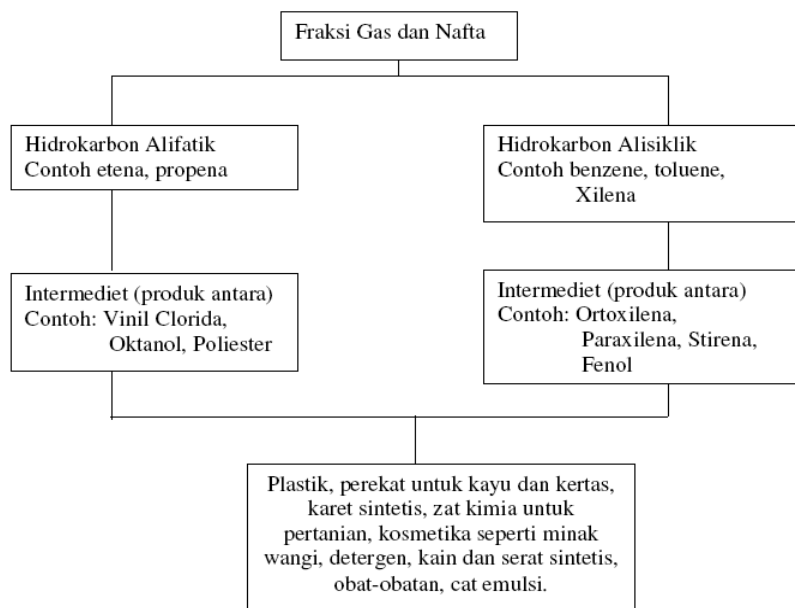


BAB I

PENDAHULUAN

I.1 LATAR BELAKANG MASALAH

Sampai saat ini, bahan baku industri petrokimia berasal dari minyak bumi. Dari cracking minyak bumi tersebut, dapat dihasilkan senyawa-senyawa seperti berikut :



Gambar I.1 Senyawa turunan minyak bumi

Penggunaan senyawa-senyawa sintetis tersebut dalam industri kimia ternyata memiliki dampak negatif, salah satunya adalah sifatnya yang *non-degradable*. Selain itu minyak bumi merupakan sumber daya alam yang tidak terbarukan dan penggunaan bahan berbasis minyak bumi dapat meningkatkan pembentukan gas CO₂ di udara yang disinyalir merupakan penyebab pemanasan global yang terjadi saat ini.

Oleh karena alasan di atas, mulai dicari bahan baku alternatif yang dapat diperbarui dan bersifat *degradable*. Salah satu bahan baku alternatif yang mulai digunakan adalah minyak sawit (minyak nabati). Minyak nabati merupakan bahan baru terbarukan yang memiliki sifat antifriksi yang baik, volatilitas rendah, viskositas tinggi, kelarutan dalam aditif pelumas tinggi, dll. Beberapa hasil penelitian

menyatakan bahwa minyak nabati dapat digunakan sebagai pengganti pelumas berbahan dasar petroleum dan ester sintetis. Selain digunakan sebagai pelumas, minyak nabati juga dapat digunakan untuk menghasilkan senyawa-senyawa kimia seperti poliuretan, biodiesel, surfaktan dll. Namun penggunaan minyak sawit sebagai bahan baku dalam industri kimia pun menuai pro dan kontra, karena pada hakikatnya minyak sawit merupakan bahan baku pangan.

Salah satu produk yang juga dapat dihasilkan dari minyak nabati sebagai bahan bakunya adalah senyawa polihidroksi trigliserida. Polihidroksi trigliserida merupakan senyawa dari minyak atau lemak yang memiliki gugus hidroksil lebih dari 2. Senyawa polihidroksi trigliserida ini banyak digunakan sebagai bahan untuk poliuretan, bahan aditif untuk plastik, pelumas, surfaktan, dan lain-lain sehingga kebutuhan akan senyawa ini menjadi sangat tinggi.

Senyawa polihidroksi trigliserida ini dihasilkan melalui reaksi hidroksilasi. Reaksi hidroksilasi meliputi dua tahap reaksi, yaitu reaksi epoksidasi dan reaksi pembukaan cincin oksiran. Pada penelitian ini akan dibahas lebih mendalam mengenai reaksi epoksidasi. Senyawa trigliserida tidak jenuh yang terkandung dalam minyak sawit ini di-epoksidasi menggunakan asam peroksi (yang terbuat dari asam karboksilat dan hidrogen peroksida) dan akan menghasilkan senyawa epoksida yang jumlahnya dapat dinyatakan dalam bilangan epoksida atau bilangan oksiran.

Epoksida minyak dapat digunakan secara langsung sebagai pemlastis yang sesuai untuk polivinil klorida (PVC) dan sebagai penstabil resin PVC untuk meningkatkan fleksibilitas, elastisitas, kekuatan dan untuk mempertahankan stabilitas polimer terhadap perpindahan panas dan radiasi UV. Reaktivitas cincin oksiran yang tinggi menyebabkan epoksi juga dapat digunakan sebagai bahan baku untuk beberapa bahan kimia, seperti alkohol, glikol, alkanolamin, senyawa karbonil, senyawa olefin, dan polimer seperti poliester, poliuretan, dan resin epoksi.

I.2 RUMUSAN MASALAH

Penelitian dengan judul *Studi Kinetika Reaksi Epoksidasi Minyak Sawit* ini dipandang perlu karena dapat memberikan informasi tentang pengaruh suhu dan waktu reaksi terhadap jumlah senyawa epoksida yang dihasilkan, konstanta kecepatan reaksi (k), tetapan frekuensi tumbukan (A), dan energi aktivasi (E). Data-data kinetika

tersebut sangat penting dalam perancangan reaktor dan dapat digunakan untuk mempelajari bagaimana pengendalian reaksi tersebut.

I.3 TUJUAN PENELITIAN

1. Mengetahui pengaruh waktu dan suhu reaksi terhadap persentase bilangan epoksida.
2. Mengetahui pengaruh suhu reaksi terhadap tetapan kecepatan reaksi epoksidasi.
3. Mengetahui nilai konstanta frekuensi tumbukan (A) dan energi aktivasi (E_a) pada reaksi epoksidasi.
4. Membandingkan nilai konstanta kecepatan reaksi (k) dan energi aktivasi (E_a) dari hasil penelitian dengan jurnal L.H. Gan, S.H. Goh dan K.S. Ooi yang ada.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

II.1 PENDAHULUAN

Senyawa epoksida banyak dibutuhkan dan digunakan dalam industri pembuatan poliuretan, PVC, pelumas, dan senyawa kimia. Senyawa ini dibentuk melalui reaksi epoksidasi. Reaksi epoksidasi adalah reaksi oksidasi ikatan rangkap dalam minyak oleh oksigen aktif membentuk senyawa epoksida. Bahan baku yang digunakan untuk menghasilkan senyawa epoksida pada penelitian ini adalah minyak kelapa sawit.

II.2 SENYAWA EPOKSIDA

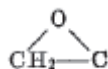
Epoksida adalah senyawa eter siklik dengan cincin yang memiliki tiga anggota. Struktur dasar dari sebuah epoksida berisi sebuah atom oksigen yang diikat pada dua atom karbon berdekatan yang berasal dari hidrokarbon.

Tegangan dari cincin dengan tiga anggota ini membuat senyawa epoksida menjadi lebih reaktif daripada eter asiklik.

Senyawa epoksida merupakan senyawa yang sangat penting sama seperti produk kimia lainnya, misalnya resin. Proses produksinya yang telah diketahui adalah oksidasi senyawa olefin dengan *peracids*, seperti asam m-klorobenzoat, asam perasetat, dll dan peroksida organik seperti *tert-butyl hydroperoxide*.

