

LAPORAN PENELITIAN

LEMBAGA PENELITIAN & PENGABDIAN MASYARAKAT



Hidrogenasi Elektrokimia Hidrokarbon Terpen

Peneliti Utama : Dr. Tedi Hudaya, ST, MEngSc
Dr. Ir. Tatang Hernas Soerawidjaja
Peneliti : Antonius Rionardi (2009620022)

JURUSAN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
UNIVERSITAS KATOLIK PARAHYANGAN
JALAN CIUMBULEUIT 94, BANDUNG – 40141
JANUARI – 2013

ABSTRAK

Energi merupakan kebutuhan pokok setiap manusia dan selama ini berasal dari minyak bumi yang tak terbarukan. Penggunaan minyak bumi yang berlebihan dan terus meningkat dapat menyebabkan meningkatnya suhu bumi atau pemanasan global. Oleh karena itu, dibutuhkan sumber energi terbarukan yang berasal dari tumbuhan untuk mengurangi penggunaan minyak bumi. Indonesia merupakan negara yang kaya akan sumber daya hayati oleh karena itu diperlukan pengembangan bahan bakar yang berasal dari tumbuhan. Salah satu sumber bahan baku yang dapat dimanfaatkan sebagai bahan bakar alternatif adalah minyak terpentin. Minyak tersebut dapat diolah agar kualitasnya menyerupai kerosin ataupun avtur. Proses pengolahan ini perlu dilakukan agar minyak terpentin dapat memenuhi syarat mutu titik asap dan titik beku sesuai ketentuan (standar) bagi kerosin dan avtur.

Penelitian ini memiliki tujuan meningkatkan kadar hidrogen yang terdapat dalam minyak terpentin agar dapat meningkatkan titik asapnya. Kadar hidrogen dapat ditingkatkan dengan proses hidrogenasi. Pada penelitian ini dilakukan hidrogenasi secara elektrokimia (elektrokatalitik). Proses hidrogenasi elektrokimia (secara elektrokatalitik) dipilih karena proses ini dapat dilakukan pada kondisi temperatur dan tekanan rendah. Selain itu, resiko pelepasan gas hidrogen dapat dihindari karena dalam proses tersebut tidak digunakan gas hidrogen. Sumber listrik bagi sel elektrokimia pun dapat dibangkitkan dari sumber –sumber yang terbarukan misalnya dari kincir angin, turbin air mini (*microhidro*) dan lain-lain.

Proses hidrogenasi elektrokimia dilakukan di dalam suatu sel elektrokimia. Percobaan – percobaan yang dilakukan terdiri dari percobaan pendahuluan dan percobaan utama. Pada percobaan pendahuluan dilakukan pengujian untuk menentukan kondisi tegangan kerja optimum bagi proses hidrogenasi elektrokimia. Pada percobaan utama dilakukan proses hidrogenasi elektrokimia terhadap minyak terpentin dengan memvariasikan konsentrasi larutan elektrolit serta waktu proses hidrogenasi yang dilakukan. Setelah proses hidrogenasi selesai dilakukan analisis tingkat kejenuhan dari minyak terpentin dengan cara uji brom (titrasi bromida-bromat) dan uji nyala api menggunakan lampu cempor lalu dibandingkan dengan kerosin maupun avtur

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Energi merupakan kebutuhan pokok dalam kehidupan sehari-hari manusia, antara lain sebagai bahan bakar alat transportasi khususnya kendaraan bermotor. Bahan-bahan bakar yang paling banyak digunakan selama ini berasal dari sumber daya fosil, yang tidak dapat diperbaharui karena proses pembentukannya memerlukan waktu berjuta-juta tahun.

Kesadaran terhadap masalah tersebut diatas, telah memicu pengembangan sumber bahan bakar alternatif yang dapat diperbaharui serta ramah lingkungan. Salah satu upaya pengembangan bahan bakar alternatif dapat berupa pemanfaatan minyak nabati dari tanaman dan salah satu minyak tanaman yang dapat diolah menjadi bahan bakar adalah minyak terpentin dari pohon pinus. Pohon pinus membutuhkan waktu setidaknya 10 - 15 tahun untuk menjadi dewasa dan menghasilkan minyak terpentin. Dalam jangka waktu 10 - 15 tahun, pohon pinus dapat menyerap sejumlah besar gas karbon dioksida sehingga pemanfaatan bahan bakar minyak terpentin pada dasarnya tidak menambah jumlah gas rumah kaca (*zero emission*).

Komponen-komponen minyak terpentin memiliki rumus kimia ($C_{10}H_{16}$) yang menyerupai komponen penting minyak tanah dan avtur (sikloalkana $C_{10}H_{20}$ atau alkana $C_{10}H_{22}$), tetapi karena kekurangan hidrogen sifat pembakarannya lebih buruk. Karena ini, untuk meningkatkan mutu bakarnya, terhadap minyak terpentin perlu dilakukan suatu proses hidrogenasi.

1.2 Tujuan

Tujuan umum dari penelitian ini mendapatkan gambaran awal kelayakan teknik proses hidrogenasi elektrokimia minyak terpentin. Tujuan khusus penelitian adalah menyidik kombinasi elektroda dan elektrolit yang berpotensi menjanjikan untuk proses hidrogenasi elektrokatalitik minyak terpentin.

1.1. Urgensi Penelitian

Penelitian ini merupakan upaya untuk mencari sumber-sumber terbarukan pengganti minyak bumi, dengan fokus untuk substitusi minyak tanah (kerosene) dan bahkan jika mungkin sebagai substitusi avtur. Bahan alam yang dipilih karena melimpah di Indonesia adalah hidrokarbon terpen yang terkandung dalam minyak terpenin, hasil olahan getah pohon pinus. Strategi yang dilakukan adalah meningkatkan kadar hidrogen yang terdapat dalam minyak terpenin, agar dapat meningkatkan titik asapnya, menggunakan proses hidrogenasi elektrokatalitik.

Proses hidrogenasi elektrokimia (secara elektrokatalitik) dipilih karena proses ini dapat dilakukan pada kondisi temperatur dan tekanan rendah / ruang. Selain itu, resiko pelepasan gas hidrogen dan ledakan dapat dihindari karena dalam proses tersebut tidak digunakan gas hidrogen. Selain itu, sumber listrik bagi sel elektrokimia pun dapat dibangkitkan dari sumber –sumber yang terbarukan misalnya dari kincir angin, turbin air mini (*microhidro*) dan lain-lain.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

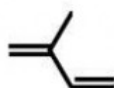
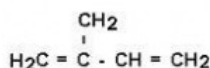
2.1 Minyak Tanah dan Avtur

Minyak tanah (kerosin) dan avtur merupakan campuran hidrokarbon hasil pengilangan minyak bumi yang mendidih di antara 150°C dan 320°C. Komponen-komponen kerosin dan avtur terutama adalah senyawa-senyawa hidrokarbon alkana dan sikloalkana dalam rentang C₁₀ – C₁₅. Salah satu tolak ukur terpenting untuk kerosin dan avtur adalah titik asap (yaitu tinggi maksimum nyala yang bisa dihasilkan, pada lampu standar, tanpa menimbulkan asap). Minyak tanah harus memiliki titik asap minimal 18 mm, sedangkan avtur 24 mm. Avtur juga disyaratkan bertitik beku tidak lebih dari – 40°C (agar tidak membeku, alias tetap dapat mengalir, saat pesawat terbang berada di ketinggian ribuan meter dari permukaan laut), sedangkan kerosin hanya disyaratkan masih tetap cair pada kondisi kamar.

Hidrokarbon yang paling sering terkandung di dalam tumbuhan adalah hidrokarbon golongan terpen ((C₅H₈)_n, n= 2, 3, dst.) (Eggersdorfer,2003). Terpen-terpen dalam rentang hidrokarbon minyak tanah adalah kelompok monoterpen (C₁₀H₁₆) dan seskuiterpen(C₁₅H₂₄). Senyawa-senyawa yang termasuk dalam kelompok ini ada yang berantai karbon terbuka (asiklik) dan ada pula yang berantai membentuk cincin (siklik).

2.2 Hidrokarbon Terpen

Hidrokarbon terpen adalah senyawa karbon yang terbentuk dari 2 atau lebih unit yang mirip dengan isoprena (2-metil-buta-1,3-diena, C₅H₈). Terpen banyak dihasilkan dari getah tumbuhan dan memiliki rumus molekul (C₅H₈)_n. Gambar 2.1 menyajikan gambar kerangka molekul isoprena (C₅H₈) :



Gambar 2.1 Unit Isopren (C_5H_8)

Hidrokarbon terpen memiliki sifat-sifat umum seperti memiliki rasa dan bau yang khas, memiliki densitas yang lebih rendah daripada air, dan larut dalam pelarut organik seperti eter dan alkohol. Minyak terpentin yang dihasilkan oleh tumbuhan biasanya berupa campuran dari berbagai jenis atau isomer terpen, sehingga untuk mendapatkan komponen murni perlu dilakukan pemisahan dengan distilasi vakum (Kirk Othmer, 1997). Kondisi vakum dibutuhkan agar distilasi dapat dilaksanakan pada suhu relatif rendah, karena terpen merupakan senyawa-senyawa reaktif yang pada suhu relatif tinggi mudah membentuk getah.

Terpen biasanya dikelompokkan menurut jumlah unit isoprena penyusunnya; nama-nama kelompoknya disajikan dalam Tabel 2.1 di bawah ini.

Tabel 2.1 Klasifikasi terpen menurut jumlah unit isopren penyusun

(Kirk Othmer, 1997)

Jumlah unit isopren	Jenis terpen	Rumus Molekul
2	Monoterpen	$C_{10}H_{16}$
3	Seskuiterpen	$C_{15}H_{24}$
4	Diterpen	$C_{20}H_{32}$
5	Sesterpen	$C_{25}H_{40}$
6	Triterpen	$C_{30}H_{48}$
8	Tetraterpen	$C_{40}H_{64}$

Hidrokarbon monoterpen dan seskuiterpen memiliki rumus kimia yang mirip dengan kerosin maupun avtur yaitu hidrokarbon yang jumlah karbonnya berada rentang C_{10} – C_{15} . Rentang jumlah karbon ini terdapat pada antara rentang monoterpen ($C_{10}H_{16}$) dan seskuiterpen ($C_{15}H_{24}$).

2.3 Minyak Terpentin

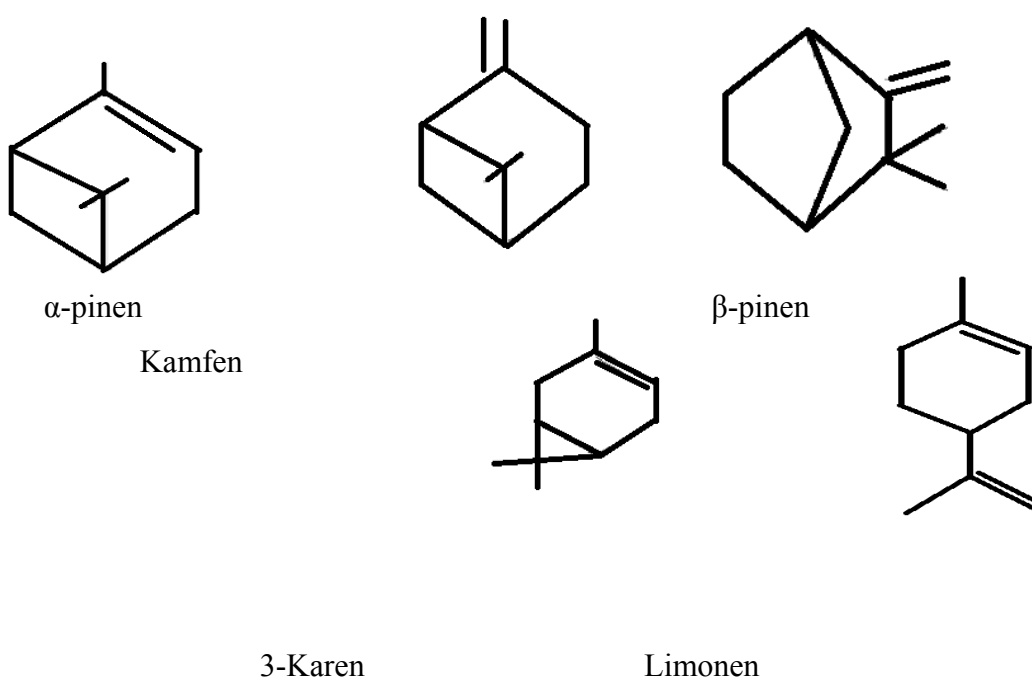
Minyak Terpentin adalah minyak yang memiliki sifat relatif mudah menguap dan terdapat di dalam getah dari tumbuhan golongan pinus. Pemisahan getah dengan proses distilasi vakum akan menghasilkan minyak terpentin sebagai distilat (sekitar 13-25%) dan rosin atau gondorukem sebagai produk bawah (sekitar 70-75%). Dalam minyak terpentin, α -pinen merupakan monoterpen yang kandungannya paling

banyak. Berikut ini adalah rentang komposisi dari terpenin Indonesia yang berasal dari *Pinus mercussii* (Gscheidmeier, M,1996).

Tabel 2.4 Kandungan Terpen pada Minyak Terpentin di Indonesia

Jenis Komponen	%Berat
α -pinen	65 – 85
β -pinen	1 – 3
Kamfen	≈ 1
3-Karen	10 – 18
Limonen	10 – 18

Sifat kimia dari terpenin ditentukan oleh komponen utamanya sedangkan sifat fisiknya bergantung pada komposisi. Minyak terpenin di Indonesia memiliki titik didih 152-162°C ,titik beku -60 sampai dengan -50°C, dan densitas saat 20°C adalah 0,865 – 0,870 g/mL (Gscheidmeier and Fleig, 1996).

