

**OPTIMASI SINTESIS BUTANA DARI MINYAK JARAK
MELALUI REAKSI PERENKAHAN KATALITIK DENGAN
KATALIS ALUMINA JRC-ALO-7**

SKRIPSI

**YENI LIANA
0606076873**



**UNIVERSITAS INDONESIA
FAKULTAS TEKNIK
PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA
DEPOK
DESEMBER 2009**

**OPTIMASI SINTESIS BUTANA DARI MINYAK JARAK
MELALUI REAKSI PERENKAHAN KATALITIK DENGAN
KATALIS ALUMINA JRC-ALO-7**

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana

**YENI LIANA
0606076873**



**UNIVERSITAS INDONESIA
FAKULTAS TEKNIK
PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA
DEPOK
DESEMBER 2009**

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

**Skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri,
dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk
telah saya nyatakan dengan benar.**

Nama : Yeni Liana

NPM : 0606076873

Tanda Tangan :

Tanggal : 28 Desember 2009

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :
Nama : Yeni Liana
NPM : 0606076873
Program Studi : Teknik Kimia
Judul Skripsi : Optimasi Sintesis Butana dari Minyak Jarak
Melalui Reaksi Perengkahan Katalitik dengan
Katalis Alumina JRC-ALO-7

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik pada Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia

DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Prof. Dr. Ir. Mohammad Nasikin, M.Eng ()
Penguji : Dr. Ir. Slamet, MT. ()
Penguji : Ir. Setiadi, M.Eng ()

Ditetapkan di : Depok
Tanggal : 28 Desember 2009

KATA PENGANTAR

Puji syukur saya panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa, karena atas berkat dan rahmat-Nya, saya dapat menyelesaikan skripsi ini. Penulisan skripsi ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Teknik Jurusan Teknik Kimia pada Fakultas Teknik Universitas Indonesia. Saya menyadari bahwa, tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan skripsi ini, sangatlah sulit bagi saya untuk menyelesaikan skripsi ini. Oleh karena itu, saya mengucapkan terima kasih kepada:

- (1) Prof. Dr. Ir. M. Nasikin, M. Eng. selaku dosen pembimbing yang telah menyediakan waktu, tenaga, dan pikiran untuk mengarahkan saya dalam penyusunan skripsi ini;
- (2) Ellen Tantonno sebagai rekan penelitian yang selalu mendukung dalam penelitian;
- (3) Kang Djajat dan Mang Ijal sebagai penanggung jawab laboratorium yang selalu mendampingi penelitian ini;
- (4) Orang tua dan keluarga saya yang telah memberikan bantuan serta dukungan material dan moral; dan
- (5) Semua teman-teman yang tidak dapat disebutkan satu demi satu, yang selalu memberikan bantuan semangat selama penyusunan skripsi ini.

Akhir kata, saya berharap Tuhan Yang Maha Esa berkenan membalas segala kebaikan semua pihak yang telah membantu. Semoga skripsi ini membawa manfaat bagi pengembangan ilmu.

Depok, 28 Desember 2009

Yeni Liana

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI
TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Yeni Liana
NPM : 0606076873
Program Studi : Teknik Kimia
Departemen : Teknik Kimia
Fakultas : Teknik
Jenis Karya : Skripsi

demikian pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia **Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty-Free Right*)** atas karya ilmiah saya yang berjudul :

**Optimasi Sintesis Butana dari Minyak Jarak Melalui Reaksi Perengkahan
Katalitik dengan Katalis Alumina JRC-ALO-7**

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/format-kan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat, dan mempublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok
Pada tanggal : 28 Desember 2009
Yang menyatakan