Bentuk gugus epoksi, antara lain :

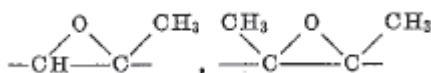
- Terminal



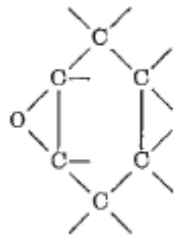
- Internal



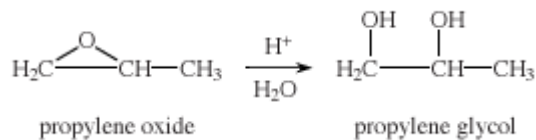
Dan mungkin memiliki pengganti pada atom karbon selain hidrogen, misalnya



Gugus epoksi dapat pula menjadi bagian dalam sebuah struktur cincin, seperti



Senyawa epoksida dapat dibuka dengan mudah, di bawah kondisi asam atau basa. Contohnya, hidrolisis propilen oksida yang dikatalis dengan senyawa asam atau basa untuk menghasilkan propilen glikol.

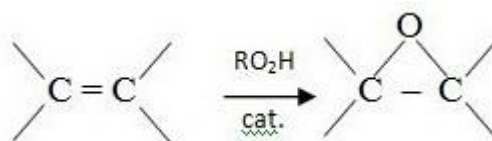


II.3 REAKSI EPOKSIDASI

Epoksidasi adalah reaksi oksidasi ikatan rangkap oleh oksigen aktif membentuk senyawa epoksida. Pada umumnya, epoksidasi minyak menggunakan hidrogen peroksida sebagai pereaksi. Sifat hidrogen peroksida sebagai oksidator tidak cukup kuat sehingga ditransformasi ke bentuk yang lebih aktif (asam peroksi). Menurut Swern D. (Swern D., et al, 1945) bahwa asam peroksi yang dibentuk dari reaksi hidrogen peroksida dengan asam alifatik rendah (asam formiat dan asam asetat) merupakan bentuk yang reaktif.

Asam peroksi dapat bereaksi sangat cepat dengan senyawa tidak jenuh. Sifat asam formiat yang kuat dapat juga membuka cincin oksiran untuk menghasilkan senyawa turunan hidroksi-formoksi. Dengan adanya air akan terbentuk senyawa dihidroksil dan asam formiat.

Karakteristik dari senyawa epoksida adalah adanya gugus oksiran yang terbentuk oleh oksidasi dari senyawa olefinik atau senyawa aromatik ikatan ganda.



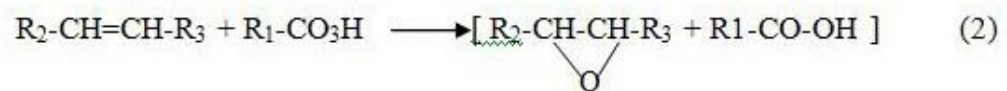
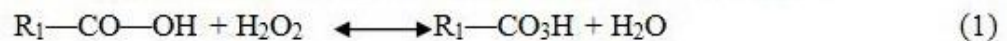
Untuk mencegah reaksi eksotermis yang tidak terkendali dan untuk mengoptimalkan epoksidasi, larutan peroksida ditambahkan secara bertahap dengan adanya pengadukan, dan mempertahankan suhu reaksi.

Ketika angka iod substrat telah berkurang sampai ke titik yang diinginkan, reaksi terhenti dan substrat terepoksidasi dipisahkan dari larutan. Karena epoksidasi merupakan reaksi yang reversibel dan terdapat kemungkinan munculnya reaksi samping, epoksidasi diusahakan untuk terjadi pada temperatur yang rendah dan waktu yang singkat [Kirk-Othmer, vol.9, 251].

Ester terepoksidasi mempunyai densitas yang lebih tinggi dan volatilitas yang lebih rendah serta lebih tahan terhadap oksidasi. Epoksidasi meningkatkan stabilitas oksidatif termal dan mengurangi laju peningkatan angka asam [Gan L.H. et. Al, 1995].

Suhu reaksi epoksidasi lebih sering diatur pada 30 dan 140°C. Reaksi epoksidasi dapat dilakukan secara batch, semi-kontinyu, atau kontinyu [Escrig, Pilar De Frutos et. Al, 1998].

Reaksi epoksidasi yang terjadi dapat dituliskan sebagai berikut:



Persamaan laju reaksi epoksida dan konstanta laju reaksi epoksidasi pada berbagai temperatur adalah sebagai berikut :

Persamaan laju reaksi epoksidasi metil ester :

$$d(Ep)/dt = k_1 [(H_2O_2)_o - Ep] (RCOOH)_o$$

[Gan L.H. et. Al, 1995]

II.4 MINYAK SAWIT

Komposisi asam lemak minyak sawit agak bervariasi dan tergantung pada varietas, daerah asal, umur buah maupun posisi buah pada tandan. Selain dipengaruhi oleh faktor-faktor di atas, penanganan pada saat pasca panen dan proses pengolahan juga mempengaruhi komposisi minyak sawit. Tabel II.1 menunjukkan komposisi asam lemak minyak sawit dari 45 sampel yang berasal dari berbagai daerah penghasil minyak sawit di seluruh dunia. Sedangkan untuk minyak goreng, komposisi asam lemaknya didominasi oleh asam lemak tidak jenuh karena minyak goreng merupakan

produk minyak sawit yang sudah dipisahkan asam lemak jenuhnya dan dikenal sebagai olein.

Tabel II.1 Komposisi asam lemak minyak sawit

Komponen		Kisaran	Rata-rata
Asam lemak jenuh			
As. Laurat	12 : 0	0,0-0,2	0,1
As. Miristat	14 : 0	0,8-1,3	1,0
As. Palmitat	16 : 0	43,1-46,3	44,3
As. Stearat	18 : 0	4,0-5,5	4,6
As. Arachidat	20 : 0	0,1-0,4	0,3
Asam lemak tidak jenuh			
As. Palmitoleat	16 : 1	0,0-0,3	0,15
As. Oleat	18 : 1	36,7-40,8	38,7
As. Linoleat	18 : 2	9,4-11,9	0,3
As. Linolenat	18 : 3	0,1-0,4	0,3

Sifat-sifat fisik maupun kimia minyak sawit merupakan hasil interaksi unsur-unsur kompleks penyusunnya. Beberapa sifat fisik yang penting diberikan pada tabel II.2

Tabel II.2 Sifat-sifat fisik minyak sawit

Sifat	Harga
Densitas (gram/cm ³)	0,0891 (50°C) ; 0,874 (75 °C) 0,857 (100°C) ; 0,789 (200 °C)
Kelarutan	Dalam air : 0,14% pada 60 °C
Indeks Bias	1,4521 pada 60 °C
Tegangan muka	35 dyne pada 60-70 °C
Flash point	450 °F
Titik tuang	80-110 °F
Kapasitas panas	(0,462 + 0,00061 t) kal/gr. °C t=temperatur(°C)

Konduktivitas	0,00040 kal/s.cm °C pada 20 °C
thermal	0,00039 kal/s.cm °C pada 100 °C
Viskositas	47,8 cSt pada 38 °C
	9,1 cSt pada 100 °C

Beberapa parameter penting yang sering digunakan untuk keperluan analisis praktis adalah *bilangan asam*, *bilangan penyabunan*, dan *bilangan iodine*. Bilangan asam merupakan indikator kandungan asam lemak bebas dalam minyak dan menjadi pengukur kualitas minyak. Bilangan asam tinggi menunjukkan kualitas minyak yang rendah. Bilangan penyabunan berkaitan dengan panjang rata-rata rantai karbon pada asam lemak trigliserida. Bilangan iodine berhubungan dengan persentase ketidakjenuhan rantai karbon pada asam lemak. Bilangan penyabunan dan bilangan iodine minyak sawit berturut-turut berada kisaran 190-209 dan 50-55. Oleh karena komposisi asam lemak pada minyak goreng didominasi oleh asam lemak tidak jenuh maka bilangan iodine minyak goreng lebih tinggi dibanding minyak sawit.