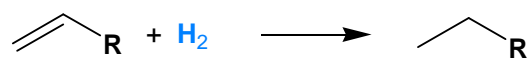


Gambar 2.2 Rumus Bangun Zat-Zat Komponen Utama Minyak Terpentin (Gscheidmeier and Fleig, 1996).

Minyak terpentin dapat dimanfaatkan sebagai pelarut organik dan juga dapat menjadi bahan baku sintesis organik. Sebagai pelarut, terpentin biasanya digunakan untuk mengencerkan cat, memproduksi pernis dan juga sebagai bahan mentah untuk industri yang menghasilkan produk seperti plastik, ban, dan kosmetik. Sebagai bahan baku sintesis organik, terpentin banyak digunakan pada sintesis zat-zat kimia untuk bahan-bahan pewangi dan parfum.

2.4 Hidrogenasi

Minyak terpentin memiliki kemiripan struktur dengan komponen-komponen kerosin atau avtur dengan kandungan hidrogen yang lebih sedikit. Monoterpen memiliki rumus molekul $C_{10}H_{16}$ sedangkan komponen C_{10} kerosin atau avtur adalah alkana $C_{10}H_{22}$ dan sikloalkana $C_{10}H_{20}$. Oleh karena itu, untuk mengubah monoterpen menjadi komponen layak kerosin atau avtur, perlu ditambahkan hidrogen. Proses penambahan hidrogen itu disebut hidrogenasi dan reaksi hidrogenasi secara sederhana dapat digambarkan sebagai berikut:

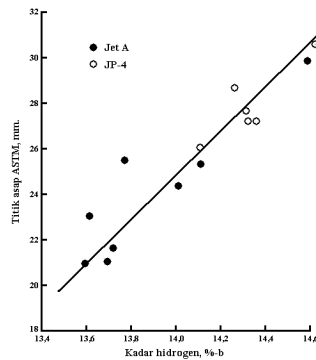


Proses hidrogenasi umumnya terjadi pada senyawa yang memiliki ikatan rangkap dua atau rangkap tiga sehingga terbentuk molekul yang lebih jenuh. Reaksi hidrogenasi bersifat eksoterm dan membutuhkan energi pengaktifan yang tinggi (Fessenden, 1986).

Untuk dapat memanfaatkan minyak terpentin maka perlu dibandingkan dengan kerosin dan avtur. Tolak ukur yang dapat menjadi pembanding adalah titik asap (dan titik beku untuk avtur). Titik asap merupakan tinggi maksimum dari nyala tanpa asap yang bisa dihasilkan oleh bahan bakar ketika digunakan dalam lampu standar. Titik beku merupakan temperatur dimana suatu cairan berubah fasa menjadi padat.

Sebagian besar komposisi dari kerosin adalah alkana dan sikloalkana (sekitar 70-80%) sisanya hidrokarbon aromatik (15-25%) dan olefin (5%) sedangkan untuk avtur terdiri dari alkana (50-70%), sikloalkana (20-40%), hidrokarbon aromatik (11-25%) dan olefin (0-4,1%). Alkana dengan rantai lurus akan memiliki titik beku yang lebih tinggi dibanding alkana yang memiliki cabang dan sikloalkana. Tetapi, alkana

memiliki titik asap yang tinggi karena memiliki kandungan hidrogen yang paling tinggi dibanding sikloalkana. Komposisi yang paling banyak terdapat dalam kerosin dan avtur adalah hidrokarbon alkana dan sikloalkana. Alkana dan sikloalkana ini memiliki rentang $C_{10} - C_{15}$ (jumlah atom C-nya mirip dengan minyak terpenin) sehingga membuat kerosin dan avtur memiliki titik asap yang baik serta titik beku relatif rendah. Kerosin memiliki syarat titik asap minimal 18 mm sedangkan avtur memiliki titik asap minimal 24 mm dan titik beku $< -40^{\circ}C$. Avtur memerlukan syarat titik beku agar pada saat penerbangan bahan bakar pesawat tidak membeku. Titik asap dipengaruhi oleh kandungan hidrogen yang terdapat di dalam kerosin atau avtur, seperti diperlihatkan gambar berikut ini :



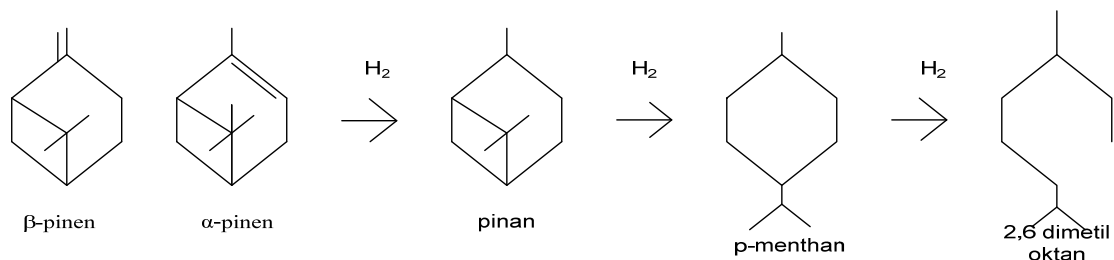
Gambar 2.3 Hubungan Antara Titik Asap dengan Kadar Hidrogen
(Bridge, 1997)

Gambar 2.13 menunjukkan bahwa semakin banyak kadar hidrogen di dalam suatu minyak maka titik asapnya akan semakin tinggi yang menunjukkan bahwa kualitasnya semakin baik. Kadar hidrogen monoterpen sampai dengan komponen-komponen penyusun kerosin dan avtur.

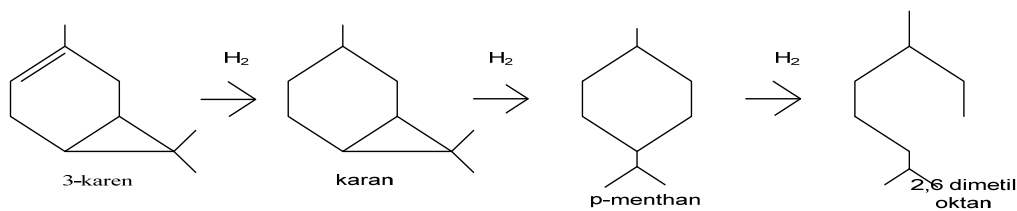
Tabel 2.5 Kadar Hidrogen Monoterpen, Alkana, Sikloalkana, Alkena dan Aromatik

Rumus Molekul	Kadar hidrogen (% b)
$C_{10}H_{22}$	15,58 %
$C_{10}H_{20}$	14,31 %
$C_{10}H_{18}$	13,12 %
$C_{10}H_{14}$	10,51 %
$C_{10}H_{16}$	11,84 %

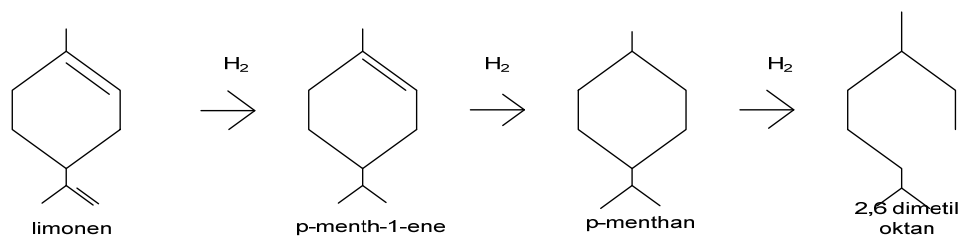
Monoterpen dapat ditingkatkan kualitasnya sehingga memenuhi syarat titik asap kerosin maupun avtur dengan cara hidrogenasi. Hidrogenasi ini dapat membuat kadar hidrogen pada monoterpen meningkat sehingga berpengaruh terhadap titik asap monoterpen tersebut. Oleh karena itu, melalui proses hidrogenasi diharapkan dapat meningkatkan titik asap minyak terpentin sehingga dapat menyerupai kerosin atau avtur. Berikut adalah gambaran proses hidrogenasi pada komponen penyusun minyak terpentin.



Gambar 2.4 Hidrogenasi Senyawa α -Pinen dan β -Pinen



Gambar 2.5 Hidrogenasi Senyawa 3-Karen



Gambar 2.6 Hidrogenasi Senyawa Limonene

Proses hidrogenasi ini dilakukan hingga monoterpen dapat berubah menjadi senyawa sikloalkana atau bahkan sampai dengan alkana. Alkana dan sikloalkana memiliki titik asap yang tinggi dengan harapan minyak terpentin dapat menyerupai kerosin atau bahkan avtur. Hidrogenasi untuk menjenuhkan ikatan-ikatan rangkap pada senyawa-senyawa organik dapat dilakukan dengan tiga cara : reaksi langsung dengan

molekul gas hidrogen (gas H₂), reaksi dengan molekul zat-zat yang merupakan donor hidrogen (atom H) dan hidrogenasi elektrokimia.

2.4.1 Reaksi Langsung dengan molekul gas Hidrogen

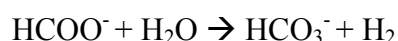
Hidrogenasi langsung dengan gas hidrogen biasanya dilakukan dengan bantuan katalis pada temperatur dan tekanan yang tinggi. Fungsi dari katalis tersebut adalah untuk menurunkan energi aktivasi sehingga reaksi dapat berlangsung dengan lebih cepat dan pada kondisi yang lebih lunak. Contoh dari katalis yang sering digunakan adalah paladium, platinum, dan nikel (Fessenden, 1986). Proses hidrogenasi akan berlangsung di permukaan katalis tersebut. Stoikiometri reaksi yang terjadi dapat ditulis sebagai berikut :



Secara mekanistik, awalnya hidrogen dan substrat teradsorp di permukaan katalis. Atom hidrogen kemudian akan menyerang salah satu sisi karbon yang mempunyai ikatan yang cukup lemah (ikatan rangkap). Setelah atom hidrogen menyerang salah satu sisi karbon, sisi karbon lainnya diserang atom hidrogen lain yang teradsorp pada permukaan katalis sehingga ikatan rangkap terjenuhkan. Penggunaan gas hidrogen sebagai sumber hidrogen dalam proses tersebut berbahaya, karena jika gas hidrogen tidak digunakan dengan hati-hati dan lepas ke udara maka dapat menimbulkan kecelakaan berupa ledakan dan kebakaran.

2.4.2 Reaksi dengan Molekul Zat-Zat yang Merupakan Donor Hidrogen

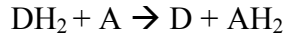
Reaksi dengan molekul zat yang merupakan donor hidrogen dapat disebut juga hidrogenasi perpindahan. Hidrogenasi perpindahan merupakan proses hidrogenasi dengan sumber hidrogen (donor hidrogen) yang berasal dari senyawa lain misalnya senyawa yang mengandung format. Ion format merupakan donor hidrogen yang reaktif jika dikontakkan dengan logam transisi (Zoran dkk, 1984)



Reaksi yang terjadi pada hidrogenasi perpindahan (Arkad dkk, 1987) yaitu:



Atau secara umum :



Proses hidrogenasi secara perpindahan dapat dilakukan tanpa kemunculan gas hidrogen (H_2), yang dapat berbahaya apabila bocor ataupun meledak akibat tekanan yang terlalu tinggi. Dengan menggunakan proses hidrogenasi perpindahan, gas hidrogen (H_2) diganti dengan larutan pendonor senyawa yang mengandung ion format sehingga meminimalkan resiko berbahaya yang mungkin terjadi. Selain itu, apabila proses hidrogenasi yang digunakan memakai gas hidrogen (H_2), akan sulit untuk diterapkan oleh masyarakat umum ataupun industri skala kecil. Penggunaan larutan kalium format pun dapat mengurangi biaya yang diperlukan untuk proses hidrogenasi daripada menggunakan gas hidrogen (H_2) secara langsung. Kekurangan dari proses hidrogenasi ini adalah memerlukan katalis yang harganya cukup mahal misalnya Pd (Palladium).

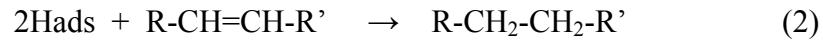
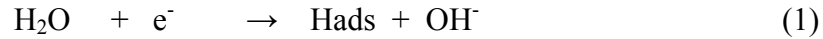
2.4.3 Hidrogenasi Elektrokimia

Hidrogenasi elektrokimia merupakan proses hidrogenasi yang dilakukan di dalam suatu sel elektrokimia yang terdiri dari elektrolit, katoda dan anoda. Sel elektrokimia memanfaatkan energi listrik untuk membantu menjalankan suatu reaksi reduksi dan oksidasi. Reaksi reduksi akan terjadi pada katoda sedangkan reaksi oksidasi akan terjadi pada anoda. Larutan elektrolit yang mengisi ruang di antara anoda dan katoda berfungsi sebagai penghantar arus listrik dan jembatan bagi ion – ion yang dihasilkan oleh masing – masing setengah reaksi yang terjadi di masing – masing elektroda.

Hidrogenasi elektrokimia memiliki beberapa keuntungan dibandingkan hidrogenasi katalitik yaitu dapat menggunakan tekanan dan temperatur reaksi yang rendah karena memanfaatkan potensial listrik, selain itu sumber hidrogen tidak berupa gas sehingga dapat mencegah bahaya ledakan akibat penggunaan gas hidrogen. Hidrogenasi elektrokimia dibagi menjadi dua macam yaitu hidrogenasi elektrokatalitik dan hidrogenasi elektrokimia langsung.

2.4.3.1 Hidrogenasi Elektrokimia Secara Elektrokatalitik

Hidrogenasi elektrokatalitik merupakan hidrogenasi yang memanfaatkan katoda selain sebagai elektroda juga sebagai katalis. Mekanisme reaksi yang terjadi selama proses hidrogenasi elektrokatalitik adalah sebagai berikut :



Pada persamaan (1), terjadi proses pembentukan atom hidrogen yang terjadi di permukaan katalis (katoda) yang kemudian akan bereaksi dengan substrat. Atom hidrogen tersebut terbentuk melalui reduksi elektrokimia air. Selanjutnya, terjadinya proses adsorpsi substrat ke permukaan katalis. Kemudian, atom hidrogen yang terbentuk akan bereaksi dengan substrat sesuai dengan persamaan hidrogenasi pada persamaan (2).