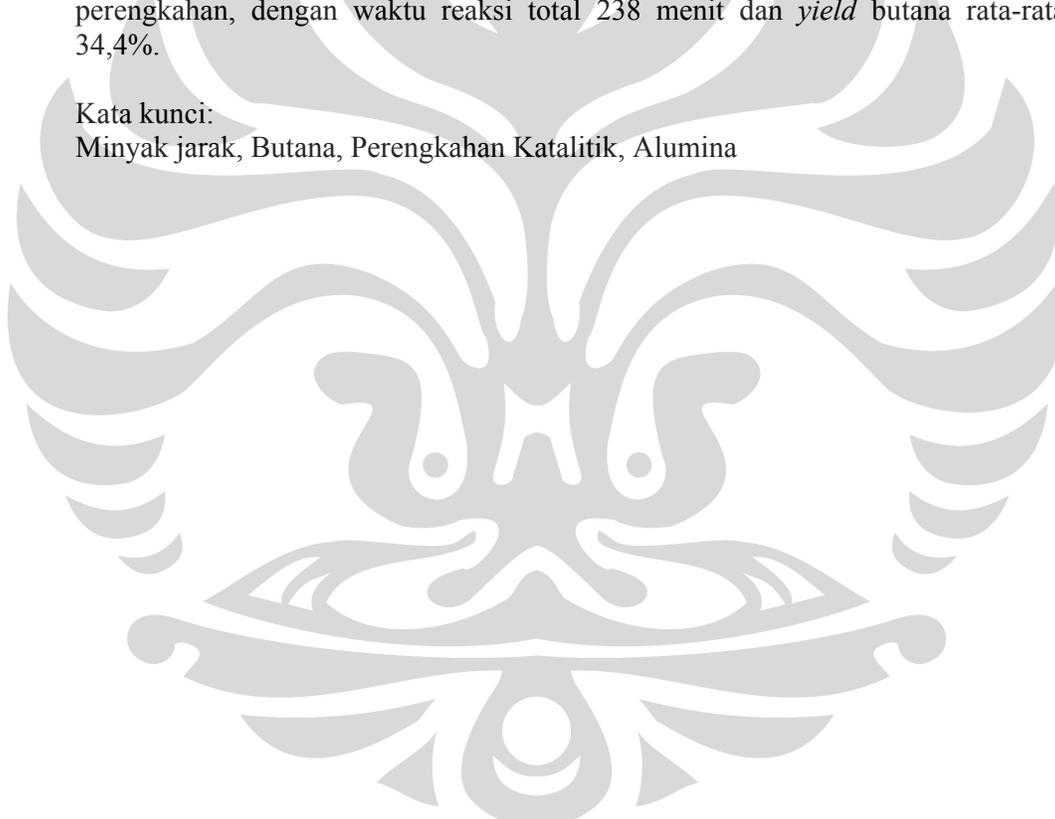
(Yeni Liana)

ABSTRAK

Nama : Yeni Liana
Program Studi : Teknik Kimia
Judul : Optimasi Sintesis Butana dari Minyak Jarak Melalui Reaksi Perengkahan Katalitik dengan Katalis Alumina JRC-ALO-7

Butana merupakan komponen penting dalam industri petrokimia. Optimasi sintesis hidrokarbon fraksi butana dari minyak jarak dilakukan dengan melakukan pergantian katalis untuk membentuk siklus reaksi perengkahan. Reaksi dilakukan pada fasa cair dalam reaktor semi tumpak bertekanan atmosferik, dengan rasio massa katalis/minyak jarak 1:100 dan suhu 320°C. Produk gas butana dianalisis dengan *Gas Chromatography*. Berdasarkan hasil simulasi data penelitian, diketahui bahwa kondisi optimal reaksi berupa 5 siklus reaksi perengkahan, dengan waktu reaksi total 238 menit dan *yield* butana rata-rata 34,4%.