Potensi minyak sawit bagi sintesis kimia terutama berkaitan dengan sifatnya sebagai ester dan olefin. Sebagai ester, minyak sawit dapat disaponifikasi untuk menghasilkan sabun dan gliserol, dihidrolisa menghasilkan gliserol dan asam lemak. Dengan alkohol, minyak sawit mengalami reaksi alkoholisis. Salah satu contoh pengimplementasian alkoholis yang terus berkembang adalah metanolisis yang menghasilkan metil ester (biodiesel) dan gliserol. Minyak sawit dapat direaksikan dengan asam lemak sehingga mengalami pertukaran asam lemak (*asidolisis*), serta dapat mengalami pertukaran ester (*ester-ester interchange*) dengan ester lain. Sebagai tambahan, semua senyawa turunan dapat mengalami reaksi-reaksi yang sesuai dengan gugus fungsi yang dimilikinya. Jadi gliserol dapat mengalami reaksi-reaksi alkohol, asam-asam lemak dapat mengalami reaksi saponifikasi dan reaksi-reaksi asam-basa, reaksi asterifikasi dan sebagainya.

Minyak sawit sebagai senyawa berikatan rangkap dapat mengalami reaksi hidrogenasi membentuk lemak jenuh, diadisi dengan halogen menghasilkan gugus halogenida, diepoksidasi menghasilkan epoksida, dihidrasi menghasilkan gugus alkohol sekunder, dioksidasi menjadi senyawa-senyawa diketo, dihidroksi, aldehid, asam berbasa dua, mengalami dimerisasi dan metatesis. Reaksi-reaksi ikatan rangkap ini dapat berlangsung baik pada trigliserida, asam-asam lemak, maupun metil esternya.

II.5 SIFAT FISIS DAN KIMIA REAGEN

1. Benzene

- Rumus Molekul : C_6H_6
- Bentuk Fisik : cairan
- CAS Number : 71-43-2
- Berat Molekul : 78.11 g/mol
- Bau : aromatik, seperti gasolin
- Warna : jernih
- Titik Didih : 80.1 °C
- Titik Leleh : 5.5 °C
- Suhu Kritis : 288.9 °C
- Densitas Uap : 2.8
- Specific Gravity : 0.8787 pada 15 °C
- Tekanan uap : 10 kPa pada 20 °C
- Bulk Density : 1.44 kg/L
- Kelarutan :
 - Larut dalam alkohol, kloroform, karbon disulfida, karbon tetraklorida, asam asetat glasial, dietil eter
 - Kelarutan dalam air dingin sangat rendah
- Stabil
- Fungsi : - solven
 - prekursor pada produksi obat, plastik, dan karet sintetis.
 - Senyawa intermediat yang digunakan untuk memproduksi bahan kimia lain (turunan styrene untuk produksi polimer dan plastik)

[Sumber : www.sciencelab.com]

2. Asam format

- Rumus Molekul : $HCOOH$
- Bentuk Fisik : cairan
- CAS Number : 64-18-6

- Berat Molekul : 46.0128 g/mol
- Bau : berbau tajam, seperti benzaldehid
- pH : asam kuat
- Titik Didih : 100.8°C
- Titik Leleh : 8°C
- Densitas Uap : 1.59
- Specific gravity : 1.2267 g/ml
- Tekanan Uap : 44.8 mm Hg pada 20°C
- Flash Point : 69°C (156.20°F)
- Kelarutan :
 - Mudah larut dalam aseton
 - Larut dalam air panas, air dingin, dan dietil eter
- Stabil
- Fungsi : - menggumpalkan getah karet(lateks)
- penyamakan kulit
- pembasmi hama.

[Sumber : www.sciencelab.com]

3. *Hidrogen Peroksida*

- Rumus Molekul : H₂O₂
- Bentuk Fisik : cairan putih dengan bau yang tajam
- CAS Number : 7722-84-1
- Berat Molekul : 34.01 g/mol
- Titik Didih : 114°C (237°F)
- Titik Beku : - 52°C (-62°F)
- Densitas Uap : 1.0
- Specific gravity : 1.196 pada 20°C
- Kelarutan : Larut sempurna dalam air
- Stabil secara kimia pada penyimpanan dan kondisi normal
- Jika kontak dengan logam, ion logam, zat organik, kayu, maupun debu dapat menyebabkan dekomposisi

- Jika material ini terkontaminasi dan terdekomposisi, dapat menimbulkan kebakaran atau bahkan ledakan
- Fungsi : - oksidator kuat
- *bleaching agent* (zat pengelantang)
- membantu konversi alkena menjadi epoksida

[Sumber : www.h2o2.com]

4. *Chloroform*

- Berat Molekul : 119,38 g/mol
- Boiling point : 61,15°C
- Tekanan uap : 158,4 Torr pada 20°C
- Freezing point : -63,55°C
- Flash point : 82°F (28°C)
- Densitas : 1.4892 g/mL (12.427 lb/gal) pada 20°C;
1.4798 g/mL (12.349 lb/gal) pada 25°C
- Viscositas : 0.57 cP pada 20°
- Kelarutan dalam air : 0.815% pada 20°C
- Kelarutan air dalam chloroform: 0.056% pada 20°C
- Fungsi : sebagai solvent untuk mengencerkan benzene

[Sumber : www.sciencelab.com]

5. *Natrium Tio Sulfat*

- Rumus Kimia : $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
- Bentuk Fisik : Padat (granul atau kristal)
- CAS Number : 7772-98-7
- Berat Molekul : 158.11 g/mol
- Bau : Tidak berbau
- Warna : putih
- Rasa : pahit
- pH : 8.6 (larutan 7.5%)
- Titik Didih : Terdekomposisi pada suhu di atas 100°C
- Specific Gravity : 1.667

- Bulk Density : 1.44 kg/L
- Kelarutan dalam air : 33% pada 0 °C
- Stabil pada kondisi normal
- Fungsi : sebagai titran dalam uji bilangan iod

[Sumber : www.commercialaquaticsupplies.com]

6. *Kalium Iodida*

- Rumus Kimia : KI
- Bentuk Fisik : Padat
- CAS Number : 7681-11-0
- Berat Molekul : 166 g/mol
- Bau : Tidak berbau
- Warna : putih
- Rasa : pahit
- Titik Didih : 1330 °C
- Titik Leleh : 681 °C
- Specific Gravity : 3.1
- Kelarutan :
 - Mudah larut dalam air dingin, air panas
 - Larut dalam metanol
 - Larut sebagian dalam aseton
- Fungsi : reagen dalam uji bilangan iod

[Sumber : www.sciencelab.com]

7. *Karbon Tetraklorida*

- Rumus kimia : CCl₄
- Bentuk fisik : cair
- CAS Number : 56 – 23 – 5
- Berat Molekul : 154 g/mol
- Bau : berbau kuat
- Warna : tidak berwarna
- Titik didih : 76,5 °C

- Titik beku : - 23 °C
- Kelarutan dalam air : tidak larut (0,08%)
- Bersifat stabil
- Fungsi : sebagai reagen dalam uji bilangan iod

[Sumber : www.bocgases.com]

8. *Larutan Wijs*

- Bentuk fisik : jernih
- Bau : seperti cuka
- Densitas : 1,05
- pH : 2,4 (larutan 1,0M)
- Titik didih : 118°C
- Titik leleh : 16,6 °C
- Bersifat stabil apabila disimpan dalam tempat dengan kondisi yang sesuai. Larutan Wijs dapat menjadi tidak stabil bila terkena panas dan cahaya matahari.