Selain reaksi di atas, terdapat pula suatu reaksi samping pada katoda yang akan mengkonsumsi arus namun tidak mempengaruhi perolehan produk. Reaksi tersebut adalah reaksi pembentukan gas hidrogen dari kombinasi dua atom H_{ads} sebagai berikut :

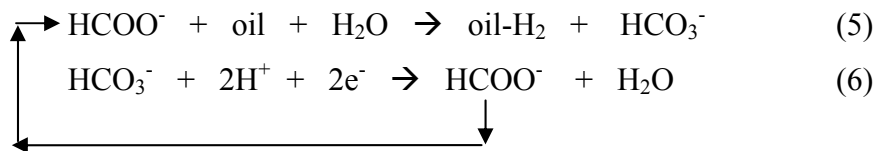


Reaksi ini perlu dihindari dengan cara menentukan tegangan optimum sebelum melakukan percobaan utama.

Reaksi hidrogenasi elektrokatalitik berlangsung pada reaktor elektrokimia, oleh karena itu diperlukan pula anoda sebagai tempat oksidasi. Pada anoda terjadi reaksi :



Pada proses hidrogenasi terhadap monoterpen akan digunakan larutan elektrolit berupa kupro amonium format. Penggunaan ion format ini dikarenakan adanya siklus format yang terjadi sehingga larutan elektrolit yang digunakan tidak perlu terlalu banyak karena ion format dan air yang berfungsi untuk mereduksi ikatan rangkap akan selalu ada. Mekanisme siklus format yang terjadi adalah sebagai berikut :

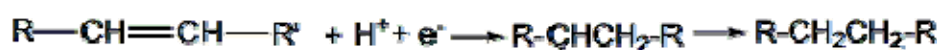


Pada saat awal ion format dan air akan mereduksi ikatan rangkap pada minyak. Dari proses ini akan dihasilkan minyak jenuh serta ion bikarbonat (merupakan CO₂ yang terlarut dalam air). Ion bikarbonat kemudian akan mengalami reduksi pada katoda sehingga dihasilkan kembali ion format dan air yang akan dapat bereaksi dengan minyak tak jenuh yang masih ada.

Proses hidrogenasi elektrokatalitik memerlukan kondisi temperatur dan tekanan yang tidak terlalu besar (di sekitar temperatur dan tekanan ruang) apabila dibandingkan dengan proses hidrogenasi menggunakan gas hidrogen yang membutuhkan suhu 150 – 225⁰C serta tekanan 0,7 – 4 bar. Hal tersebut disebabkan hidrogen dihasilkan langsung di permukaan katalis. Temperatur serta tekanan yang rendah juga mengurangi resiko terjadinya reaksi isomerisasi yang tidak diinginkan. Isomerisasi dapat berupa berubahnya ikatan cis menjadi trans yang menyebabkan titik beku menjadi naik. Pada proses hidrogenasi elektrokatalitik ini harus digunakan pula beda potensial yang tidak terlalu besar. Hal ini dilakukan agar H₂ yang telah teradsorp di katoda tidak sampai membentuk gas H₂ dan terlepas. Keuntungan lain dari proses hidrogenasi elektrokatalitik adalah kontrol terhadap konsentrasi hidrogen di katalis lebih mudah dilakukan dengan cara mengatur besar arus listrik yang digunakan sehingga dapat meningkatkan selektivitas produk.

2.4.3.2 Hidrogenasi Elektrokimia Langsung

Metode ini menggunakan sel elektrokimia dan melibatkan perpindahan elektron terhadap substrat. Hal tersebut yang membedakan metode elektrokimia langsung dengan metode elektrokatalitik. Pada hidrogenasi elektrokimia langsung, terjadi transfer elektron ke substrat sehingga dihasilkan ion radikal. Sifat dari ion radikal ini adalah sangat reaktif karena memiliki elektron yang tidak berpasangan. Reaksi ini berlangsung pada katoda dan memerlukan pada larutan elektrolit (asam). Proses transfer elektron yang berlangsung :



Perbedaan hidrogenasi elektrokatalitik dan elektrokimia langsung adalah aktivitas dari permukaan substrat. Pada elektrokatalitik, substrat tidak mengalami transfer elektron melainkan teradsorb pada elektroda dan bereaksi dengan 2 atom H_{ads} , sedangkan pada elektrokimia langsung, substrat mengalami transfer elektron terlebih dahulu dengan H^+ pada larutan elektrolit dan kemudian bereaksi dengan atom H lainnya pada katoda membentuk ikatan jenuh.

Pada metode elektrokimia langsung, substrat yang berbentuk intermediate produk akan lebih mudah bereaksi pada katoda daripada substrat biasa pada metode elektrokatalitik, sehingga proses hidrogenasi akan lebih mudah berlangsung (Beck, 1979). Tetapi, metode ini memiliki kelemahan yaitu konsumsi energi yang besar. Pada hidrogenasi elektrokimia langsung ini dibutuhkan potensial yang lebih besar daripada elektrokatalitik untuk mereduksi substrat menjadi produk intermediate. Selain itu, proses transfer elektron ke substrat untuk mengubah substrat menjadi produk intermediate membutuhkan waktu yang lama, sehingga pemilihan metode elektrokatalitik lebih efisien untuk rancangan penelitian ini (Ulman, 1989).

2.5 Hasil Penelitian Terdahulu dan Tujuan Penelitian

2.5.1 Hasil Penelitian Terdahulu

Hasil dari penelitian sebelumnya (Santosa,dkk,2012) diperoleh kesimpulan sebagai berikut :

1. Proses hidrogenasi elektrokimia (secara elektrokatalitik) dapat digunakan untuk menurunkan ikatan rangkap yang terdapat pada minyak terpenin.
2. Larutan elektrolit KCOOH yang ditambah asam formiat sebagai pengatur pH merupakan medium yang baik untuk proses hidrogenasi elektrokimia (secara elektrokatalitik).
3. Konsentrasi larutan elektrolit KCOOH sebesar 0,75 M memberikan hasil yang terbaik pada proses hidrogenasi elektrokimia yang dilakukan dibandingkan dengan konsentrasi 0,5 M dan 1 M di mana terjadi penurunan bilangan brom sebesar 24,19% dari 1,86 menjadi 1,41.

4. Makin lama waktu proses hidrogenasi yang dilakukan maka penurunan bilangan brom akan makin besar yang menunjukkan jumlah ikatan rangkap semakin berkurang.
5. Semakin asam kondisi pH dari larutan elektrolit yang digunakan maka penurunan bilangan brom akan semakin besar.
6. Penggunaan butanol sebagai *emulsifier* tidak membantu proses hidrogenasi yang dilakukan.
7. Makin besar penurunan bilangan brom maka titik asap dari minyak terpentin pun akan makin tinggi.

2.5.2 Tujuan Penelitian

Penelitian kali ini akan memodifikasi katoda dan larutan elektrolit yang digunakan dalam hidrogenasi. Katoda yang digunakan dalam penelitian ini adalah tembaga (Cu) dan larutan yang digunakan adalah kupro amonium format dengan pertimbangan ion Cu dapat menyerap minyak lebih baik ke fasa akuatik. Alasan penggantian katoda adalah proses elektrokimia berlangsung kurang baik karena nikel teroksidasi dan Cu mengendap. Oleh karena itu, perlu mengganti katoda dengan Cu. Penelitian yang dapat dilakukan adalah sebagai berikut

- a) Modifikasi reaktor elektrokimia (sekat pada anoda) yang digunakan, mengganti kain kasa (sekat yang digunakan peneliti sebelumnya) dengan tabung dengan lubang-lubang kecil agar perpindahan elektron tetap berjalan baik
- b) Melakukan uji brom pada larutan siklo heksana untuk mengetahui secara pasti bilangan brom untuk ikatan siklo dan untuk membandingkan dengan produk hidrogenasi minyak terpentin yang dilakukan
- c) Melakukan variasi waktu reaksi dan konsentrasi larutan elektrolit yang digunakan

Program-program penelitian di Laboratorium Rekayasa Reaksi Kimia & Pemisahan, Jurusan Teknik Kimia UNPAR dikelompokkan dalam beberapa agenda penelitian utama :

1. Pengembangan teknologi *Advanced Oxidation Processes* (AOPs) untuk pengolahan limbah *non-biodegradable* (seperti limbah industri farmasi, petrokimia, dan pencelupan warna tekstil), khususnya yang tergolong limbah B3 (Bahan Berbahaya dan Beracun) seperti limbah elektroplating, klor-organik, dan turunan senyawa aromatik.
2. Pengolahan minyak-minyak non-pangan Indonesia sebagai bahan baku pembuatan biodiesel dan bahan bakar terbarukan.
3. Ekstraksi bahan-bahan alami Indonesia (seperti biji teh, daun suji, mahkota dewa dll) untuk diolah menjadi bahan obat-obatan, kosmetika, zat warna dan pengawet makanan alami.

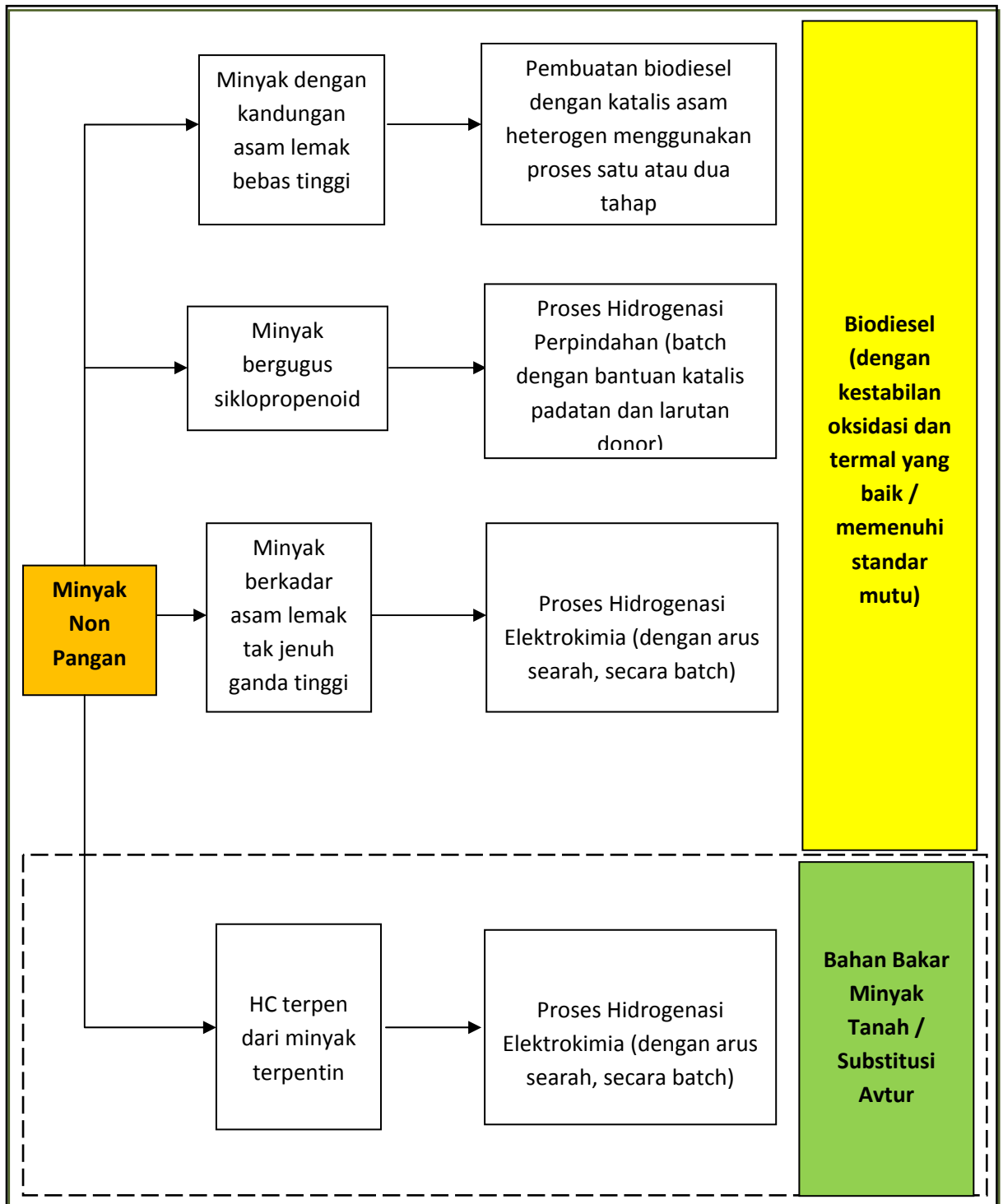
Agenda penelitian yang kedua (terangkum dalam Roadmap penelitian di Gambar 2.7) adalah tentang pengolahan minyak-minyak non-pangan Indonesia sebagai bahan baku pembuatan biodiesel dan bahan bakar terbarukan. Indonesia dikenal dengan kekayaan dan keragaman sumber daya hayati yang melimpah sepanjang tahun. Sejalan dengan makin menipisnya cadangan gas dan minyak bumi sebagai sumber energi utama, para ilmuwan telah mengembangkan berbagai cara untuk membuat bahan-bahan bakar yang terbarukan. Salah satu yang sudah banyak diproduksi adalah biodiesel dari minyak nabati seperti minyak sawit, kedelai, jarak pagar dan lain sebagainya. Akan tetapi, persaingan antara minyak yang dibutuhkan untuk konsumsi (pangan) dengan minyak sebagai bahan baku biodiesel (misalnya sawit) menyebabkan harga komoditi tersebut semakin tinggi. Persaingan semacam ini dapat mengancam ketahanan energi maupun pangan. Oleh karena itu, perlu dilakukan upaya diversifikasi untuk menemukan sumber-sumber daya lain berupa pohon-pohon yang menghasilkan minyak-minyak secara produktif, namun bukan merupakan minyak pangan, bagi pembuatan biodiesel

Beberapa minyak potensial yang pohonnya mudah tumbuh dan menghasilkan minyak secara produktif antara lain minyak biji kapok, biji kepong, minyak kemiri, minyak kemiri sunan, nyamplung, mabai, dsb. Akan tetapi minyak-minyak non-pangan tersebut memiliki kekurangan jika langsung disintesa menjadi biodiesel. Minyak-minyak yang mengandung gugus siklopropenoid (seperti biji kapok dan kepong) jika dibuat biodiesel akan menghasilkan bahan bakar yang mudah terpolimerisasi sehingga disamping menimbulkan endapan di tangki bahan bakar,

juga akan menyebabkan injektor mesin diesel tersumbat. Selain itu, minyak-minyak yang memiliki kadar asam lemak tak jenuh ganda (polyunsaturated fatty acids) yang tinggi, seperti kemiri sunan, jika dijadikan biodiesel akan didapat produk dengan kestabilan oksidator dan termal yang rendah.

