabaya.**

---

### ABSTRAK

Pada penelitian ini, katalis basa padat CaO yang diperoleh dari dolomit Gresik dikalsinasi pada suhu 850°C. Hasil karakterisasi dengan difraksi sinar-X (XRD) menunjukkan terbentuknya CaO dengan adanya puncak yang khas dari katalis CaO yaitu pada  $2\theta = 32,2^\circ$ ;  $37,3^\circ$ ;  $53,8^\circ$ ; dan  $64,1^\circ$ . Uji situs basa katalis diperoleh jumlah situs basa sebesar 109,9 mmol/g dan rentang kekuatan basa pada  $7,2 < H_- < 18,4$ . Aktivitas katalis diuji pada reaksi transesterifikasi minyak jarak pagar dan metanol dengan rasio molar metanol/minyak 30:1, jumlah katalis 1% berat jumlah minyak, suhu reaksi 65°C, dan waktu reaksi selama 1, 2, 3, 4, dan 5 jam. Hasil metil ester tertinggi diperoleh pada waktu reaksi 5 jam dengan hasil sebesar 18,0%.

*Kata kunci: CaO, dolomit Gresik, aktivitas katalitik*



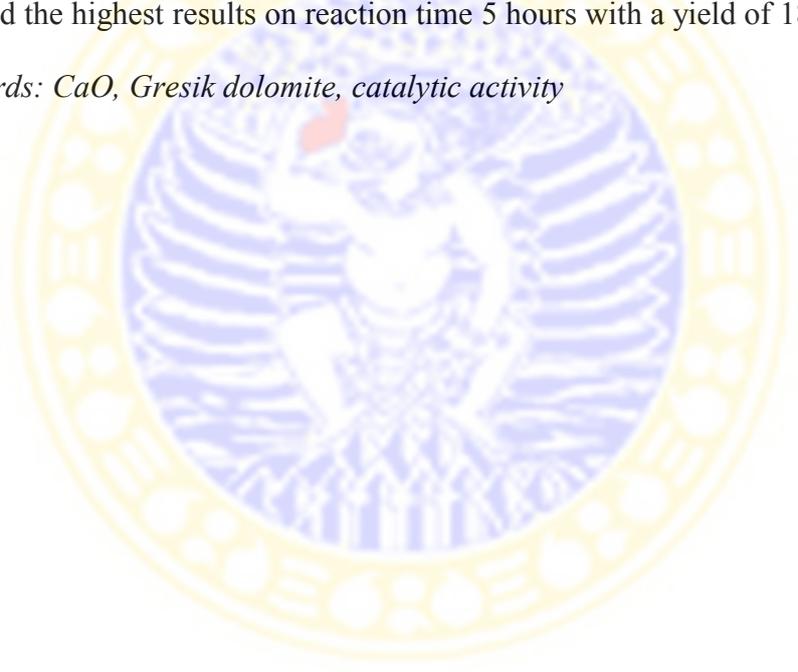
**Kristiono, Afiyan, 2012, The Catalytic Activity of Gresik Dolomite As Heterogeneous Catalyst in Biodiesel Production From *Jatropha curcas* Oil. This Script was under consulted by Abdulloh, S.Si., M.Si. dan Alfa Akustia Widati, S.Si., M.Si., Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology of Airlangga University, Surabaya.**

---

### ABSTRACT

In this study, CaO solid base catalysts derived from Gresik dolomite were calcined at 850°C. The results of characterization by X-ray diffraction (XRD) showed the formation of CaO in the presence of characteristic peaks of CaO catalyst is at  $2\theta = 32,2^\circ$ ;  $37,3^\circ$ ;  $53,8^\circ$ ; and  $64,1^\circ$ . The basic site tests of catalyst were obtained number of basic sites of 109,9 mmol/g and the range of the basic strength sites of  $7,2 <H_+ < 18,4$ . The catalyst activity was tested in the transesterification of *Jatropha curcas* oil and methanol with a molar ratio of methanol/oil 30:1, catalyst amount of 1% by weight the amount of oil, reaction temperature 65°C, and reaction time for 1, 2, 3, 4, and 5 hours. Methyl ester obtained the highest results on reaction time 5 hours with a yield of 18,0%.

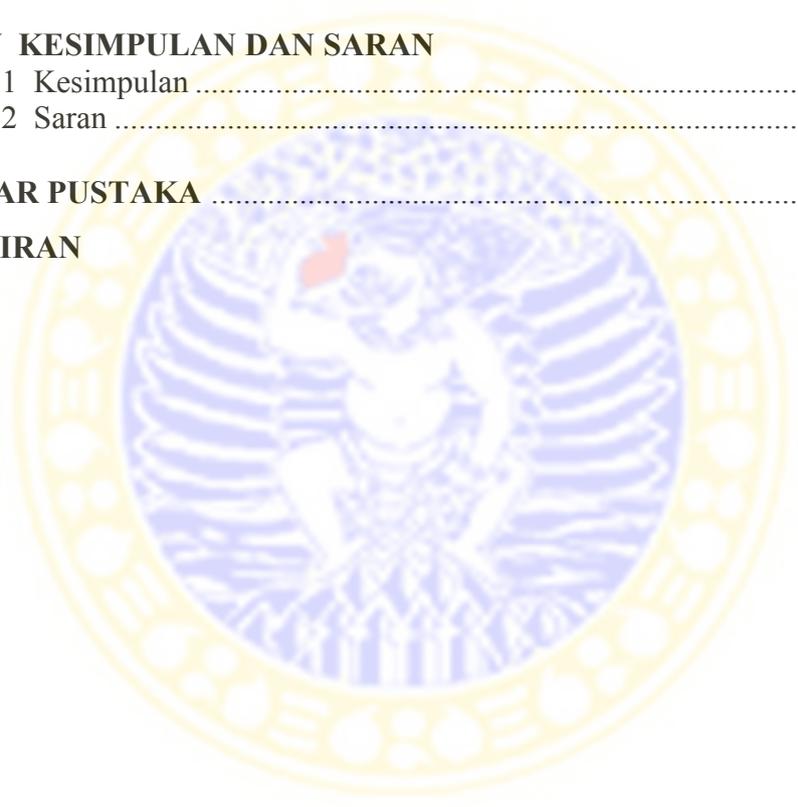
*Keywords: CaO, Gresik dolomite, catalytic activity*



## DAFTAR ISI

	Halaman
<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	i
<b>HALAMAN PERNYATAAN</b> .....	ii
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	iii
<b>LEMBAR PEDOMAN PENGGUNAAN SKRIPSI</b> .....	iv
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	v
<b>ABSTRAK</b> .....	vii
<b>ABSTRACT</b> .....	viii
<b>DAFTAR ISI</b> .....	ix
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	xi
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	xii
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	xiii
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang Masalah .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	4
1.3 Tujuan Penelitian .....	4
1.4 Manfaat Penelitian .....	5
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1 Jarak Pagar ( <i>Jatropha curcas</i> L.) .....	6
2.2 Dolomit .....	8
2.3 Biodiesel .....	9
2.4 Katalis .....	10
2.5 Reaksi Transesterifikasi .....	12
2.6 Fluorescence Sinar-X (XRF) .....	13
2.7 Difraksi Sinar-X (XRD) .....	14
2.8 Situs Basa .....	16
2.9 <i>Gas Chromatography-Mass Spectrometry</i> (GC-MS) .....	18
<b>BAB III METODE PENELITIAN</b>	
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian .....	21
3.2 Sampel, Bahan, dan Alat Penelitian .....	21
3.3 Prosedur Penelitian .....	22
3.3.1 Diagram alir penelitian .....	22
3.3.2 Preparasi dolomit sebagai katalis .....	23
3.3.3 Analisis fluorescence sinar-X(XRF) .....	23
3.3.4 Analisis difraksi sinar-X(XRD) .....	23
3.3.5 Pembuatan larutan asam oksalat 0,1 N .....	23
3.3.6 Pembuatan larutan KOH 0,1 N .....	24
3.3.7 Pembakuan larutan KOH dengan asam oksalat .....	24
3.3.8 Analisis situs basa .....	24
3.3.8.1 Jumlah situs basa .....	24

3.3.8.2 Kekuatan situs basa.....	24
3.3.9 Penurunan bilangan asam minyak jarak pagar .....	25
3.3.10 Analisis bilangan asam .....	25
3.3.11 Reaksi transesterifikasi minyak jarak pagar dengan katalis dolomit .....	26
3.3.12 Penentuan kadar biodiesel .....	26
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN</b>	
4.1 Preparasi Dolomit Gresik sebagai Katalis .....	28
4.2 Reaksi Bertahap Produksi Biodiesel .....	34
4.3 Aktivitas Katalitik Dolomit Gresik .....	41
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN</b>	
5.1 Kesimpulan .....	43
5.2 Saran .....	43
<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	44
<b>LAMPIRAN</b>	

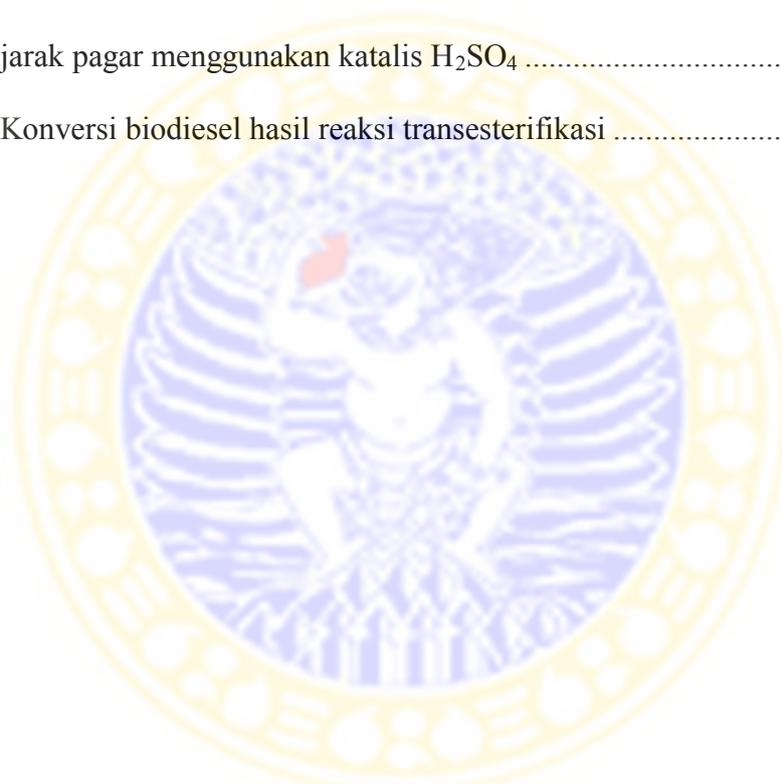


## DAFTAR GAMBAR

Nomor	Judul Gambar	Halaman
2.1	Jarak pagar ( <i>Jatropha curcas</i> L.) .....	7
2.2	Struktur kristal dolomit .....	9
2.3	Diagram skema instrumen XRF .....	14
2.4	GC-MS .....	19
4.1	CaO.MgO .....	29
4.2	Difraktogram dolomit Gresik sebelum dan sesudah dikalsinasi .....	31
4.3	Hasil uji kekuatan situs basa dengan indikator Hammett .....	33
4.4	Rangkaian alat refluks .....	35
4.5	Hasil pemisahan dengan corong pisah .....	36
4.6	Mekanisme pengaruh asam lemak bebas pada CaO yang digunakan sebagai katalis untuk reaksi transesterifikasi minyak nabati .....	37
4.7	Mekanisme reaksi transesterifikasi .....	40

**DAFTAR TABEL**

Nomor	Judul Tabel	Halaman
4.1	Komponen unsur dolomit Gresik .....	28
4.2	Sifat kalsium dan magnesium .....	30
4.3	Hasil pengukuran bilangan asam biodiesel hasil esterifikasi minyak jarak pagar menggunakan katalis $H_2SO_4$ .....	38
4.4	Konversi biodiesel hasil reaksi transesterifikasi .....	41



## DAFTAR LAMPIRAN

Nomor	Judul Lampiran
1	Hasil karakterisasi XRD
2	JCPDS CaO dan $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$
3	Hasil karakterisasi XRF
4	Hasil karakterisasi GC-MS
5	Pembakuan larutan KOH 0,1 N dengan larutan $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0,1 N
6	Perhitungan bilangan asam minyak jarak pagar
7	Perhitungan bilangan asam minyak jarak pagar setelah diturunkan melalui reaksi esterifikasi dengan $\text{H}_2\text{SO}_4$
8	Penentuan jumlah situs basa
9	Perhitungan konversi biodiesel

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang Masalah

Energi memiliki peran besar dalam kehidupan manusia. Standar hidup dan tingkat kemakmuran dari sebuah negara dapat dilihat dari tingkat penggunaan energi. Berdasarkan data energi dunia, 80% energi yang kita gunakan berasal dari bahan bakar fosil seperti minyak (36%), gas alam (21%), dan batu bara (23%). Sumber-sumber energi tersebut merupakan sumber energi *non renewable* yang dalam waktu tidak lama akan habis (Alias, 2005).

Sejak lima tahun terakhir, Indonesia mengalami penurunan produksi minyak nasional akibat cadangan minyak pada sumur-sumur produksi menurun secara alamiah. Padahal jumlah penduduk yang terus meningkat akan menyebabkan peningkatan akan kebutuhan sarana transportasi dan aktivitas industri.

Bahan bakar minyak berasal dari minyak bumi yang merupakan sumber energi fosil yang tidak dapat diperbarui (*unrenewable*). Berdasarkan hasil penelitian, penggunaan BBM dapat menimbulkan dampak pencemaran lingkungan serta sebagai pemicu terjadinya fenomena pemanasan global (*global warming*) (Hoel and Snorre, 1996).

Tuntutan kebutuhan energi, penipisan jumlah sumber bahan bakar fosil dan peningkatan polusi lingkungan mengharuskan dunia berpikir serius dalam menemukan sumber energi alternatif. Konsep dasar dalam penemuan energi alternatif harus mempertimbangkan ketahanan, dapat diperbaharui, dan

kemampuannya dalam mengurangi polusi. Dalam kenyataannya energi alternatif adalah sesuatu apapun yang lain yang dapat menghasilkan energi selain pembakaran fosil.

Melihat kondisi tersebut, pemerintah telah mengeluarkan Peraturan Pemerintah Republik Indonesia No 5 tahun 2006 tentang Kebijakan Energi Nasional untuk mengembangkan sumber energi alternatif sebagai pengganti BBM. Kebijakan tersebut menetapkan sumber daya yang dapat diperbarui seperti bahan bakar nabati sebagai alternatif pengganti BBM. Bahan bakar berbasis nabati diharapkan dapat mengurangi pencemaran lingkungan. Disamping itu, bahan bakar berbasis nabati juga dapat mengatasi terjadinya kelangkaan BBM sehingga kebutuhan akan bahan bakar dapat terpenuhi.

Salah satu contoh bahan bakar nabati adalah biodiesel. Biodiesel merupakan salah satu bahan bakar pengganti diesel yang dibuat dari minyak nabati. Biodiesel dapat dibuat dari sumber hayati yang melimpah di Indonesia yaitu biji tanaman jarak pagar (*Jatropha curcas* L.), kedelai (*Soy bean*), jagung (*Zea mays*), dan lain sebagainya. Jarak pagar (*Jatropha curcas* L.) merupakan tumbuhan semak berkayu yang banyak ditemukan di daerah tropik.

Biodiesel adalah komponen mono alkil ester yang dapat diproduksi melalui proses transesterifikasi antara minyak dan alkohol. Reaksi transesterifikasi dapat dikatalis baik dengan katalis homogen (asam atau basa) maupun katalis heterogen (asam, basa, atau enzimatis). Sampai saat ini metode pembuatan biodiesel dari minyak nabati melalui proses transesterifikasi masih dipandang sebagai metode yang paling menguntungkan (Moser, 2009).

Katalis homogen menyediakan kecepatan suatu reaksi berjalan lebih cepat daripada katalis heterogen. Namun, biaya untuk memisahkan katalis homogen dari campuran reaksi sangat tinggi. Selain itu, katalis homogen hanya dapat digunakan untuk sekali reaksi, memerlukan proses *loading-unloading* serta harus dinetralisir terlebih dahulu sebelum sisa hasil reaksi dibuang ke lingkungan. Berbeda dengan katalis homogen, katalis heterogen lebih mudah dipisahkan dari produk cair serta dapat didesain untuk memberikan aktivitas yang lebih tinggi, selektif, dan *lifetime* yang lebih lama (Liu *et al.*, 2007).

Sejumlah *solid base* telah banyak dimanfaatkan dalam berbagai reaksi seperti *potassium-alumina*, *solid K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>-alumina*, dan strontium oksida. Beberapa publikasi juga telah mematenkan aktivitas transesterifikasi dari magnesium oksida, dan magnesia-alumina yang dikombinasi dengan oksida (Martyanov and Abdelhamid, 2008). Dalam penelitian, Zhu *et al.*, (2006) memperoleh konversi 93% dari *jatropha curcas oil* yang menggunakan CaO sebagai katalis. Kouzu *et al.*, (2007) melaporkan konversi *soybean oil* sebesar 93% dengan katalis CaO, 12% dengan katalis Ca(OH)<sub>2</sub>, dan 0% dengan katalis CaCO<sub>3</sub> dengan waktu reaksi selama 1 jam

Namun, katalis-katalis heterogen yang telah dilaporkan diatas seperti CaO ataupun lainnya merupakan katalis heterogen sintesis yang memiliki kekurangan dari segi ekonomis sehingga perlu dilakukan terobosan baru untuk menemukan atau memanfaatkan mineral-mineral alam yang mampu berfungsi sebagaimana katalis-katalis sintesis tersebut. Salah satu mineral alam yang mengandung CaO namun belum banyak dimanfaatkan sebagai katalis heterogen adalah dolomit.

Dolomit adalah mineral yang berasal dari alam yang mengandung unsur hara magnesium dan kalsium berbentuk tepung dengan rumus kimia  $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$  (Warren, 2000). Dolomit banyak ditemukan di daerah pegunungan atau perbukitan dan kelimpahannya di Indonesia pun sangat besar. Salah satu kota yang memiliki mineral dolomit yang cukup melimpah adalah kota Gresik, Jawa timur. Keberadaan mineral alam di daerah ini masih belum banyak dimanfaatkan secara optimal terutama sebagai bahan katalis.

Penelitian ini dilakukan untuk mempelajari aktivitas katalitik dolomit Gresik sebagai katalis heterogen dalam produksi biodiesel dari minyak jarak pagar (*Jatropha curcas* L.). Pemahaman lebih lanjut mengenai aktivitas katalitik sangat diperlukan dalam dunia industri.

## 1.2 Perumusan Masalah

Dari latar belakang diatas maka dapat dirumuskan masalah sebagai berikut:

1. Apakah dolomit Gresik dapat dimanfaatkan sebagai sumber katalis CaO ?
2. Bagaimanakah aktivitas katalitik dolomit Gresik sebagai katalis heterogen dalam produksi biodiesel dari minyak jarak pagar?

## 1.3 Tujuan Penelitian

1. Memanfaatkan dolomit Gresik sebagai sumber katalis CaO.
2. Mengetahui aktivitas katalitik dolomit Gresik sebagai katalis heterogen dalam produksi biodiesel dari minyak jarak pagar.

#### 1.4 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi ilmiah tentang aktivitas katalitik dolomit Gresik sebagai katalis heterogen dalam produksi biodiesel dari minyak jarak pagar (*Jatropha curcas* L.) sekaligus penggunaan mineral dolomit sebagai katalis yang dapat dimanfaatkan di berbagai kebutuhan industri.



## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Jarak Pagar (*Jatropha curcas* L.)

Jarak pagar (*Jatropha curcas* L.) adalah pohon atau semak besar asli Amerika tropis. Namun, tanaman ini sering ditemukan dan dimanfaatkan di seluruh daerah tropis dan sub tropis dunia. Tanaman ini dilaporkan telah diperkenalkan ke Asia dan Afrika oleh bangsa Portugis sebagai tanaman yang menghasilkan minyak. Jarak pagar adalah tanaman yang tahan terhadap lingkungan yang kering atau gersang, pertumbuhan cepat, perkembangbiakan yang mudah dan cepat (baik dengan biji atau stek) serta kegunaan yang luas sehingga penyebaran jarak pagar jauh melampaui tempat asalnya. Penyebaran terdahulu menunjukkan tanaman ini paling banyak di daerah tropis kering.

Jenis jarak pagar terdapat sekitar 175 spesies di dunia. Jarak pagar merupakan tanaman yang tahan dengan daerah yang kering, semi kering, curah hujan rendah (400 mm) hingga curah hujan tinggi (1200 mm) dan dapat dibudidayakan di tanah yang lembek, berbatu, berkerikil, berpasir, berkapur, garam, dan miring. Kebutuhan kesuburan dan tingkat kelembapan yang rendah serta dapat hidup selama 40-50 tahun.

Bagian-bagian tertentu dari jarak pagar dapat digunakan dalam preparasi obat. Kulit tanaman ini dapat digunakan sebagai bahan baku pewarna, kulit biji setelah pengepresan minyak digunakan sebagai bio-pupuk untuk pengayaan tanah, biji dan daun dapat digunakan sebagai insektisida atau pestisida.

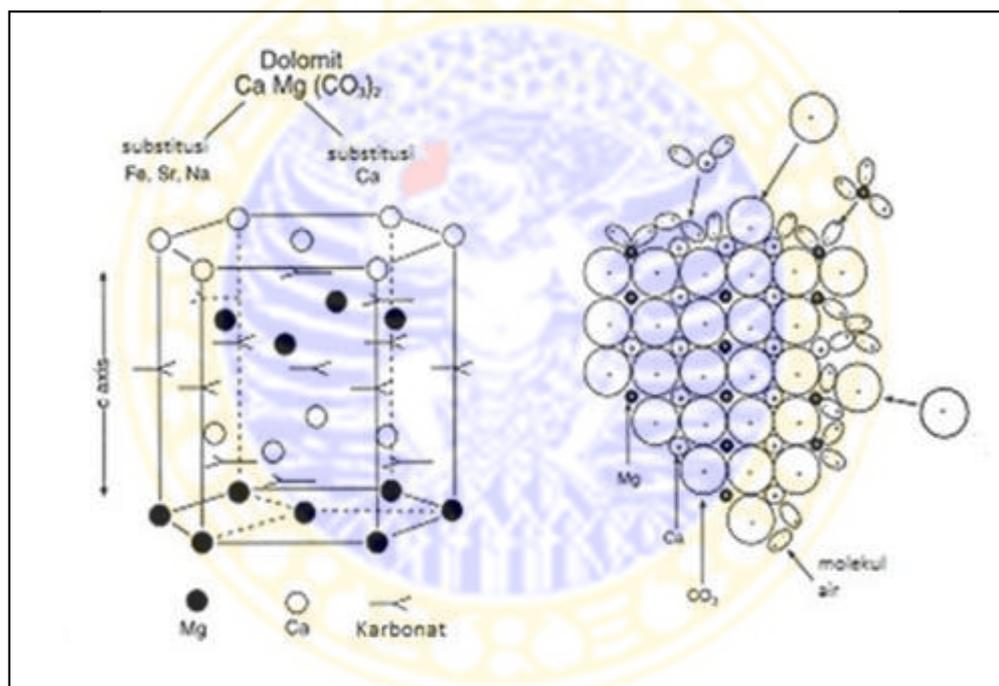


Jarak pagar dipandang menarik sebagai sumber biodiesel karena kandungan minyaknya yang tinggi, tidak berkompetisi untuk pemanfaatan lain (misalnya jika dibandingkan dengan kelapa sawit atau tebu), dan memiliki karakteristik agronomi yang sangat menarik. Kandungan minyak bijinya dapat mencapai 63%, melebihi kandungan minyak biji kedelai (18%), *linseed* (33%), rapa (45%), bunga matahari (40%) atau inti sawit (45%). Minyak jarak pagar didominasi oleh asam oleat (34,3%), asam linoleat (29%), asam palmitat (14,1%) dan asam stearat (3,7%) (Berchmans and Shizoku, 2007).

## 2.2 Dolomit

Dolomit adalah mineral yang berasal dari alam yang mengandung unsur hara magnesium dan kalsium berbentuk tepung dengan rumus kimia  $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ . Dolomit termasuk rumpun mineral karbonat. Mineral dolomit murni secara teoritis mengandung 45,6%  $\text{MgCO}_3$  atau 21,9%  $\text{MgO}$  dan 54,3%  $\text{CaCO}_3$  atau 30,4%  $\text{CaO}$ . Rumus kimia mineral dolomit dapat ditulis meliputi  $\text{CaCO}_3 \cdot \text{MgCO}_3$ ,  $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$  atau  $\text{Ca}_x\text{Mg}_{1-x}\text{CO}_3$ , dengan nilai  $x$  lebih kecil dari satu. Dolomit di alam jarang yang murni, karena umumnya mineral ini selalu terdapat bersama-sama dengan batu gamping, kwarsa, rijang, pirit, dan lempung. Dalam mineral dolomit terdapat juga pengotor, terutama ion besi.

Dolomit ideal mempunyai sebuah kisi kristal yang mengandung lapisan berselang-seling antara Ca dan Mg, dipisahkan oleh lapisan CO dan secara khusus komposisi Ca dan Mg memiliki proporsi yang sama jika direpresentasikan secara stoikiometri (Warren, 2000). Dolomit dikenal sebagai salah satu jenis



digunakan sebagai bahan bakar alternatif (Zhu *et al*, 2006). Biodiesel memiliki titik didih yang tinggi dan tekanan uap yang rendah dengan massa jenis sebesar  $0,8 \text{ g/cm}^3$  lebih kecil dibandingkan air.

Kelebihan yang dimiliki biodiesel dibandingkan dengan bahan bakar biasa (solar) adalah dapat mengurangi emisi  $\text{CO}_2$ , bebas sulfur dan bensen yang karsinogenik, sehingga biodiesel merupakan bahan bakar yang lebih bersih dan lebih mudah ditangani dibandingkan solar, efisiensi pembakaran yang lebih baik serta tingkat toksisitasnya lebih rendah. Biodiesel tidak menambah efek rumah kaca seperti halnya solar karena karbon yang dihasilkan masih dalam siklus karbon. Biodiesel mengandung oksigen sehingga *flash point*nya lebih tinggi daripada solar sehingga mudah terbakar, tidak menghasilkan uap yang membahayakan pada suhu kamar maka biodiesel lebih aman daripada solar dalam penyimpanan dan penggunaannya (Nuryono, 2010).

#### 2.4 Katalis

Katalis adalah suatu substansi yang dapat menambah kecepatan dari suatu reaksi kimia tanpa mengubah katalis itu sendiri. Dengan kata lain, semua katalis yang ditambahkan pada awal suatu reaksi secara kimia tidak akan mengubah keadaannya setelah reaksi berlangsung. Meskipun katalis bukan bagian dari reaksi secara keseluruhan, katalis ikut terlibat dengan jalan mengubah mekanisme reaksi yang dikatalisnya. Katalis menyediakan jalan untuk menghasilkan energi aktivasi yang lebih rendah dibandingkan reaksi yang tanpa katalis. Dengan energi yang lebih rendah, reaksi akan berjalan lebih cepat (Brady and John, 1996).