[Sumber : www.jtbaker.com]

BAB III

METODE PERCOBAAN

III.1 ALAT DAN BAHAN YANG DIGUNAKAN

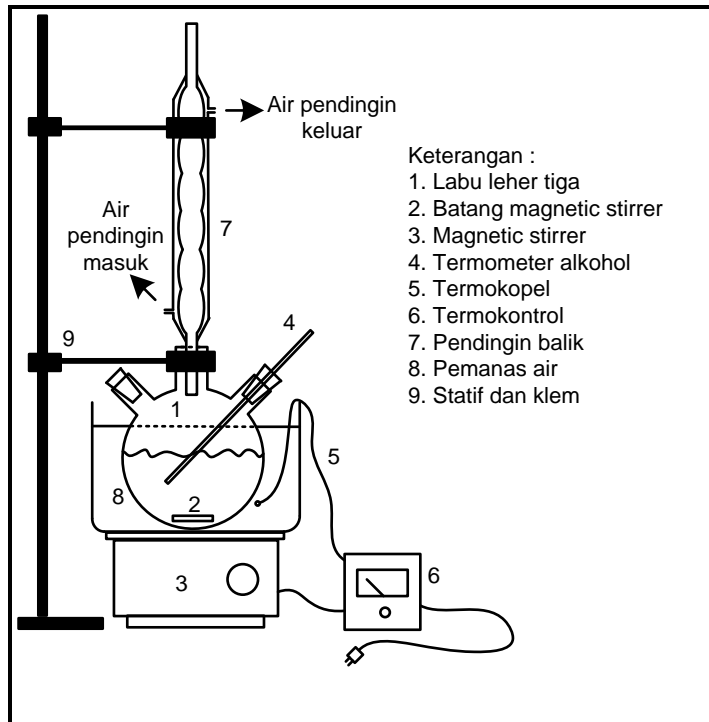
III.1.1 Alat yang digunakan

- Labu leher tiga
- Pendingin balik
- Heater
- Termometer
- Magnetic stirrer
- Waterbath
- Termokopel
- Termokontrol
- Labu distilasi
- Pendingin Leibig
- Kompor listrik
- Pengaduk
- Erlenmeyer
- Beaker glass
- Pipet tetes
- Cawan porselen
- Corong
- Corong pemisah
- Buret
- Statif dan klem
- Adaptor

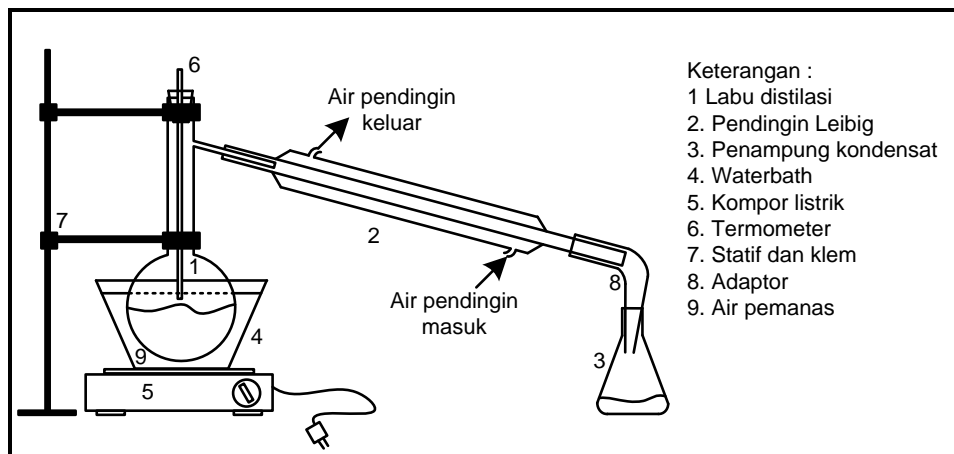
III.1.2 Bahan yang digunakan

- Minyak
- Asam format
- Hidrogen peroksida
- Benzene
- Chloroform
- Kalium Iodida
- Natrium tio sulfat
- Larutan Wijs
- Karbon tetraklorida
- Aquadest
- Indikator amilum

III.2 GAMBAR ALAT YANG DIGUNAKAN



Gambar III.1 Rangkaian Alat Percobaan



Gambar III.2 Rangkaian Alat Distilasi

III.3 VARIABEL PERCOBAAN

a. Variabel Tetap

- Volume reaksi total : 500 ml
- Volume benzene : 250 ml
- Volume minyak : 100 ml
- Volume asam format : 50 ml

- Volume H₂O₂ : 100 ml
- Kecepatan putar pengaduk : 750 rpm

b. Variabel Berubah

- Waktu : 1,2,3, dan 4 jam
- Suhu : 30,40, dan 50°C

III.4 RESPON / PARAMETER YANG DIAMATI

Bilangan epoksida produk dan bilangan iod bahan baku

III.5 ANALISA PROSES

Percobaan ini dilakukan melalui proses Batch-parallel. Mekanismenya adalah sebagai berikut : merangkai alat sesuai dengan gambar di atas, kemudian memasukkan semua bahan dan reagen yang dibutuhkan. Percobaan ini dilakukan untuk setiap variabel berubah yang ada. Sehingga, untuk setiap variable berubah akan didapat 1 hasil, contohnya untuk 1 run diperoleh hasil B.1.1. Pada percobaan kami terdapat 4 variabel waktu dan 3 variabel suhu, berarti akan dididapat 12 hasil, seperti terlihat pada tabel berikut :

Tabel III.1 Tabel Kerja

Suhu	Waktu			
	1 jam	2 jam	3 jam	4 jam
30°C	B 1.1	B 1.2	B 1.3	B 1.4
40°C	B 2.1	B 2.2	B 2.3	B 2.4
50°C	B 3.1	B 3.2	B 3.3	B 3.4

Keterangan : B=batch

yang kemudian akan di-plot pada grafik waktu vs bilangan oksiran dan grafik suhu vs bilangan oksiran. Pada sebelum dan sesudah reaksi, akan dihitung juga besarnya bilangan iod dari minyak sawit.

III.6 CARA KERJA

- Lakukan analisa bilangan iod pada minyak sawit yang akan digunakan dalam reaksi

- b. Masukkan minyak, asam format, dan benzene ke dalam labu leher tiga yang sudah dirangkai seperti terlihat pada gambar di atas dan masing-masing dengan jumlah tertentu.
- c. Campuran diaduk dan dipertahankan suhunya sesuai dengan suhu operasi
- d. Tambahkan H_2O_2 tetes demi tetes ke dalam campuran reaksi dan waktu reaksi mulai dijalankan
- e. Pisahkan benzene dengan air pada tekanan atmosfer dan suhu $\pm 90^\circ\text{C}$
- f. Cuci minyak hasil pemisahan dengan aquadest panas selama ± 15 menit. Masing-masing sampel dicuci 2 kali.
- g. Ambil 50 ml sampel untuk dilakukan analisa bilangan epoksida dan bilangan iod.

III.7 ANALISA BAHAN BAKU DAN PRODUK

III.7.1 Penentuan Bilangan Epoksida

A. Metode

Resin terlarut dalam solvent yang sesuai dan menghasilkan larutan yang dapat dititrasi langsung dengan larutan standar HBr dalam asam asetat glacial. HBr bereaksi secara stoikiometri dengan gugus epoksi membentuk gugus bromohidrin, oleh karena itu kuantitas asam yang dikonsumsi merupakan pengukur kadar epoksi.