Salah satu sumber minyak dari sektor kehutanan yang cukup potensial adalah minyak terpentin yang mengandung cukup banyak hidrokarbon terpen. Jika diolah dengan tepat, yaitu dengan menjenuhkan ikatan rangkap dua yang ada dalam struktur mono- dan bi- siklik hidrokarbon tersebut, akan diperoleh produk bahan bakar yang dapat setara / dibandingkan dengan kerosin (minyak tanah), bahkan untuk substitusi Avtur. Dengan demikian pengolahan tersebut dapat menaikkan nilai ekonomi dari minyak terpentin dan juga berguna untuk menambah ketahanan energi Indonesia di masa depan dari sumber-sumber terbarukan.

Untuk mengolah (*upgrading*) minyak-minyak non-pangan tersebut dipilih teknologi yang sederhana namun tepat guna dengan pemikiran untuk memajukan sektor industri rakyat (UKM). Proses secara batch dan menggunakan alat-alat yang sederhana dapat/cocok untuk diterapkan dalam sektor industri kecil demi memberdayakan rakyat dalam pembangunan ekonomi nasional sehingga taraf kesejahteraan mereka dapat terangkat.



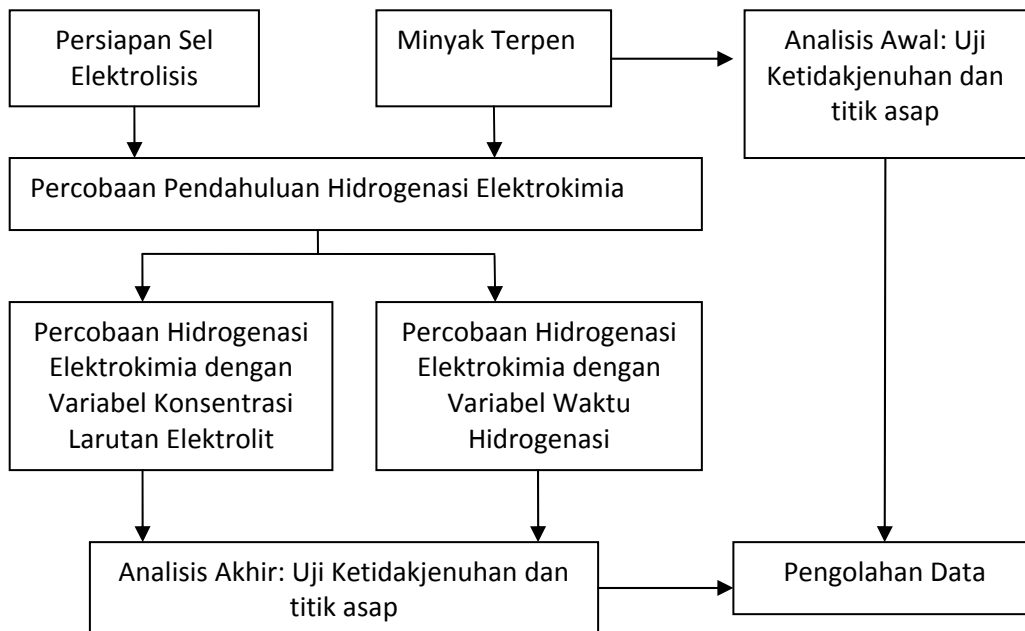
Gambar 2.7 Peta Jalan Penelitian Pengolahan Minyak-minyak Non-pangan Indonesia

BAB III

Rancangan Penelitian

3.1 Metodologi Penelitian

Dalam penelitian ini akan dilakukan hidrogenasi elektrokatalitik terhadap hidrokarbon monoterpen yang terkandung dalam minyak terpenin di dalam suatu sel elektrokimia, dengan tujuan menghasilkan minyak dengan derajat kejenuhan lebih tinggi dibandingkan keadaan awal (yang berarti angka brom menjadi turun/kadar hidrogen meningkat). Secara garis besar kegiatan dapat dijabarkan dalam diagram alir dibawah ini:



Gambar 3.1 Skema kegiatan penelitian

Hidrogenasi dilangsungkan dalam sebuah sel elektrokimia yang diisi dengan campuran elektrolit dan minyak terpenin. Elektrolit yang akan digunakan adalah larutan kupro amonium format bermetanol. Listrik kemudian dialirkan ke dalam sel melalui katoda dan anoda dalam kondisi tegangan yang konstan dan sesuai dengan tegangan kerja optimum yang didapat pada percobaan pendahuluan hidrogenasi elektrokimia.

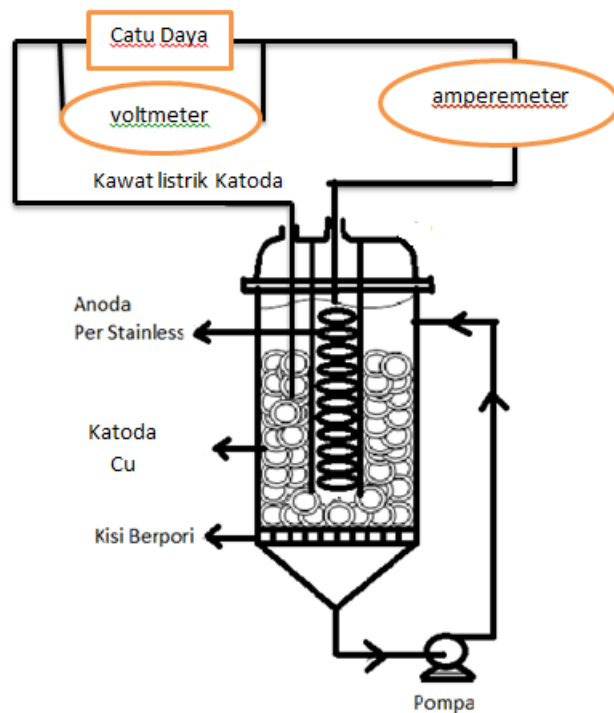
Penentuan tegangan kerja pada percobaan pendahuluan tersebut adalah dengan cara menaikkan tegangan listrik hingga didapatkan nilai arus yang tetap. Tegangan listrik yang memberikan nilai arus yang tetap tersebut merupakan tegangan kerja optimum yang digunakan dalam proses hidrogenasi elektrokimia. Selain itu, harus dijaga agar di katoda tidak terdapat gelembung yang dapat menghalangi substrat yang perlu teradsorp.

Pada percobaan utama dilakukan variasi konsentrasi larutan elektrolit dan waktu operasi hidrogenasi. Peningkatan kadar hidrogen dari monoterpen disimpulkan dari tingkat kejenuhan minyak setelah proses hidrogenasi. Tingkat kejenuhan dianalisis dengan melakukan uji brom. Satu mol brom teradsorp akan setara satu ikatan rangkap yang belum terjenuhkan. Analisis lain produk minyak yang dihasilkan dilakukan dengan uji nyala api untuk mengetahui titik asap dari produk tersebut. Titik asap tersebut kemudian dibandingkan dengan titik asap kerosin dan avtur untuk mengetahui sejauh mana kualitas produk minyak olahan yang telah dihasilkan.

3.2 Rancangan Penelitian

3.2.1 Peralatan

Peralatan yang akan digunakan disusun seperti pada gambar berikut:



Gambar 3.2 Rangkaian Sel Elektrokimia

Peralatan yang digunakan pada proses hidrogenasi elektrokimia adalah sebagai berikut :

- 1.Reaktor Elektrokimia
- 2.Per yang terbuat dari *stainless steel* digunakan sebagai anoda
- 3.Katoda terbuat dari Tembaga
- 4.Kabel listrik dengan penjepit buaya
- 5.Catu daya (*power supply*)
- 6.Voltmeter
- 7.Amperemeter
- 8.Pompa

Hal hal yang harus diperhatikan dalam mempersiapkan sel elektrokimia, yaitu : anoda dimasukkan ke dalam gelas berpori lalu dibungkus dengan selubung kaca berlubang agar resiko timbulnya *short circuit* dapat diminimalkan (jangan dibiarkan kontak langsung antara anoda dengan katoda). Pada sel elektrolisis, terdapat saluran untuk mengalirkan gas oksigen yang dihasilkan untuk meminimalkan terjadinya korosi. Peralatan yang digunakan pada uji ketidakekuivalenan (Titration Bromida-Bromat) adalah : labu erlenmeyer, buret, labu ukur, pipet volume, filler. Sedangkan peralatan yang digunakan untuk uji nyala api adalah lampu cempor.

3.2.2 Bahan

Tabel 3.1 Bahan yang Digunakan Dalam Percobaan

No	Bahan	Kegunaan
1	Minyak terpentin	Sebagai bahan yang dihidrogenasi elektrokimia (secara elektrokatalitik)
2	Larutan kuproamonium format	Sebagai larutan elektrolit pada proses hidrogenasi
3	Asam format	Membuat reaksi pembuatan larutan elektrolit terjadi pada suasana asam
4	Metanol	Sebagai cairan pembilas
5	Tembaga (Cu)	Sebagai katoda
6	Larutan Bromida-Bromat 0,5 N	Menyerang ikatan rangkap yang terdapat pada minyak terpentin
7	Larutan KI p.a	Mengikat Br ₂ berlebih yang terbentuk
8	Larutan indikator pati	Sebagai indikator adanya iodin pada saat proses titrasi
9	Larutan Natrium Tiosulfat 0,1 N	Mengikat iodin yang terbentuk setelah penambahan larutan KI
10	Larutan H ₂ SO ₄ 10 %	Sebagai pelarut yang bereaksi dengan larutan bromida-bromat membentuk Br ₂

3.3 Pelaksanaan Penelitian dan Uji-uji Terkait

3.3.1 Pembuatan Larutan Elektrolit

Larutan elektrolit yang digunakan adalah larutan kupro amonium format bermetanol. Fungsi dari larutan elektrolit adalah menghantar muatan listrik antar elektroda. Prosedur pembuatan larutan elektrolit sebagai berikut

1. Timbang 748 gram larutan 25 %-b NH_3 di dalam sebuah labu takar 1 liter.
2. Timbang 184 gram asam format murni dan tambahkan perlahan-lahan (karena bisa timbul panas) ke dalam labu takar. Jika perlu, untuk pemindahan kuantitatif, gunakan sedikit metanol sebagai cairan pembilas.
3. Setelah penambahan asam format murni selesai, tambahkan metanol murni untuk membuat volume larutan tepat 1 liter (sampai batas takar).
4. Tambahkan 71,57 gram kupro oksida (Cu_2O) atau [39,79 gram kupri oksida (CuO) + 31,78 gram tembaga (Cu)] atau 63,57 gram tembaga (Cu) ke dalam sebuah labu distilasi yang sesuai.
5. Tambahkan 250 ml larutan format amoniakal tersebut pada no. 03 ke dalam labu distilasi dan kemudian sambungkan labu dengan sebuah kondensor refluks.
6. Panaskan isi labu pada 60 °C untuk mengaktifkan reaksi pembentukan kuprous format. Selama pemanasan, kondensor refluks harus dialiri air pendingin. Jika sumber ion kupro hanya tembaga (Cu) maka secara periodik, ke dalam labu harus diinjeksikan udara.
7. Pemanasan dan pereaksian selesai jika semua padatan telah habis bereaksi dan larut (atau setelah dipanaskan selama 24 jam).
8. Simpan larutan kupro amonium format yang diperoleh di dalam wadah yang bersih dan beri label yang jelas.

3.3.2 Percobaan Pendahuluan Hidrogenasi Elektrokimia

Percobaan pendahuluan ini dilakukan untuk mengetahui tegangan kerja optimum yang digunakan. Pada tegangan kerja optimum tersebut reaksi hidrogenasi elektrokimia dapat berlangsung secara optimum namun energi yang digunakan tidak terlalu besar. Berikut adalah prosedur kerja yang dilakukan :

1. Sel elektrokimia yang digunakan disusun, kemudian kabel listrik dihubungkan dengan catu daya, amperemeter, voltmeter, anoda dan katoda. (seperti pada Gambar 3.2)
2. Minyak terpentin dan larutan elektrolit dimasukkan dalam sel elektrokimia kemudian catu daya dinyalakan.
3. Skala tegangan sumber arus searah diatur pada angka nol kemudian dinaikkan secara teratur secara perlahan-lahan. Nilai yang tertera pada voltmeter dan amperemeter untuk setiap kenaikan skala tegangan sumber arus searah, dicatat.
4. Skala tegangan sumber arus searah terus dinaikkan hingga diperoleh nilai arus pada amperemeter tidak berubah terhadap nilai tegangan pada voltmeter.
5. Nilai arus pertama yang tidak berubah walaupun tegangan dinaikkan yang digunakan sebagai tegangan kerja pada proses hidrogenasi elektrokatalitik.
6. Amati jangan sampai terdapat gelembung gas hidrogen yang redapat dipermukaan katoda

3.3.3 Hidrogenasi Elektrokimia (secara elektrokatalitik)

Pada percobaan utama dilakukan proses hidrogenasi elektrokimia terhadap minyak terpentin untuk meningkatkan kejenuhan dari minyak tersebut. Peningkatan kejenuhan yang terjadi dapat dilihat dari penurunan angka brom minyak terpentin setelah proses hidrogenasi elektrokatalitik dilakukan. Tujuan dari proses hidrogenasi ini adalah mengkonversi ikatan rangkap menjadi ikatan yang jenuh. Berikut adalah prosedur kerja dari proses hidrogenasi elektrokimia yang dilakukan :

1. Minyak terpentin (yang telah dilakukan uji brom), larutan elektrolit dan sejumlah air dengan perbandingan mol tertentu dicampurkan.
2. Campuran larutan elektrolit-air-minyak dimasukkan dalam sel elektrokatalitik yang telah disiapkan.
3. Kabel listrik dihubungkan dengan catu daya, voltmeter, amperemeter, anoda dan katoda.