Katalis dapat diklasifikasikan menjadi dua jenis yaitu katalis homogen dan katalis heterogen. Pada katalis homogen, katalis berada pada fase yang sama dengan pereaksi dalam reaksi yang dikatalisnya. Sedangkan katalis heterogen ada dalam fase yang berbeda, biasanya suatu padatan (Zumdahl and Susan, 2007).

Katalisis heterogen sering melibatkan reaktan gas yang teradsorpsi pada permukaan katalis padat. Adsorpsi mengacu pada pengumpulan satu substansi pada permukaan substansi yang lain, adsorpsi mengacu pada penetrasi suatu substansi menjadi substansi yang lain.

Salah satu contoh penting dari katalisis heterogen terjadi pada hidrogenasi hidrokarbon tak jenuh, terutama terdiri dari senyawa karbon dan hidrogen dengan beberapa karbon yang memiliki ikatan rangkap. Hidrogenasi adalah suatu proses industri penting yang digunakan untuk mengubah lemak tak jenuh, misalnya minyak, menjadi lemak jenuh (lemak padat seperti Crisco) di mana ikatan  $C=C$  dikonversi menjadi  $C-C$  melalui adisi hidrogen.

Dalam prosesnya, katalisis heterogen melibatkan empat langkah:

1. Adsorpsi dan aktivasi reaktan
2. Migrasi dari reaktan teradsorpsi di permukaan
3. Reaksi dari zat teradsorpsi
4. Pelepasan atau desorpsi produk

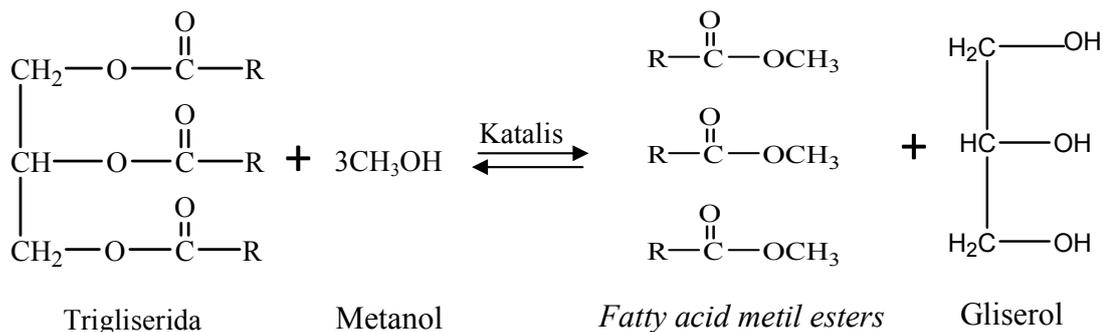
Suatu katalis homogen ada dalam fase yang sama sebagai molekul reaksi. Ada banyak contoh baik dalam fase gas maupun fase cair. Salah satu contoh reaksi katalitik yang biasa kita jumpai adalah oksida nitrat terhadap ozon. Di troposfer, bagian dari atmosfer yang paling dekat dari bumi, oksida nitrat

mengkatalisis produksi ozon. Namun, di lapisan atmosfer yang lebih tinggi oksida nitrit mengkatalisis dekomposisi ozon. Kedua peristiwa ini secara lingkungan tidak menguntungkan (Zumdahl and Susan, 2007).

## 2.5 Reaksi Transesterifikasi

Transesterifikasi adalah konversi dari suatu ester menjadi bentuk ester yang lain dengan mereaksikan alkohol dalam kondisi asam atau basa (Baker *et al.*, 1992). Pertukaran bagian alkohol dari suatu ester dapat dicapai dalam larutan asam atau basa oleh suatu reaksi reversibel antara ester dan alkohol. Reaksi transesterifikasi ini beranalogi langsung dengan hidrolisis dalam asam atau basa. Karena reaksi itu reversibel, biasanya digunakan alkohol awal secara berlebihan (Fessenden and Joan, 1992).

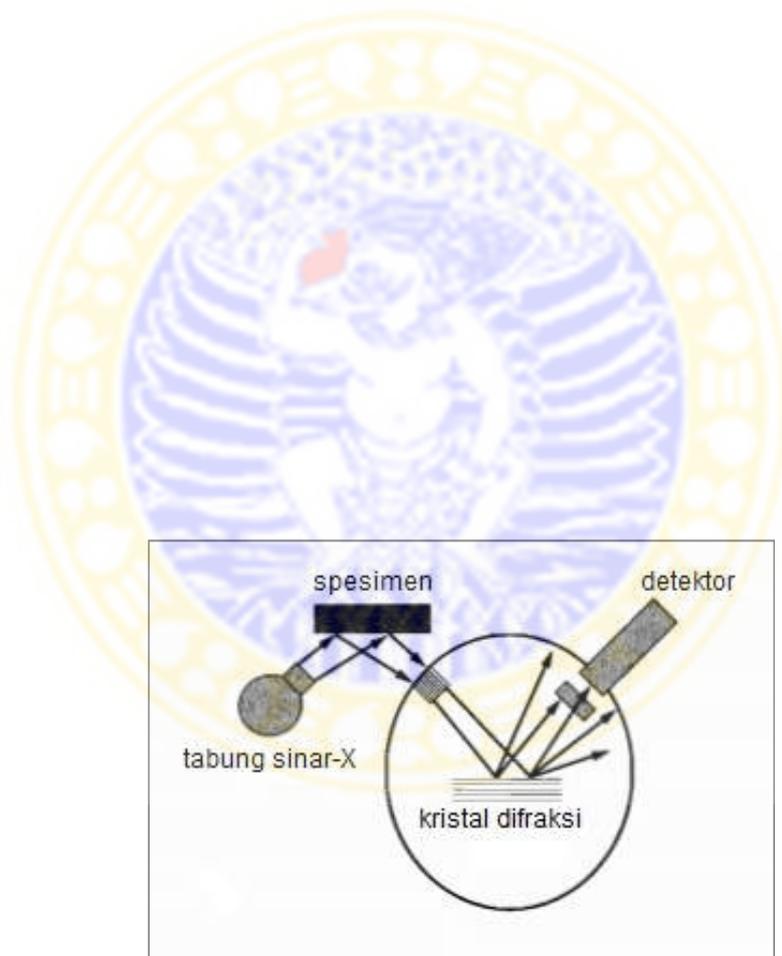
Transesterifikasi minyak jarak merupakan reaksi trigliserida dari minyak dengan alkohol sehingga dihasilkan ester dan gliserol. Sampai saat ini, metode pembuatan biodiesel dari minyak nabati melalui proses transesterifikasi masih dipandang sebagai metode yang paling menguntungkan. Beberapa alkohol yang dapat digunakan dalam reaksi transesterifikasi adalah metanol, etanol, propanol, butanol, dan amil alkohol. Diantara alkohol tersebut yang paling sering digunakan adalah metanol karena murah dan memiliki rantai karbon yang lebih pendek (Demirbas, 2005). Persamaan reaksi transesterifikasi antara minyak jarak dengan metanol dapat dituliskan sebagai berikut (Chouhan and Sarma, 2011):



## 2.6 Fluorescence Sinar-X (XRF)

Fluorescence sinar-X (XRF) adalah suatu metode spektrometri atom yang berdasarkan pada deteksi emisi radiasi sinar-X dari eksitasi atom. Metode ini meliputi proses dua tahap yang dimulai dengan eksitasi elektron pada orbital dalam dari suatu atom. Ruang kosong yang dihasilkan tersebut kemudian diisi oleh elektron pada orbital lebih luar. Tahap kedua adalah transisi dari elektron yang terletak pada orbital luar menuju orbital elektron dalam. Proses transisi disertai dengan emisi suatu foton sinar-X. Perpendaran foton adalah karakteristik dari unsur dan sebanding terhadap perbedaan energi antara tingkat energi dua elektron. Karena perbedaan energi adalah selalu sama untuk tingkat energi yang diberikan, unsur dapat diidentifikasi dengan mengukur energi dari emisi foton. Selanjutnya, intensitas dari emisi foton menentukan konsentrasi unsur. Oleh karena itu pengukuran energi foton memberikan indentifikasi unsur dan intensitas emisi foton memberikan suatu ukuran jumlah dari unsur.

Ada dua metode berbeda dalam hal sinar-X yang dideteksi yaitu spektrometer sinar-X energi-dispersif dan spektrometer sinar-X panjang gelombang-dispersif. Proses analisis dimulai dengan eksitasi dan jumlah sumber



0,5-2,5 Å dan energi  $\pm 10^7$  eV), yakni pengukuran radiasi sinar-X yang terdifraksi oleh bidang kristal. Penghamburan sinar-X oleh unit-unit padatan kristalin, akan menghasilkan pola-pola difraksi yang digunakan untuk menentukan susunan partikel pada kisi padatan.

Kegunaan metode ini adalah untuk menentukan struktur dan identifikasi kristal. Penentuan struktur meliputi bentuk dan ukuran sel suatu kristal, pengindeksan bidang kristal, dan jumlah atom per sel satuan. Sedangkan untuk identifikasi kristal meliputi penentuan kemurnian hasil sintesis dan deteksi senyawa baru. Dasar dari analisis kimia adalah bahwa setiap jarak antar bidang kristal ( $d$ ) karakteristik untuk senyawa tertentu. Pola difraksi pada setiap materi akan berbeda satu sama lain sehingga dapat digunakan untuk identifikasi dan memberikan informasi mengenai kesimetrian serta ukuran unit-unit molekuler (Nuryono, 2010).

Proses difraksi sinar-X dipelajari oleh Bragg, yakni jika dua berkas sinar yang paralel mengenai bidang-bidang kristal yang sama dengan jarak antar bidang ( $d$ ), maka perbedaan jarak yang ditempuh oleh kedua sinar tersebut berbanding langsung dengan panjang gelombangnya. Pernyataan Bragg dinyatakan sebagai berikut:

$$n \lambda = 2 d \sin \theta \quad (2.1)$$

dengan :  $\lambda$  = panjang gelombang sinar-X

$d$  = jarak antar bidang (*interplanar distances*)

$\theta$  = sudut difraksi.

Metode difraksi sinar-X dibagi menjadi dua, yaitu metode kristal tunggal dan metode serbuk. Dalam penelitian ini menggunakan metode serbuk (*powder method*), yang menggunakan sampel berbentuk serbuk sehingga terdiri dari banyak kristal yang sangat kecil dan orientasi sampai tidak perlu diatur lagi karena semua orientasi bidang telah ada dalam sampel, dengan demikian hukum Bragg dapat terpenuhi. Metode ini lebih cepat dan lebih sederhana dibandingkan dengan metode kristal tunggal (Amalia, 2010).

Dalam penelitian ini, difraksi sinar-X digunakan untuk memberikan informasi tentang jenis mineral penyusun sampel yang ditunjukkan oleh daerah munculnya puncak  $2\theta$ -nya dengan data *JCPDS (Joint Comitte on Powder Diffraction Standards)* sehingga akan diketahui jenis mineral didalam sampel.

## 2.8 Situs Basa

Situs basa adalah kemampuan menerima proton atau mendonorkan pasangan elektron (basa Lewis). Sedangkan kekuatan basa ( $H_-$ ) dari permukaan katalis didefinisikan sebagai kemampuan permukaan katalis untuk mengubah suatu asam netral yang teradsorb pada basa konjugasinya, atau kemampuan permukaan katalis untuk mendonorkan sepasang elektron untuk asam yang tersadsorb. Jumlah situs asam pada katalis padat biasanya diekspresikan sebagai jumlah (atau mmol) situs basa per unit berat atau perunit luas permukaan padatan. Situs basa dari suatu katalis terkadang disebut juga “kebasaan”. Ada dua metode utama untuk mengukur jumlah dan kekuatan situs basa yaitu metode titrasi asam

benzoat menggunakan indikator dan metode adsorpsi gas asam (Tanabe *et al.*, 1989).

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 di mana 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 dan 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:

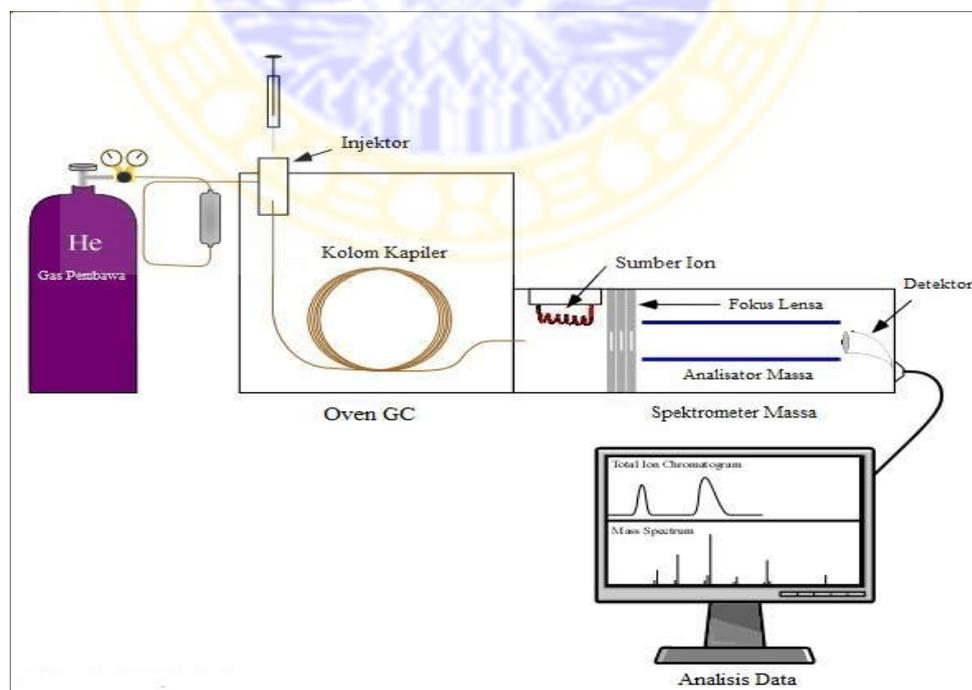
$$H_- = pK_{BH} + \log [B^-]/[BH]$$

Dimana  $[B^-]$  dan  $[BH]$  masing-masing adalah konsentrasi indikator dan basa konjugasinya, dan  $pK_{BH}$  adalah logaritma konstanta disosiasi dari indikator yang digunakan.

Indikator yang digunakan dalam penentuan situs basa adalah indikator Hammett yaitu *bromothymol blue* ( $pK_{BH} = 7.2$ ), *phenolphthalein* ( $pK_{BH} = 9.3$ ), *2,4-dinitro-aniline* ( $pK_{BH} = 15.0$ ), and *4-nitroaniline* ( $pK_{BH} = 18.4$ ) (Tanabe *et al.*, 1989). Jumlah situs-situs basa di ukur melalui titrasi dengan *phenolphthalein* (Kouzu, *et al.*, 2007). Indikator universal atau sistem pH tidak dapat digunakan dalam penentuan situs basa katalis karena sifat basa katalis disini merupakan basa Lewis bukan basa Arrhenius. Kekuatan situs basa bergantung pada kemudahan pelepasan proton dari reaksi yang dikatalisis dengan basa saat reaksi berlangsung. Reaksi reaktan dimana proton mudah dilepaskan akan menghasilkan situs basa yang lemah, dan reaksi reaktan dimana proton sulit dilepaskan akan menghasilkan situs basa yang kuat (Hattori, 2010).

## 2.9 Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS)

Kromatografi gas adalah teknik kromatografi yang bisa digunakan untuk memisahkan senyawa organik yang mudah menguap. Senyawa-senyawa yang dapat ditetapkan dengan kromatografi gas sangat banyak, namun ada batasan-batasannya. Senyawa-senyawa tersebut harus mudah menguap dan stabil pada temperatur pengujian, utamanya dari 50-300°C. Jika senyawa tidak mudah menguap atau tidak stabil pada temperatur pengujian, maka senyawa tersebut bisa diderivatisasi agar dapat dianalisis dengan kromatografi gas.



Mekanisme kerja GC adalah sebagai berikut. Gas dalam silinder baja bertekanan tinggi dialirkan melalui kolom yang berisi fasa diam. Cuplikan berupa campuran yang akan dipisahkan, biasanya dalam bentuk larutan, disuntikkan kedalam aliran gas tersebut. Kemudian cuplikan dibawa oleh gas pembawa ke dalam kolom dan di dalam kolom terjadi proses pemisahan. Komponen-komponen campuran yang telah terpisah satu persatu meninggalkan kolom. Suatu detektor diletakkan di ujung kolom untuk mendeteksi jenis maupun jumlah tiap komponen campuran. Hasil analisis direkam dengan rekorder dan dinamakan kromatogram yang terdiri dari beberapa peak. Jumlah peak yang dihasilkan menyatakan jumlah komponen (senyawa) yang terdapat dalam campuran. Bila suatu kromatogram terdiri dari 5 peak maka terdapat 5 senyawa atau 5 komponen dalam campuran tersebut. Sedangkan luas peak bergantung kepada kuantitas suatu komponen dalam campuran (Hendayana, 2006).

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

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

Penelitian ini akan dilakukan di Laboratorium Kimia Fisik Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga. Penelitian dilaksanakan pada bulan Februari sampai dengan Juli 2012.

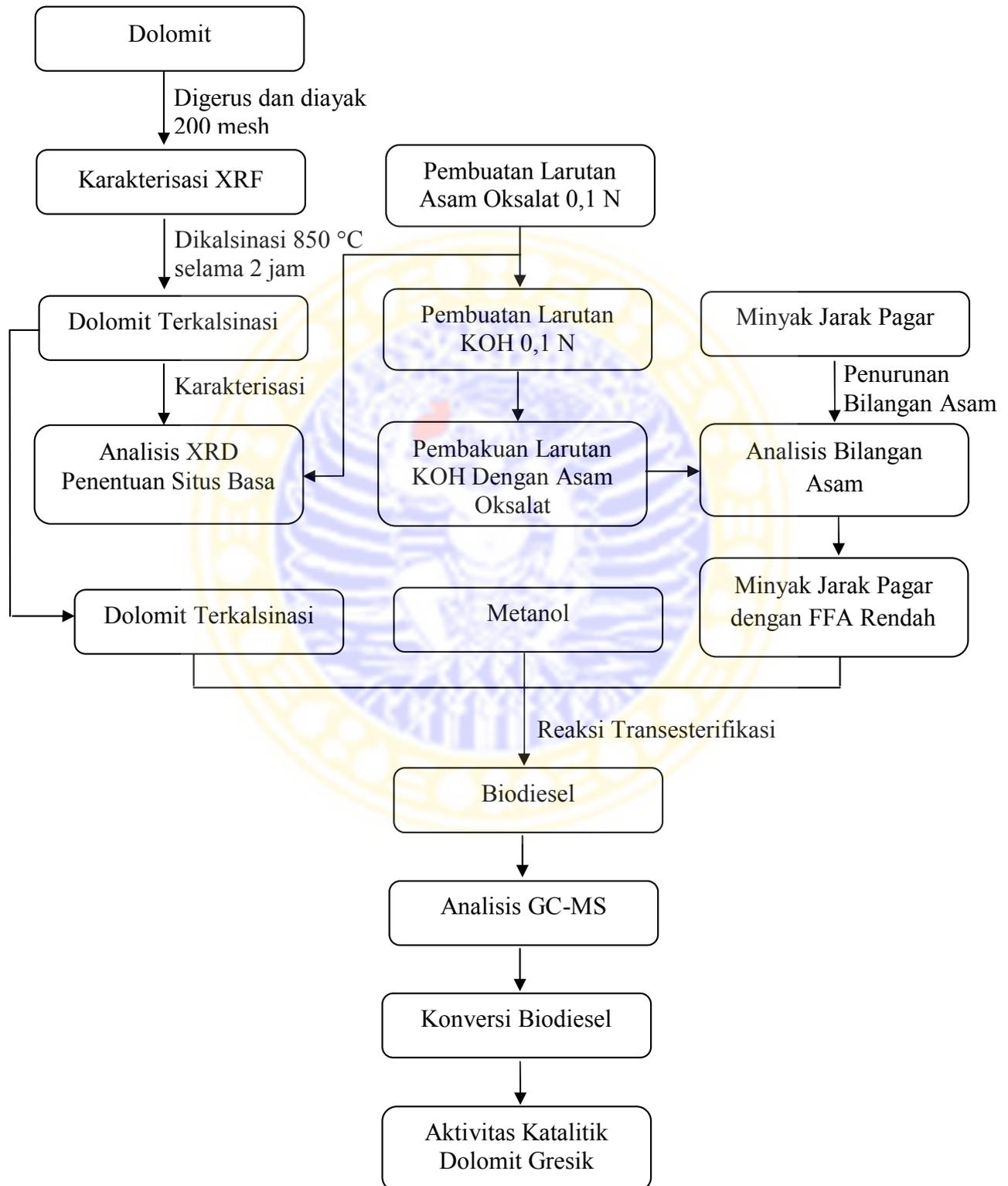
#### **3.2 Sampel, Bahan, dan Alat Penelitian**

Sampel yang digunakan adalah minyak jarak pagar yang diperoleh dari PTPN XII Jember dan mineral dolomit dari Gresik Jawa Timur. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah n-heksana 95% (Ajax Finechem Pty Ltd), methanol 99,9% (Merck), toluena 99,5% (Merck), asam oksalat 99,5% (Merck), *bromothymol blue*, *phenolphthalein*, *2,4-dinitro-aniline* 98% (Aldrich), *4-nitroaniline* 99% (Aldrich), metil heptadekanoat (Aldrich), n-heptana 99% (Merck), akuades, dan minyak goreng.

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat refluks, ember aluminium, labu alas bulat leher tiga, labu evaporasi, termometer, *sentrifuge*, pengaduk magnet, dan alat-alat gelas yang biasa dipakai di laboratorium.

### 3.3 Prosedur Penelitian

#### 3.3.1 Diagram alir penelitian



### 3.3.2 Preparasi dolomit sebagai katalis

Sebanyak 5,0 g dolomit yang telah dihaluskan ditimbang dalam cawan porselin. Selanjutnya dikalsinasi selama 2 jam pada suhu 850 °C.

### 3.3.3 Analisis Fluorescence sinar-X (XRF)

Analisis ini digunakan untuk mengetahui kandungan unsur yang terdapat dalam dolomit Gresik. Intensitas sinar-X karakteristik untuk setiap unsur yang sedang diselidiki ditentukan dengan cara merotasikan kristal dan detektor pada sudut  $\theta$  yang dibutuhkan untuk mendifraksi panjang gelombang karakteristik tersebut. Intensitas sinar-X kemudian diukur untuk setiap unsur pada standar yang telah diketahui konsentrasinya.

### 3.3.4 Analisis difraksi sinar-X (XRD)

Analisis ini bertujuan untuk mengetahui kandungan mineral dolomit Gresik berdasarkan basal spacing (pergeseran sudut  $\theta$ ). Untuk analisis ini sampel berbentuk bubuk yang ditempatkan pada permukaan tempat sampel kemudian dibuat difraktogram pada sudut  $2\theta = 0^\circ$  sampai dengan  $90^\circ$ . Data yang diperoleh dari analisis dengan difraksi sinar-X ini disajikan dalam bentuk grafik yang absis dan ordinatnya menyatakan sudut difraksi dan intensitas difraksi (Amalia, 2010).

### 3.3.5 Pembuatan larutan asam oksalat 0,1 N

Sebanyak 0,63 g asam oksalat dihidrat ( $C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$ ) ditimbang dengan teliti dalam gelas arloji yang telah diketahui beratnya. Zat tersebut dimasukkan dengan hati-hati ke dalam gelas piala 100 mL, gelas arloji dibilas dengan akuades sampai asam oksalat masuk ke dalam gelas piala secara kuantitatif. Tambahkan 25 mL akuades, aduk sampai larut.

Larutan tersebut dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 100 mL melalui corong kecil. Gelas piala dibilas dengan akuades beberapa kali hingga semua larutan asam oksalat secara kuantitatif masuk ke dalam labu ukur. Tambahkan akuades dalam labu ukur sampai tanda batas. Labu ditutup dan larutan dikocok dengan cara membolak-balik labu tersebut sampai larutan homogen.

### **3.3.6 Pembuatan larutan KOH 0,1 N**

Sebanyak 5,6 g KOH padat dimasukkan ke dalam gelas beker yang berisi 25 ml akuades dan diaduk sampai homogen. Larutan dipindahkan ke dalam labu ukur 1000 ml, lalu ditambahkan akuades sampai tanda batas, sehingga diperoleh KOH 0,1 N.

### **3.3.7 Pembakuan larutan KOH dengan asam oksalat**

Dipipet 10,0 mL larutan baku primer asam oksalat kemudian dimasukkan ke dalam labu titrasi. Tambahkan 2-3 tetes indikator pp. Larutan ini dititrasi dengan larutan KOH 0,1 N sampai terjadi perubahan warna dari tidak berwarna menjadi merah muda (rosa). Titrasi dilakukan 3 kali pengulangan atau lebih.

### **3.3.8 Analisis situs basa**

#### **3.3.8.1 Jumlah situs basa**

Sebanyak 0,05 g katalis dolomit dimasukkan kedalam labu titrasi. Kemudian ditambahkan 5,0 mL toluena dan 3 tetes indikator *phenolphthalein*. 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.

### 3.3.8.2 Kekuatan situs basa

Sebanyak 0,05 g katalis dolomit dimasukkan kedalam labu titrasi. Kemudian ditambahkan 5,0 mL toluena dan 2-3 tetes indikator yang digunakan dalam penentuan situs basa yaitu *bromothymol blue* ( $pK_{BH} = 7.2$ ), *phenolphthalein* ( $pK_{BH} = 9.3$ ), *2,4-dinitro-aniline* ( $pK_{BH} = 15.0$ ), and *4-nitroaniline* ( $pK_{BH} = 18.4$ ). Dari keempat indikator tersebut, yang memberikan perubahan warna merupakan rentang kekuatan basa.

### 3.3.9 Penurunan bilangan asam minyak jarak pagar

Sebanyak 57,6 g metanol dimasukkan kedalam labu alas bulat leher tiga. Kemudian ditambahkan  $H_2SO_4$  pekat sebanyak 0,516 g dan direfluks selama 15 menit. Setelah itu ditambahkan 51,6 g minyak jarak pagar dan direfluks selama 1 jam pada suhu  $50^\circ C$ . Selanjutnya campuran dimasukkan dalam corong pisah dengan menambahkan akuades dan n-heksana (1:1) untuk memisahkan katalis  $H_2SO_4$ , metanol dan minyak jarak pagar. Kemudian fasa n-heksana yang mengandung minyak jarak dipisahkan dan dievaporasi selama 15 menit pada suhu  $70^\circ C$  dengan menggunakan *rotary evaporator*.

### 3.3.10 Analisis bilangan asam

Sebanyak 1,0 g minyak jarak pagar yang telah diturunkan bilangan asamnya dimasukkan kedalam labu titrasi. Kemudian ditambahkan 5,0 mL etanol, 5,0 mL n-heksana dan 3 tetes indikator penolptalein. Larutan ini selanjutnya dititrasi dengan larutan KOH 0,1 N sampai terjadi perubahan warna dari tidak berwarna menjadi merah muda. Titrasi dilakukan 3 kali pengulangan atau lebih.