B. Reagen dan Bahan

- a. Chlorobenzene
- b. Campuran Chloroform-chlorobenzene (1+1), basis volume.
- c. Larutan indikator Kristal violet
 - Cara pembuatan : siapkan 0.1% larutan Kristal violet dalam asam asetat glacial
- d. Asam asetat glacial
- e. HBr anhydrous
- f. HBr dalam asam asetat, standar 0.1 N
 - Cara pembuatan : melakukan bubbling HBr dengan laju yang rendah ke dalam asam asetat glacial sampai normalitas yang diinginkan tercapai (kira-kira 8 gr HBr / lt).

- Standarisasi : larutan ini distandarisasi tiap hari dengan menggunakan 0.4 gr asam kalium ptalat ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) dan dilarutkan ke dalam 10 ml asam asetat glacial dengan disertai pemanasan.

g. Asam Kalium Ptalat ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) standar

C. Sampel

Sejumlah sampel yang digunakan mengandung 0.001 sampai 0.002 gram ekuivalen dari gugus epoksi.

D. Prosedur

- Menimbang sejumlah sampel hingga mendekati 1 mg, kemudian masukkan ke dalam labu Erlenmeyer. Untuk resin dengan berat molekul rendah, digunakan labu volume 50 ml dan untuk resin berat molekul tinggi, digunakan labu volume 125 ml.
- Melarutkan bahan percobaan dalam solvent pada suhu kamar. Menggunakan 10 ml chlorobenzene untuk resin cair dan 25 ml dari 1+1 campuran chloroform dan chlorobenzene. Menempatkan batang pengaduk magnetic yang di-seal dengan TFE ke dalam labu dan campuran diaduk dengan magnetic stirrer.
- Menambahkan 4-6 tetes larutan indikator kristal violet dan meletakkan labu pada karet penyetop di ujung buret. Ujung buret diturunkan sampai sedikit di atas larutan dan titrasi larutan dengan menggunakan HBr dalam asam asetat hingga berwarna biru-hijau dan di dasar labu larutan diaduk dengan magnetik stirrer pada kecepatan sedang untuk menghindari percikan. Perlambat titrasi mendekati titik akhir agar tersedia waktu yang banyak untuk bereaksi.
- Penentuan blanko pada reagen pada kondisi yang identik.

E. Perhitungan

- Menghitung normalitas dari HBr dalam asam asetat

$$N = W \times 1000 / 204.2 H$$

di mana :

W = $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ (gram) yang digunakan

H = larutan HBr (ml) yang digunakan

- Menghitung kadar epoksi per 100 gr resin

$$\text{Kadar epoksi} = N (V - b) / 10S$$

di mana :

N = normalitas HBr dalam asam asetat

V = larutan HBr (ml) yang digunakan untuk titrasi pada bahan percobaan

B = larutan HBr (ml) yang digunakan untuk titrasi blanko

S = bahan percobaan (gram) yang digunakan

c. Menghitung persentase dari bilangan oksiran

$$\text{Oxirane oxygen, \%} = 1.6 N (V - B) / S$$

d. Menghitung berat per ekuivalen (WPE), yaitu gram resin yang mengandung 1 gr ekuivalen gugus epoksi.

$$WPE = 1000 S / N (V - B)$$

III.7.2 Penentuan Bilangan Iod

- 1) Sampel ditambah dengan 20 ml larutan CCl_3 dan larutan Wijs 25 ml dengan menggunakan pipet 25 ml, kocok agar tercampur sempurna.
- 2) Setelah ± 30 menit ambil larutan contoh uji, tambahkan 25 ml larutan kalium iodida 10 % kemudian encerkan dengan 100 ml aquades.
- 3) Titrasi larutan contoh uji dengan larutan standar $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,5 N sambil dikocok, hingga warna kuning hilang.
- 4) Tambahkan 1 ml – 2 ml indikator kanji.
- 5) Lanjutkan titrasi hingga warna biru hilang.
- 6) Buat penentapan blanko yang sama dalam waktu dan kondisi yang sama.
- 7) Lakukan pekerjaan dua kali (*duplo*).
- 8) Perhitungan bilangan Iod dengan rumus :

$$\text{Bilangan Iod} = \frac{(V_2 - V_1) \times N \times 12.69}{W}$$

Keterangan :

V_1 adalah volume titrasi contoh uji, dinyatakan dalam mililiter.

V_2 adalah volume titrasi blanko, dinyatakan dalam mililiter.

N adalah normalitas $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

W adalah berat contoh uji, dinyatakan dalam gram.

12,69 adalah bobot setara dari bilangan iod.

126,9 adalah berat atom bilangan iod.

BAB IV

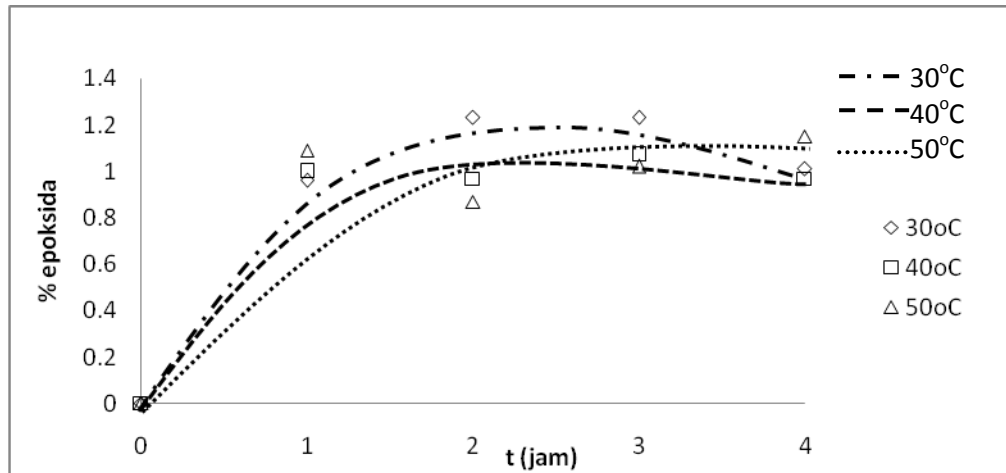
HASIL DAN PEMBAHASAN

Bahan baku yang digunakan adalah minyak sawit. Bilangan iod dalam bahan baku sebesar 58,37 % w/w. Reaksi epoksidasi merupakan bagian dari reaksi hidroksilasi, yang mana senyawa epoksida yang dihasilkan sebagai senyawa intermediet akan mengalami reaksi pembukaan cincin oksiran/epoksida menghasilkan senyawa polihidroksi trigliserida, karena penelitian ini difokuskan pada reaksi epoksidasi maka pembukaan cincin oksiran harus dihambat. Reagen yang digunakan untuk menghambat reaksi pembukaan cincin oksiran ini adalah benzene. Reaksi epoksidasi merupakan reaksi eksotermis dan penelitian ini dilakukan secara isothermal sehingga perlu ada kontrol suhu reaksi. Saat awal reaksi, digunakan air pemanas untuk mencapai suhu reaksi. Setelah suhu reaksi tercapai dan hidrogen peroksida mulai ditambahkan, suhunya akan meningkat sehingga penggunaan air pemanas segera diganti dengan air pendingin. Penggantian air ini tidak dapat dilakukan dengan cepat karena dilakukan secara manual sehingga suhu reaksi tidak dapat stabil pada kondisi reaksi yang diharapkan (pengendalian suhu yang sulit dilakukan). Alat yang digunakan untuk mengontrol suhu pada reaksi epoksidasi ini adalah termokopel yang dicelupkan dalam larutan di dalam labu leher tiga. Namun saat *run* pertama dijalankan, larutan di dalam labu berubah warna menjadi kehitaman. Hal ini terjadi karena ujung termokopel, yang terbuat dari besi, terkorosi oleh reagen H₂O₂. Untuk *run* berikutnya termokopel dicelupkan ke dalam waterbath berisi air pemanas/air pendingin, sehingga dibutuhkan kalibrasi suhu antara suhu air pemanas dengan suhu di dalam labu. Diasumsikan bahwa pada waktu ke-0 belum terdapat senyawa epoksida. Pada penelitian ini, penetralan minyak hasil reaksi dilakukan setelah proses distilasi yang berarti berbeda dengan cara kerja di dalam jurnal L.H. Gan, S.H. Goh dan K.S. Ooi (1992). Di dalam jurnal, minyak hasil reaksi dinetralkan dahulu untuk kemudian didistilasi. Hal ini disebabkan oleh adanya keterbatasan ukuran alat penelitian yang akan digunakan untuk penetralan.