4. Skala tegangan sumber arus searah diatur hingga diperoleh tegangan kerja efektif yang diperoleh dari percobaan pendahuluan.
5. Sumber arus searah dinyalakan. Reaksi hidrogenasi elektrokatalitik dilangsungkan selama waktu yang ditentukan. Setelah selesai catu daya lalu dimatikan.
6. Minyak terpenin dipisahkan dari campuran dan dilakukan uji tingkat kejenuhannya dengan titrasi bromida-bromat.
7. Bandingkan dengan keadaan awal sebelum hidrogenasi

3.3.4 Uji Ketidakejenuhan

Uji ketidakejenuhan yang dilakukan untuk mengetahui ikatan rangkap yang terdapat dalam minyak terpenin adalah uji brom. Angka brom ini menjadi indikator mengenai banyaknya ikatan rangkap yang terkandung di dalam suatu senyawa dan dinyatakan dalam gram brom yang diabsorpsi per gram sampel. Satu mol brom terabsorpsi setara dengan satu mol ikatan rangkap. Uji brom dilakukan sebelum dan sesudah proses hidrogenasi elektrokimia dilakukan.

Menurut penelitian sebelumnya, uji brom perlu dilakukan pada larutan sikloheksana. Tujuan dari pengujian tersebut adalah untuk mengetahui bilangan brom pada ikatan siklik dan sebagai target yang dicapai dalam penelitian ini. Berikut adalah prosedur kerja dari uji brom yang dilakukan :

1. Ke dalam labu erlenmeyer dimasukkan 20 ml asam sulfat 10%-v.
2. Kemudian 0,7 – 1 g sampel minyak (atau sikloheksana) ditambahkan ke dalam labu tersebut.
3. Larutan ini kemudian dititrasi dengan larutan 0,5 N bromida-bromat. Selama proses titrasi labu erlenmeyer digoyangkan.
4. Campuran larutan bromida-bromat dan asam sulfat akan bereaksi membentuk bromin yang berwarna kuning sehingga titrasi diakhiri apabila larutan sudah berwarna kuning dan warna tersebut tidak hilang yang berarti bromin yang terbentuk tidak dapat lagi diserap oleh ikatan rangkap yang ada pada minyak.
5. Jumlah bromida-bromat ditambah 1 mL lagi (sebagai *excess*). Kemudian dikocok kurang lebih selama 2 menit.

6. 5 mL larutan KI jenuh ditambahkan dan dikocok kurang lebih selama satu menit.
7. Iodin yang dihasilkan dititrasi dengan larutan natrium tiosulfat 0,1 N, tambahkan indikator pati dan teruskan titrasi sampai warna biru kompleks.

3.3.5 Uji Nyala Api

Pada analisis uji nyala api, minyak terpenin yang telah mengalami proses hidrogenasi dibakar pada lampu standar. Ketinggian nyala api maksimum yang dihasilkan dari pembakaran minyak terpenin tanpa menimbulkan asap dibandingkan dengan titik asap minimum dari minyak tanah dan avtur. Tujuannya untuk mengetahui sampai sejauh mana proses hidrogenasi elektrokatalitik telah berlangsung. Semakin jenuh minyak terpenin maka tinggi nyala api akan semakin tinggi karena semakin banyak kandungan hidrogen yang terkandung dalam minyak terpenin. Berikut adalah prosedur kerja dari analisis uji nyala api :

1. Minyak terpenin yang telah mengalami proses hidrogenasi disiapkan.
2. Minyak kemudian dimasukkan ke dalam lampu cempor.
3. Lampu cempor dinyalakan.
4. Nyala api yang dihasilkan diatur hingga ketinggian maksimum sampai mulai mengeluarkan asap.
5. Ketinggian api maksimum sebelum mengeluarkan asap dicatat.

3.4 Luaran Penelitian

Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat dipublikasikan dalam seminar nasional atau internasional tentang energi terbarukan, seperti halnya Penelitian LPPM tahun 2011 yang berjudul “Studi Hidrogenasi Minyak Biji Kapok dengan Katalis Pd/C untuk Bahan Baku Biodiesel” telah diterima di International Conference on Sustainable Energy Engineering and Application (ICSEEA 2012) di Yogyakarta tanggal 6 – 8 November 2012. Jika terpilih, makalah tersebut akan dipublikasikan dalam Energy Procedia, salah satu jurnal internasional terbitan Elsevier.

Selain itu, melalui penelitian ini juga dapat dibangun kerja sama dengan Pusat Penelitian Energi Berkelanjutan ITB, yaitu dengan bermitra dengan Dr. Ir. Tatang Hernas Soerawidjaja. Beliau adalah ahli energi terbarukan terkemuka di Indonesia, khususnya di bidang biodiesel, dan merupakan tim ahli Dewan Energi Nasional selain Ketua Forum Biodiesel Indonesia.

3.5 Lokasi dan Jadwal Kerja Penelitian

Kegiatan penelitian telah dilakukan pada bulan Agustus sampai Desember 2012 bertempat di Laboratorium Rekayasa Reaksi Kimia & Pemisahan, Universitas Katolik Parahyangan.

Kegiatan	Agustus				September				Oktober				November				Desember			
	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4
Persiapan Alat dan Bahan	■	■																		
Percobaan Pendahuluan			■	■	■															
Percobaan Utama					■	■	■	■	■	■	■	■	■	■						
Analisis Hasil					■	■	■	■	■	■	■	■	■	■						
Intepretasi Hasil														■	■					
Percobaan Tambahan (bila diperlukan)															■	■				
Penyelesaian Laporan																	■	■	■	■

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Persiapan Larutan Elektrolit

Sebelum dilakukan percobaan utama dilakukan terlebih dahulu pembuatan Larutan elektrolit kupro amonium format (Prosedur disajikan pada Bab III). Untuk Memperoleh bahan baku pembuatan larutan elektrolit ini juga diperlukan pembuatan Cu_2O . Berikut adalah foto dari Cu_2O yang digunakan :



Gambar 4.1 Padatan Cu_2O

Setelah memperoleh padatan ini akan dilanjutkan pembuatan larutan elektrolit yang nantinya akan digunakan untuk hidrogenasi minyak terpenin.



Gambar 4.2 Pembuatan Kupro Amonium Format

4.2 Persiapan dan Pickling Katoda

Katoda yang digunakan berupa Tembaga berdiameter brapa 2 mm yang didapatkan dari toko listrik. Pada saat awal tembaga tersebut berbentuk kawat panjang dan lalu dipotong masing dengan 0,7 cm. Pipa - pipa kecil yang telah dipotong tersebut sebelum digunakan kemudian dipickling terlebih dahulu dengan menggunakan larutan HNO_3 . Tujuan dari proses pickling ini sendiri yaitu untuk membersihkan permukaan katoda dari pengotor yang mungkin menempel pada permukaan tembaga. Setelah proses pickling dilakukan, pipa tembaga sudah siap digunakan sebagai katoda. Berikut adalah gambar dari pipa tembaga yang digunakan:



Gambar 4.3 Pipa Tembaga untuk Katoda

4.3 Peralatan Penelitian

Sebelum dilakukan percobaan utama dilakukan terlebih dahulu perancangan sel elektrokimia (skema alat disajikan pada Gambar 3.1 pada Bab III) dan juga *power supply* (catu daya) yang akan digunakan sebagai sumber arus searah sel elektrokimia tersebut. Berikut adalah foto dari reaktor hidrogenasi yang digunakan:



Gambar 4.4 Sel Elektrokimia

Berikut adalah foto dari catu daya yang digunakan:



Gambar 4.5 Catu Daya

4.4 Analisis Awal Minyak Terpentin

Bahan baku yang digunakan dalam percobaan ini adalah minyak terpentin yang didapatkan dari PT. Perhutani. Minyak terpentin ini dianalisis terlebih dahulu bilangan brom awal serta densitasnya. Hasil analisis bilangan brom awal disajikan pada Tabel 4.1 di bawah ini

Tabel 4.1 Hasil Analisis Bilangan Brom Minyak Terpentin

Hasil Pengujian	Bilangan Brom
I	1,856
II	1,874
Rata-Rata	1,865

Bilangan brom dari minyak terpentin biasanya besarnya antara 1 – 2. Densitas dari minyak terpentin hasil pengukuran adalah sebesar 0,872 gram/ml (perhitungannya dapat dilihat pada Lampiran D). Nilai densitas ini berada pada rentang densitas minyak terpentin menurut literatur yaitu antara 0,855 – 0,872 gr/ml.

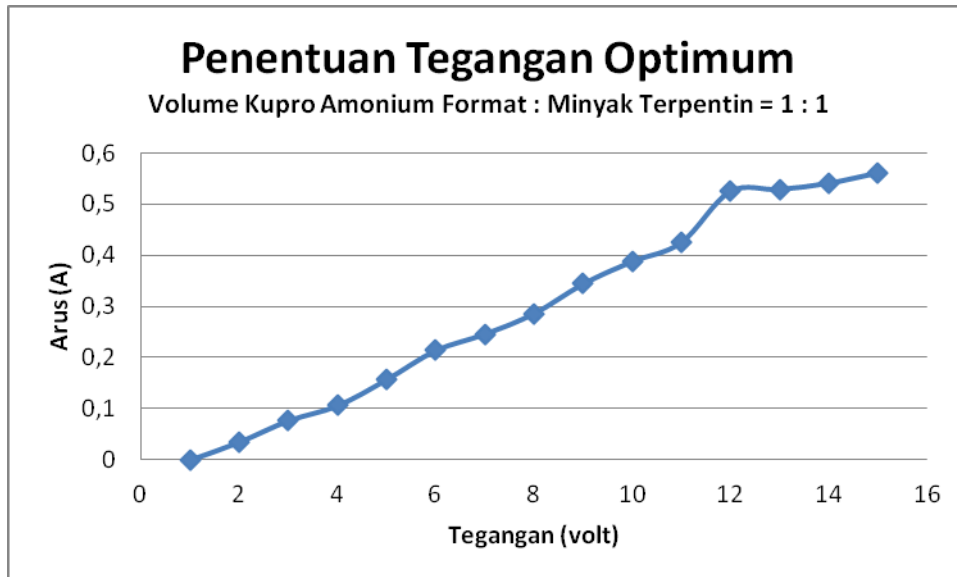
Dari data hasil pengujian pada Tabel 4.1 di atas serta perhitungan densitas yang dilakukan dapat disimpulkan bahwa minyak terpentin yang digunakan telah sesuai dengan standar yang ada sehingga minyak terpentin tersebut layak digunakan pada percobaan hidrogenasi elektrokimia hidrokarbon terpen ini.

4.5 Penentuan Tegangan Optimum

Penentuan tegangan optimum dilakukan pada setiap sebelum proses hidrogenasi dilakukan. Tujuan dari penentuan tegangan optimum ini adalah untuk mencegah terlepasnya gas hidrogen akibat terlalu besarnya tegangan yang diberikan. Hal ini dikarenakan perpindahan ion – ion dalam larutan elektrolit memiliki batas tertentu sehingga apabila tegangan yang diberikan terlalu besar justru akan menimbulkan gas hidrogen yang apabila terlepas bisa menyebabkan bahaya ledakan.

Penentuan tegangan optimum dilakukan dengan cara mengalurkan kurva tegangan terhadap arus yang dihasilkan pada setiap percobaan yang dilakukan. Tegangan optimum akan ditunjukkan oleh arus yang konstan meskipun dilakukan penambahan tegangan. Selain itu digunakan pula indikator lain yaitu dengan cara melihat lepas atau tidaknya gelembung gas H₂ yang terbentuk di katoda. Apabila gelembung terlepas maka

tegangan yang digunakan telah melebihi tegangan optimumnya yang berarti katoda sudah tidak mampu untuk mengadsorpsi hidrogen yang dilepaskan oleh larutan elektrolit. Salah satu contoh penentuan tegangan optimum diperlihatkan pada gambar berikut ini :



Gambar 4.5 Kurva Penentuan Tegangan Optimum

Grafik di atas memperlihatkan bahwa makin besar tegangan yang ditambahkan, arus yang dihasilkan juga makin besar. Tegangan optimum ditentukan dari tegangan yang menghasilkan arus konstan setelah beberapa kali konstan arus tersebut naik kembali, selain itu tegangan optimum ditentukan dengan cara melihat ada tidaknya gelembung gas H_2 pada katoda yang digunakan. Untuk dua percobaan yang lain juga didapatkan hal yang serupa makin besar tegangan yang ditambahkan, makin besar pula arus yang dihasilkan dan terdapat beberapa titik konstan dan tegangan itu ditetapkan sebagai tegangan optimum. Tegangan yang digunakan pada setiap variasi volume larutan elektrolit disajikan pada Tabel 4.2 berikut ini.