Kata kunci:
Minyak jarak, Butana, Perengkahan Katalitik, Alumina

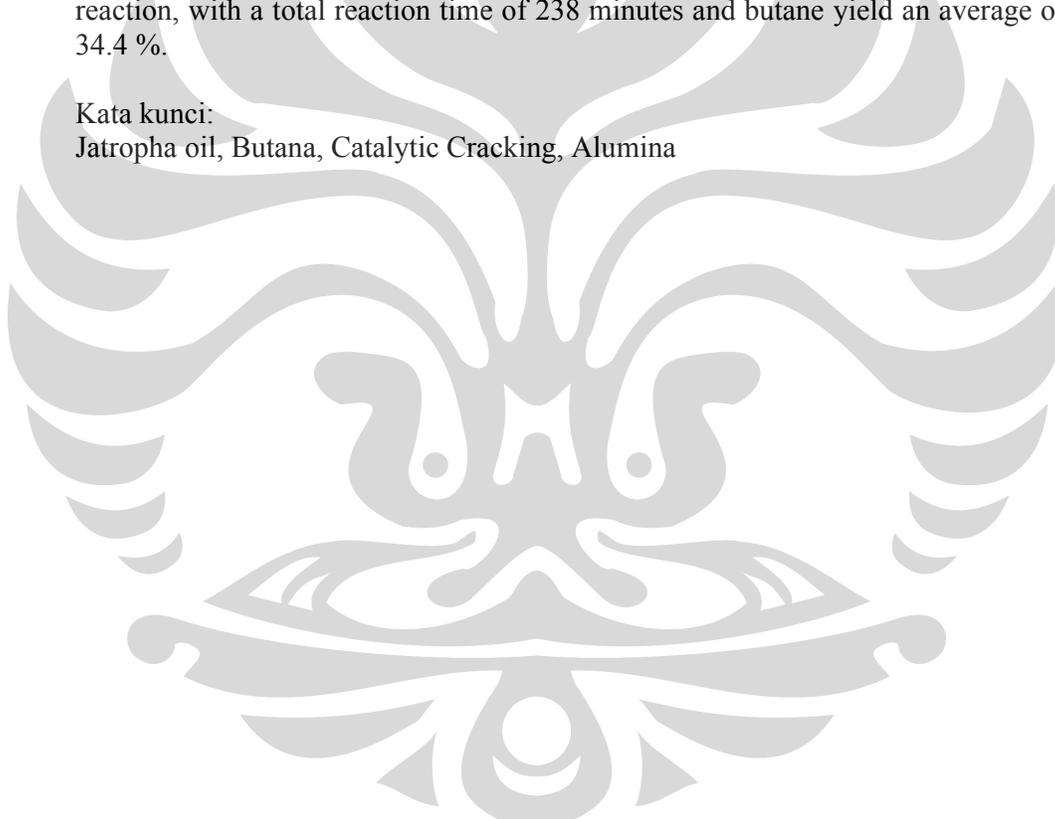


ABSTRACT

Name : Yeni Liana
Study Program: Teknik Kimia
Title : Optimization of Butane Synthesis from Jatropha Oil Using
Catalytic Cracking Reaction with Alumina JRC-ALO-7 Catalyst

Butane is an important component in the petrochemical industry. Optimization of butane synthesis from jatropha oil done by doing regeneration catalyst to form cracking reaction cycle. Reaction carried out in liquid phase in the semi batch reactor at atmospheric pressure, the mass ratio catalyst / jatropha oil 1:100 and temperature range 320°C. Butane gas products were analyzed by Gas Chromatography. Based on the results of simulation research data, it is known that the optimum conditions of catalytic cracking reaction are 5 cycle of cracking reaction, with a total reaction time of 238 minutes and butane yield an average of 34.4 %.