IV.1 Pengaruh Waktu Reaksi Terhadap Jumlah Bilangan Epoksida (% Epoksida) pada Suhu 30°C, 40°C, Dan 50°C

Secara teori, epoksidasi minyak sawit menghasilkan senyawa epoksida yang ditandai dengan kenaikan bilangan epoksidanya. Tipe reaktor yang digunakan adalah

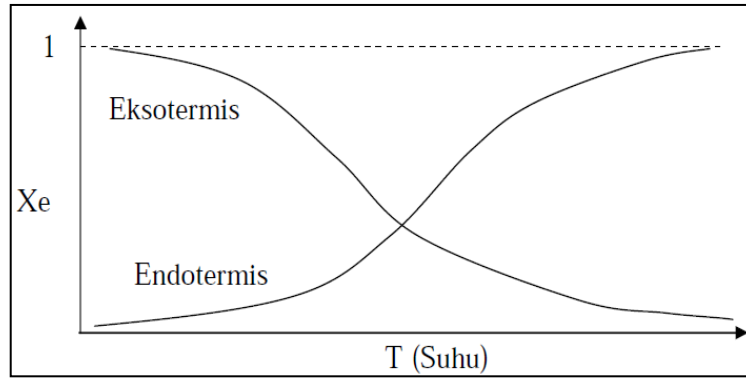
reaktor batch, sehingga semakin lama waktu reaksi maka konversi yang dihasilkan semakin besar, sampai tercapai konversi yang maksimal. Dengan membuat plot grafik hubungan persentase epoksida sebagai fungsi waktu reaksi, akan terlihat pengaruh waktu terhadap bilangan epoksida produk.



Gambar IV.1 Persen (%) epoksida sebagai fungsi dari waktu reaksi

Dari gambar IV.1 secara umum dapat diketahui bahwa pada suhu 30°C, 40°C, dan 50°C semakin lama waktu reaksi, persentase epoksida yang terbentuk cenderung semakin besar. Hal ini dapat dilihat terutama pada kondisi suhu 30°C dan 40°C variabel waktu 1, 2, dan 3 jam, namun berbeda untuk variabel waktu 4 jam dimana epoksida yang terbentuk cenderung mengalami penurunan. Sedangkan pada suhu 50°C, semakin lama waktu reaksi, persentase epoksida yang terbentuk cenderung semakin besar, namun pada variabel waktu 2 jam peningkatan bilangan epoksida tidak terlalu signifikan atau cenderung konstan.

Dari grafik juga dapat dilihat bahwa jumlah epoksida yang dihasilkan pada variabel 30°C lebih besar dari pada epoksida pada 40°C dan 50°C. Hal ini dapat disebabkan oleh reaksi pembentukan asam peroksiformat dalam reaksi epoksidasi merupakan reaksi reversibel yang eksotermis, sehingga asam peroksiformat yang terbentuk tidak maksimal karena selalu ada asam peroksiformat yang kembali menjadi asam format dan hidrogen peroksida serta apabila suhu reaksi dinaikkan maka asam peroksiformat yang terbentuk akan semakin berkurang. Hal ini sesuai dengan teori bahwa untuk reaksi eksotermis reversibel, semakin tinggi suhu konversi setimbang akan semakin kecil. Pernyataan ini dapat ditunjukkan dengan gambar sebagai berikut:



Gambar IV.2 Grafik konversi vs suhu reaksi

Berkurangnya pembentukan asam peroksiformat pada suhu reaksi yang semakin tinggi akan mengurangi oksidasi ikatan rangkap dalam minyak sehingga senyawa epoksida yang dihasilkan juga semakin sedikit.

Pada suhu 30°C, semakin lama waktu reaksi maka persentase epoksida yang terbentuk cenderung semakin besar. Untuk variabel waktu 1 jam diperoleh jumlah bilangan epoksida 0,96 %, variabel waktu 2 jam diperoleh jumlah bilangan epoksida 1,23%, dan variabel waktu 3 jam diperoleh jumlah bilangan epoksida 1,23%.

Pada suhu 40°C juga diketahui, persentase epoksida yang terbentuk cenderung semakin besar dengan bertambahnya waktu reaksi meskipun terdapat sedikit penurunan jumlah bilangan epoksida pada variabel suhu 2 jam. Hal ini dapat dilihat dari persentase epoksida yang terbentuk pada variabel waktu 1 jam sebesar 1,00 % ; pada variabel waktu 2 jam sebesar 0,97 %, dan pada variabel waktu 3 jam diperoleh jumlah bilangan epoksida 1,07%.

Pada suhu 50°C, hasil yang diperoleh memiliki kecenderungan yang sama dengan hasil pada suhu 40°C, dimana terlihat semakin lama waktu reaksi maka jumlah bilangan epoksida cenderung semakin besar, yaitu pada variabel waktu 1 jam diperoleh jumlah bilangan epoksida 1,09 %, variabel waktu 2 jam menghasilkan jumlah bilangan epoksida 0,87 %, pada variabel waktu 3 jam diperoleh jumlah bilangan epoksida 1,02 %, dan pada variabel waktu 4 jam diperoleh jumlah bilangan epoksida 1,15 %.

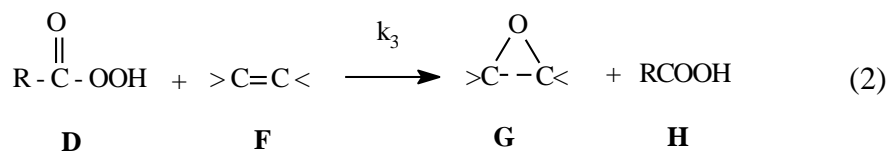
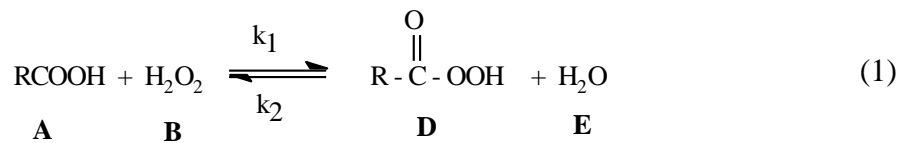
Hasil pada variabel suhu 50°C ini diperoleh karena semakin lama waktu reaksi maka kesempatan molekul-molekul zat pereaksi untuk saling bertumbukan semakin luas, disamping itu ikatan rangkap yang terdapat dalam minyak sawit semakin banyak mengalami oksidasi pembukaan ikatan rangkap oleh asam peroksiformat.

Keberadaan benzene dalam reaksi juga akan meminimalkan pembukaan cincin oksiran/epoksida, sehingga senyawa epoksida yang terbentuk lebih banyak.