Tabel 4.2 Tegangan Optimum yang Dipakai pada Setiap Variasi Volume

Larutan Elektrolit : Minyak Terpentin	Tegangan Kerja
2 : 5	10 V
1 : 1	12 V
2 : 1	12 V

4.6 Analisis Hasil

Pada penelitian ini, proses hidrogenasi pada minyak terpentin dilakukan secara elektrokatalitik dengan menggunakan sel elektrokimia di mana larutan elektrolit yang digunakan adalah larutan kupro amonium format. Variasi percobaan yang dilakukan adalah variasi volume dari larutan elektrolit terhadap minyak terpentin dan lamanya proses hidrogenasi elektrokimia yang dilakukan. Variasi volume yang dilakukan adalah 1:1 , 2:5 , dan 2:1 (volume larutan elektrolit : volume minyak terpentin). Lamanya proses hidrogenasi yang dilakukan sendiri yaitu 2, 4, 6, 8, 10, 12 dan 24 jam. Senyawa Sikloheksana dan senyawa brom telah dicek bahwa memiliki angka brom yang tidak jauh berbeda yaitu 0,03 dan 0,04 (mol Br₂/mol minyak), maka bila hidrogenasi minyak terpentin memiliki angka yang mendekati 0 , minyak terpentin memiliki sifat yang mirip dengan siklo heksan dan kerosin. Hasil percobaan yang diperoleh disajikan pada Tabel 4.3 berikut ini.

Tabel 4.3 Hasil Percobaan Hidrogenasi Elektrokimia Minyak Terpentin

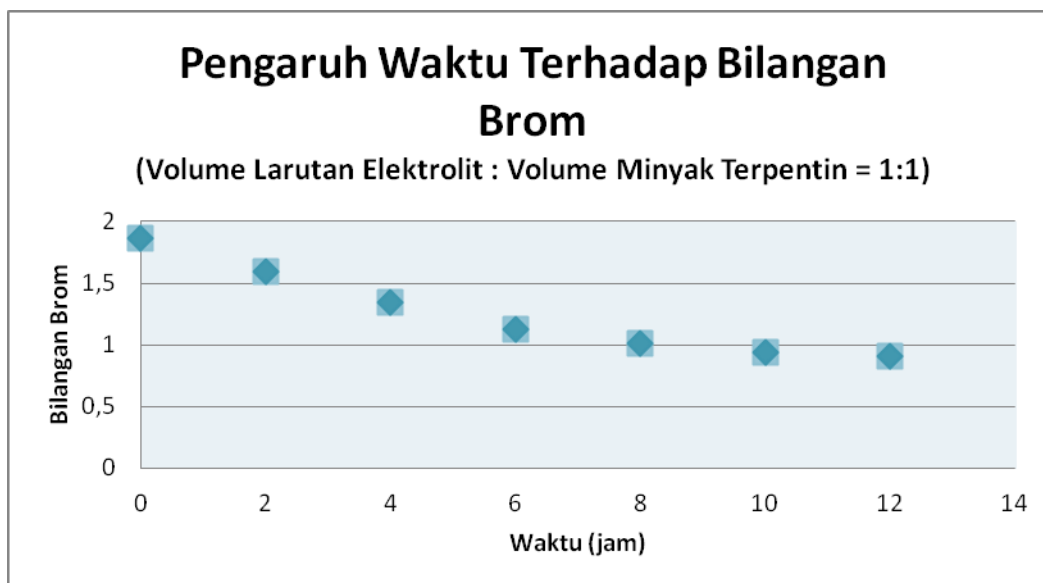
Larutan Elektrolit : Minyak terpentin	Waktu	Bilangan Brom (mol Br ₂ /mol minyak)	Persen Penurunan (%)
2 : 5	12 Jam	1,128	39,806
1 : 1	12 jam	0,907	51,335
2 : 1	12 jam	0,904	51,492
	24 jam	8,199	56,037

4.6.1 Pengaruh Volume Kupro Amonium Format

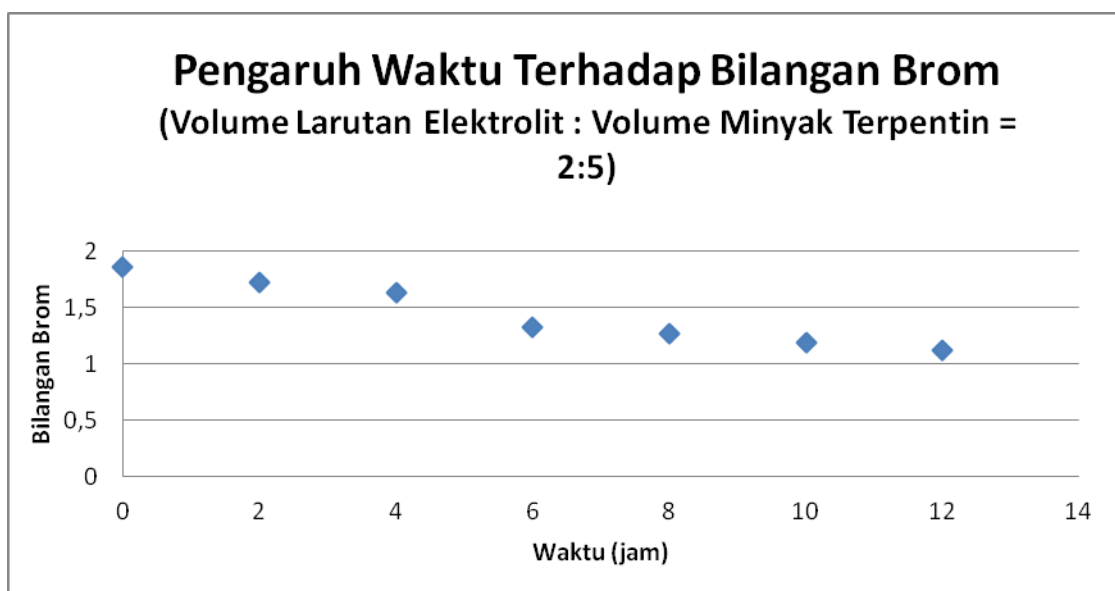
Pada percobaan dilakukan variasi volume dari larutan elektrolit Kupro amonium format yang digunakan. Dari Tabel 4.3 dapat dilihat konsentrasi dari larutan elektrolit yang digunakan mempengaruhi bilangan brom yang didapatkan. Secara garis besar makin besar volume larutan elektrolit yang digunakan, bilangan brom yang didapatkan makin kecil. Peningkatan volume larutan elektrolit mempengaruhi kenaikan konsentrasi larutan elektrolit pula. Peningkatan konsentrasi larutan elektrolit menyebabkan kemampuan perpindahan massa (ion) yang terjadi antara larutan elektrolit dengan minyak terpenin semakin besar sehingga reaksi hidrogenasi yang berlangsung semakin banyak terjadi yang dapat dilihat dengan semakin menurunnya angka brom yang didapatkan. Makin menurunnya bilangan brom yang diperoleh menunjukkan pula bahwa ikatan rangkap yang terhidrogenasi semakin banyak. Pada penelitian yang dilakukan ini didapat bilangan brom yang paling kecil pada variasi volume larutan elektrolitnya yang paling besar yaitu 2 : 1 adalah sebesar 0,819 mol Br_2 /mol minyak dan diperoleh penurunan bilangan brom yang paling signifikan dari bilangan brom awal minyak terpenin yaitu sebesar 56,037% (dari 1,865 menjadi 0,819).

4.6.2 Pengaruh Lama Waktu Hidrogenasi

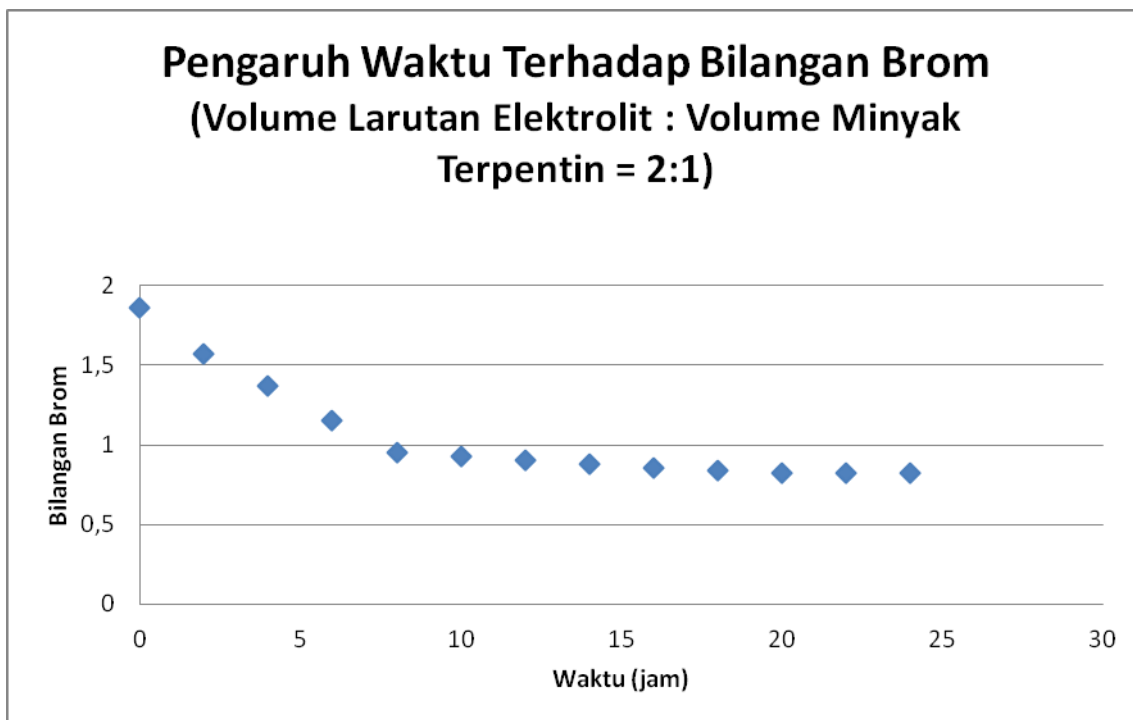
Pada percobaan dilakukan pula variasi lama waktu proses hidrogenasi yang dilakukan. Lama waktu yang digunakan yaitu 2, 4, 6, 8, 10, 12 dan 24 jam. Lama waktu dari proses hidrogenasi yang dilakukan ternyata berpengaruh terhadap bilangan brom yang didapatkan. Pengaruh lama waktu proses hidrogenasi terhadap bilangan brom yang diperoleh disajikan pada gambar berikut ini :



Gambar 4.6 Pengaruh Lama Waktu Hidrogenasi dengan Volume Larutan Elektrolit : Volume Minyak Terpentin = 1:1



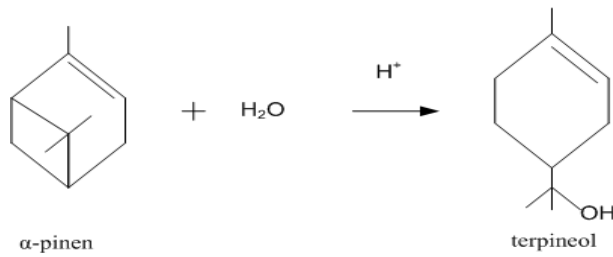
Gambar 4.7 Pengaruh Lama Waktu Hidrogenasi dengan Volume Larutan Elektrolit : Volume Minyak Terpentin = 2:5



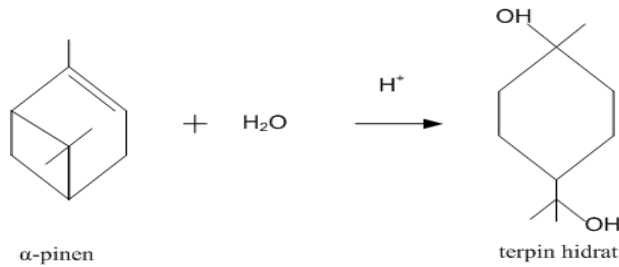
Gambar 4.8 Pengaruh Lama Waktu Hidrogenasi dengan Volume Larutan Elektrolit : Volume Minyak Terpentin = 2:1

Dari gambar – gambar di atas dapat disimpulkan bahwa makin lama waktu hidrogenasi yang dilakukan maka bilangan brom yang didapatkan makin menurun. Hal ini menunjukkan bahwa makin lama waktu hidrogenasi maka jumlah ikatan rangkap yang terhidrogenasi semakin banyak sehingga bilangan brom nya pun semakin menurun.

Hal ini dapat disebabkan terjadinya reaksi adisi lain terhadap gugus siklik maupun ikatan rangkap yang ada pada monoterpen yang terkandung pada minyak terpentin terutama oleh air sehingga bilangan bromnya pun turun karena jumlah ikatan rangkap yang ada telah berkurang akibat terjadinya reaksi adisi tersebut. Berikut adalah gambar reaksi adisi yang mungkin terjadi :



Gambar 4.9 Reaksi Hidrasi α -pinen Menjadi Terpeneol



Gambar 4.10 Reaksi α -pinen Menjadi Terpin Hidrat

4.7 Analisis Uji Nyala Api

Uji nyala api dilakukan untuk mengetahui titik asap dari minyak terpentin yang telah mengalami proses hidrogenasi. Titik asap tersebut merupakan ketinggian dari nyala api maksimum tanpa mengeluarkan asap yang dihasilkan ketika minyak tersebut dibakar dalam lampu minyak standar. Hasil uji nyala api yang diperoleh disajikan pada Tabel 4.5 berikut ini.