### 3.3.11 Reaksi transesterifikasi minyak jarak pagar dengan katalis dolomit

Sebanyak 0,086 g katalis dolomit dimasukkan kedalam labu alas bulat leher tiga. Kemudian ditambahkan metanol sebanyak 9,61 g dan direfluks selama 15 menit. Setelah itu ditambahkan 8,6 g minyak jarak pagar dan direfluks dengan variasi waktu 1; 2; 3; 4; 5 jam pada suhu 65°C. Selanjutnya campuran disentrifugasi dengan kecepatan 3000 rpm selama 10 menit untuk memisahkan katalis dan filtrat yang merupakan reaktan dan produk reaksi transesterifikasi. Selanjutnya filtrat dievaporasi selama 15 menit pada suhu 65°C dengan menggunakan *rotary evaporator* untuk menghilangkan sisa metanol yang tidak bereaksi.

### 3.3.12 Penentuan kadar biodiesel

Kadar atau konversi biodiesel di dalam produk dihitung dengan analisis GC-MS metode test EN 14103. Pertama, disiapkan 250,0 mg sampel dalam botol 10,0 mL, kemudian ditambahkan 5 mL larutan metil heptadekanoat dengan konsentrasi 10 mg/mL sebagai standart internal. Konsentrasi larutan metil heptadekanoat disiapkan dengan melarutkan 100 mg metil heptadekanoat kedalam 10 mL n-heptana.

Sebanyak 1 µL campuran sampel biodiesel dengan larutan tersebut disuntikkan ke dalam alat kromatografi gas yang dilengkapi *flame ionization detector* dan sebuah *capillary column* yang telah dijalankan pada suhu 220 °C. Setelah 4 menit periode isothermal, suhu operasi dinaikkan sampai 230 °C dengan laju 10 °C/menit dan dibiarkan selama 7,5 menit. Gas N<sub>2</sub> digunakan sebagai gas

pembawa dengan laju aliran 2 mL/menit, serta tekanan inlet 96 kPa. Kadar atau konversi biodiesel ditentukan mengikuti persamaan (Ruppel and Timon, 2008):

$$\text{Konversi biodiesel (\%)} = \frac{\sum A - A_s}{A_s} \times \frac{C_s V_s}{m} \times 100\% \quad (3.1)$$

Dengan  $\sum A$  = total area puncak metil ester ( $C_{14:0} - C_{24:1}$ ),  $A_s$  = area puncak larutan standart internal (metil heptadekanoat),  $C_s$  = konsentrasi larutan STD (10 mg/mL),  $V_s$  = volume larutan STD (5 mL), dan  $m$  = jumlah sampel (250 mg).



## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Preparasi Dolomit Gresik Sebagai Katalis

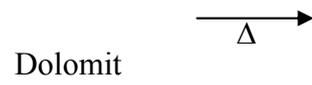
Sejumlah sampel dolomit yang diperoleh dari daerah Sekapuk Sidayu Gresik dihaluskan menggunakan mortar dan diayak dengan ukuran 200 mesh. Ukuran katalis dibuat lebih kecil menggunakan ayakan 200 mesh agar luas permukaan sentuh katalis lebih besar sehingga laju reaksinya akan semakin cepat (Silberberg, 2007). Analisis komponen unsur penyusun dolomit Gresik dilakukan dengan uji fluorescense sinar-X (XRF) dengan hasil yang tertera pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Komponen unsur dolomit Gresik

Unsur	Unit Konsentrasi
Mg	7,0 %
Ca	91,72 %
Mn	0,079 %
Fe	0,62 %
Ni	0,19 %
Cu	0,081 %
Yb	0,366 %

Dari Tabel 4.1 diketahui komponen utama penyusun dolomit Gresik adalah unsur kalsium (Ca) sebesar 91,72%. Kandungan kalsium yang besar dalam dolomit Gresik diharapkan dapat bertindak sebagai pengganti katalis CaO sintesis yang memiliki kekurangan dari segi ekonomis.

Untuk mendapatkan CaO, dolomit Gresik kalsinasi pada suhu 850°C . Beberapa proses yang terjadi selama kalsinasi antara lain hilangnya ikatan kimia dari molekul air atau CO<sub>2</sub>. Kalsinasi bertujuan untuk menghilangkan permukaan

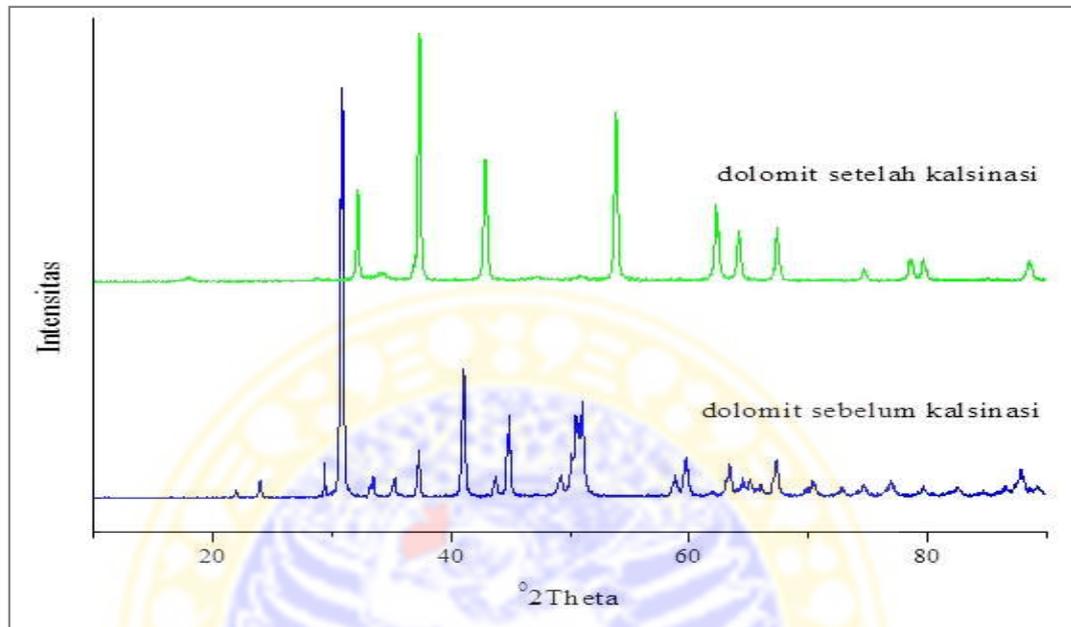


Tabel 4.2 Sifat kalsium dan magnesium (Sharpe, 1992)

Unsur	Mg	Ca
Nomor atom	12	20
Konfigurasi elektron	[Ne]3s <sup>2</sup>	[Ar]4s <sup>2</sup>
Massa molar	24,31	40,08
Jari-jari atom (Å)	1,60	1,97
Energi ionisasi pertama (kJ mol <sup>-1</sup> )	736	589
Energi ionisasi kedua (kJ mol <sup>-1</sup> )	1449	1144

Kereaktifan suatu unsur dipengaruhi oleh harga energi ionisasi. Energi ionisasi adalah energi yang dibutuhkan untuk melepas elektron yang terletak pada orbital atau kulit terluar. Semakin besar energi ionisasi, semakin sulit elektron terluar untuk dilepas sehingga kereaktifannya berkurang. Kalsium memiliki energi ionisasi pertama sebesar 589 kJ mol<sup>-1</sup> sedangkan magnesium memiliki energi ionisasi pertama sebesar 736 kJ mol<sup>-1</sup>. Dari harga energi ionisasi pertama tersebut, kalsium memiliki energi ionisasi yang lebih rendah dibandingkan magnesium sehingga kalsium lebih mudah melepas elektron terluarnya untuk bereaksi dengan unsur atau senyawa yang lain dibandingkan magnesium. Selain itu dalam logam alkali tanah kereaktifan suatu unsur bertambah sebanding dengan massa yang bertambah dalam satu golongan tersebut (Canham and Tina, 2006). Kalsium memiliki berat molekul 40,08 g/mol sedangkan magnesium hanya 24,31 g/mol sehingga dapat disimpulkan kalsium (CaO) lebih reaktif dibandingkan unsur magnesium (MgO).

Karakterisasi dolomit Gresik sebagai katalis meliputi uji difraksi sinar-X (XRD) dan uji situs basa. Karakterisasi menggunakan XRD bertujuan untuk mengetahui perubahan CaMg(CO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> yang ada dalam sampel dolomit Gresik menjadi CaO-MgO. Analisis XRD dapat dilihat dengan membandingkan harga 2θ



ditemukan puncak dengan intensitas sangat rendah pada  $2\theta = 28,6^\circ; 34,1^\circ; 47,1^\circ; 50,8^\circ$  yang merupakan puncak karakteristik dari  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  (Ngamcharussrivichai *et al.*, 2010).

Berdasarkan difraktogram di atas diketahui dolomit Gresik sebelum dikalsinasi mengalami pergeseran puncak  $2\theta$  dibandingkan dolomit yang telah dikalsinasi. Sampel dolomit Gresik yang telah dikalsinasi pada suhu  $850^\circ\text{C}$  menunjukkan adanya puncak karakteristik dari  $\text{CaO}$  sesuai dengan data JCPDS pada lampiran 2. Namun, sampel yang diperkirakan mengandung  $\text{CaO.MgO}$  murni ternyata masih terdapat puncak dari fasa lain yang muncul pada karakterisasi ini yaitu  $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$  dan  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ .

Dekarbonasi adalah suatu reaksi reversibel yang bergantung pada konsentrasi  $\text{CO}_2$  dalam atmosfer, tekanan parsial, komposisi dasar, dan ukuran partikel senyawa karbonat (Boynton, 1980). Disosiasi  $\text{CO}_2$  berjalan tahap demi tahap dari permukaan luar menuju kedalam. Pembentukan lapisan  $\text{CO}_2$  dipermukaan luar dapat terjadi ketika disosiasi dari dalam partikel berlangsung, memudahkan rekarbonasi dari  $\text{CaO}$  menjadi  $\text{CaCO}_3$  (Granados *et al.*, 2007).

Karakterisasi kedua sampel dolomit Gresik adalah uji situs basa. Uji situs basa meliputi penentuan jumlah dan kekuatan situs basa. Uji situs basa dilakukan dengan metode titrasi. Sebanyak 0,05 g katalis dolomit Gresik dilarutkan dalam 5 mL toluena dalam labu titrasi dan diberi 3 tetes indikator penolptalein. Selanjutnya sampel dititrasi dengan asam oksalat 0,1001 N sampai warna rosa tepat hilang (Kouzu, *et al.*, 2007). Dari titrasi yang dilakukan diperoleh volume



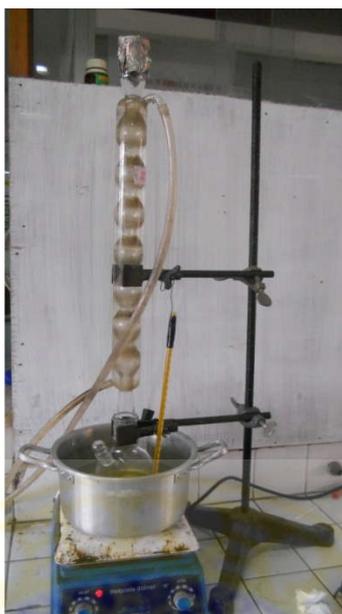
kekuatan basa katalis dolomit Gresik berada pada rentang  $7,2 < H_- < 18,4$ . Menurut Tanabe *et al.*, 1989, nilai jumlah dan rentang kekuatan situs basa  $7,2 < H_- < 18,4$  termasuk basa kuat untuk reaksi transesterifikasi.

## 4.2 Reaksi Bertahap Produksi Biodiesel

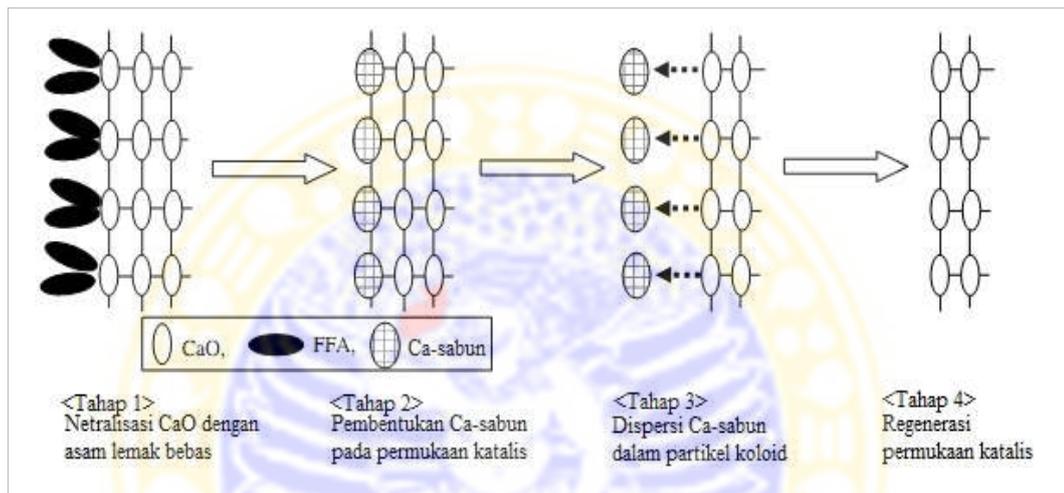
Minyak jarak pagar yang digunakan pada penelitian ini berasal dari PTPN XII Jember. Minyak jarak pagar ini berwarna kuning kental dan memiliki bilangan asam sebesar 23,3157 mgKOH/g. Perhitungan bilangan asam minyak jarak pagar terdapat pada Lampiran 6.

Langkah awal sebelum mereaksikan minyak jarak pagar (*Crude Jatropha Curcas Oil*) dengan katalis dolomit Gresik adalah esterifikasi asam. Tahap ini merupakan proses *pretreatment* utama untuk mengurangi kadar FFA (*Free Fatty Acids*) dalam minyak jarak pagar. FFA adalah asam-asam lemak bebas dalam minyak jarak pagar yang dapat menghalangi jalannya reaksi transesterifikasi dengan katalis dolomit Gresik.

Minyak jarak pagar direfluks menggunakan metanol dan katalis  $H_2SO_4$  dalam labu alas bulat leher tiga yang telah dilengkapi dengan kondensor. Reaksi dijalankan selama 1 jam pada suhu  $50^\circ C$  dalam penangas minyak. Penangas minyak dipilih karena dapat menjaga suhu sistem lebih stabil dibandingkan penangas air.







$$\left( \frac{mgKOH}{g_{sampel}} \right) \left[ \frac{volumeKOH(mL) \times NKOH(mmol / mL) * 56,1(mg / mmol)}{beratsampel(g)} \right]$$

penolptalein sebagai indikatornya. Selanjutnya larutan ini dititrasi dengan KOH 0,0870 N yang telah dibaku dengan  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  0,1001 N. Hasil pembakuan dan perhitungan bilangan asam terdapat pada lampiran 5 dan lampiran 7. Nilai bilangan asam yang terkandung dalam sampel metil ester disajikan pada tabel 4.3.

Tabel 4.3 Hasil pengukuran bilangan asam biodiesel hasil esterifikasi minyak jarak pagar menggunakan katalis  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .

Sampel	Nilai bilangan asam (mgKOH/g)			Bilangan asam rerata (mgKOH/g)
	Replikasi I	Replikasi II	Replikasi III	
Metil Ester	0,7211	0,7220	0,7220	0,7217

Berdasarkan penentuan bilangan asam menggunakan metode ASTM D 974 diatas diperoleh data bilangan asam minyak jarak pagar yang telah dilakukan reaksi esterifikasi dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  mengalami penurunan bilangan asam dari 23,3157 mgKOH/g menjadi 0,7217 mgKOH/g.

Langkah berikutnya adalah transesterifikasi minyak jarak pagar yang telah diturunkan bilangan asamnya dengan katalis dolomit Gresik dengan perbandingan mol antara minyak jarak pagar (trigliserida) dan metanol sebesar 1:30 (Tanaka *et al.*, 1981). Sejumlah metanol direfluks dalam labu alas bulat leher tiga dengan katalis dolomit Gresik selama 15 menit pada suhu  $65^\circ\text{C}$ . Seperti halnya dalam reaksi esterifikasi dengan katalis asam, suhu sistem dijaga menggunakan penangas minyak karena perubahan suhunya relatif stabil. Katalis direaksikan terlebih dahulu dengan metanol sehingga terbentuk kalsium metoksi. Selain untuk

membentuk metoksi, pencampuran ini dilakukan untuk mencegah terbentuknya air dalam reaksi yang menyebabkan sabun (Leung *et al.*, 2010).

Selanjutnya minyak jarak pagar dimasukkan dalam sistem dan direfluks kembali dengan variasi waktu 1; 2; 3; 4; 5 jam. Dalam penelitian ini, suhu reaksi dijaga pada suhu 65°C. Suhu ini dipilih karena jika suhu reaksi lebih tinggi dari titik didih metanol, maka akan terbentuk gelembung yang menghambat perpindahan massa pada permukaan fase (Tang *et al.*, 2011).

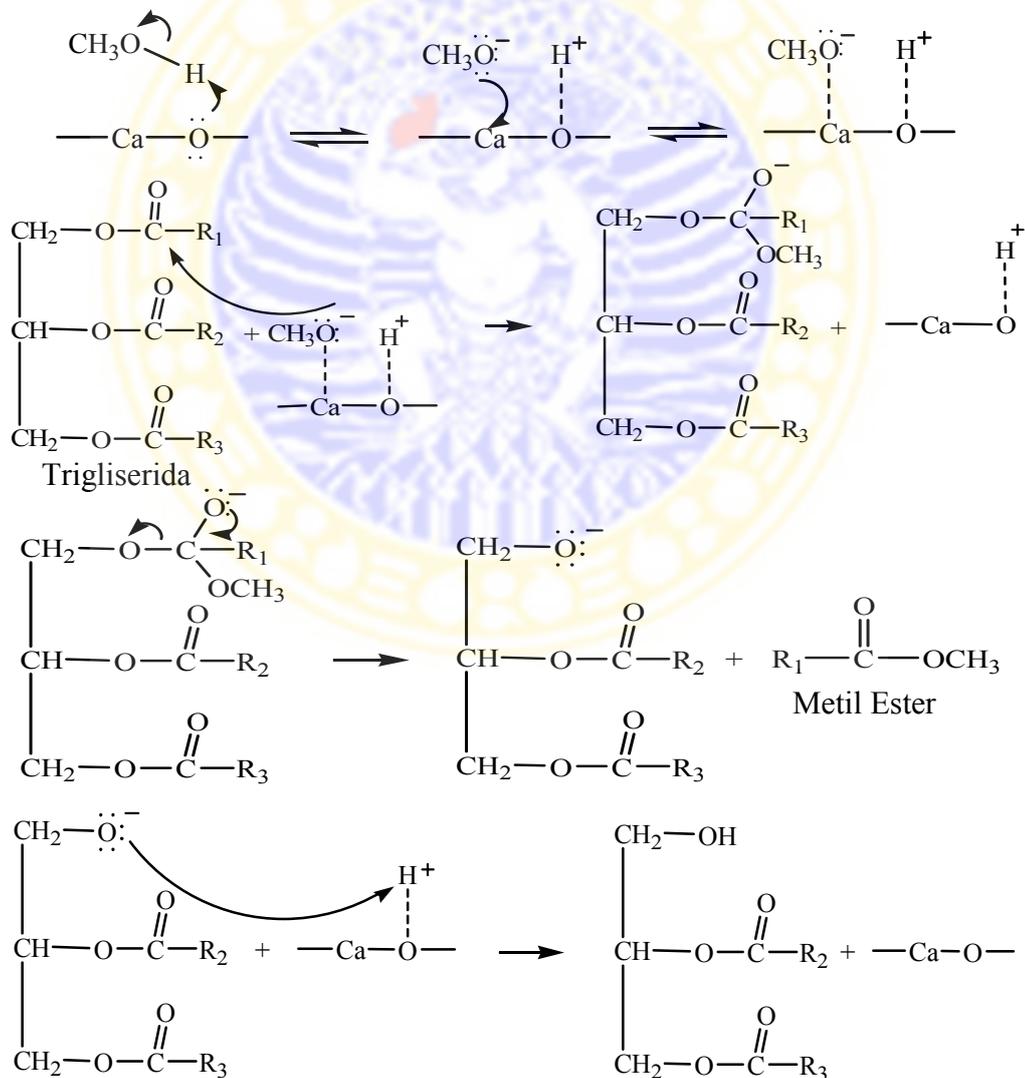
Dalam reaksi ini pengadukan dilakukan menggunakan magnetik stirer agar campuran terdistribusi merata. Pengadukan yang tidak merata dalam reaksi akan membentuk tiga fasa yaitu metanol, minyak dan katalis (Zabeti *et al.*, 2009). Fase padat dari katalis CaO membutuhkan pengadukan yang cepat untuk mendapatkan kondisi distribusi yang merata (Boey *et al.*, 2009).

Untuk memisahkan produk reaksi (biodiesel) dengan katalis, campuran reaksi disentrifugasi selama 10 menit dengan kecepatan 3000 rpm. Sedangkan untuk memisahkan produk reaksi dengan metanol yang tersisa digunakan *rotary evaporator* dengan suhu 65 °C.

Dalam reaksi transesterifikasi minyak nabati, suatu trigliserida bereaksi dengan suatu alkohol dengan adanya asam atau basa kuat sebagai katalis, membentuk suatu campuran alkil ester asam-asam lemak. Keseluruhan proses adalah rangkaian dari tiga reaksi reversibel berurutan, yang mana terbentuk monogliserida dan digliserida sebagai intermediet. Secara stoikiometri, reaksi transesterifikasi membutuhkan 1 mol trigliserida (minyak jarak pagar) dan 3 mol alkohol (metanol). Alkohol berlebih diperlukan karena sifat alkohol yang mudah

menguap (Veljkovic *et al.*, 2009). Selain itu, alkohol berlebih juga dibutuhkan untuk menambah hasil alkil ester dan untuk memberikan fase pemisahan dari gliserol yang terbentuk. Beberapa faktor yang berpengaruh dalam reaksi transesterifikasi adalah rasio molar minyak dan alkohol, temperatur, dan kemurnian reaktan (terutama kandungan air) juga berpengaruh dalam reaksi transesterifikasi (Schuchardt *et al.*, 1997).

Reaksi kimia yang terjadi selama proses transesterifikasi adalah sebagai berikut (Kouzu *et al.*, 2007):



Gambar 4.7 Mekanisme reaksi transesterifikasi

### 4.3 Aktivitas Katalitik Dolomit Gresik

Kadar atau konversi biodiesel produk reaksi transesterifikasi minyak jarak pagar dihitung dengan analisis GC-MS metode test EN 14103. Pertama, disiapkan 250,0 mg sampel dalam botol 10,0 mL, kemudian ditambahkan 5 mL larutan metil heptadekanoat dengan konsentrasi 10 mg/mL sebagai standar internal. Konsentrasi larutan metil heptadekanoat disiapkan dengan melarutkan 100 mg metil heptadekanoat kedalam 10 mL n-heptana. Konversi biodiesel dihitung berdasarkan persamaan (Ruppel and Timon, 2008):

$$\text{Konversi Biodiesel(\%)} = \frac{\sum A - A_s}{A_s} \times \frac{C_s V_s}{m} \times 100\% \quad (4.3)$$

Hasil perhitungan konversi biodiesel terdapat pada lampiran 9. Berdasarkan penelitian yang dilakukan, kadar biodiesel tertinggi berada pada waktu reaksi 5 jam sebesar 18,0% sebagaimana yang disajikan pada tabel 4.4 berikut.

Tabel 4.4 Konversi biodiesel hasil reaksi transesterifikasi

Waktu reaksi (jam)	Konversi (%)
1	14,3%
2	15,2%
3	16,1%
4	17,9%
5	18,0%

Dari tabel 4.4 diketahui konversi biodiesel bertambah sebanding dengan waktu reaksi namun besarnya konversi biodiesel hasil reaksi transesterifikasi minyak jarak pagar menggunakan katalis dolomit Gresik relatif kecil jika dibandingkan dengan menggunakan CaO sintesis yang mampu mencapai konversi biodiesel sebesar 93% dengan waktu reaksi 1 jam (Kouzu *et al.*, 2007).

Data karakterisasi XRD sampel dolomit Gresik setelah dikalsinasi dapat dikaitkan dengan hasil komposisi analisa GC-MS yang diperoleh (Qoniah, 2011). Sampel dolomit Gresik setelah dikalsinasi tidak hanya mengandung fasa kristal CaO, tetapi juga mengandung kristal  $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$  yang tidak aktif sebagai katalis dan  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  yang merupakan katalis yang aktif dalam reaksi transesterifikasi. Pada penelitian Kouzu *et al.*, 2007, aktivitas katalitik menunjukkan  $\text{CaO} > \text{Ca}(\text{OH})_2$ .  $\text{CaCO}_3$  dalam dolomit Gresik masih belum terkonversi semua menjadi CaO dan CaO yang sudah dihasilkan dapat berinteraksi dengan udara membentuk  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  dan  $\text{CaCO}_3$  seperti semula sehingga mengakibatkan aktivitas katalitik dolomit Gresik menjadi berkurang.

## BAB V

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1 Kesimpulan

1. Dolomit Gresik dapat dimanfaatkan sebagai sumber katalis CaO melalui kalsinasi pada suhu 850°C. Karakterisasi XRD menunjukkan terbentuknya CaO dengan adanya puncak yang khas dari katalis CaO yaitu pada  $2\theta = 32,2^\circ$ ;  $37,3^\circ$ ;  $53,8^\circ$ ; dan  $64,1^\circ$ .
2. Aktivitas katalitik dolomit Gresik sebagai katalis heterogen dalam produksi biodiesel dari minyak jarak pagar memberikan konversi biodiesel sebesar 18,0% dengan waktu reaksi 5 jam.

#### 5.2 Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk sampel katalis CaO yang berasal dari dolomit Gresik pada variasi selain waktu reaksi yaitu preparasi katalis, rasio molar metanol/minyak, jumlah katalis, dan suhu reaksi.