Akan tetapi pada beberapa variabel, yaitu suhu 40°C dan 50°C masing-masing untuk variabel waktu 2 jam jumlah epoksida yang terbentuk cenderung mengalami penurunan. Hal ini dapat disebabkan oleh oksidasi ikatan rangkap oleh asam peroksiformat tidak berjalan dengan sempurna karena reaksi pembentukan asam peroksiformat merupakan reaksi reversibel. Sedangkan pada suhu 30°C dan 40°C variabel waktu 4 jam, penurunan jumlah epoksida dapat terjadi karena reaksi belum mencapai kesetimbangan dan jumlah senyawa epoksida yang terbentuk belum maksimal karena oksidasi dari asam peroksiformat yang tidak sempurna.

IV.2 Menentukan Parameter Kinetika Konstanta Kecepatan Reaksi (k)

Pada penelitian ini, kinetika reaksi didasarkan pada kecepatan terbentuknya epoksi yang dinyatakan dalam % oksiran. Reaksi epoksidasi dari minyak sawit dapat dilihat pada persamaan (1) dan (2). Persamaan (1) merupakan pembentukan asam performat (D) secara *in situ*, dimana asam ini digunakan untuk mengoksidasi ikatan rangkap yang ada pada minyak sawit, sebagaimana ditunjukkan pada persamaan (2).



Persamaan (2) berdasarkan kecepatan pembentukan epoksida (G), maka kecepatan reaksinya:

$$\frac{d[\text{G}]}{dt} = k_3 [\text{D}][\text{F}] \quad (3)$$

Asam peroksi format (D) merupakan komponen antara (intermediate), maka bentuk persamaan kecepatan reaksinya adalah:

$$\frac{d[\text{D}]}{dt} = k_1 [\text{A}][\text{B}] - k_2 [\text{D}][\text{E}] - k_3 [\text{D}][\text{F}] \approx 0 \quad (4a)$$

Atau

$$[D][E] = (k_1 [A][B] - k_3 [G][H]) / k_2 \quad (4b)$$

Dengan asumsi tidak terjadi perubahan pada asam format:

$$[H] = [A]$$

[F] dianggap konstan,

maka persamaan (3) menjadi:

$$\frac{d[G]}{dt} = k \{ [B] - [G] \} [A] \quad (5a)$$

Atau

$$\frac{d[G]}{\{ [B] - [G] \}} = k [A] dt \quad (5b)$$

Hasil integrasi, didapat:

$$\ln \{ [B]_0 - [G] \} - \ln [B]_0 = -k [A]_0 t \quad (6a)$$

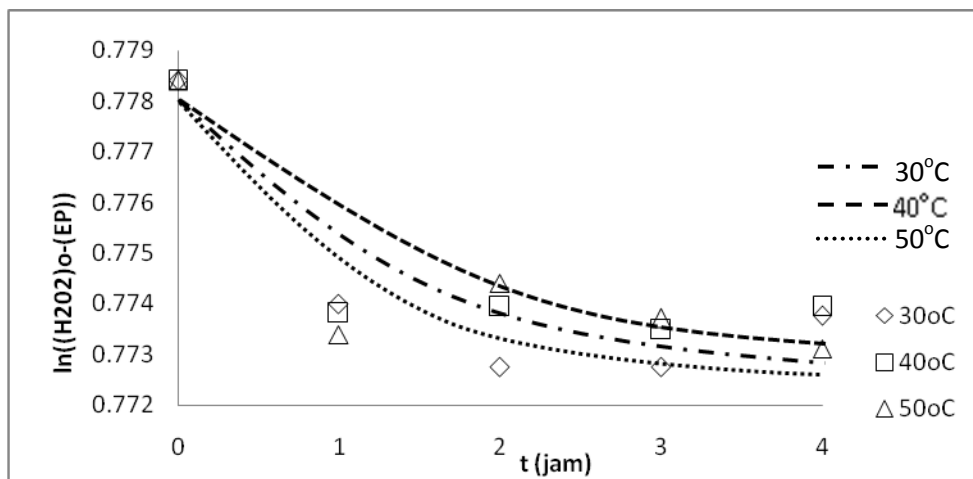
Atau

$$\ln \{ [B]_0 - [G] \} = -k [A]_0 t + \ln [B]_0 \quad (6b)$$

Persamaan (6b) merupakan persamaan dengan bentuk linear, dengan membuat hubungan [G] sebagai fungsi waktu (t), maka akan dapat dihitung nilai k konstanta kecepatan reaksi pada suhu tertentu. Persamaan (6b) dapat dituliskan kembali menjadi:

$$\ln[(H_2O_2)_0 - (Ep)] = -k_1 \cdot (HCOOH)_0 \cdot t + \ln (H_2O_2)_0$$

Kemudian, dari persamaan ini dapat dibuat grafik sebagai berikut :



Gambar IV.2 Hubungan waktu reaksi dengan $\ln ((H_2O_2)_0 - (Ep))$ untuk epoksidasi minyak sawit menggunakan asam peroksiformat dengan keberadaan benzene

Dengan pendekatan *least square*, dapat dihitung nilai konstanta kecepatan reaksi pada masing-masing variabel suhu, hasilnya adalah sebagai berikut :

Tabel IV.1 Tabel Konstanta Kecepatan Reaksi pada Tiap Suhu Reaksi

T (K)	k (dm ³ mol ⁻¹ s ⁻¹)
303	0.0001523864
313	0.0000101755
323	0.0003353358

Dari hasil di atas dapat dilihat bahwa nilai konstanta kecepatan reaksi (k) untuk suhu 50°C mempunyai nilai yang paling besar, kemudian k pada suhu 30°C, dan konstanta kecepatan reaksi paling kecil adalah pada suhu 40°C. Secara teori, semakin tinggi suhu maka nilai k akan makin besar. Namun, dalam penelitian ini diperoleh hasil yang kurang sesuai.

Hasil ini dapat disebabkan oleh minyak sawit mempunyai range ikatan rangkap yang cukup besar dan sifatnya heterogen sehingga terdapat perbedaan jumlah ikatan rangkap dalam masing-masing bahan baku. Perbedaan jumlah ikatan rangkap dapat terjadi karena penelitian ini dilakukan dengan proses batch-paralel, di mana untuk masing-masing variabel dipakai bahan baku (minyak) baru. Ada kemungkinan bahwa jumlah ikatan rangkap pada minyak yang dipakai untuk variabel 50°C lebih sedikit dari pada jumlah ikatan rangkap pada minyak untuk variabel 30°C atau 40°C. Sehingga untuk waktu reaksi yang sama yaitu 4 jam, jumlah senyawa epoksida yang dihasilkan pada suhu 50°C tidak jauh berbeda (cenderung konstan) dari senyawa epoksida yang dihasilkan pada jam ke-3 karena ikatan rangkapnya telah habis teroksidasi. Hasil pada variabel 50°C ini bila dihitung dengan pendekatan *least square* menghasilkan nilai konstanta kecepatan reaksi yang lebih tinggi. Sedangkan pada suhu 30°C dan 40°C, pada waktu reaksi 4 jam masih terdapat perubahan (penurunan) jumlah epoksida yang terbentuk, sehingga akan memberikan nilai konstanta kecepatan reaksi yang lebih kecil.

Hal teknis yang dapat mempengaruhi perbedaan nilai konstanta kecepatan reaksi ini adalah sulitnya mempertahankan kondisi operasi yang sama setiap variabel, seperti perubahan suhu reaksi.

IV.3 Menghitung Nilai Konstanta Frekuensi Tumbukan (A) dan Energi Aktivasi (Ea)

Dari data konstanta kecepatan reaksi, dapat dihitung nilai A dan Ea berdasarkan persamaan Arrhenius. Persamaan Arrhenius adalah :

$$k = A e^{-E/RT}$$

Persamaan ini dilinierisasi menjadi :

$$\ln k = \ln A - E/RT$$

dari perhitungan didapat nilai A = 6,51 l/mol det dan nilai Ea = 29,391 kJ/mol.