Tabel 4.5 Hasil Uji Nyala Api

Sampel	Tinggi Nyala Api (mm)
Terpentin Murni	± 11 mm
Perbandingan Larutan Elektrolit : Minyak Terpentin = 1 : 1	± 15 mm
Perbandingan Larutan Elektrolit : Minyak Terpentin = 2 : 5	± 14 mm
Perbandingan Larutan Elektrolit : Minyak Terpentin = 1 : 1	± 16 mm
Kerosin	$\pm 21,5$ mm

Dari Tabel 4.5 di atas dapat disimpulkan bahwa secara garis besar makin besar penurunan angka brom maka titik asap yang didapatkan dari pembakaran minyak terpentin akan makin tinggi. Hal ini dikarenakan jumlah hidrogen yang terdapat dalam minyak semakin banyak. Makin besar kadar hidrogen maka titik asap pun akan makin tinggi. Akan tetapi titik asap kenaikan titik asap yang didapatkan tidak terlalu besar dan masih cukup jauh apabila dibandingkan dengan titik asap dari kerosin. Hal ini dikarenakan masih terdapat ikatan rangkap pada gugus siklo minyak terpentin sehingga kadar hidrogennya masih kurang yang berakibat titik asap yang didapatkan masih rendah.

Selain itu apabila titik asap kerosin yang diperoleh dari proses pengujian ($\pm 21,5$ mm) dibandingkan dengan titik asap kerosin secara teoritis (min 18 mm) terdapat perbedaan yang cukup jauh. Hal ini disebabkan proses pengujian dilakukan dengan menggunakan lampu yang tidak standar yaitu lampu cempor sehingga hasil pengujian yang didapatkan pun tidak seakurat apabila kerosin dibakar dalam lampu minyak standar. Foto dari uji nyala api yang dilakukan disajikan pada Gambar 4.11 berikut ini:



(a)

(b)

(c)

Gambar 4.11 Uji Nyala Api : (a)Kerosin; (b)Terpentin Murni; (c)Hasil Hidrogenasi

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Kesimpulan yang diperoleh dari penelitian yang dilakukan adalah sebagai berikut :

1. Proses hidrogenasi elektrokimia (secara elektrokatalitik) dapat digunakan untuk menurunkan ikatan rangkap yang terdapat pada minyak terpentin.
2. Larutan elektrolit Kupro Amonium Format merupakan medium yang baik untuk proses hidrogenasi elektrokimia (secara elektrokatalitik).
3. Semakin besar larutan elektrolit memberikan hasil yang terbaik pada proses hidrogenasi elektrokimia yang dilakukan pada volume larutan elektrolit : volume minyak terpentin = 2 : 1 dan penurunan bilangan brom sebesar 56,037 % dari 1,865 menjadi 0,819.
4. Makin lama waktu proses hidrogenasi yang dilakukan maka penurunan bilangan brom akan makin besar yang menunjukkan jumlah ikatan rangkap semakin berkurang.
5. Makin besar penurunan bilangan brom maka titik asap dari minyak terpentin pun akan makin tinggi.

5.2 Saran

Saran yang dapat diberikan berdasarkan penelitian yang dilakukan adalah sebagai berikut :

1. Pada penelitian selanjutnya perlu variasi temperatur dari proses hidrogenasi elektrokimia yang dilakukan.
2. Perlu dilakukan analisis lebih lanjut mengenai struktur yang terdapat pada minyak terpentin setelah proses hidrogenasi dilakukan serta untuk mengetahui sejauh mana proses hidrogenasi telah tercapai.
3. Perlu dilakukan ujicoba titrasi bromida-bromat pada sikloheksen, untuk mengetahui apakah senyawa brom tersebut membuka gugus rangkap yang terdapat di siklik yang ada sehingga target penurunan bilangan brom yang ingin dicapai dapat ditentukan secara lebih tepat.

DAFTAR PUSTAKA

- Arkad, O., Wiener, H., Garti, H., and Sasson, Y., 1987, "**JAOCs**", Vol 64(11), p1529
- Beck, F., 1979, "**Electrochemical and catalytic hydrogenation: common features and differences**", International Chemical Engineering, 19 (1), 1 – 11.
- Bridge, A.G., 1997, "**Hydrogen Processing**", bab 14.1, hal. 14.1 – 14.68 di dalam R.A. Meyers (ed), "**Handbook of Petroleum Refining Processes**", edisi 2, McGraw-Hill Book Co., New York.
- Byrne Jr., E. R. and Johnson, B. J., 1956, "**Unsaturation Determination by Acid – Catalyzed Bromination**", Ind. Eng. Chem. Anal. Ed. 28, 126 – 129
- Chimal-Valencia, O., Robau-Sanchez, A., Collins-Martinez, V., Aguilar-Elguezabal, A., 2004, "**Ion exchange resin as catalyst for the isomerization of α -pinene to camphene**", Biosource Technology, 93, 119-123.
- Deliy, I.V. and Simakova, I.L., 2008, "**Catalytic activity of the VIII Group metals in the hydrogenation and isomerization of α - and β -pinenes**", Russian Chemical Bulletin, International Edition, Vol. 57, No. 10, 2056 – 2064.
- Eggersdorfer, M., 2003, "**Terpenes**", Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 35, 653 – 668.
- Fessenden, R. J., dan Fessenden J.S., 1986, "**Kimia Organik Jilid Dua**", Jakarta : Erlangga.
- Gscheidmeier, M. and Fleig, H., 1996, "**Turpentines**", Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, A 27, 267 – 280.
- Johnson, L.H. and Clark, R.A., 1947, "**Procedure for Determination of the Bromine Number of Olefinic Hydrocarbons**", Ind. Eng. Chem. Anal., Vol. 19, No. 11, 869 – 872.
- Kirk-Othmer., 1997, "**Terpenoids**", Encyclopedia of Chemical Technology, Volume 23, Fourth Edition, John Wiley and Sons, Inc.

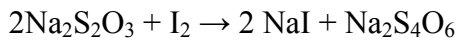
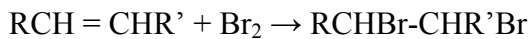
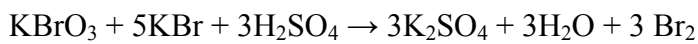
- Lewis, J.B. and Bradstreet, R.B., 1940, "***Determination of Unsaturation in Aliphatic Hydrocarbon Mixtures by Bromine Absorption***", Ind. Eng. Chem. Anal. Ed. 12, 387-390.
- Mulliken, S. and Wakeman, R., 1935, "***Estimation of Unsaturation in Aliphatic Hydrocarbons by Bromide-Bromate Titration***", Ind. Eng. Chem. Anal. Ed. 7, 59
- Mondal, K. and Lalvani, S.B., 2003, "***Mediator-assisted electrochemical hydrogenation of soybean oil***", Chemical Engineering Science, 58, 2643 – 2656.
- Mondal, K. and Lalvani, S.B., 2003, "***Electrochemical Hydrogenation of Canola Oil Using a Hydrogen Transfer Agent***", JAOCS, Vol. 80, No.11, 1135 – 1141.
- Mondal, K. and Lalvani, S.B., 2008, "***Low Temperature soybean oil hydrogenation by an electrochemical process***", Journal of Food Engineering, 84, 526 – 533.
- Rinaldy P. Santosa, Tedi H., dan Tatang H.S., "***Hidrogenasi Elektrokimia Hidrokarbon Terpen***", Seminar Nasional TK UNPAR, 25 April Bandung 2012
- Robin, D., 1990, "***The Electrocatalytic Hydrogenation of Fused Polycyclic Aromatic Compounds at Raney Nickel Electrodes: The Influence of Catalysts Activation and Electrolysis Conditions***", Can. J. Chem., 68, 1218 – 1227.
- Utami H., Budiman A., Sutijan, Roto, Sediawan, W.B., 2011, "***Heterogeneous Kinetics of Hydration of α -Pinene for α -Terpineol Production: Non – Ideal Approach***", World Academy of Science, Engineering, and Technology. 864 – 867.
- Yusem, G.J., and Pintauro, P.N., 1992, "***The Electrocatalytic Hydrogenation of Soybean Oil***", JAOCS, 69 (5), 399 – 404.
- Zoran, A., Sasson, Y., and Blum, J., 1984, "***Journal of Molecular Catalysis***", Vol 26, p321

LAMPIRAN A

PROSEDUR ANALISIS

A.1 Analisis Ketidakhajenuhan (Titrasl Bromit-Bromat)

Data yang didapatkan melalui metode titrasl bromida-bromat adalah jumlah larutan bromida-bromat dan larutan Na₂S₂O₃ yang dibutuhkan. 1 mol tiosulfat setara dengan 1 ekivalen iodin ($\frac{1}{2} I_2$). Satu mol brom setara dengan satu ikatan rangkap. Reaksi-reaksi yang terjadi dalam uji ketidakhajenuhan ini adalah:



Perhitungan yang dilakukan adalah sebagai berikut:

$$B = \frac{(N_{KBr-KBrO_3} \times V_{KBr-KBrO_3}) - (N_{Na_2S_2O_3} \times V_{Na_2S_2O_3}) \times 7,992}{\text{massa sampel}}$$

Keterangan :

B = angka bromin (gram Br₂ / 100 gram sampel minyak),

V KBr – KBrO₃ = volume titrasl larutan bromida – bromat

N KBr – KBrO₃ = normalitas larutan bromida – bromat

V Na₂S₂O₃ = volume titrasl larutan natrium tiosulfat

N Na₂S₂O₃ = normalitas larutan natrium tiosulfat

m = berat sampel.

Berikut adalah prosedur kerja dari uji brom yang dilakukan :

1. Ke dalam labu erlenmeyer dimasukkan 20 ml asam sulfat 10%-v.
2. Kemudian 0,7 – 1 g sampel minyak ditambahkan ke dalam labu tersebut.
3. Larutan ini kemudian dititrasl dengan larutan 0,5N bromida-bromat. Selama proses titrasl labu erlenmeyer digoyang – goyangkan.
4. Campuran larutan bromide-bromat dan asam sulfat akan bereaksi membentuk bromin yang berwarna kuning sehingga titrasl dilangsungkan sampai warna kuning pada larutan tidak hilang yang berarti bromin yang terbentuk tidak dapat lagi diserap oleh ikatan rangkap yang ada pada minyak.

5. Jumlah bromida-bromat ditambah 1 mL lagi (sebagai eksek). Kemudian dikocok selama 2 menit.
6. 5 mL larutan KI jenuh ditambahkan dan dikocok selama satu menit.
7. Iodin yang dihasilkan dititrasi dengan larutan natrium tiosulfat 0,1N, tambahkan indikator pati dan teruskan titrasi sampai warna biru kompleks iodium-pati persis sirna.

A.2 Analisis Nyala Api

Pada analisis uji nyala api, minyak terpenin yang telah mengalami proses hidrogenasi dibakar. Ketinggian nyala api maksimum yang dihasilkan dari pembakaran minyak terpenin tanpa menimbulkan asap yang didapatkan kemudian dibandingkan dengan titik asap minimum dari minyak tanah dan avtur bila dibakar untuk mengetahui sampai sejauh mana proses hidrogenasi elektrokatalitik telah berlangsung. Semakin jenuh minyak terpenin maka tinggi nyala api akan semakin tinggi karena semakin banyak kandungan hidrogen yang terkandung dalam minyak terpenin. Berikut adalah prosedur kerja dari analisis uji nyala api :

1. Minyak terpenin yang telah mengalami proses hidrogenasi disiapkan.
2. Minyak kemudian dimasukkan ke dalam lampu cempor.
3. Lampu cempor dinyalakan.
4. Nyala api yang dihasilkan diatur hingga ketinggian maksimum sampai mulai mengeluarkan asap.
5. Ketinggian api maksimum sebelum mengeluarkan asap dicatat.

A.3 Kelarutan Amonium Bikarbonat dan Amonium Karbonat

Amonium Bikarbonat dalam 100 gram Air (30°C) kelarutannya) 0,341 mol (27 gram).

Amonium Karbonat dalam 100 gram Air (15°C) kelarutannya 1,04 mol (100 gram). (Green, dkk, 2008).

LAMPIRAN B

HASIL ANTARA

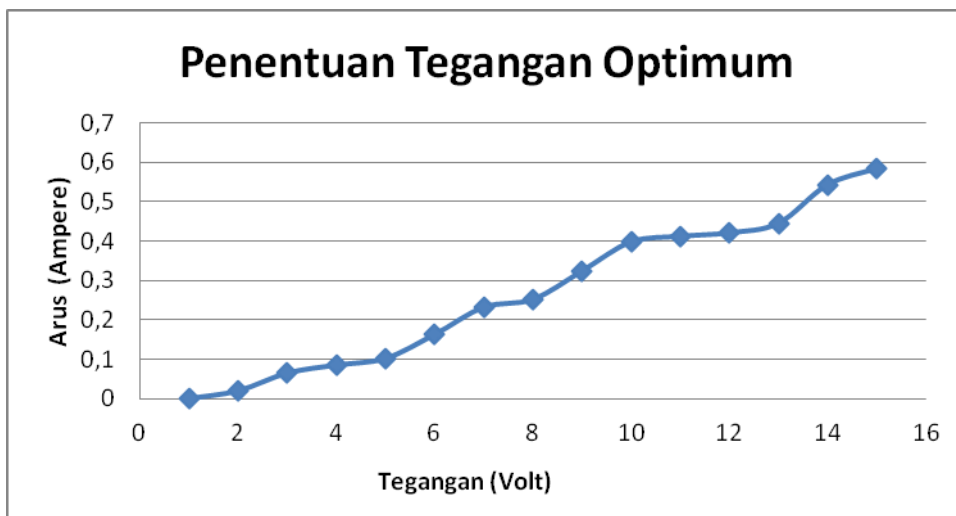
1. Penentuan Densitas Minyak Terpentin

ρ minyak terpentin = 0,872 gram /ml

2. Penentuan Tegangan Optimum

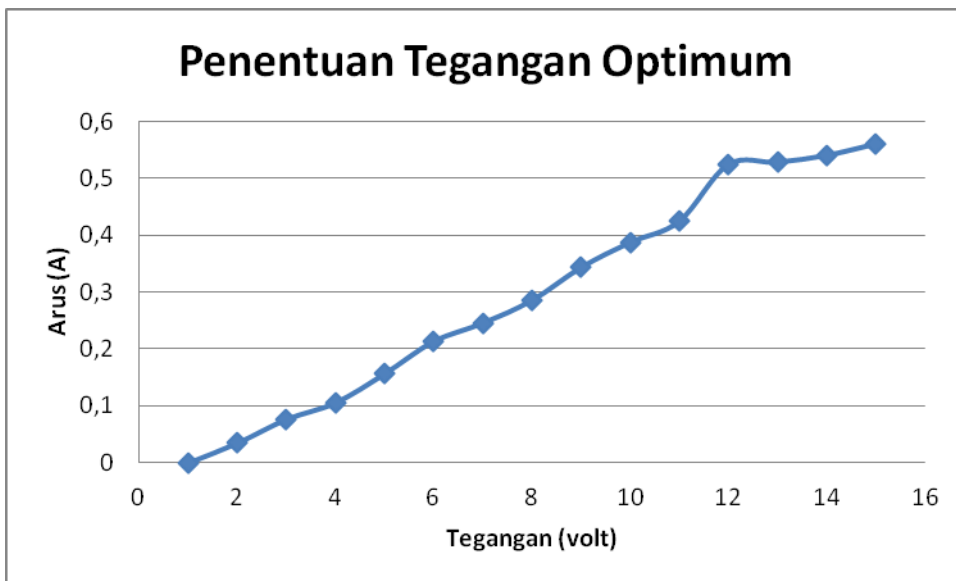
a) Volume Kupro Amonium Format : Minyak Terpentin = 500 :250