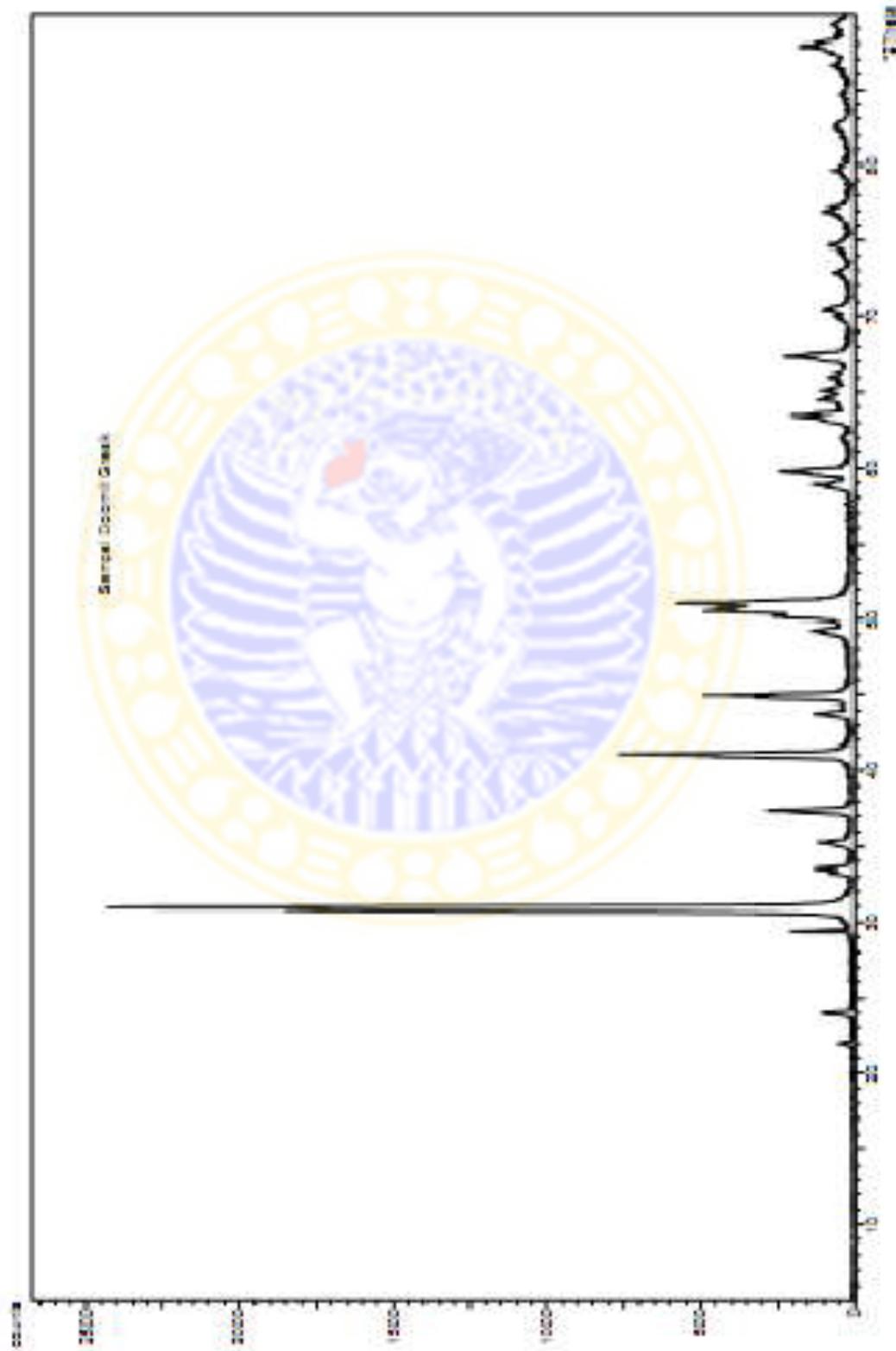
## DAFTAR PUSTAKA

- Alias, A., 2005, **Alternative Energy for Sustainable Development**, Two Days *National Seminar on Alternative Energy Sources, August 27-28, 2005*, V.P.M.'s Polytechnic, Thane
- Amalia, F., 2010, **Cation Exchanged Bentonit Turen Malang dengan  $AlCl_3$  sebagai Katalis Pada Pembuatan Biodiesel dari Minyak Jarak Pagar**, *Skripsi*, Departemen Kimia, FST, Universitas Airlangga, Surabaya
- Arif M. and Zakwan A., 2009, *BIO-DIESEL: Jatropha Curcas (A Promising Source)*, Satish Serial Publishing House, New Delhi
- Baker, A. D. and Robert A., 1992, *Organic Chemistry*, West Publishing Company, New York
- Berchmans, Hanny J. and Shikoku H., 2007, **Biodiesel production from crude *Jatropha curcas* L. seed oil with a high content of free fatty acids**, *Bioresource Technology*, 99: 1716–1721
- Boey, P.L., Maniam, G.P., and Hamid, S.A., 2009, **Biodiesel Production Via Transesterification of Palm Olein Using Waste Mud Crab (*Scylla Serrata*) Shell as a Heterogeneous Catalyst**, *Bioresource Technology*, 100: 6362–6368.
- Boynton, R.S., 1980, *Chemistry and Technology of Lime and Limestone 2nd edition*, John Wiley & Sons, New York
- Brady, J. E. and John R. H., 1996, *Chemistry The Study of Matter and Its Changes*, John wiley & sons Inc, New York
- Canham, Geoff R and Tina Overton. 2006. *Descriptive Inorganic Chemistry Fourth Edition*. New York: W. H Freeman and Company
- Chouhan, A. P. S. and Sarma A. K., 2011, **Modern Heterogeneous Catalysts for Biodiesel Production: A Comprehensive Review**, *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 15: 4378-4399
- Demirbas, A., 2005, **Biodiesel Production from Vegetable Oils Via Catalytic and Non-Catalytic Supercritical Methanol Transesterification Methods**, *Progress in Energy and Combustion Science*, 31: 466-487
- Fessenden, R. J. and Joan S. F., 1992, *Kimia Organik Jilid II Edisi Ketiga*, Erlangga, Jakarta

- Granados, M.L., Poves, M.D.Z., Alonso, D.M., Mariscal, R., Galisteo, F.C., Moreno-Tost, R., Santamaría, J., Fierro, J.L.G., 2007, **Biodiesel from Sunflower Oil by Using Activated Calcium Oxide**, *Applied Catalysis B: Environmental* 73: 317–326.
- Hattori, H., 2010, **Solid Base Catalysts: Fundamentals and Applications, Catalysts in Petroleum Refining & Petrochemicals**, *20th Annual Saudi-Japan Symposium, December 2010*, JCCP/KFUPM, Saudi Arabia
- Hendayana, S., 2006, *Kimia Pemisahan, Metode Kromatografi Dan Elektroforesis Modern*, Remaja Rosdakarya, Bandung
- Hoel, M. and Snorre K., 1996, **Depletion Of Fossil Fuels and The Impacts Of Global Warming**, *Resource and Energy Economics*, 18: 115-136
- Kouzu, M., Takekazu K., Masahiko T., Yoshikazu S., Shinya Y., and Jusuke H., 2007, **Calcium Oxide As A Solid Base Catalyst for Transesterification of Soybean Oil and Its Application to Biodiesel Production**, *Fuel*, 87: 2798-2806
- Leung, D.Y.C., Wu, X., and Leung, M.K.H., 2010. **A Review on Biodiesel Production Using Catalyzed Transesterification**. *Applied Energy*, 87: 1083–1095
- Lim, Boey P., Gaanty Pragas M., and Shafida Abd H., 2009, **Biodiesel from Adsorbed Waste Oil on Spent Bleaching Clay using CaO as a Heterogeneous Catalyst**, *European Journal of Scientific Research*, 33: 347-357
- Liu, X., Xianglan P., Yujun W., Shenlin Z., and Huayang H., 2007, **Calcium Methoxide As A Solid Base Catalyst for The Transesterification of Soybean Oil to Biodiesel with Methanol**, *Fuel*, 87: 1076-1082
- Mahajan, S., Samir K. Konar, and David G. B. B., 2006, **Determining the Acid Number of Biodiesel**, *JAOCs*, 83: 567–570
- Martyanov, I. N. and Abdelhamid S, 2008, **Comparative Study of Triglyceride Transesterification in The Presence of Catalytic Amounts of Sodium, Magnesium, and Calcium Methoxides**, *Applied Catalysis*, 339: 455-52
- Moser, R. B., 2009, **Biodiesel Production, Properties, And Feedstocks**, *Plant* 45:229–266
- 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

- Ngamcharussrivichai, Chawalit, Wipawee W., and Sarinyarak W., 2007, **Modified Dolomites As Catalysts for Palm Kernel Oil Transesterification**, *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, 276: 24–33
- Ngamcharussrivichai, Chawalit, Nunthasanti, P., Tanachai, S., Bunyakiat, K., 2010, **Biodiesel Production Through Transesterification Over Natural Calciums**. *Fuel Processing Technology*, 91: 1409-1415
- Nuryono, W., 2010, **Modifikasi Bentonit Punung Pacitan Menjadi Fe<sup>3+</sup>-Bentonit Sebagai Katalis Pada Pembuatan Biodiesel Dari Minyak Jarak Pagar**, *Skripsi*, Departemen Kimia, FST, Universitas Airlangga, Surabaya
- Qoniah, I., 2011, **Penggunaan Cangkang Bekicot Sebagai Katalis Untuk Reaksi Transesterifikasi Refined Palm Oil**, *Skripsi*, Jurusan Kimia, FMIPA, ITS, Surabaya
- Ruppel, T. and Timon H., 2008, *Fatty Acid Methyl Esters in B100 Biodiesel by Gas Chromatography (Modified EN 14103)*, PerkinElmer, Inc, USA
- Schuchardt, U., Ricardo S., and Rogério M. V., 1998, **Transesterification of Vegetable Oils: A Review**, *J. Braz. Chem. Soc.*, 9: 199-210
- Settle, Frank A., 1997, *Hand Book of Instrumental Tehniques for Analytical Chemistry*, United States of America: Prentice Hall
- Sharpe, Alan G. 1992. *Inorganic Chemistry*. New York: Longman Scientific & Technical
- Silberberg, Martin S. 2007. *Principles of General Chemistry*. New York: McGraw Hill
- Smith, Janice G. 2011. *Organic Chemistry Third Edition*. New York: McGraw Hill
- Tanabe, K., Makoto M., Yoshio O., and Hideshi H., 1989, *New Solid Acids and Bases Their Catalytic Properties*, Amsterdam: ELSEVIER SCIENCE PUBLISHERS B.V.
- Tanaka, Y., Okabe, A., and Ando, S., 1981, **Method for The Preparation of a Lower Alkyl Ester of Fatty Acids**, *US Patent 4*: 303±590.
- Tang, Y., Meng, M., Zhang J., and Lu Y., 2011, **Efficient Preparation of Biodiesel from Rapeseed Oil Over Modified CaO**, *Applied energy*, 88: 2735 – 2739

- Veljkovic, V. B., Olivera S. S., Zoran B. T., Miodrag L. L., and Dejan S. S., 2009, **Kinetics of Sunflower Oil Methanolysis Catalyzed by Calcium Oxide**, *Fuel*, 10: 1016
- Warren, J., 2000, **Dolomite: Occurrence, Evolution and Economically Important Associations**, *Earth Science*, 52: 1-81
- Xue, W., You-Chun Z., Bao-An S., Xia S., Jun W., Shi-Tao Y., De-Yu H., Lin-H. J., and Song Y., 2009, **Synthesis of Biodiesel From Jatropha Curcas L. Seed Oil Using Artificial Zeolites Loaded with CH<sub>3</sub>COOK as a Heterogeneous Catalyst**, *Natural Science*, 1: 55-62
- Zabeti, M., Wan D., W.M.A., and Aroua, M.K., 2009, **Activity of Solid Catalysts for Biodiesel Production: A Review** *Fuel Process Technol*, 90: 770–777.
- Zhu H., Wu Z., Chen Y., Zhang P., Duan S., Liu X., Mao Z., 2006, **Preparation of Biodiesel Catalyzed by Solid Super Base of Calcium Oxide and Its Refining Process**, *Catalysis*, 27: 391–6
- Zumdahl, S. S. and Susan A. Z., 2007, *Chemistry Seventh Edition*, Houghton Mifflin Company, New York



User:1  
Date: 3/30/12 09:57

**X' Part Graphs & Identify**  
(searched, peak list: sarisagi dolomit.gresik)



Description:  
A:EarK(Krma UNABR)

Original scan:  
Scan created:  
Description of scan:  
A:EarK(Krma UNABR)

Used wavelength:  
Wavelength (Å):

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:

d-spacing (Å)	Relative Intensity (%)	Angle (°2Theta)	Peak Height (counts)	Background (counts)	Tip Width (°2Theta)	Significance
14.53105	6.14	6.03559	3.45	1.95	0.06000	0.79
10.28510	6.11	8.59012	2.55	2.10	0.16000	0.67
5.61087	6.06	15.78137	2.05	3.13	0.20000	0.63
5.10425	6.03	17.35928	0.55	3.39	0.16000	0.64
4.03455	1.58	22.01304	47.90	5.00	0.10000	1.49
3.71709	2.87	23.91974	69.48	5.45	0.10000	0.74

Phillips Analysis

User:1  
Date: 3/30/12 09:17

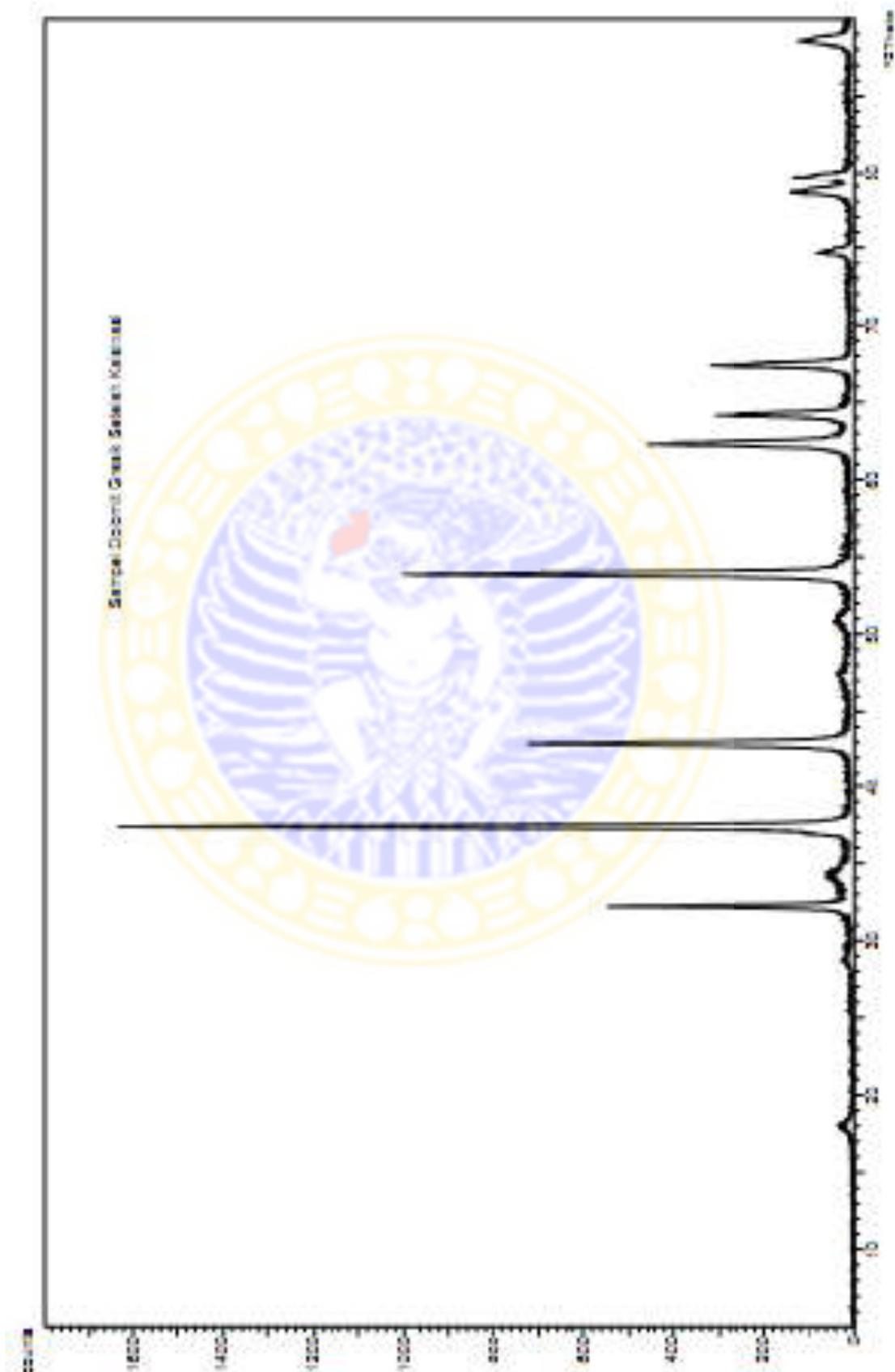
X'Pert Graphics & Identify  
(assumed) peak list: sample: dolomit.greek

d-spacing (Å)	Relative Intensity (%)	Angle ( $2\theta$ ) (rad)	Peak Height (counts)	Background (counts)	Fit Width ( $2\theta$ ) (rad)	Significance
3.70032	4.07	24.02076	98.59	2.48	0.20000	2.07
3.77851	0.18	26.31796	6.81	2.34	0.46000	0.69
3.13741	7.31	29.31096	181.91	2.22	0.08000	1.91
2.90266	73.75	30.77787	1755.54	2.73	0.10000	4.34
2.88580	100.00	30.91023	2421.19	2.79	0.10000	6.32
2.69431	2.10	33.21427	62.74	2.62	0.46000	0.83
2.67002	4.70	33.51577	116.01	2.73	0.08000	0.72
2.42240	4.18	35.27129	106.15	17.36	0.10000	1.81
2.40511	13.18	37.34224	273.15	11.12	0.46000	0.54
2.04483	14.16	40.87636	257.19	14.48	0.10000	1.18
2.14414	31.16	41.14667	757.25	14.62	0.08000	2.7
2.02599	4.15	43.74218	112.04	12.19	0.06000	0.93
2.02402	11.14	44.71684	272.09	12.49	0.10000	1.83
2.01890	18.42	44.94452	479.81	12.59	0.08000	1.98
2.01187	10.10	45.01000	245.84	12.60	0.04000	0.82
1.84603	2.14	49.21794	124.21	12.25	0.10000	0.88
1.82070	7.30	50.01690	191.01	15.32	0.08000	0.81
1.80402	16.10	50.82408	187.21	12.26	0.00000	1.46
1.78707	23.32	51.01821	252.53	15.40	0.10000	2.68
1.67000	0.17	47.62666	8.91	17.00	0.70000	0.87
1.65771	4.72	58.83738	114.19	12.00	0.10000	1.21
1.45442	0.66	59.79212	213.81	12.00	0.20000	2.87
1.44404	0.89	62.01941	21.45	12.90	0.40000	1.89
1.47260	3.16	63.07331	81.41	12.00	0.20000	0.89
1.46574	7.15	63.47004	173.11	12.00	0.10000	1.49
1.46252	4.18	63.5286	120.46	12.90	0.06000	0.75
1.43164	3.16	64.41346	95.81	12.90	0.06000	0.87
1.3147	3.10	65.11042	84.78	12.90	0.40000	2.64

User-1  
Date: 3/2018 09:57

M'Pert Graphics & Identify  
(searched) peak list: sampel\_dolomit\_gresik

d-spacing (Å)	Relative Intensity (%)	Angle (2Theta)	Peak Height (counts)	Background (counts)	Tip Width (2Theta)	Significance
1.41305	2.86	66.01791	69.53	12.00	0.120000	0.64
1.39526	3.68	67.01821	93.95	12.00	0.100000	0.70
1.38941	8.86	67.33774	217.00	12.00	0.100000	1.15
1.34613	1.31	69.81000	31.77	12.00	0.160000	0.67
1.33537	3.30	70.45579	70.53	12.00	0.240000	1.87
1.29770	2.16	72.82501	52.21	12.00	0.120000	0.62
1.27018	2.55	74.65450	61.71	12.00	0.280000	3.26
1.23825	3.52	76.93536	85.14	12.00	0.160000	1.05
1.20270	2.19	79.65234	52.04	12.00	0.120000	1.29
1.16744	2.31	82.65080	55.63	12.00	0.200000	0.85
1.14369	1.11	84.65722	26.95	12.00	0.160000	0.83
1.12344	2.77	86.57236	57.10	12.00	0.140000	1.20
1.11052	5.66	87.83526	141.93	12.00	0.200000	2.07
1.10735	3.57	88.15104	86.33	12.00	0.160000	0.62
1.09650	2.44	89.24373	59.15	12.00	0.160000	0.62

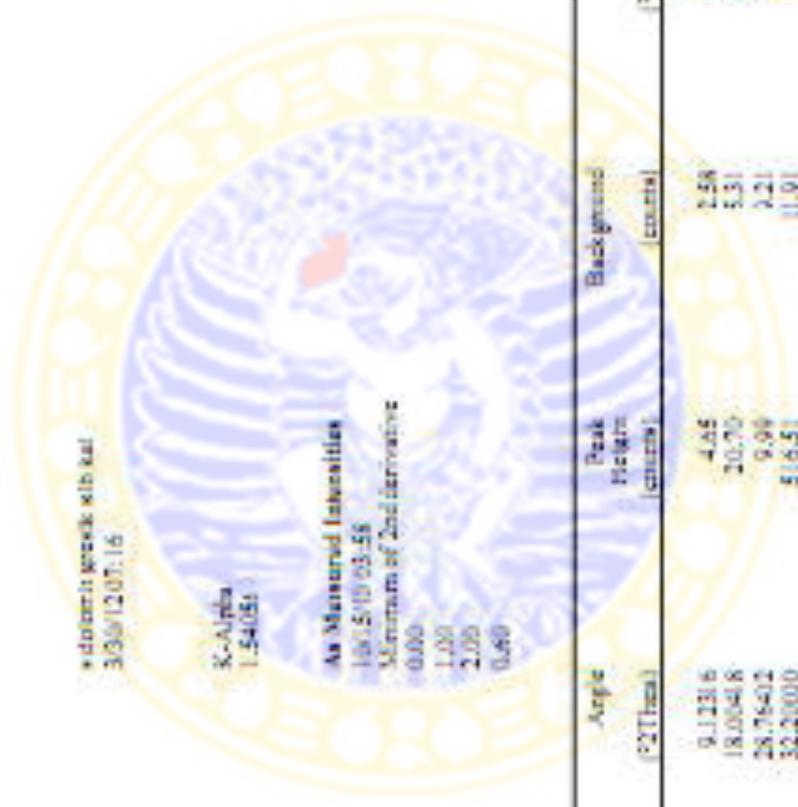


X-Ray Crystallography & Intensity  
**(searched) peak list: x.dolomit.gresik.sitb.kal**  
 User: User-1  
 Date: 3/30/12 09:51

Description:  
 Afyan K.(Kampus LINAIR)

Original scan:  
 Scan created:  
 Description of scan:  
 Afyan K.(Kampus LINAIR)  
 Lineal wavelength:  
 Wavelength (Å)

Peak search parameter sit:  
 Set created:  
 Peak positions defined by:  
 Minimum peak ip width (°2Theta):  
 Maximum peak ip width (°2Theta):  
 Peak base width(°2Theta):  
 Minimum significance:



d-spacing (Å)	Relative Intensity (%)	Angle (°2Theta)	Peak Height (counts)	Background (counts)	Tip Width (°2Theta)	Significance
9.58534	0.20	9.12316	4.65	2.58	0.66000	0.63
4.92283	1.28	18.05418	20.70	5.31	0.56000	3.50
3.10114	0.62	28.76402	9.99	3.21	0.54000	1.40
2.77764	31.83	32.20100	516.51	11.01	0.36000	9.80
2.62393	2.42	34.18238	39.21	12.05	0.72000	5.09
2.43568	5.44	36.87373	88.33	12.23	0.12000	0.73

Multiple Analysis  
 Page: 1

N:\Puri Graphics & Identifis  
 (searched) peak list: x dalamit.gresik.ath cal

User:4

Date: 3/30/12 09:51

d-spacing (Å)	Relative Intensity (%)	Angle (°2Theta)	Peak Height (counts)	Background (counts)	Tip Width (°2Theta)	Significance
2.40521	100.00	37.35660	1622.67	12.26	0.180000	20.18
2.10625	43.52	42.90270	706.16	15.03	0.120000	14.57
1.91873	0.91	47.33762	14.71	16.42	0.240000	0.76
1.79224	1.33	50.99436	31.32	14.42	0.800000	3.26
1.77381	0.73	51.47519	11.84	14.14	0.160000	0.67
1.70070	60.83	53.86240	987.05	12.94	0.100000	3.03
1.53177	0.17	56.33830	2.75	11.70	0.200000	0.76
1.46802	25.40	58.27544	402.13	15.36	0.120000	2.68
1.45056	16.22	64.14917	255.61	14.17	0.140000	3.09
1.44656	10.36	64.34768	163.12	14.05	0.120000	1.10
1.38850	17.26	67.56866	283.19	12.21	0.060000	0.94
1.38407	11.74	67.47973	182.74	17.92	0.040000	0.67
1.30512	0.24	72.34152	3.85	11.10	0.540000	0.75
1.27015	3.79	74.65661	61.46	10.50	0.280000	3.36
1.21627	7.57	78.59077	122.69	11.43	0.240000	3.43
1.20314	6.47	80.61740	104.87	11.04	0.140000	1.76
1.03446	6.40	88.54280	105.30	13.71	0.200000	1.81

Lampiran 2 JCPDS CaO dan CaMg(CO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>

04-0777  
CaO

Calcium Oxide

Lane: s99	Rad: CuKα1 λ: 1.54056	Filter: Ni	Beta	d-sp
	cut off: 50.0	Int.: Diffract.	I/hoop:	
	Ref: Swanson, Tetrag. Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, 1, 43 (1953)			

Sys: Cubic	S.G.: Fm3m (225)		
a: 4.8105	b:	c:	A: C:
α:	β:	γ:	Z: 4 mp:
Ref: Ibid.			

Dx: 3.346	Dnc:	SS/ROM: T13 = 606.0167 . 13)
cc: mof: 1.837	ep:	Sigr: 2V:
Ref: Winchell, Microscopic Character of Artificial Inorg. Solid Sub., 2		

2θ	Int	h	k	l
32.196	34	1	1	1
37.360	100	2	0	0
53.852	45	2	2	0
64.127	10	3	1	1
67.306	5	2	2	2
79.628	4	4	0	0
88.529	4	3	3	1
91.464	9	4	2	0
103.345	3	5	1	1
112.613	3	5	1	1
129.859	4	4	4	0
142.545	5	5	3	1
147.763	6	6	0	0

Wavelength= 1.54056

Color: Colorless  
 Pattern at 27°C. CaO sample mixed with petrolatum. CAS #: 1305-78-8. Ca C O3 obtained from J.T. Baker Chemical Company and heated at 925°C in Pt crucible for 1 hour. NBS analysis shows about 0.21% MgO, 0.1% Ba, and no other impurity over 0.04%. Cf Na type. Halite group, periclase subgroup. Also called: burnt lime Also called: calcaPSC; cP8. To replace I-1160 Deleted by 37-1497. MatL 56.08. Volume[CD] 111.32

1997 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved  
 PCPDFWIN v. 1.30

11-0078  
CaMg(CO3)2  
Calcium Magnesium Carbonate

Dolomite

Rad.: Cuka  $\lambda$ : 1.5418 Filler: Ni Beta d-sp:  
Cut. off: Incl: Diffracl. /Icorr.:  
Ref: Howie, Broadhurst, Am. Mineral., 43, 1210 (1958)

Sys.: Rhombohedral S.G.: R $\bar{3}$  (148)  
a: 4.8112 b: c: 16.02 A: C: 3.3297  
c:  $\beta$ :  $\gamma$ : Z: 3 mp:  
Ref: Ibid.

Dx: 2.860 Dm: 2.860 SS/POM: F $\sigma$  = 2 $\pi$ (0.024 + 43)  
cc: pop: 1.680 cr: 1.503 Sigr: - 2V:  
Ref: Ibid.