IV.4 Perbandingan Parameter Konstanta Kecepatan Reaksi (k) dan Energi Aktivasi (Ea) Antara Hasil Penelitian dengan Jurnal L.H. Gan, S.H. Goh dan K.S. Ooi (1992)

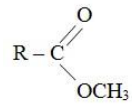
Variabel penelitian yang sama dengan variabel pada jurnal adalah variabel suhu 40°C. Dalam hasil penelitian, diperoleh harga k sebesar $10,1755 \times 10^{-6} \text{ dm}^3 \text{ mol}^{-1} \text{ s}^{-1}$ sedangkan dari jurnal diperoleh harga k sebesar $26,5 \times 10^{-6} \text{ dm}^3 \text{ mol}^{-1} \text{ s}^{-1}$. Perbedaan ini dapat disebabkan karena hasil reaksi yang berbeda, dapat dilihat sebagai berikut :

Tabel IV.2 Perbedaan Persentase Bilangan Epoksida Hasil Penelitian dan Jurnal

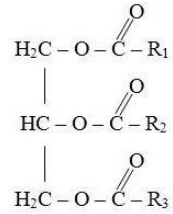
Waktu (jam)	Bilangan epoksida (%)	
	Hasil penelitian	Jurnal
1	1,09	0,2
2	0,87	0,4
3	1,02	0,6
4	1,15	0,8

Besarnya Ea dalam penelitian ini adalah 29,391 kJ/mol sedangkan di dalam jurnal sebesar 51 kJ/mol. Dari Perry didapat bahwa reaksi dengan energi aktivasi yang besar merupakan reaksi yang sensitif terhadap suhu. Sehingga dapat disimpulkan bahwa reaksi yang dilakukan saat penelitian merupakan reaksi yang kurang sensitif terhadap suhu.

Kedua perbedaan ini dapat disebabkan oleh perbedaan bahan baku yang dipakai dan perbedaan waktu analisa. Bahan baku yang digunakan di dalam jurnal adalah metil ester, sebagai berikut :



Sedangkan bahan baku yang digunakan pada penelitian ini adalah gliseril ester (gliserol), sebagai berikut :



Perbedaan struktur ini juga akan mempengaruhi senyawa epoksida yang dihasilkan.

Pada penelitian ini, analisa bilangan epoksida tidak langsung dilaksanakan setelah reaksi. Hal ini terjadi karena keterbatasan alat dan bahan yang dimiliki.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 KESIMPULAN

1. Secara umum semakin lama waktu reaksi, persentase epoksida yang terbentuk pada suhu 30°C, 40°C, dan 50°C cenderung semakin besar.
2. Nilai konstanta kecepatan reaksi (k) untuk suhu 50°C mempunyai tetapan laju reaksi paling besar, kemudian pada suhu 30°C, dan tetapan laju reaksi paling kecil adalah pada suhu 40°C.
3. Harga A untuk reaksi epoksidasi ini sebesar 6,51 l/mol det dan nilai E_a sebesar 29,391 kJ/mol.
4. Harga konstanta kecepatan reaksi (k) hasil penelitian lebih besar daripada harga konstanta kecepatan reaksi (k) dari jurnal, sedangkan harga energi aktivasi (E_a) hasil penelitian lebih kecil daripada harga energi aktivasi (E_a) dari jurnal.

5.2 SARAN

1. Kontrol suhu perlu dilakukan dengan lebih baik.
2. Penetralan hasil reaksi sebaiknya dilakukan sebelum destilasi untuk meminimalkan kemungkinan terbukanya cincin oksiran.
3. Sebaiknya volume minyak bahan baku diperbesar, sehingga apabila dilakukan pengambilan untuk analisa produk pada masing-masing variabel waktu, volume totalnya masih dapat dianggap konstan. Hal ini juga akan memberikan hasil reaksi yang lebih seragam.

DAFTAR PUSTAKA

- Baker, J.T., "Material Safety Data Sheet Iodine Monochloride Solution (Wijs' Solution)",
www.jtbaker.com/msds/englishhtml/I2775.htm
- Bloom, Paul D., (2006), "Epoxidized Ester of Vegetable Oil Fatty Acids as Reactive Diluent",
U.S Patent 2006/0020062 A1
- Leroy G. Wade, Jr., (2009), "Epoxide",
www.britannica.com/EBchecked/topic/190485/epoxide, 10/July/2009
- ClearTech Industries, Inc., "Material Safety Data Sheet Sodium Thiosulphate",
www.comercialaquaticsupplies.com/MSDS%20Sodium%20Thiosulphate
- Dahlke, B., Hellbardt, S., Paetow, M., and Zech, W.H., (1995), "Polyhydroxy Fatty Acids and Their Derivatives from Plant Oils", JAOCS, vol. 72, pp. 349 – 353
- Escrig, Pilar De Frutos, and Martin, Jose Miguel Campos, (2000), "Process for Epoxidation of Olefinic Compound with Hydrogen Peroxide", U.S. Patent No. 6,160,138
- FMC Corporation, "Material Safety data Sheet Hydrogen Peroxide (40 to 60%)",
www.h2o2.com/intro/FMC_MSDS_40_to_60.pdf
- Gan, L.H., Goh, S.H., and Ooi, K.S., (1995), "Effects of Epoxidation on the Thermal Oxidative Stabilities of Fatty Acid Esters Derived from Palm Olein", JAOCS, vol. 72, pp. 439 – 442
- Gan, L.H., Goh, S.H., and Ooi, K.S., (1992), "Kinetic Studies of Epoxidation and Oxirane Cleavage of Palm Olein Methyl Esters", JAOCS, vol. 69, pp. 347 – 351
- Hirota, et al., (2006), "Process for Producing Epoxide Compound", U.S. Patent 7,074,947 B2
- Kirk-Othmer, *Encyclopedia of Chemical Technology*, vol.9, pp.251-255
- Masykuri, Mohammad, (2009), "Synthesis and Characterization of Thermoplastic Poly(Urethane-Urea) vis Palm Oil Epoxidation", *S3-Dessertation*, Bandung Institute of Technology, Bandung, Indonesia
- Nugrahani, Ratri Ariatmi, (2009), "Parameter Kinetika dan Termodinamika Proses Epoksidasi Minyak Jarak Pagar (*Jatropha Curcas L.*) menggunakan Hidrogen Peroksida", ISBN 978 – 979 – 98300 – 1 – 2

Science Lab, Material Safety Data Sheet Benzene MSDS, www.sciencelab.com/xMSDS-Benzene-9927339

Science Lab, “Material Safety Data Sheet Chloroform MSDS”, www.sciencelab.com/xMSDS-Chloroform-9927133

Science Lab, “Material Safety Data Sheet Formic Acid MSDS”, www.sciencelab.com/xMSDS-Formic_acid_85_F_C_C-9924100

Science Lab, “Material Safety Data Sheet Potassium Iodide MSDS”, www.sciencelab.com/xMSDS-Potassium_Iodide-9927571

Shokal, Edward C., and Walnut Creek, Calif., (1967), “Process for Preparing Epoxy Compounds and Resulting Products”, U.S. Patent No. 3,336,241

SNI 01-5009, 2001, “Gondorukem”, www.dephut.go.id/Halaman/STANDARDISASI_&_LINGKUNGAN_KEHUTANAN/SNI/Gondorukem.htm

Suzuki, Takashi, and Naito, Susumu, Hydroxylation Process, U.S. Patent No. 3,899,540

The BOC Group, Inc., “Material Safety data Sheet Carbon Tetrachloride”, www.vngas.com/pdf/g22.pdf