Tegangan (volt)	Arus (Ampere)
1	0
2	0.056
3	0.086
4	0.124
5	0.187
6	0.257
7	0.317
8	0.377
9	0.415
10	0.442
11	0.468
12	0.514
13	0.521
14	0.536
15	0.585



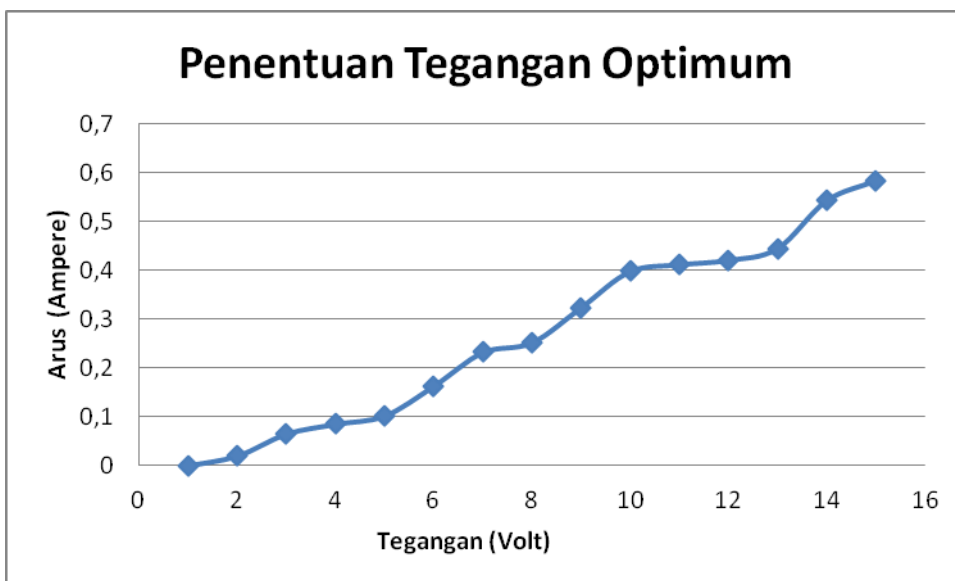
b) Volume Kupro Amonium Format : Minyak Terpentin = 250 :250

Tegangan (volt)	Arus (Ampere)
1	0
2	0.035
3	0.0768
4	0.106
5	0.157
6	0.214
7	0.246
8	0.286
9	0.344
10	0.388
11	0.425
12	0.525
13	0.529
14	0.541
15	0.561



c) Volume Kupro Amonium Format : Minyak Terpentin = 150 : 250

Tegangan (volt)	Arus (Ampere)
1	0
2	0.02
3	0.065
4	0.085
5	0.102
6	0.163
7	0.232
8	0.252
9	0.324
10	0.398
11	0.412
12	0.421
13	0.445
14	0.543
15	0.584



d) Uji Nyala Api

Sampel	Tinggi Nyala Api (mm)
Terpentin Murni	± 11 mm
Perbandingan Larutan Elektrolit : Minyak Terpentin = 1 :1	± 15 mm
Perbandingan Larutan Elektrolit : Minyak Terpentin = 2 :5	± 14 mm
Perbandingan Larutan Elektrolit : Minyak Terpentin = 1 :1	± 16 mm
Kerosin	$\pm 21,5$ mm

e) Perhitungan Bilangan Brom Awal

Minyak Terpentin Awal	Volume KBr – KBrO₃ (ml)		Volume Na₂S₂O₃ (ml)		Bilangan Brom (mol Br₂ / mol sampel)
	55,2	55,8	7,7	8,2	1,865

Volume Kupro Amonium Format : Minyak
 Terpentin = 250 : 250 (ml)

Jam	Volume Bromida Bromat (mL)	Normalitas Bromida Bromat	Volume Na ₂ S ₂ O ₃ (mL)	Normalitas Na ₂ S ₂ O ₃	Berat Sampel Minyak (g)	Bilangan Brom (mol Br ₂ /Mol Sampel Minyak)	Rata-Rata	Titik Asap (mm)
0	55.2	0.5	7.7	0.08	1	1.856280595	1.865223542	11
	55.8	0.5	8.2	0.08	1	1.874166489		
2	48.7	0.5	7.7	0.08	1	1.632706925	1.598104599	12
	46.8	0.5	8.4	0.08	1	1.563502274		
4	39.8	0.5	7.4	0.08	1	1.328233981	1.34123565	12
	40.7	0.5	8.3	0.08	1	1.354237318		
6	34.8	0.5	14.5	0.05	1	1.147104911	1.124747544	14
	33.6	0.5	15.5	0.05	1	1.102390177		
8	30.8	0.5	14.7	0.05	1	1.008833195	1.009177154	14
	31	0.5	16.5	0.05	1	1.009521114		
10	28.9	0.5	17.5	0.05	1	0.933850025	0.939009418	15
	29.3	0.5	18.5	0.05	1	0.94416881		
12	27.5	0.5	12.5	0.05	1	0.902893671	0.907709104	16
	27.7	0.5	11.7	0.05	1	0.912524537		

Volume Kupro Amonium Format :

Minyak Terpentin = 150 :250

Jam	Volume Bromida Bromat (mL)	Normalitas Bromida Bromat	Volume Na ₂ S ₂ O ₃ (mL)	Normalitas Na ₂ S ₂ O ₃	Berat Sampel Minyak (g)	Bilangan Brom (mol Br ₂ /Mol Sampel Minyak)	Rata-Rata	Titik Asap (mm)
0	55.2	0.5	7.5	0.08	1	1.857381266	1.866049045	11
	55.8	0.5	8.1	0.08	1	1.874716824		
2	51.5	0.5	7	0.08	1	1.732867929	1.720416595	11
	51	0.5	8.4	0.08	1	1.707965262		
4	48.5	0.5	7.3	0.08	1	1.628029075	1.636146519	11
	49.1	0.5	8.1	0.08	1	1.644263964		
6	40.5	0.5	7.3	0.08	1	1.352861481	1.326858143	12
	39.1	0.5	8	0.08	1	1.300854805		
8	38.5	0.5	7.4	0.08	1	1.283519247	1.272374959	13
	37.9	0.5	7.7	0.08	1	1.261230671		
10	36.5	0.5	8.7	0.08	1	1.20757299	1.193126692	14
	35.5	0.5	7.7	0.08	1	1.178680393		
12	33.7	0.5	7.6	0.08	1	1.117318019	1.122752579	14
	34	0.5	7.5	0.08	1	1.128187139		

Volume Kupro Amonium Format : Minyak Terpentin = 500 :250

Jam	Volume Bromida Bromat (mL)	Normalitas Bromida Bromat	Volume Na ₂ S ₂ O ₃ (mL)	Normalitas Na ₂ S ₂ O ₃	Berat Sampel Minyak (g)	Bilangan Brom (mol Br ₂ /Mol Sampel Minyak)	Rata-Rata	Titik Asap (mm)
0	55.2	0.5	7.7	0.08	1	1.856280595	1.865223542	11
	55.8	0.5	8.2	0.08	1	1.874166489		
2	46.8	0.5	7.5	0.05	1	1.583933468	1.571722906	11
	46.1	0.5	7.6	0.05	1	1.559512344		
4	40.5	0.5	7.6	0.05	1	1.366895028	1.368958785	11
	40.6	0.5	7.4	0.05	1	1.371022542		
6	34.7	0.5	7.5	0.05	1	1.167742481	1.155703899	12
	34	0.5	7.5	0.05	1	1.143665316		
8	28.5	0.5	7.2	0.05	1	0.955519473	0.952423838	13
	28.3	0.5	7	0.05	1	0.949328203		
10	27.5	0.5	7.1	0.05	1	0.921467484	0.924563119	14
	27.7	0.5	7.3	0.05	1	0.927658754		
12	27.1	0.5	7.4	0.05	1	0.906677225	0.904785448	15
	27	0.5	7.5	0.05	1	0.902893671		
14	26.5	0.5	7.7	0.05	1	0.885007777	0.881740162	15
	26.3	0.5	7.6	0.05	1	0.878472547		
16	25.8	0.5	7.3	0.05	1	0.862306451	0.856459139	15
	25.5	0.5	7.7	0.05	1	0.850611828		
18	25.1	0.5	7.5	0.05	1	0.837541367	0.838401266	16
	25.2	0.5	8	0.05	1	0.839261165		

20	24.8	0.5	7.4	0.05	1	0.827566542	0.823782987	16
	24.6	0.5	7.6	0.05	1	0.819999433		
22	24.5	0.5	7	0.05	1	0.818623595	0.820343392	16
	24.6	0.5	7	0.05	1	0.82206319		
24	24.4	0.5	5.5	0.05	1	0.820343392	0.819999433	16
	24.4	0.5	5.7	0.05	1	0.819655473		

LAMPIRAN C

CONTOH PERHITUNGAN

1. Penentuan Densitas Minyak Terpentin

Massa piknometer kosong = 10,4 gram

Massa piknometer + minyak = 15,1 gram

Massa minyak = 15,1 – 10,43 = 4,67 gram

Volume piknometer = 5,354 ml

$$\text{Densitas minyak terpentin} = \frac{4,67}{5,354} = 0,872 \frac{\text{gram}}{\text{ml}}$$

2. Penentuan Larutan Elektrolit

Perbandingan Volume Kupro Amonium Format : Terpentin = 2:1

Minyak Terpentin

- Volume Terpentin = 250 ml
- ρ terpentin = 0,872 gram / ml
- Massa Terpentin = 0,872 x 250 = 218 gram
- Mr Terpentin ($C_{10}H_{16}$) = 136 gram / mol
- Mol Terpentin = 218 / 136 = 1,6 mol

Kupro Amonium Format

- Massa Cu_2O Mula-mula = 71,57 gram
- Mr Cu_2O = 143,0922 gram/mol
- Perbandingan mol Cu_2O : Kupro Amonium Format = 1 : 2
- Massa Cu_2O yang tersisa = 34,7 gram
- Massa Cu_2O yang terkonversi = 71,57 – 34,7 = 36,87 gram
- Mol Cu_2O = 0,258 mol
- Mol Kupro Amonium Format yang terbentuk = 2 x 0,258 = 0,516 mol
- Molar Kupro Amonium Format yang terbentuk = 0,516 mol / 0,25 L = 2,064 Molar

Kupro Amonium Format

- Massa Cu_2O Mula-mula = 71,57 gram
- Mr Cu_2O = 143,0922 gram/mol
- Perbandingan mol Cu_2O : Kupro Amonium Format = 1 : 2
- Massa Cu_2O yang tersisa = 34,7 gram
- Massa Cu_2O yang terkonversi = $71,57 - 34,7 = 36,87$ gram
- Mol Cu_2O = 0,258 mol
- Mol Kupro Amonium Format yang terbentuk = $2 \times 0,258 = 0,516$ mol
- Molar Kupro Amonium Format yang terbentuk = $0,516 \text{ mol} / 0,25 \text{ L} = 2,064$ Molar
-

3. Penentuan Bilangan Brom

Konsentrasi 0,75 M ; waktu = 6 jam

N KBr – KBrO_3 = 0,575 N

N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ = 0,0594 N

Massa sampel = 0,5 gr

Mr Br_2 = 160 gr / mol

Mr minyak = 136 gr / mol

Titration	Volume KBr – KBrO_3
I	24,4
II	24,4

Titration	Volume $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
I	5,5
II	5,7

Titration I

Bilangan Brom =

$$\frac{((N_{\text{KBr}-\text{KBrO}_3} \times V_{\text{KBr}-\text{KBrO}_3}) - (N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \times V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3})) \times 7,992 \times 136/158}{\text{massa sampel}}$$

$$= \frac{((0,5 \times 24,4) - (0,05 \times 5,5)) \times 7,992 \times 136/158}{1}$$

$$= 0,820 \frac{\text{mol Br}_2}{\text{mol sampel}}$$

Titration II

Bilangan Brom =

$$\frac{((N_{\text{KBr-KBrO}_3} \times V_{\text{KBr-KBrO}_3}) - (N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \times V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3})) \times 7,992 \times 136/158}{\text{massa sampel}}$$

$$= \frac{((0,5 \times 24,4) - (0,05 \times 5,7)) \times 7,992 \times 136/158}{1}$$

$$= 0,819 \frac{\text{mol Br}_2}{\text{mol sampel}}$$