Color: Colorless, white  
Specimen from Haley, Ross Township, Ontario, Canada, CAS # 16369-88-1. Analysis (wt.%): Si 0.2 0.12, FeO 0.22, MgO 21.12, CaO 31.27, C 0.2 47.22, H $_2$ O 0.02. Calcite group, dolomite subgroup, PSC: hkl10. Deleted by 36-426. Plus 7 lines to 0.821.  
Mwt: 184.40, Volume(CD): 321.14

2 $\theta$	Int	h	k	l	2 $\theta$	Int	h	k	l
22.038	3	1	0	1	92.313	<1	0	0	15
24.098	5	0	1	2	99.666	4	4	0	4
30.960	100	1	0	4	100.620	5	3	1	8
33.536	10	0	0	6	104.681	2	0	0	16
35.307	8	0	1	0	106.395	3	0	0	12
37.360	10	1	1	0	108.520	<1	2	3	2
41.147	30	1	1	3	111.840	1	2	3	2
43.781	3	0	2	1	112.376	3	1	2	14
43.949	15	2	0	2	113.136	3	0	4	8
49.268	5	0	2	4					
50.553	20	0	1	6					
51.099	300	1	1	8					
51.252	u	0	0	9					
53.867	8	2	1	1					
59.810	10	1	0	10					
61.961	1	1	2	2					
63.443	5	2	0	8					
64.426	4	2	0	8					
65.133	10	1	1	9					
66.068	4	1	2	5					
67.360	15	3	0	0					
70.478	8	0	0	12					
72.868	2	2	1	7					
74.745	2	0	2	10					
76.954	5	1	2	8					
79.708	3	2	2	0					
82.521	4	1	1	12					
84.648	2	3	1	12					
86.615	5	2	1	10					
89.306	3	2	2	6					

Wavelength= 1.54056

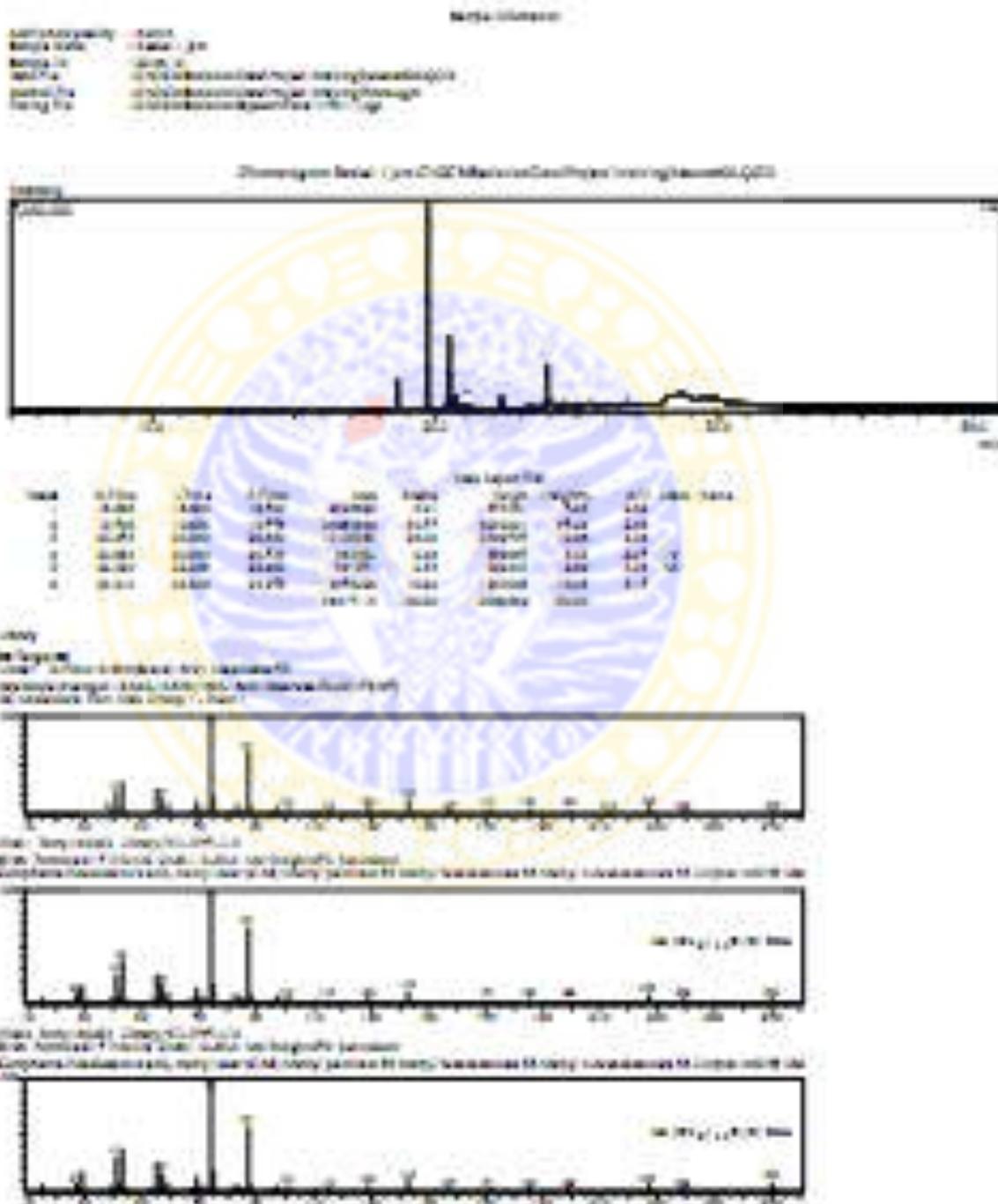
ICSD, 1997 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved  
PCPDFWIN v. 1.30

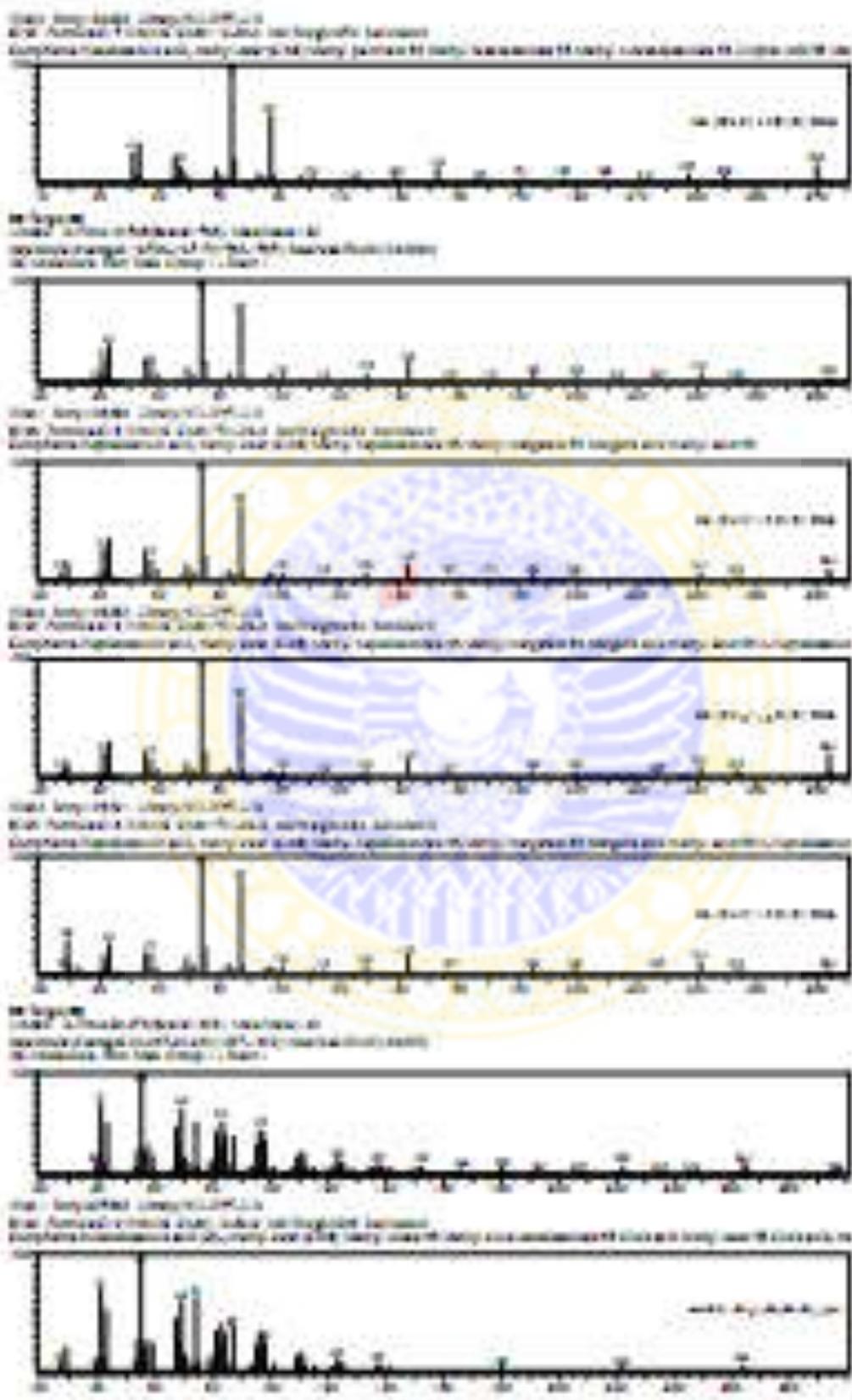
## Sample results

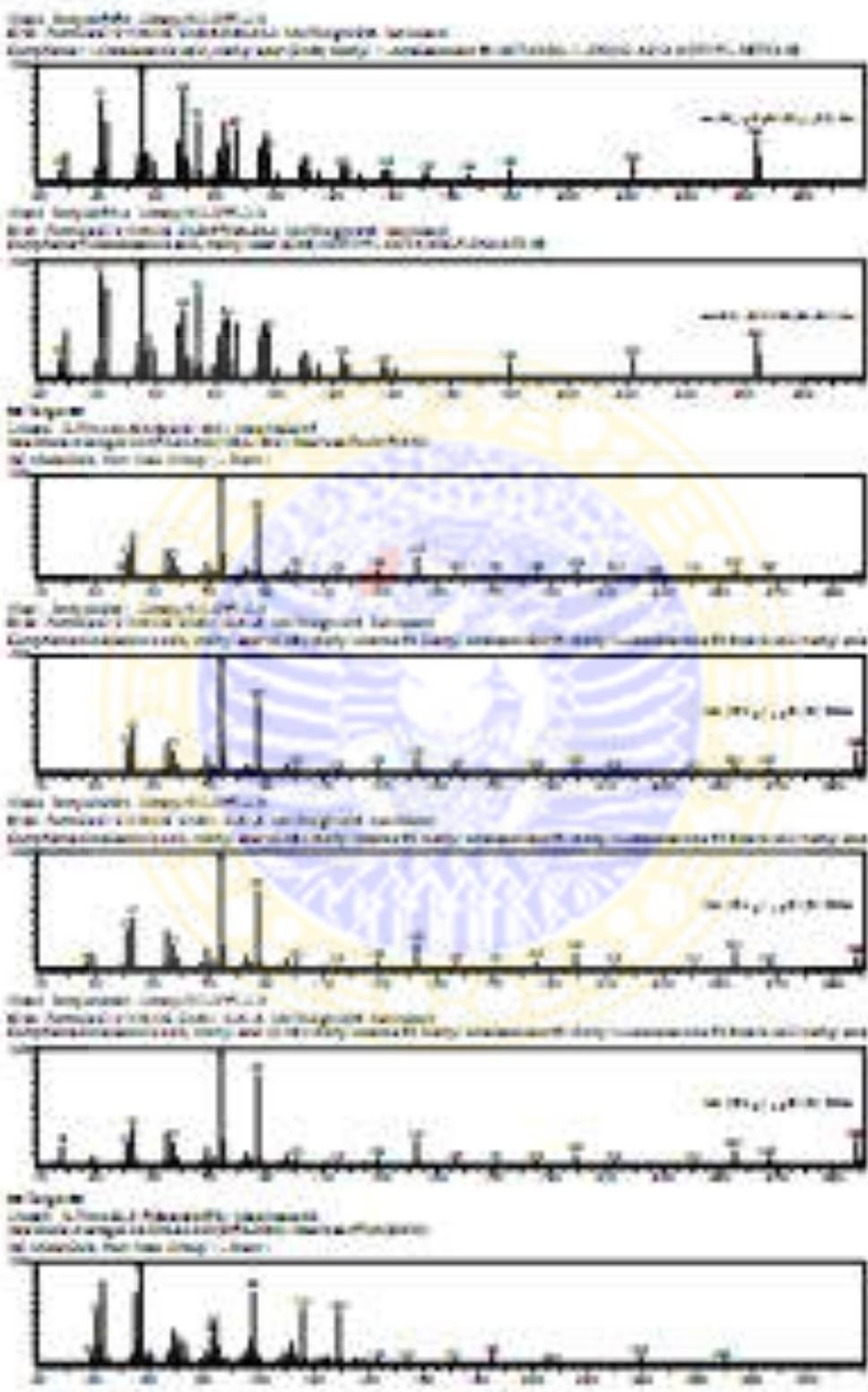
Sample ident
Dolomit Gresik

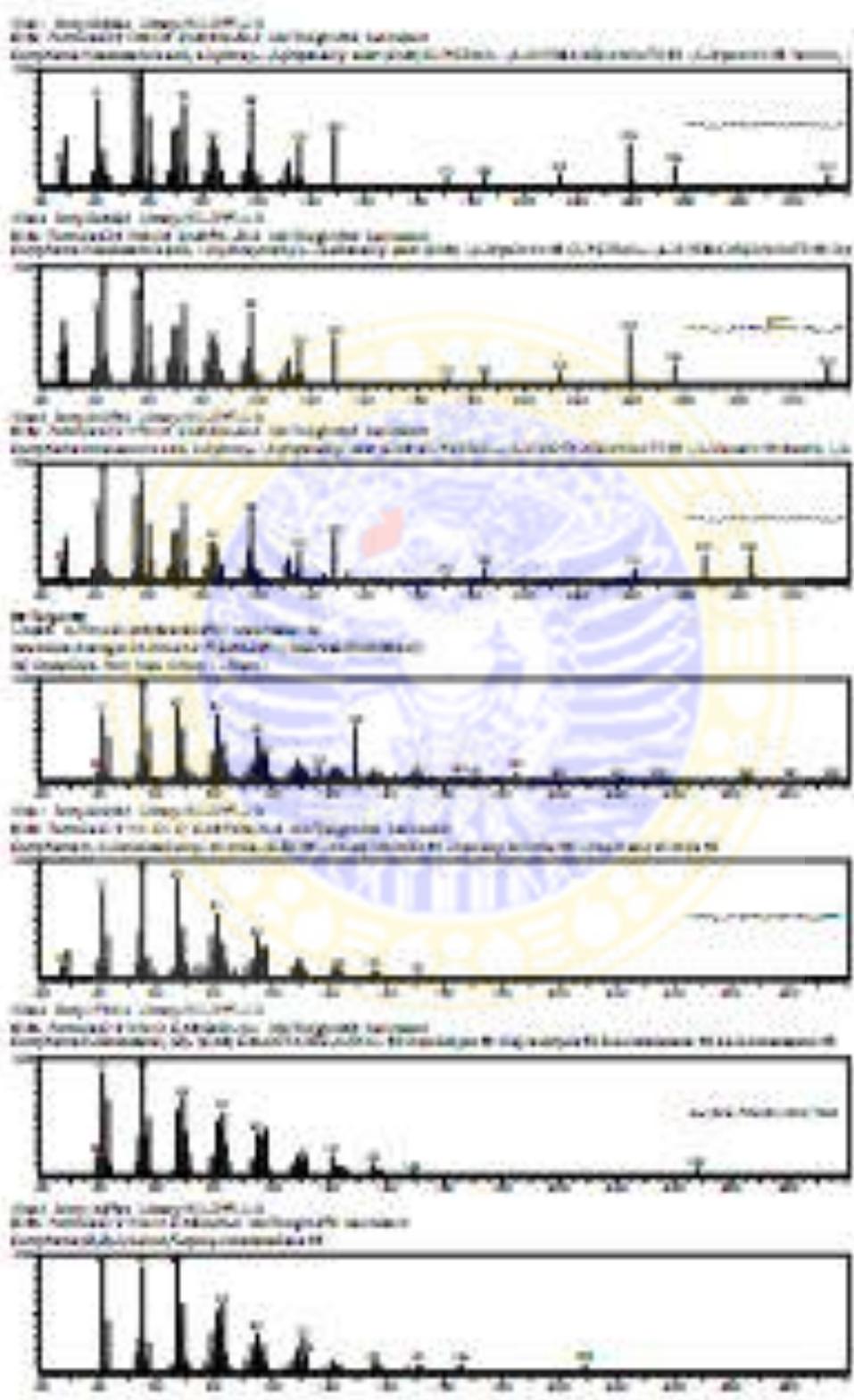
Application	<Standardless>
Sequence	1 of 1
Measurement time	09-Mar-2012 12:31:17
Position	3

Compound	Mg	Ca	Mn	Fe	Ni	Cu	Yb
Conc	7.0	91.72	0.079	0.62	0.19	0.081	0.36
Unit	%	%	%	%	%	%	%





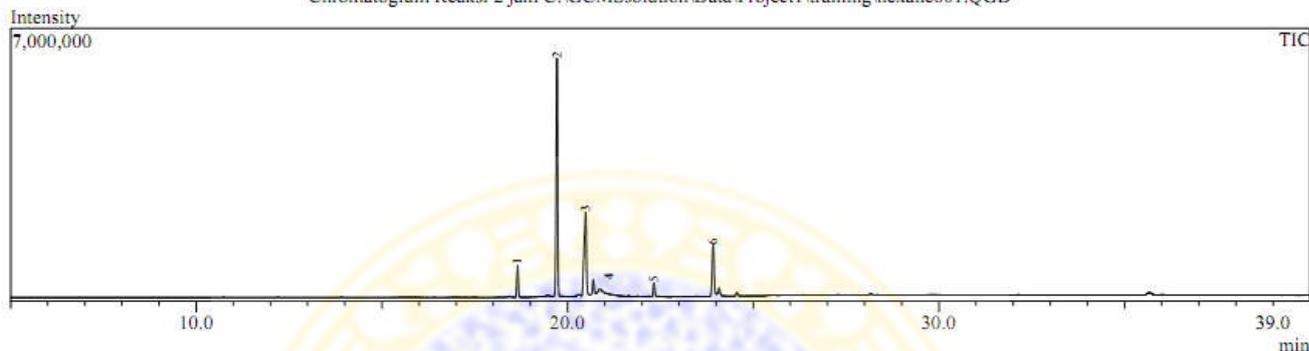




Sample Information

Admin Analyzed by : Admin  
 Sample Name : Reaksi 2 jam  
 Sample ID : 22 06 12  
 Data File : C:\GCMSsolution\Data\Project1\training\hexane601.QGD  
 Method File : C:\GCMSsolution\Data\Project1\training\Trans.qgm  
 Tuning File : C:\GCMSsolution\System\Tune1\170111.qgt

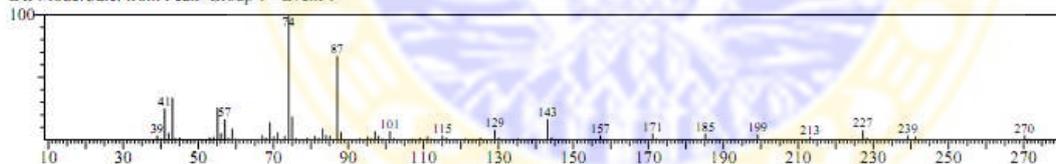
Chromatogram Reaksi 2 jam C:\GCMSsolution\Data\Project1\training\hexane601.QGD



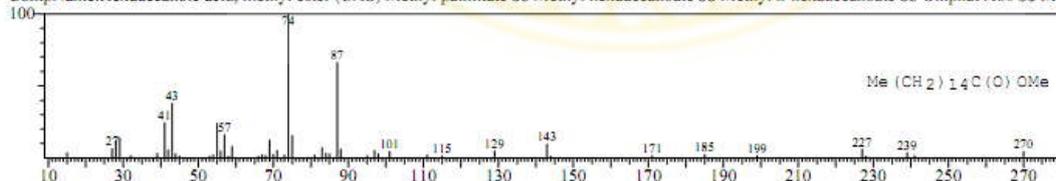
Peak#	R.Time	I.Time	F.Time	Area	Area%	Height	Height%	A/H	Mark	Name
1	18.656	18.600	18.717	2222501	6.09	822356	7.34	2.70		
2	19.716	19.633	19.792	18119239	49.68	6186274	55.18	2.92		
3	20.486	20.383	20.575	9518518	26.10	2153664	19.21	4.41		
4	20.692	20.600	20.750	1023522	2.81	370935	3.31	2.75		
5	22.329	22.275	22.392	1022534	2.80	348794	3.11	2.93	MI	
6	23.919	23.842	24.008	4564366	12.52	1328718	11.85	3.43		
				36470680	100.00	11210741	100.00			

Library

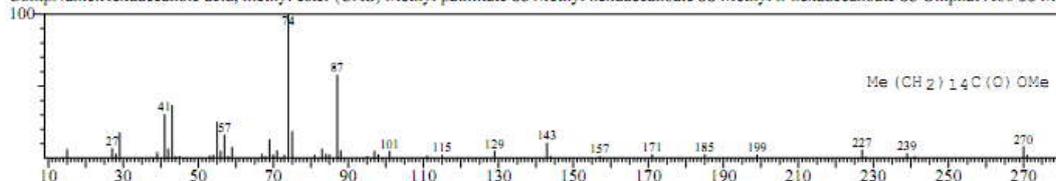
<< Target >>  
 Line#:1 R.Time:18.658(Scan#:1640) MassPeaks:68  
 RawMode:Averaged 18.650-18.667(1639-1641) BasePeak:74.05(165351)  
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



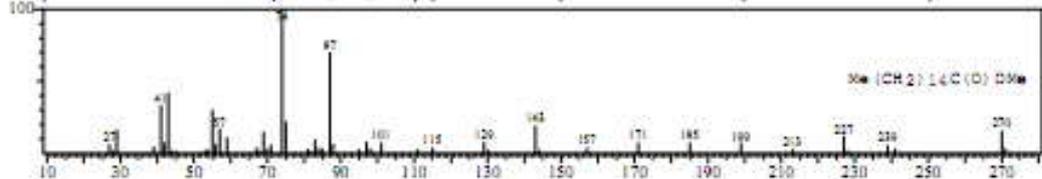
Hit#:1 Entry:180432 Library:WILEY7.LIB  
 SI:96 Formula:C17 H34 O2 CAS:112-39-0 MolWeight:270 RetIndex:0  
 CompName:Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl palmitate SS Methyl hexadecanoate SS Methyl n-hexadecanoate SS Uniphat A60 SS Me



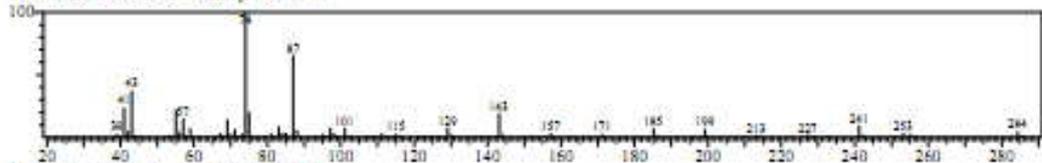
Hit#:2 Entry:180433 Library:WILEY7.LIB  
 SI:95 Formula:C17 H34 O2 CAS:112-39-0 MolWeight:270 RetIndex:0  
 CompName:Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl palmitate SS Methyl hexadecanoate SS Methyl n-hexadecanoate SS Uniphat A60 SS Me



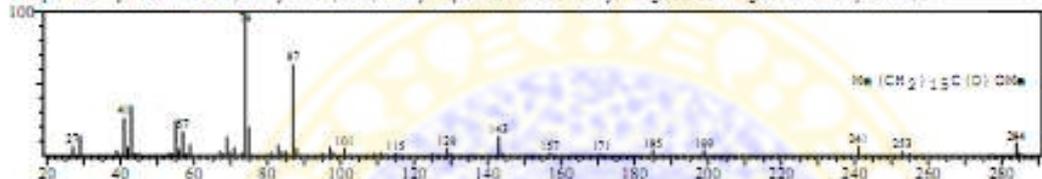
Hit#3 Entry:180434 Library:WILEY7.LIB  
 SI:95 Formula:C17H34O2 CAS:112-39-0 MolWeight:270 RefIndex:0  
 CompName:Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl palmitate SS Methyl hexadecanoate SS Methyl n-hexadecanoate SS Unifat A60 SS Me



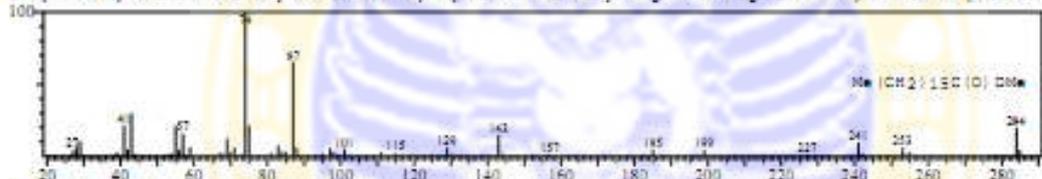
<< Target >>  
 Line# 2 R.Time:19.717(Scan#:1767) MassPeak:129  
 RawMode:Averaged 19.708-19.725(1766-1768) BasePeak:74.05(1214343)  
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



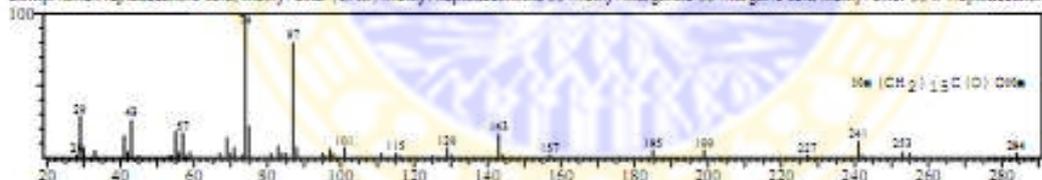
Hit#1 Entry:195586 Library:WILEY7.LIB  
 SI:96 Formula:C18H36O2 CAS:1731-92-6 MolWeight:284 RefIndex:0  
 CompName:Heptadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl heptadecanoate SS Methyl margarate SS Margaric acid methyl ester SS



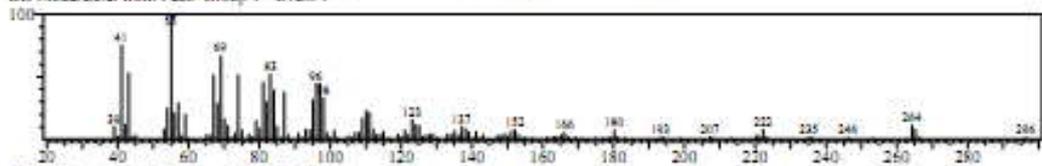
Hit#2 Entry:195585 Library:WILEY7.LIB  
 SI:96 Formula:C18H36O2 CAS:1731-92-6 MolWeight:284 RefIndex:0  
 CompName:Heptadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl heptadecanoate SS Methyl margarate SS Margaric acid methyl ester SS n-Heptadecanoic



Hit#3 Entry:195591 Library:WILEY7.LIB  
 SI:95 Formula:C18H36O2 CAS:1731-92-6 MolWeight:284 RefIndex:0  
 CompName:Heptadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl heptadecanoate SS Methyl margarate SS Margaric acid methyl ester SS n-Heptadecanoic



<< Target >>  
 Line# 5 R.Time:20.483(Scan#:1859) MassPeak:139  
 RawMode:Averaged 20.475-20.492(1858-1860) BasePeak:55.05(149254)  
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



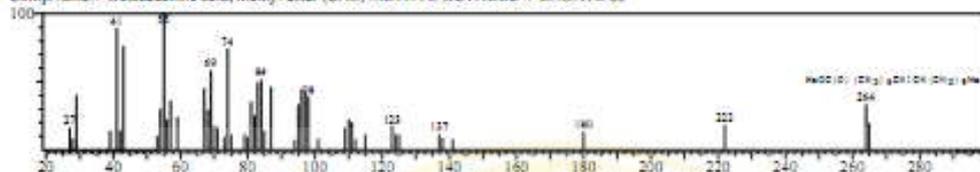
Hit#1 Entry:207865 Library:WILEY7.LIB  
 SI:94 Formula:C19H36O2 CAS:112-62-9 MolWeight:296 RefIndex:0  
 CompName:9-Octadecenoic acid (Z)-, methyl ester (CAS) Methyl oleate SS Methyl cis-9-octadecenoate SS Oleic acid methyl ester SS Oleic acid, m



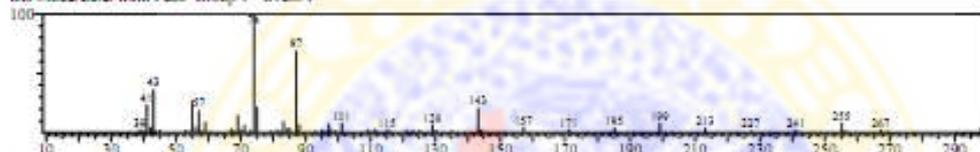
Hit#2 Entry:207515 Library:WILEY7.LIB  
 SI:93 Formula:C19 H36 O2 CAS:2345-29-1 MolWeight:296 RetIndex:0  
 CompName:8-Octadecenoic acid, methyl ester (CAS) METHYL OCTADEC-8-ENOATE \$S\$



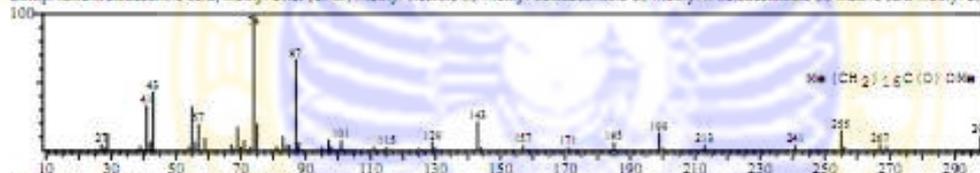
Hit#3 Entry:207514 Library:WILEY7.LIB  
 SI:93 Formula:C19 H36 O2 CAS:57396-98-2 MolWeight:296 RetIndex:0  
 CompName:7-Octadecenoic acid, methyl ester (CAS) METHYL OCTADEC-7-ENOATE \$S\$



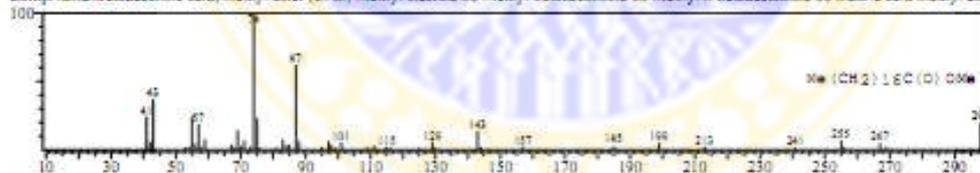
<< Target >>  
 Line#4 R.Time:20.692 Scan#:1884 MassPeak:65  
 RawMode:Averaged 20.683-20.700(1883-1885) BasePeak:74.05(68629)  
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



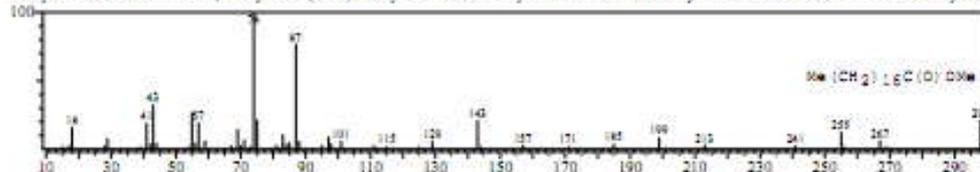
Hit#1 Entry:209839 Library:WILEY7.LIB  
 SI:94 Formula:C19 H38 O2 CAS:112-61-8 MolWeight:298 RetIndex:0  
 CompName:Octadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl stearate \$S\$ Methyl octadecanoate \$S\$ Methyl n-octadecanoate \$S\$ Stearic acid methyl est



Hit#2 Entry:209841 Library:WILEY7.LIB  
 SI:94 Formula:C19 H38 O2 CAS:112-61-8 MolWeight:298 RetIndex:0  
 CompName:Octadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl stearate \$S\$ Methyl octadecanoate \$S\$ Methyl n-octadecanoate \$S\$ Stearic acid methyl est



Hit#3 Entry:209840 Library:WILEY7.LIB  
 SI:94 Formula:C19 H38 O2 CAS:112-61-8 MolWeight:298 RetIndex:0  
 CompName:Octadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl stearate \$S\$ Methyl octadecanoate \$S\$ Methyl n-octadecanoate \$S\$ Stearic acid methyl est



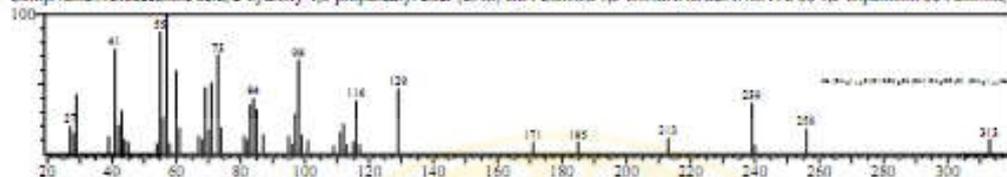
<< Target >>  
 Line#5 R.Time:22.325 Scan#:2080 MassPeak:63  
 RawMode:Averaged 22.317-22.333(2079-2081) BasePeak:57.05(32632)  
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#1 Entry:330769 Library:WILEY7.LIB  
 SI:85 Formula:C39 H76 O5 CAS:504-40-5 MolWeight:625 RefIndex:0  
 CompName:Octadecanoic acid, 2-hydroxy-1,3-propanediyl ester (CAS) GLYCEROL-1,3-DI OCTADECANOATE \$\$ 1,3-Distearin \$\$ Stearin, 1,3-



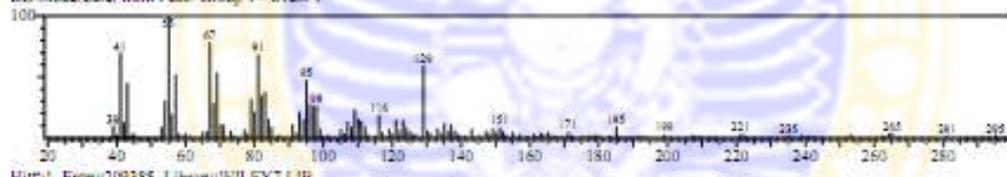
Hit#2 Entry:326224 Library:WILEY7.LIB  
 SI:85 Formula:C35 H68 O5 CAS:502-52-3 MolWeight:569 RefIndex:0  
 CompName:Hexadecanoic acid, 2-hydroxy-1,3-propanediyl ester (CAS) GLYCEROL 1,3-DIHEXADECANOATE \$\$ 1,3-Dipalmitin \$\$ Palmitin, 1



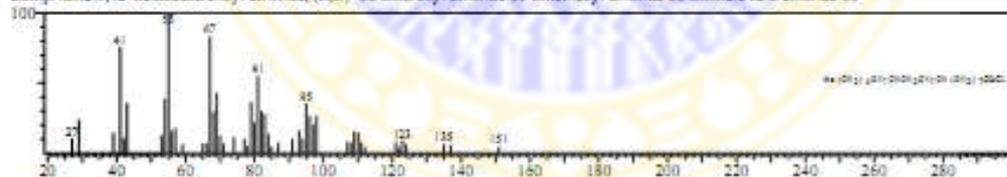
Hit#3 Entry:326225 Library:WILEY7.LIB  
 SI:84 Formula:C35 H68 O5 CAS:761-35-3 MolWeight:569 RefIndex:0  
 CompName:Hexadecanoic acid, 1-(hydroxymethyl)-1,2-ethanediyl ester (CAS) 1,2-Dipalmitin \$\$ GLYCEROL-1,2-DIHEXADECANOATE \$\$ Dig



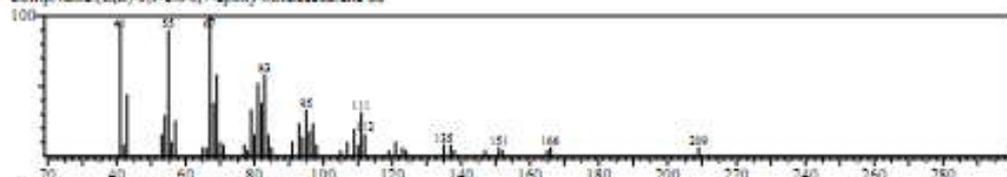
<< Target >>  
 Line#6 R.Time:23.917,Scan#:22171, MassPeak:132  
 RowMode:Averaged 23.908-23.925(22170-22172) BasePeak:55.05(88637)  
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



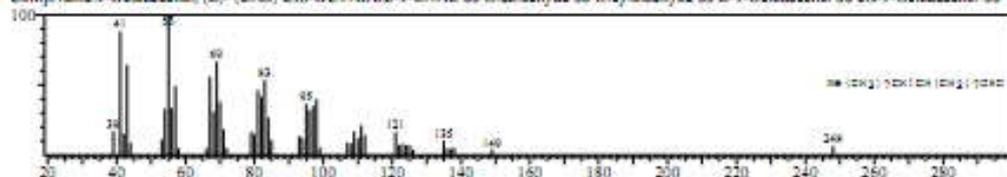
Hit#1 Entry:209385 Library:WILEY7.LIB  
 SI:87 Formula:C18 H31 Cl O CAS:7459-33-8 MolWeight:296 RefIndex:0  
 CompName:9,12-Octadecadienyl chloride, (Z,Z)- \$\$ Linoleoyl chloride \$\$ Linoleic acid chloride \$\$



Hit#2 Entry:188729 Library:WILEY7.LIB  
 SI:86 Formula:C19 H34 O CAS:0-00-0 MolWeight:278 RefIndex:0  
 CompName:(Z,Z)-3,9-cis-6,7-epoxy-stearidienic acid



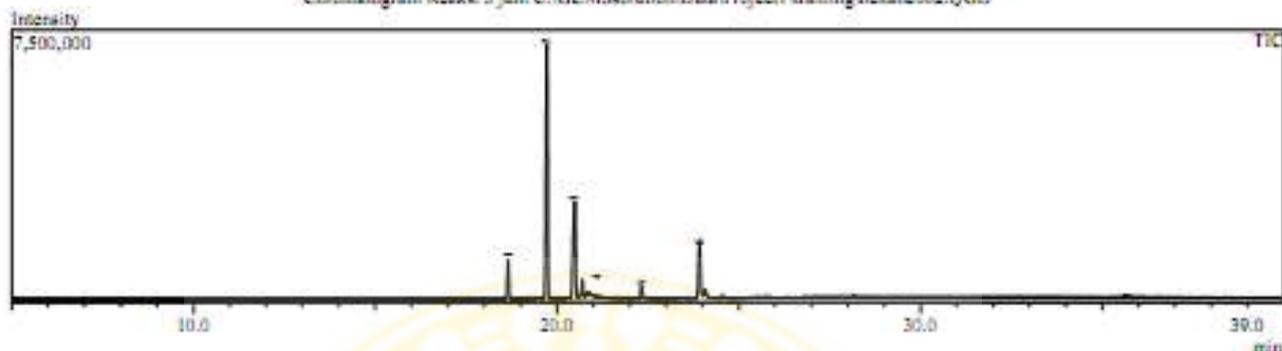
Hit#3 Entry:175612 Library:WILEY7.LIB  
 SI:85 Formula:C18 H34 O CAS:2423-10-1 MolWeight:266 RefIndex:0  
 CompName:9-Octadecenal, (Z)- (CAS) CIS-OCTADEC-9-ENAL \$\$ Olealdehyde \$\$ Oleyaldehyde \$\$ Z-9-Octadecenal \$\$ cis-9-Octadecenal \$\$



Sample Information

Admin/Analysed by : Admin  
 Sample Name : Reaksi 3 jam  
 Sample ID : 22.08.12  
 Data File : C:\GCMSolution\Data\Project\training\hexane602.QCID  
 Method File : C:\GCMSolution\Data\Project\training\Tmsm.qqm  
 Tuning File : C:\GCMSolution\System\Tune\017011.Lqt

Chromatogram Reaksi 3 jam C:\GCMSolution\Data\Project\training\hexane602.QCID

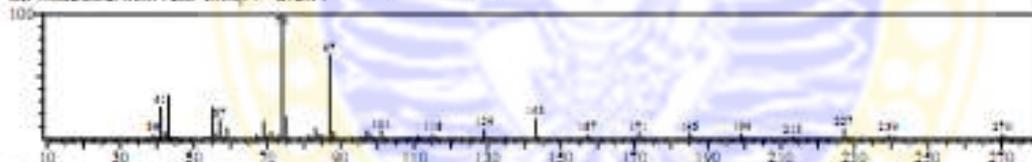


Peak#	R.Time	L.Time	F.Time	Area	Area%	Height	Height%	A/I	Mark	Name
1	18.657	18.608	18.717	2812252	6.47	1064313	8.18	2.64		
2	19.722	19.642	19.783	21841974	20.26	7077368	54.39	3.08		
3	20.488	20.392	20.587	11911940	27.41	2881983	20.40	4.48		
4	20.604	20.629	20.742	1265280	2.91	461602	3.55	1.74		
5	22.331	22.275	22.400	1098797	2.93	362497	2.79	3.03	MI	
6	23.920	23.858	23.992	4820864	10.42	1392376	10.70	3.28		
				43489775	100.00	13012139	100.00			

Library

Target 96

Line# 1 R.Time:18.658 Score:1840 MassPeak:75  
 RawMode:Averaged 18.650-18.667(1629-1841) BasePeak:74.05(210033)  
 IGC Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



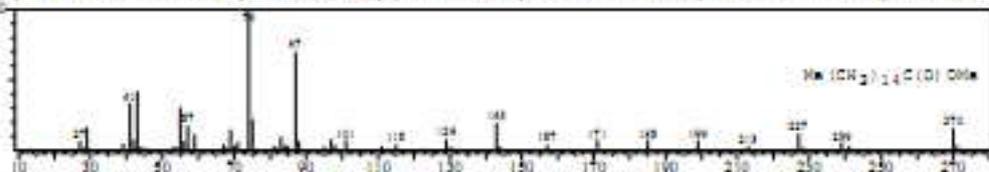
Hit# 1 Entry:180432 Library:WILEY\*.LIB  
 SI:96 Formula:C17 H34 O2 CAS:112-39-0 MolWeight:270 RatIndex:0  
 CompName:Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl palmitate SS Methyl hexadecanoate SS Methyl n-hexadecanoate SS Uniphos A60 SS Me



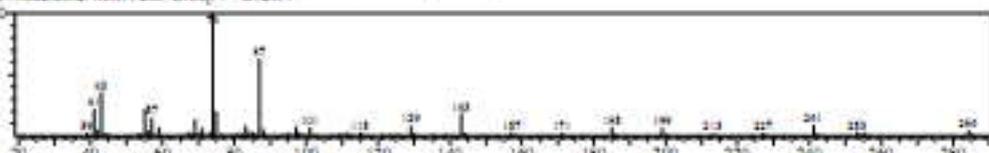
Hit# 2 Entry:180433 Library:WILEY\*.LIB  
 SI:96 Formula:C17 H34 O2 CAS:112-39-0 MolWeight:270 RatIndex:0  
 CompName:Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl palmitate SS Methyl hexadecanoate SS Methyl n-hexadecanoate SS Uniphos A60 SS Me



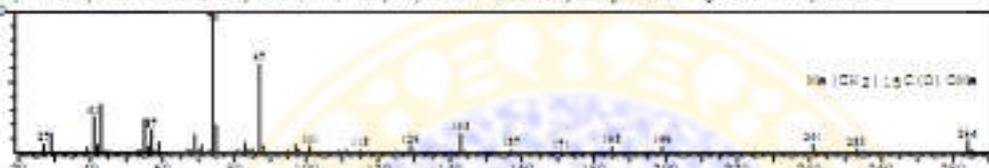
Hit#3 Entry:140484 Library:WILEY7.LIB  
 SI:96 Formula:C17 H34 O2 CAS:112-39-0 MolWeight:270 RatIndex:0  
 CompName:Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl palmitate SS Methyl hexadecanoate SS Methyl n-hexadecanoate SS Linifat A60 SS Mat



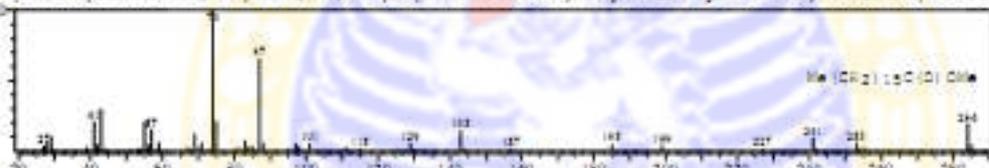
Target: R.Time:19.725(Score:1766) MassPec:131  
 RawMode:Averaged 19.717-19.733(1767-1769) BasePeak:74.05(143088)  
 BK Mode Calc. from Peak Group 1 - Event 1



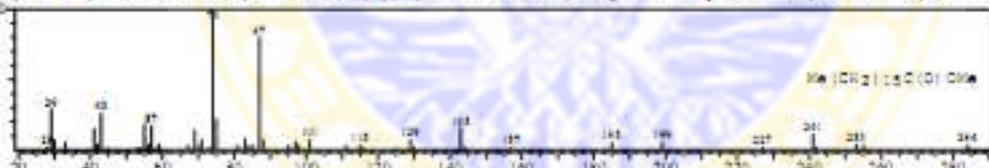
Hit#1 Entry:145286 Library:WILEY7.LIB  
 SI:96 Formula:C18 H36 O2 CAS:173-92-6 MolWeight:284 RatIndex:0  
 CompName:Heptadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl heptadecanoate SS Methyl margaric SS Margaric acid methyl ester SS



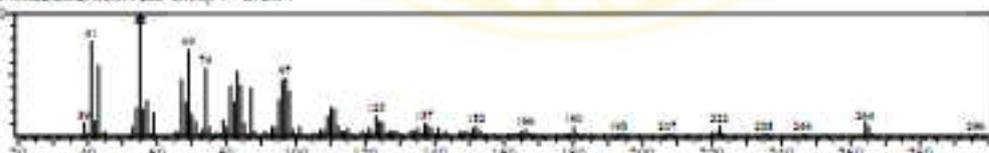
Hit#2 Entry:145285 Library:WILEY7.LIB  
 SI:95 Formula:C18 H36 O2 CAS:173-92-6 MolWeight:284 RatIndex:0  
 CompName:Heptadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl heptadecanoate SS Methyl margaric SS Margaric acid methyl ester SS n-Heptadecanoic



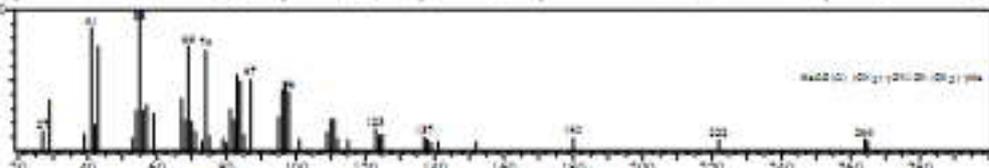
Hit#3 Entry:145291 Library:WILEY7.LIB  
 SI:95 Formula:C18 H36 O2 CAS:173-92-6 MolWeight:284 RatIndex:0  
 CompName:Heptadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl heptadecanoate SS Methyl margaric SS Margaric acid methyl ester SS n-Heptadecanoic

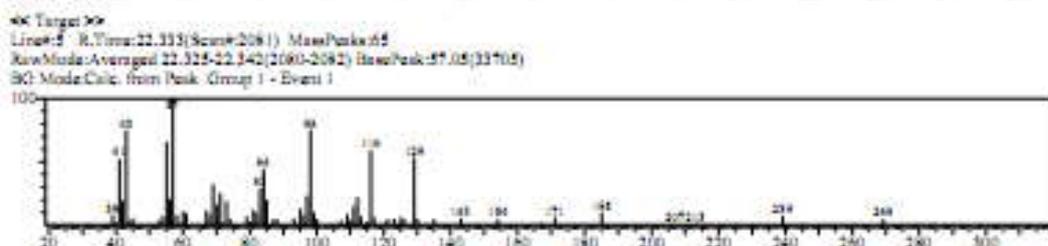
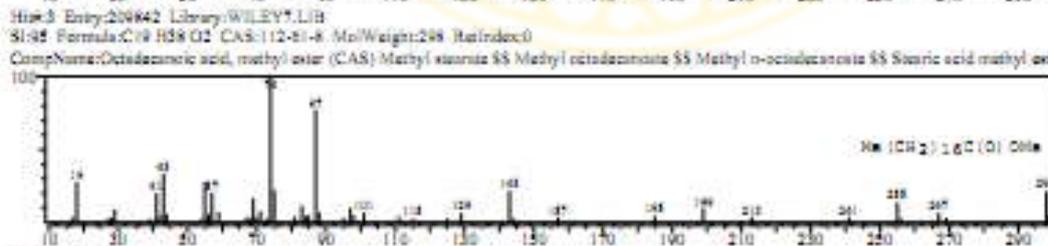
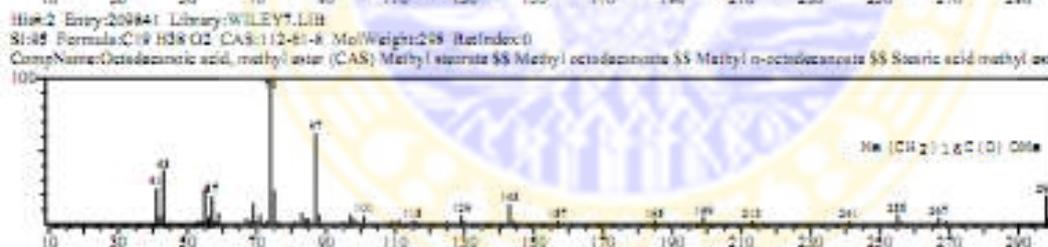
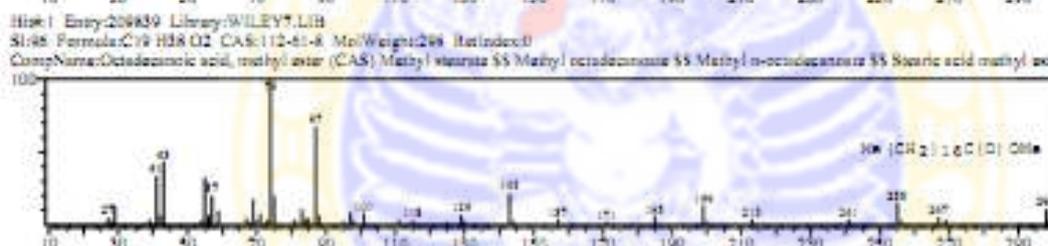
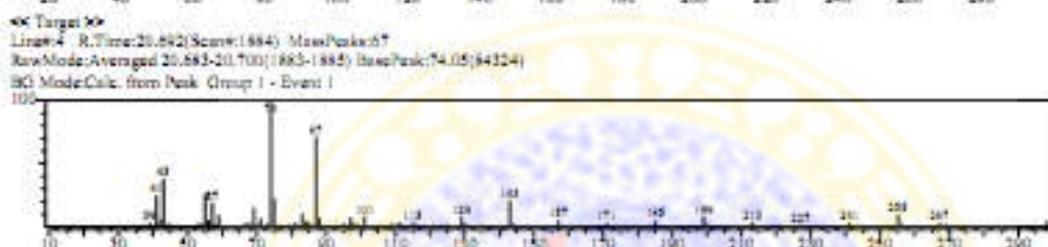
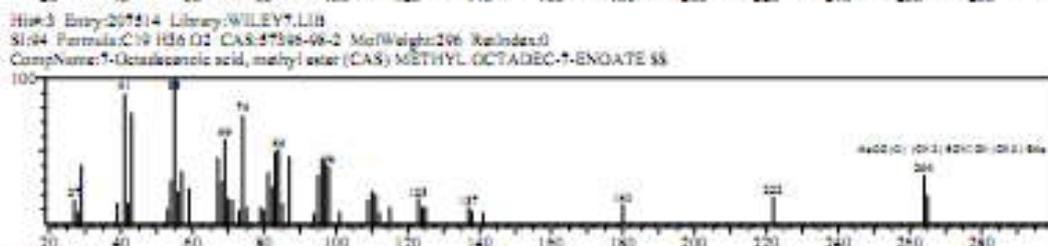
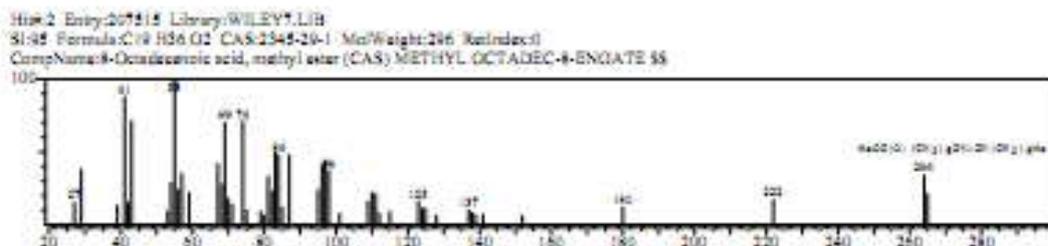


Target: R.Time:20.492(Score:1860) MassPec:142  
 RawMode:Averaged 20.483-20.500(1859-1861) BasePeak:55.05(170672)  
 BK Mode Calc. from Peak Group 1 - Event 1

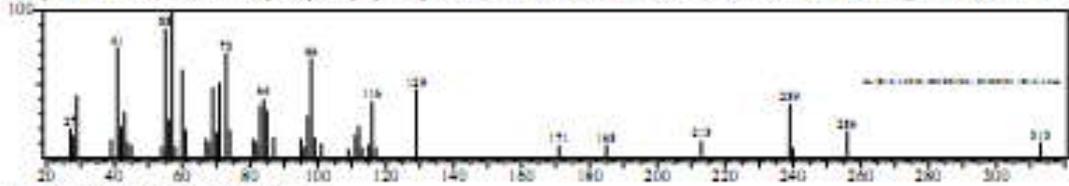


Hit#1 Entry:207625 Library:WILEY7.LIB  
 SI:98 Formula:C19 H38 O2 CAS:112-62-9 MolWeight:298 RatIndex:0  
 CompName:9-Octadecanoic acid (Z)-, methyl ester (CAS) Methyl oleate SS Methyl cis-9-octadecanoate SS Oleic acid methyl ester SS Oleic acid, no

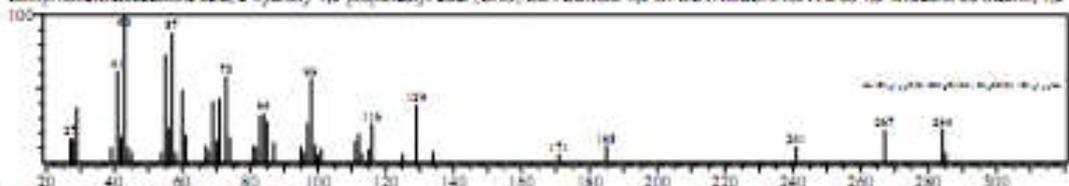




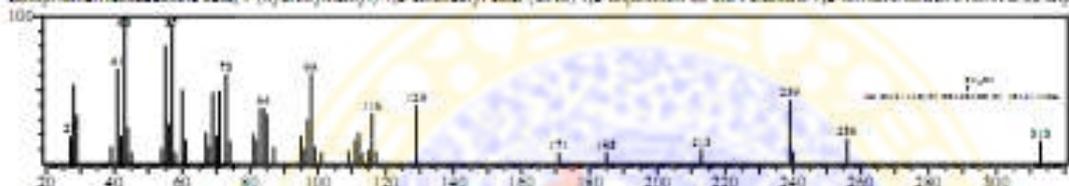
Hit#1 Entry:326224 Library:WILEY7.LIB  
 SI:85 Formula:C18 H36 O5 CAS:502-52-3 MolWeight:360 RatIndex:0  
 CompName:Hexadecanoic acid, 2-hydroxy-1,3-propanediyl ester (CAS) GLYCEROL 1,3-DIHEXADECANOATE \$S\$ 1,3-Dipalmitin \$S\$ Palmitin, 1,3-



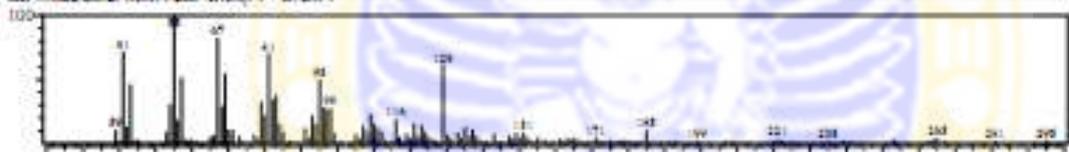
Hit#2 Entry:330769 Library:WILEY7.LIB  
 SI:85 Formula:C18 H36 O5 CAS:504-40-5 MolWeight:360 RatIndex:0  
 CompName:Octadecanoic acid, 2-hydroxy-1,3-propanediyl ester (CAS) GLYCEROL-1,3-DI OCTADECANOATE \$S\$ 1,3-Distearin \$S\$ Stearin, 1,3-



Hit#3 Entry:326225 Library:WILEY7.LIB  
 SI:85 Formula:C18 H36 O5 CAS:761-35-3 MolWeight:360 RatIndex:0  
 CompName:Hexadecanoic acid, 1-(hydroxymethyl)-1,3-ethanediyl ester (CAS) 1,2-Dipalmitin \$S\$ GLYCEROL-1,2-DIHEXADECANOATE \$S\$ Dipalmitin



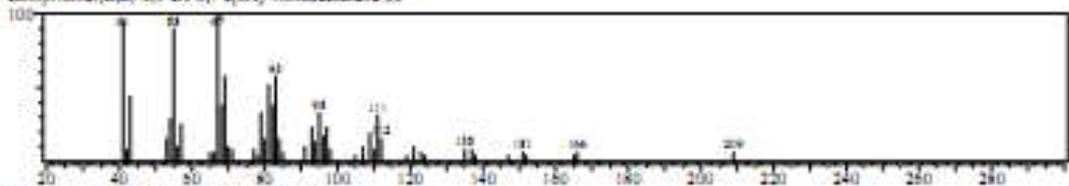
\*\*\* Target \*\*\*  
 Line#0: R.T:Time:23.917 Scan#:2271 MassPeak:140  
 RawMode: Averaged 23.906-23.925(2270-2272) BasePeak:55.05(91560)  
 RI Mode Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#1 Entry:209385 Library:WILEY7.LIB  
 SI:85 Formula:C18 H34 Cl O CAS:7459-33-8 MolWeight:298 RatIndex:0  
 CompName:9,12-Octadecadienyl chloride, (Z,Z)- \$S\$ Linoleyl chloride \$S\$ Linoleyl chloride \$S\$ Linoleic acid chloride \$S\$



Hit#2 Entry:188719 Library:WILEY7.LIB  
 SI:85 Formula:C18 H34 O CAS:0-00-0 MolWeight:278 RatIndex:0  
 CompName:(Z,Z)-3,9-cis-6,7-octyloctadecadiene \$S\$



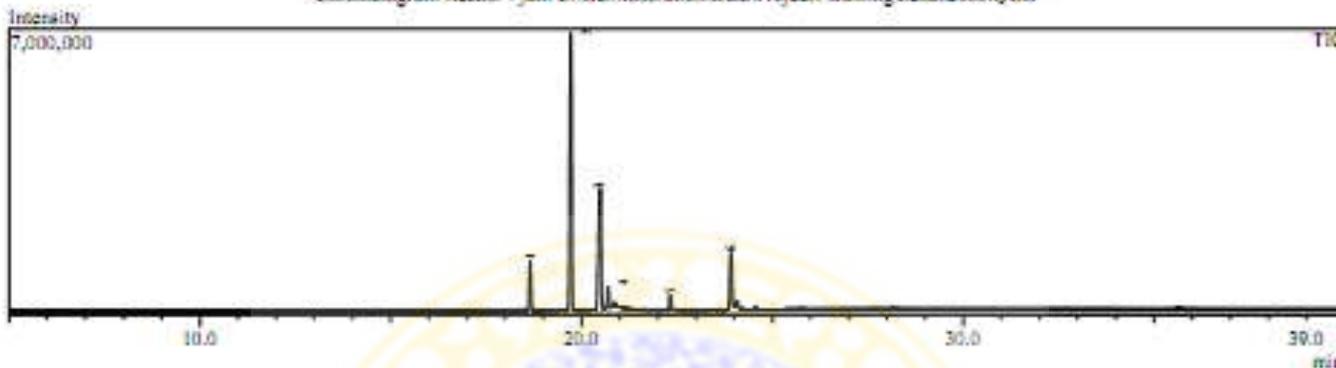
Hit#3 Entry:175612 Library:WILEY7.LIB  
 SI:85 Formula:C18 H34 O CAS:2425-70-1 MolWeight:266 RatIndex:0  
 CompName:9-Octadecenal, (Z)- (CAS) CIS-OCTADEC-9-ENAL \$S\$ Octadecenal \$S\$ Octadecenal \$S\$ Z-9-Octadecenal \$S\$ cis-9-Octadecenal \$S\$



Sample Information

Admin/Analysed by : Admin  
 Sample Name : Runkel 4 jam  
 Sample ID : 22.08.12  
 Data File : C:\GCMSolution\Data\Project\training\hexane603.QCID  
 Method File : C:\GCMSolution\Data\Project\training\Trunk.gcm  
 Tuning File : C:\GCMSolution\System\Tune\107011.Lgt

Chromatogram Reaksi 4 jam C:\GCMSolution\Data\Project\training\hexane603.QCID

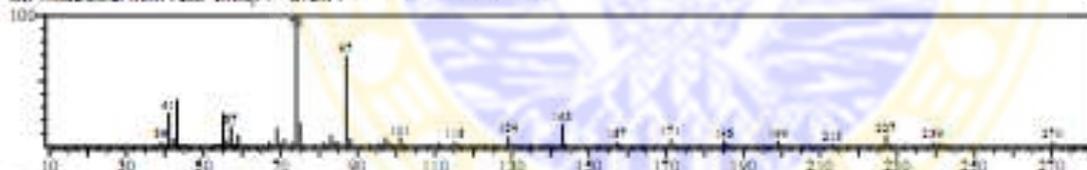


Peak#	R.Time	L.Time	F.Time	Area	Area%	Height	Height%	A/I	Mark	Name
1	18.658	18.608	18.717	3160462	7.71	1227542	9.25	2.58		
2	19.720	19.642	19.793	21364503	47.82	6880263	51.89	3.11		
3	20.489	20.392	20.567	13295843	29.83	2672700	21.40	4.47		
4	20.694	20.625	20.742	1403625	3.13	581601	3.90	2.70		
5	22.329	22.267	22.400	1007831	2.46	356127	2.68	3.08	MI	
6	23.917	23.858	23.983	4244573	9.52	1338713	10.07	3.17		
				44275838	100.00	13271505	100.00			

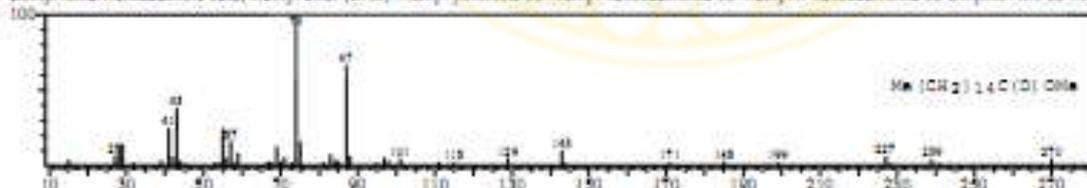
Library

Target

Line# 1 R.Time: 18.658 Score: 18401 MassPeak: 75  
 RawMode: Averaged (8.650-18.667) (1839-1841) BasePeak: 74.05(238654)  
 BK: MolecCalc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit# 1 Entry: 180432 Library: WILEY7.LIB  
 SI: 85 Formula: C17H34O2 CAS: 112-39-0 MolWeight: 270 RefIndex: 0  
 CompName: Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl palmitate SS Methyl hexadecanoate SS Methyl n-hexadecanoate SS Uniphos A60 SS Me



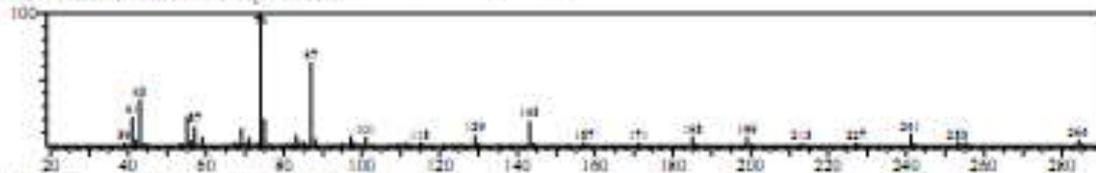
Hit# 2 Entry: 180434 Library: WILEY7.LIB  
 SI: 85 Formula: C17H34O2 CAS: 112-39-0 MolWeight: 270 RefIndex: 0  
 CompName: Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl palmitate SS Methyl hexadecanoate SS Methyl n-hexadecanoate SS Uniphos A60 SS Me



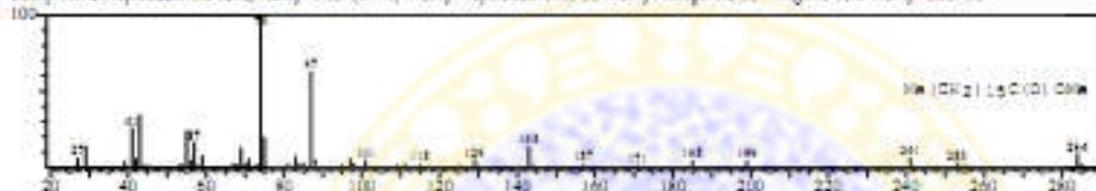
Hit#3 Entry:180433 Library:WILEY7.LIB  
 SI:86 Formula:C17 H34 O2 CAS:112-39-0 MolWeight:270 RefIndex:0  
 CompName:Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl palmitate SS Methyl hexadecanoate SS Methyl n-hexadecanoate SS Uniphos A60 SS Mat



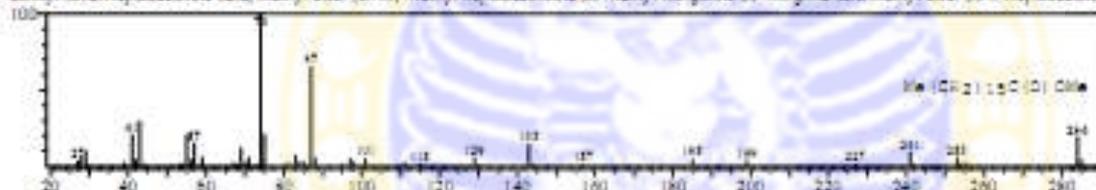
Target: R.T:19.717 Score:1767 MassPeak:130  
 RowMode:Averaged 19.708-19.725(1766-1768) BasePeak:74.05(1300344)  
 SK: Mode Calc. from Peak Group 1 - Event 1



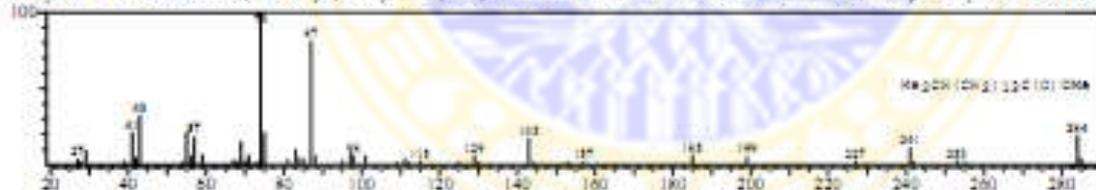
Hit#1 Entry:182266 Library:WILEY7.LIB  
 SI:86 Formula:C18 H36 O2 CAS:173-82-6 MolWeight:284 RefIndex:0  
 CompName:Heptadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl heptadecanoate SS Methyl margarate SS Margaric acid methyl ester SS



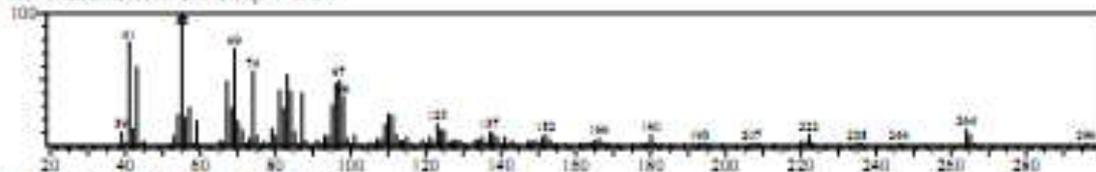
Hit#2 Entry:182265 Library:WILEY7.LIB  
 SI:86 Formula:C18 H36 O2 CAS:173-82-6 MolWeight:284 RefIndex:0  
 CompName:Heptadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl heptadecanoate SS Methyl margarate SS Margaric acid methyl ester SS n-heptadecanoic



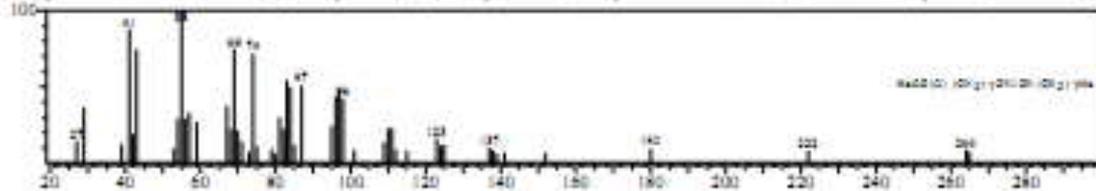
Hit#3 Entry:182601 Library:WILEY7.LIB  
 SI:86 Formula:C18 H36 O2 CAS:6926-04-0 MolWeight:284 RefIndex:0  
 CompName:Hexadecanoic acid, 15-methyl-, methyl ester (CAS) METHYL-15-METHYL HEXADECANOATE SS Methyl isohexadecanoate SS M



Target: R.T:20.492 Score:1850 MassPeak:145  
 RowMode:Averaged 20.483-20.500(1850-1851) BasePeak:55.05(188158)  
 SK: Mode Calc. from Peak Group 1 - Event 1



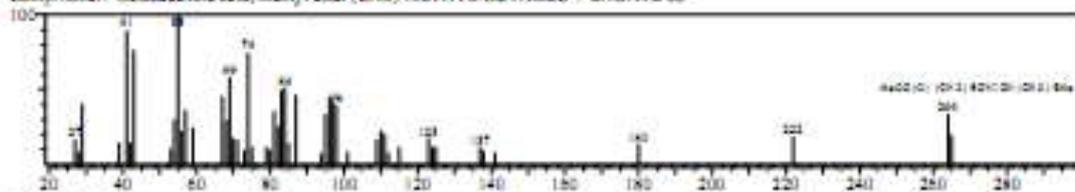
Hit#1 Entry:207825 Library:WILEY7.LIB  
 SI:86 Formula:C19 H36 O2 CAS:112-62-9 MolWeight:286 RefIndex:0  
 CompName:9-Octadecanoic acid (Z)-, methyl ester (CAS) Methyl oleate SS Methyl cis-9-octadecanoate SS Oleic acid methyl ester SS Oleic acid, no



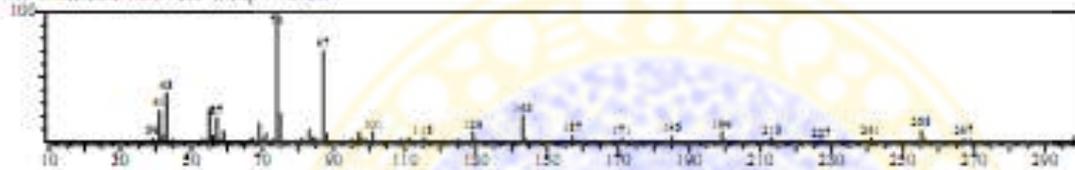
Hit#2 Entry:207213 Library:WILEY7.LIB  
 SI:95 Formula:C19 H36 O2 CAS:2345-26-1 MolWeight:296 RatIndex:0  
 CompName:8-Octadecanoic acid, methyl ester (CAS) METHYL OCTADEC-8-ENOATE %%



Hit#3 Entry:207214 Library:WILEY7.LIB  
 SI:94 Formula:C19 H36 O2 CAS:2736-98-2 MolWeight:296 RatIndex:0  
 CompName:7-Octadecanoic acid, methyl ester (CAS) METHYL OCTADEC-7-ENOATE %%



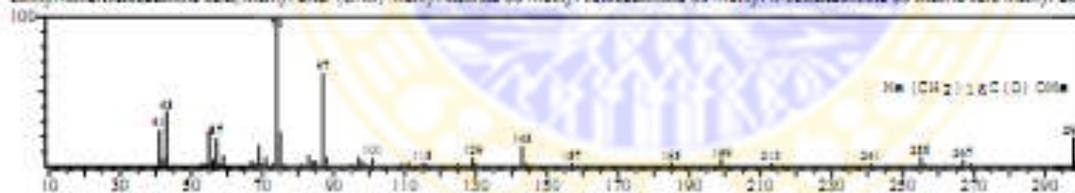
\*\*\* Target \*\*\*  
 Line#4 R\_TTime:20.662(Score:1884) MassPeak:71  
 RawMode:Averaged 20.663-20.700(1883-1885) BasePeak:74.05(94676)  
 SCI Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#1 Entry:206839 Library:WILEY7.LIB  
 SI:95 Formula:C19 H36 O2 CAS:112-61-8 MolWeight:298 RatIndex:0  
 CompName:Octadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl stearate % Methyl octadecanoate % Methyl n-octadecanoate % Stearic acid methyl ester



Hit#2 Entry:206841 Library:WILEY7.LIB  
 SI:95 Formula:C19 H36 O2 CAS:112-61-8 MolWeight:298 RatIndex:0  
 CompName:Octadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl stearate % Methyl octadecanoate % Methyl n-octadecanoate % Stearic acid methyl ester



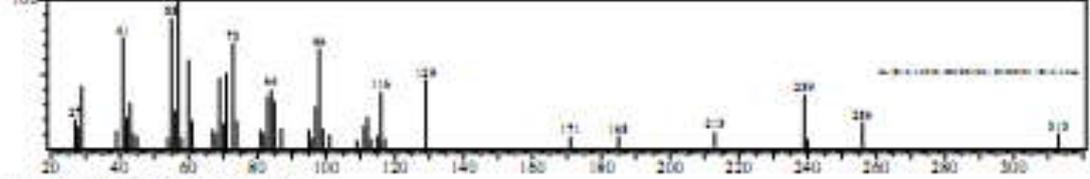
Hit#3 Entry:206840 Library:WILEY7.LIB  
 SI:95 Formula:C19 H36 O2 CAS:112-61-8 MolWeight:298 RatIndex:0  
 CompName:Octadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl stearate % Methyl octadecanoate % Methyl n-octadecanoate % Stearic acid methyl ester



\*\*\* Target \*\*\*  
 Line#5 R\_TTime:22.325(Score:2080) MassPeak:55  
 RawMode:Averaged 22.317-22.335(2079-2081) BasePeak:57.05(32019)  
 SCI Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



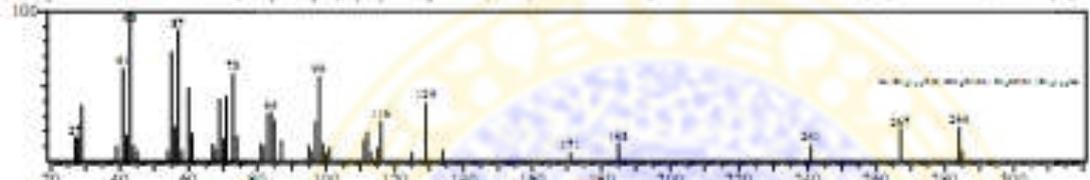
Hit#1 Entry:326224 Library:WILEY7.LIB  
 SI:85 Formula:C35 H68 O5 CAS:402-82-3 MolWeight:568 RetIndex:0  
 CompName:Hexadecanoic acid, 2-hydroxy-1,3-propanediyl ester (CAS) GLYCEROL 1,3-DIHEXADECANOATE \$5 1,3-Dipalmitin \$5 Palmitin, 1



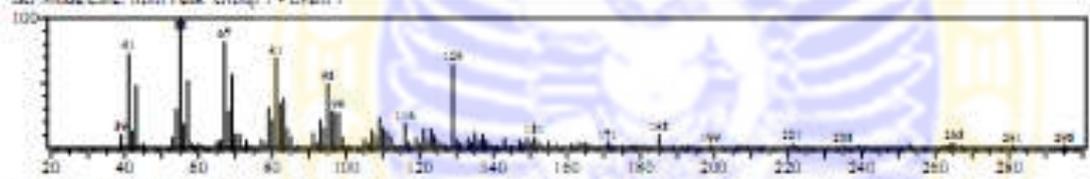
Hit#2 Entry:326225 Library:WILEY7.LIB  
 SI:85 Formula:C35 H68 O5 CAS:761-35-3 MolWeight:568 RetIndex:0  
 CompName:Hexadecanoic acid, 1-(hydroxymethyl)-1,3-ethanediyl ester (CAS) 1,2-Dipalmitin \$5 GLYCEROL-1,2-DIHEXADECANOATE \$5 Dip



Hit#3 Entry:330769 Library:WILEY7.LIB  
 SI:85 Formula:C39 H76 O5 CAS:404-46-5 MolWeight:628 RetIndex:0  
 CompName:Octadecanoic acid, 2-hydroxy-1,3-propanediyl ester (CAS) GLYCEROL-1,3-DI OCTADECANOATE \$5 1,3-Diolein \$5 Stearin, 1,3-



\*\*\* Target \*\*\*  
 Line#6 R.T:Time:23.817 Scan#:2171 MassPks:136  
 RawMode:Average# 23.806-23.925(2170-2172) BasePeak:55.05(8658)  
 SO Mode Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#1 Entry:209385 Library:WILEY7.LIB  
 SI:85 Formula:C18 H31 Cl O CAS:7450-33-8 MolWeight:298 RetIndex:0  
 CompName:9,12-Octadecadienyl chloride, (Z,Z)- \$5 Linoleyl chloride \$5 Linoleoyl chloride \$5 Linoleic acid chloride \$5



Hit#2 Entry:188729 Library:WILEY7.LIB  
 SI:85 Formula:C18 H34 O CAS:0-00-0 MolWeight:278 RetIndex:0  
 CompName:(Z,Z)-3,9-cis-6,7-epoxy-nonadecadiene \$5



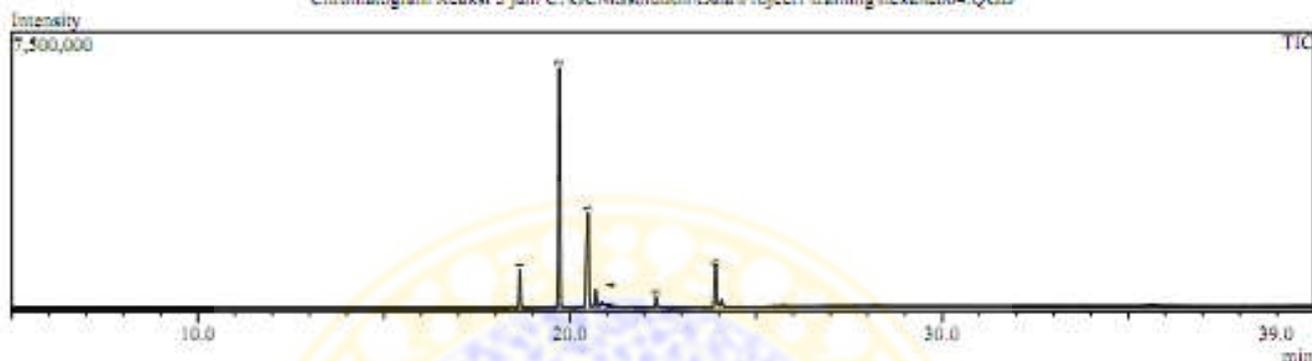
Hit#3 Entry:175612 Library:WILEY7.LIB  
 SI:85 Formula:C18 H34 O CAS:2425-30-1 MolWeight:266 RetIndex:0  
 CompName:9-Octadecenal, (Z)- (CAS) CIS-OCTADEC-9-ENAL \$5 Olealdehyde \$5 Oleylaldehyde \$5 Z-9-Octadecenal \$5 cis-9-Octadecenal \$5



Admin Analyzed by : Admin  
 Sample Name : Reaksi 5 jam  
 Sample ID : 22\_06\_12  
 Data File : C:\GCMSolution\Data\Project\training\hexane604.QGD  
 Method File : C:\GCMSolution\Data\Project\training\Trans.qgm  
 Tuning File : C:\GCMSolution\System\Tune\1\70111.qgt

Sample Information

Chromatogram Reaksi 5 jam C:\GCMSolution\Data\Project\training\hexane604.QGD

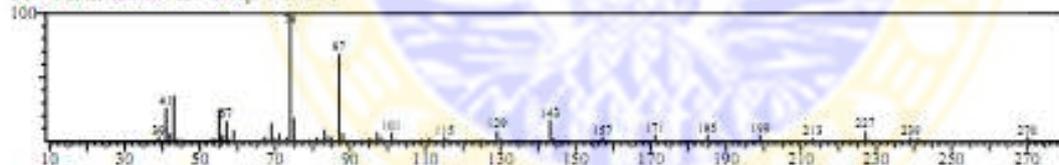


Peak#	R.Time	I.Time	F.Time	Area	Area%	Height	Height%	A/B	Mark	Name
1	18.655	18.608	18.708	2647549	6.84	1005430	8.54	2.63		
2	19.716	19.642	19.793	19690905	50.87	6495218	55.26	3.03		
3	20.485	20.392	20.558	13220793	28.99	2527349	21.50	4.43		
4	20.689	20.558	20.742	1044303	2.70	425378	3.62	2.45	V	
5	22.324	22.267	22.400	842358	2.18	279881	2.38	3.00	MI	
6	23.913	23.858	23.975	3261980	8.43	1021666	8.69	3.19		
				38707888	100.00	11752922	100.00			

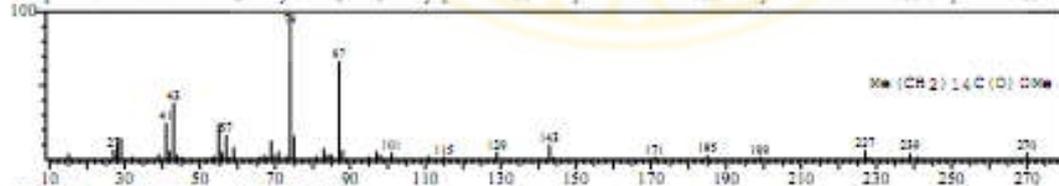
Library

<< Target >>

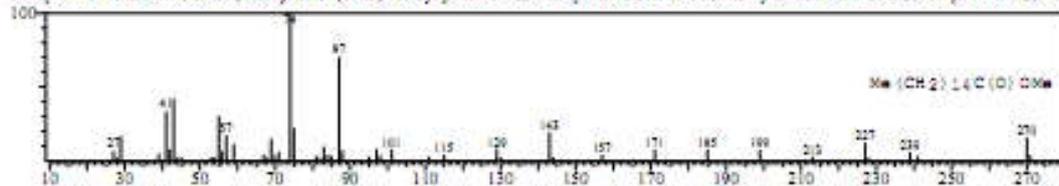
Line#1 R.Time:18.658;Scan#:1640; MassPeak:72  
 Raw Mode: Averaged 18.650-18.667(1639-1641) BasePeak:74.00(197400)  
 BG Mode: Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit#1: Entry:180432 Library:WILEY7.LIB  
 SI:96 Formula:C17H34O2 CAS:112-39-0 MolWeight:270 RefIndex:0  
 CompName:Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl palmitate SS Methyl hexadecanoate SS Methyl n-hexadecanoate SS Uniphat A60 SS Me



Hit#2: Entry:180434 Library:WILEY7.LIB  
 SI:96 Formula:C17H34O2 CAS:112-39-0 MolWeight:270 RefIndex:0  
 CompName:Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl palmitate SS Methyl hexadecanoate SS Methyl n-hexadecanoate SS Uniphat A60 SS Me



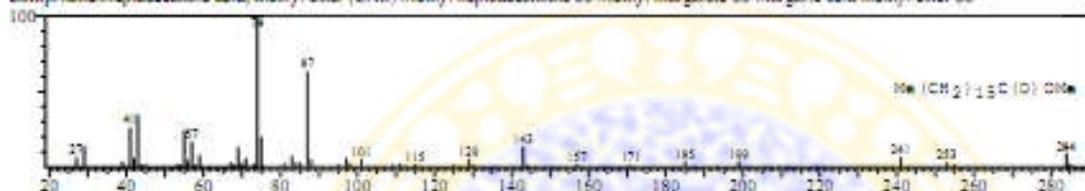
Hit#3 Entry:180433 Library:WILEY7.LIB  
 SI:96 Formula:C17 H34 O2 CAS:112-39-0 MolWeight:270 RefIndex:0  
 CompName:Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl palmitate \$\$ Methyl hexadecanoate \$\$ Methyl n-hexadecanoate \$\$ Liniphat A60 \$\$ Me



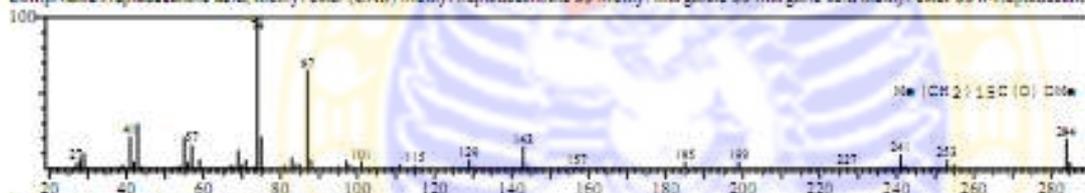
<< Target >>  
 Line#1 R.Time:19.717(Scan#:1767) MassPeaks:129  
 RawMode:Averaged 19.708-19.725(1766-1768) BasePeak:74.05(1315679)  
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



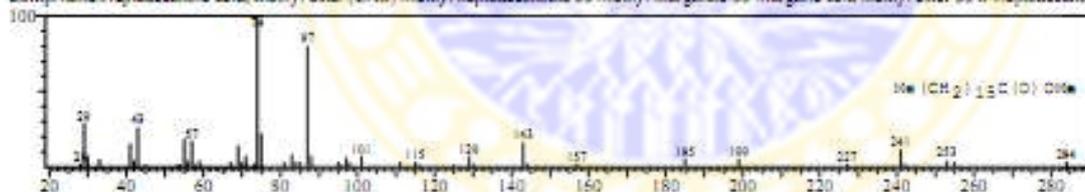
Hit#1 Entry:195586 Library:WILEY7.LIB  
 SI:96 Formula:C18 H36 O2 CAS:1731-92-6 MolWeight:284 RefIndex:0  
 CompName:Heptadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl heptadecanoate \$\$ Methyl margarate \$\$ Margoric acid methyl ester \$\$



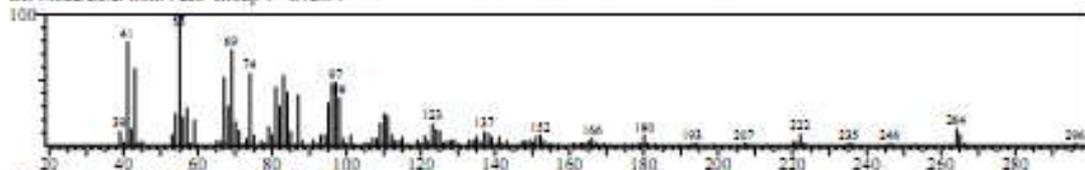
Hit#2 Entry:195585 Library:WILEY7.LIB  
 SI:96 Formula:C18 H36 O2 CAS:1731-92-6 MolWeight:284 RefIndex:0  
 CompName:Heptadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl heptadecanoate \$\$ Methyl margarate \$\$ Margoric acid methyl ester \$\$ n-Heptadecanoic



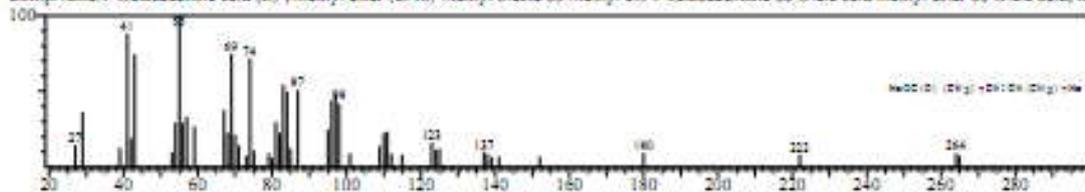
Hit#3 Entry:195591 Library:WILEY7.LIB  
 SI:96 Formula:C18 H36 O2 CAS:1731-92-6 MolWeight:284 RefIndex:0  
 CompName:Heptadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl heptadecanoate \$\$ Methyl margarate \$\$ Margoric acid methyl ester \$\$ n-Heptadecanoic



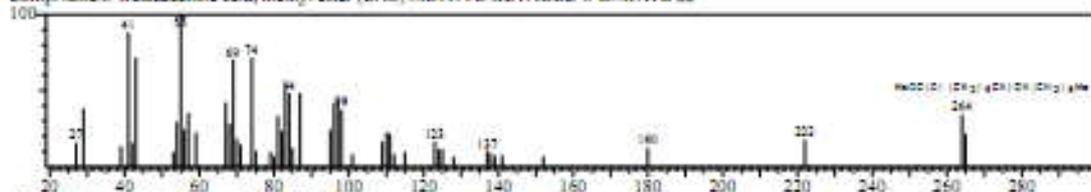
<< Target >>  
 Line#3 R.Time:20.483(Scan#:1859) MassPeaks:143  
 RawMode:Averaged 20.475-20.492(1858-1860) BasePeak:55.05(167889)  
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



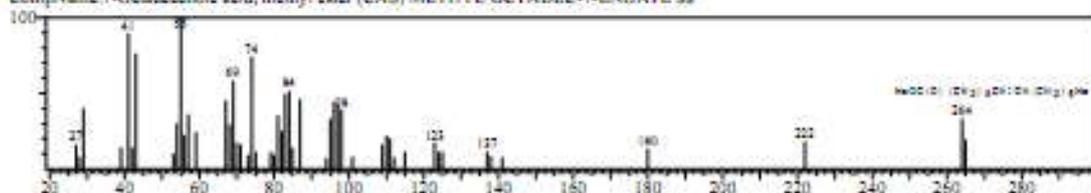
Hit#1 Entry:207855 Library:WILEY7.LIB  
 SI:94 Formula:C19 H36 O2 CAS:112-62-9 MolWeight:296 RefIndex:0  
 CompName:9-Octadecenoic acid (Z)-, methyl ester (CAS) Methyl oleate \$\$ Methyl cis-9-octadecenoate \$\$ Oleic acid methyl ester \$\$ Oleic acid, m



Hit#2 Entry:207515 Library:WILEY.LIB  
 SI:94 Formula:C19 H36 O2 CAS:2345-29-1 MolWeight:296 RefIndex:0  
 CompName:8-Octadecenoic acid, methyl ester (CAS) METHYL OCTADEC-8-ENOATE S5

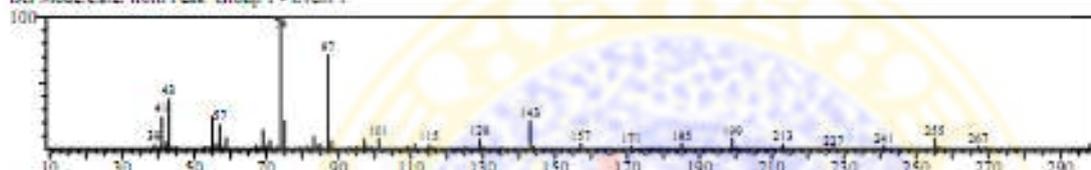


Hit#3 Entry:207514 Library:WILEY.LIB  
 SI:94 Formula:C19 H36 O2 CAS:57396-98-2 MolWeight:296 RefIndex:0  
 CompName:7-Octadecenoic acid, methyl ester (CAS) METHYL OCTADEC-7-ENOATE S5

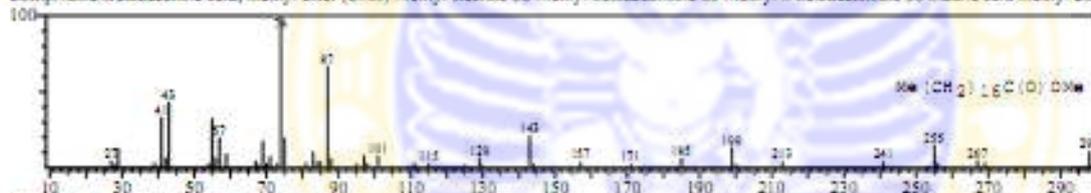


<< Target >>

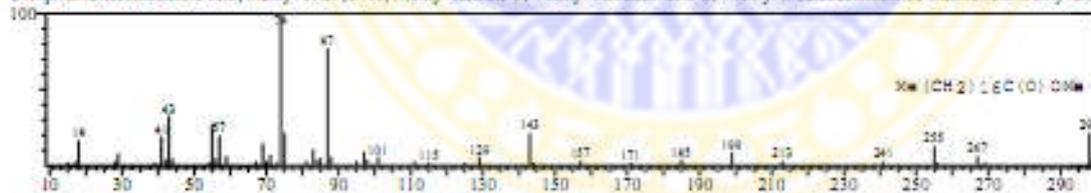
Line#4 R.Time:20.692(Scan#:1884) MassPeak:65  
 RawMode:Averaged 20.583-20.700(1883-1885) BasePeak:74.00(79664)  
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



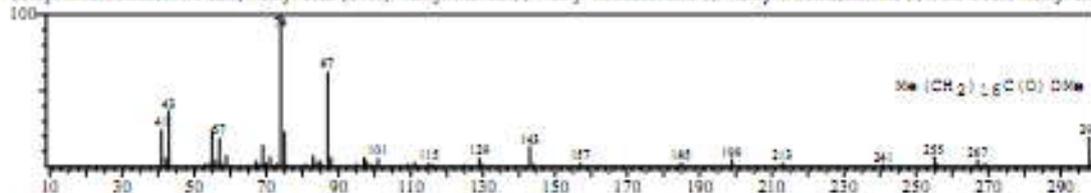
Hit#1 Entry:209839 Library:WILEY.LIB  
 SI:95 Formula:C19 H38 O2 CAS:112-61-8 MolWeight:298 RefIndex:0  
 CompName:Octadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl stearate S5 Methyl octadecanoate S5 Methyl n-octadecanoate S5 Stearic acid methyl est



Hit#2 Entry:209840 Library:WILEY.LIB  
 SI:94 Formula:C19 H38 O2 CAS:112-61-8 MolWeight:298 RefIndex:0  
 CompName:Octadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl stearate S5 Methyl octadecanoate S5 Methyl n-octadecanoate S5 Stearic acid methyl est



Hit#3 Entry:209841 Library:WILEY.LIB  
 SI:94 Formula:C19 H38 O2 CAS:112-61-8 MolWeight:298 RefIndex:0  
 CompName:Octadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl stearate S5 Methyl octadecanoate S5 Methyl n-octadecanoate S5 Stearic acid methyl est

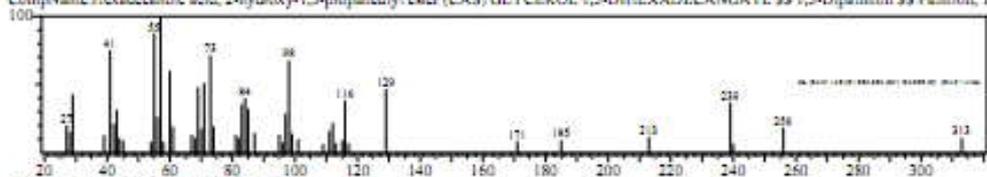


<< Target >>

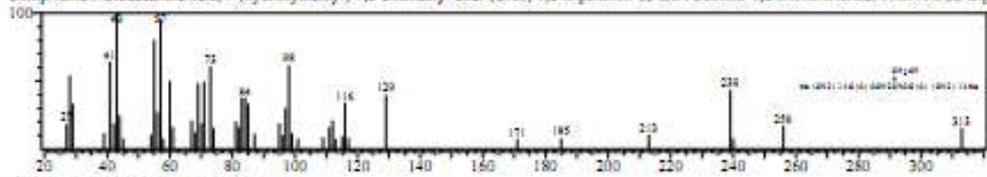
Line#5 R.Time:22.325(Scan#:2080) MassPeak:58  
 RawMode:Averaged 22.317-22.333(2079-2081) BasePeak:57.05(25959)  
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



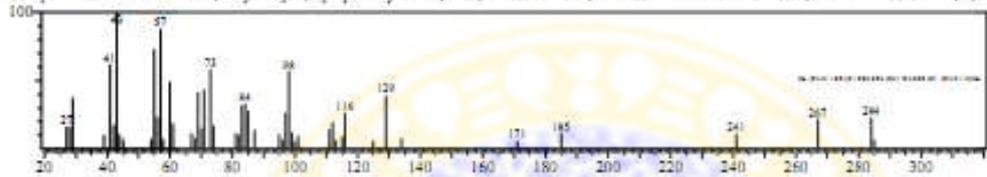
Hit#1 Entry:326224 Library:WILEY7.LIB  
 SI:85 Formula:C35 H68 O5 CAS:502-62-3 MolWeight:569 RefIndex:0  
 CompName:Hexadecanoic acid, 2-(hydroxy-1,3-propanediyl) ester (CAS) GLYCEROL 1,3-DIHEXADECANOATE \$S\$ 1,3-Dipalmitin \$S\$ Palmitin, 1



Hit#2 Entry:326225 Library:WILEY7.LIB  
 SI:85 Formula:C35 H68 O5 CAS:761-35-3 MolWeight:569 RefIndex:0  
 CompName:Hexadecanoic acid, 1-(hydroxymethyl)-, 2-ethanediyl ester (CAS) 1,3-Dipalmitin \$S\$ GLYCEROL-1,2-DIHEXADECANOATE \$S\$ Dig

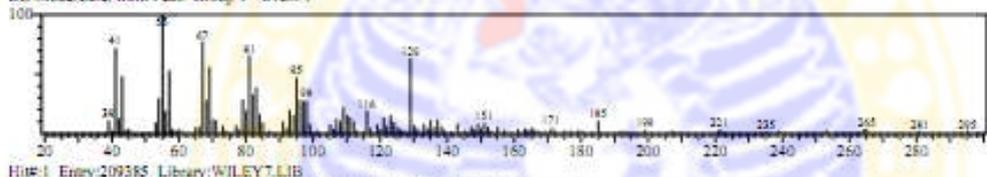


Hit#3 Entry:330769 Library:WILEY7.LIB  
 SI:85 Formula:C39 H78 O5 CAS:504-40-5 MolWeight:625 RefIndex:0  
 CompName:Octadecanoic acid, 2-(hydroxy-1,3-propanediyl) ester (CAS) GLYCEROL-1,3-DI OCTADECANOATE \$S\$ 1,3-Distearin \$S\$ Stearin, 1,3-

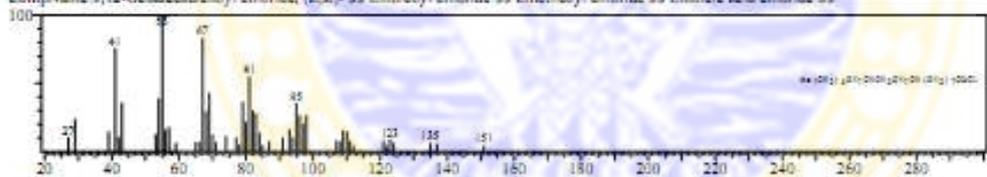


<< Target >>

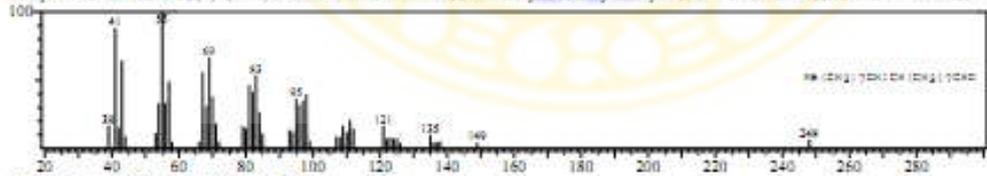
Line#6 R.Time:23.917,Scan#:22711 MassPeaks:122  
 RawMode:Averaged 23.908-23.925(2270-2272) BasePeak:55.05(68724)  
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



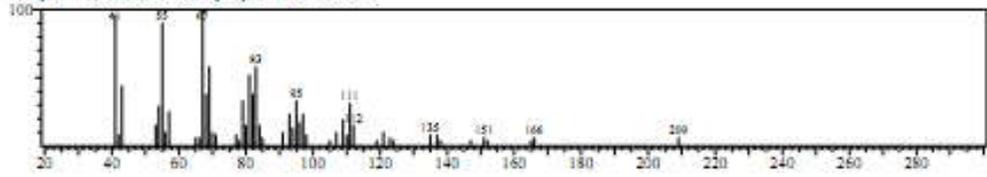
Hit#1 Entry:209385 Library:WILEY7.LIB  
 SI:86 Formula:C18 H31 Cl O CAS:7459-33-8 MolWeight:296 RefIndex:0  
 CompName:9,12-Octadecadienyl chloride, (Z,Z)- \$S\$ Linoleoyl chloride \$S\$ Linoleoyl chloride \$S\$ Linoleic acid chloride \$S\$



Hit#2 Entry:175612 Library:WILEY7.LIB  
 SI:85 Formula:C18 H34 O CAS:2423-10-1 MolWeight:266 RefIndex:0  
 CompName:9-Octadecenal, (Z)- (CAS) CIS-OCTADEC-9-ENAL \$S\$ Olealdehyde \$S\$ Oleyaldehyde \$S\$ Z-9-Octadecenal \$S\$ cis-9-Octadecenal \$S\$



Hit#3 Entry:188729 Library:WILEY7.LIB  
 SI:85 Formula:C19 H34 O CAS:0-00-0 MolWeight:278 RefIndex:0  
 CompName:(Z,Z)-3,9-cis-6,7-epoxy-nonadecadiene \$S\$



Method Analytical Line 1  
 [GC-2010] Analytical Line 1  
 [GCMS-QP2010] IonSourceTemp: 250.00 °C

**Lampiran 5** Pembakuan larutan KOH 0,1 N dengan larutan H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O 0,1 N

$$N \text{ H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = \frac{g}{Mr} \times \frac{1000}{mL} \times Val = \frac{3,1535}{126,07} \times \frac{1000}{500} \times 2 = 0,1001 \text{ N}$$

$$N \text{ KOH sebelum dibaku} = \frac{g}{Mr} \times \frac{1000}{mL} \times Val = \frac{5,6699}{56,11} \times \frac{1000}{1000} \times 1 = 0,1011 \text{ N}$$

Tabel hasil pembakuan larutan KOH dengan larutan baku primer 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 NaOH (mL)	VNaOH rerata (mL)
10,0	0,1001	11,5	11,5
10,0	0,1001	11,5	
10,0	0,1001	11,5	

Perhitungan:

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

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

$$= \frac{0,1001 \times 10,0}{11,5}$$

$$= 0,0870 \text{ N}$$

**Lampiran 6** Perhitungan bilangan asam minyak jarak pagar

Replikasi	V KOH (mL)	Nilai bilangan asam (mgKOH/g)	Nilai bilangan asam rerata (mgKOH/g)
I	4,90	23,3344	23,3157
II	4,80	23,2761	
II	4,90	23,3367	

Perhitungan:

$$\begin{aligned}
 \text{Bilangan asam I} &= \frac{V_{\text{KOH}} \times N_{\text{KOH}} \times M_{\text{KOH}}}{m_{\text{sampel}}} \\
 &= \frac{4,9 \times 0,0870 \times 56,1}{1,0249} \\
 &= 23,3344 \text{ mgKOH/g}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Bilangan asam II} &= \frac{V_{\text{KOH}} \times N_{\text{KOH}} \times M_{\text{KOH}}}{m_{\text{sampel}}} \\
 &= \frac{4,8 \times 0,0870 \times 56,1}{1,0065} \\
 &= 23,2761 \text{ mgKOH/g}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Bilangan asam III} &= \frac{V_{\text{KOH}} \times N_{\text{KOH}} \times M_{\text{KOH}}}{m_{\text{sampel}}} \\
 &= \frac{4,9 \times 0,0870 \times 56,1}{1,0248} \\
 &= 23,3367 \text{ mgKOH/g}
 \end{aligned}$$

**Lampiran 7** Perhitungan bilangan asam minyak jarak pagar setelah diturunkan melalui reaksi esterifikasi dengan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

Replikasi	V KOH (mL)	Nilai bilangan asam (mgKOH/g)	Nilai bilangan asam rerata (mgKOH/g)
I	0,15	0,7211	0,7217
II	0,15	0,7220	
II	0,15	0,7220	

Perhitungan:

$$\begin{aligned}
 \text{Bilangan asam I} &= \frac{V_{\text{KOH}} \times N_{\text{KOH}} \times M_{\text{rKOH}}}{m_{\text{sampel}}} \\
 &= \frac{0,15 \times 0,0870 \times 56,1}{1,0153} \\
 &= 0,7211 \text{ mgKOH/g}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Bilangan asam II} &= \frac{V_{\text{KOH}} \times N_{\text{KOH}} \times M_{\text{rKOH}}}{m_{\text{sampel}}} \\
 &= \frac{0,15 \times 0,0870 \times 56,1}{1,0140} \\
 &= 0,7220 \text{ mgKOH/g}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Bilangan asam III} &= \frac{V_{\text{KOH}} \times N_{\text{KOH}} \times M_{\text{rKOH}}}{m_{\text{sampel}}} \\
 &= \frac{0,15 \times 0,0870 \times 56,1}{1,0140} \\
 &= 0,7220 \text{ mgKOH/g}
 \end{aligned}$$

**Lampiran 8** Penentuan jumlah situs basa

$$N \text{ H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = \frac{g}{Mr} \times \frac{1000}{mL} \times Val = \frac{3,1535}{126,07} \times \frac{1000}{500} \times 2 = 0,1001 \text{ N}$$

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

Replikasi	V Asam oksalat (mL)	Jumlah situs basa (mmol/g)	Jumlah situs basa (mmol/g)
I	54,95	109,9	109,9
II	54,95	109,9	

Perhitungan:

$$\text{Jumlah situs basa I} = \frac{VxN_{\text{oksalat}}}{m_{\text{katalis}}} = \frac{54,95 \times 0,1001}{0,05} = 109,9 \text{ (mmol/g)}$$

$$\text{Jumlah situs basa II} = \frac{VxN_{\text{oksalat}}}{m_{\text{katalis}}} = \frac{54,95 \times 0,1001}{0,05} = 109,9 \text{ (mmol/g)}$$

## Lampiran 9 Perhitungan konversi biodiesel

Konversi biodiesel dihitung menggunakan metode EN 14103 sesuai persamaan:

$$\text{Konversi Biodiesel(\%)} = \frac{\sum A - A_s}{A_s} \times \frac{C_s V_s}{m} \times 100\%$$

Keterangan:  $\sum A$  = total area puncak metil ester  
 $A_s$  = area puncak metil heptadekanoat  
 $C_s$  = konsentrasi larutan standart (mg/mL)  
 $V_s$  = volume larutan standart (mL)  
 $m$  = massa sampel (mg)

Preparasi uji GC-MS

Reaksi 1 jam:

m Biodiesel = 257,6 mg  
 $C_s$  = 10,48 mg/mL

Reaksi 4 jam:

m Biodiesel = 270,0 mg  
 $C_s$  = 10,88 mg/mL

Reaksi 2 jam:

m Biodiesel = 263,1 mg  
 $C_s$  = 10,48 mg/mL

Reaksi 5 jam:

m Biodiesel = 260,7 mg  
 $C_s$  = 11,72 mg/mL

Reaksi 3 jam:

m Biodiesel = 263,7 mg  
 $C_s$  = 10,88 mg/mL

Konversi Biodiesel:

Reaksi 1 jam

$$\text{Konversi Biodiesel(\%)} = \frac{34840693 - 20483830}{20483830} \times \frac{10,48 \times 5}{257,6} \times 100\% = 14,3\%$$

Reaksi 2 jam

$$\text{Konversi Biodiesel(\%)} = \frac{31906314 - 18119239}{18119239} \times \frac{10,48 \times 5}{263,1} \times 100\% = 15,2\%$$

Reaksi 3 jam

$$\text{Konversi Biodiesel(\%)} = \frac{38930212 - 21841974}{21841974} \times \frac{10,88 \times 5}{263,7} \times 100\% = 16,1\%$$

Reaksi 4 jam

$$\text{Konversi Biodiesel(\%)} = \frac{40331265 - 21364503}{21364503} \times \frac{10,88 \times 5}{270,0} \times 100\% = 17,9\%$$

Reaksi 5 jam

$$\text{Konversi Biodiesel(\%)} = \frac{35445908 - 19690905}{19690905} \times \frac{11,72 \times 5}{260,7} \times 100\% = 18,0\%$$