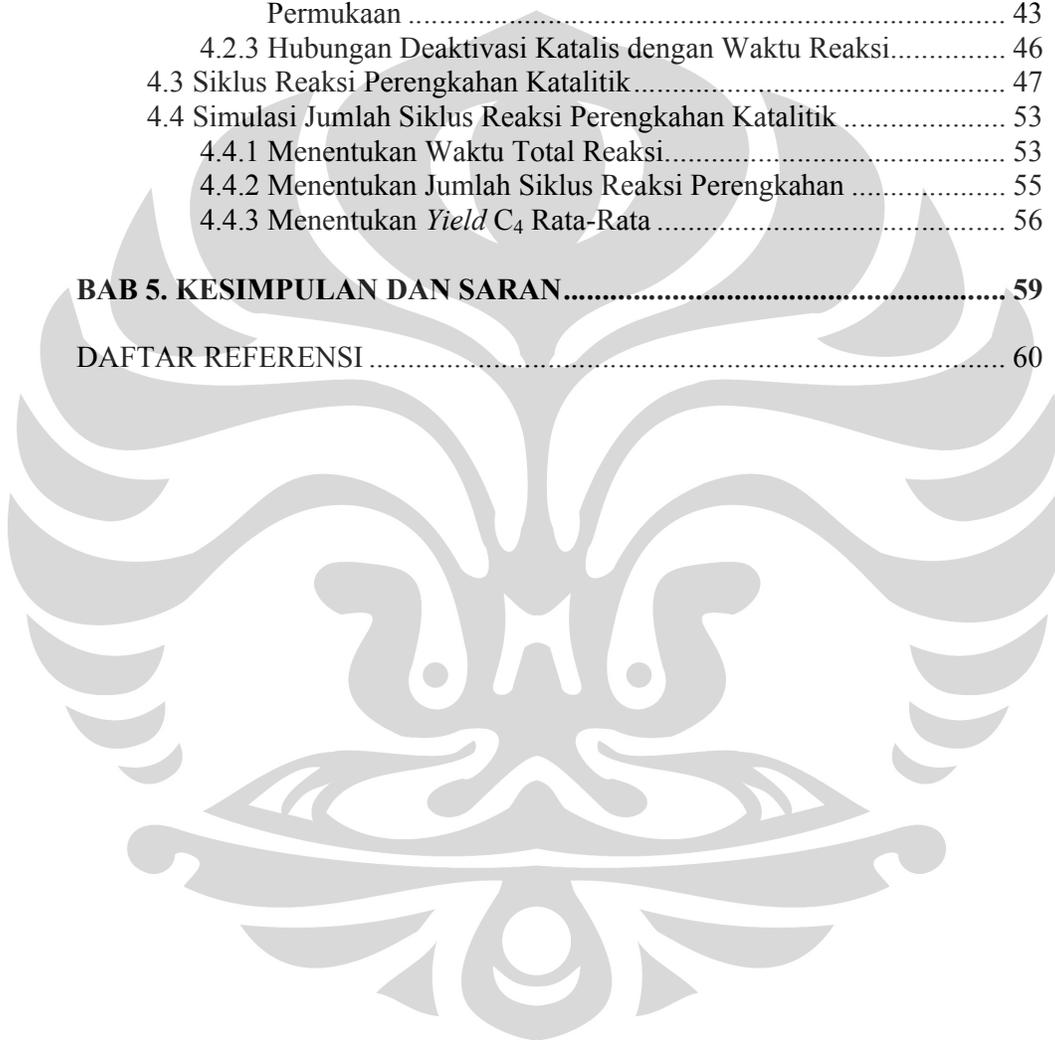
Kata kunci:
Jatropha oil, Butana, Catalytic Cracking, Alumina



DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
KATA PENGANTAR	iv
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH	v
ABSTRAK	vi
ABSTRACT	vii
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR SINGKATAN	xii
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang Masalah	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Batasan Masalah	3
1.5 Sistematika Penulisan	3
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Minyak Jarak	5
2.2 Butana	5
2.3 Katalis Alumina	8
2.4 Perengkahan Katalitik	12
2.5 Deaktivasi Katalis	13
2.6 Umur Katalis	14
2.7 Gas Chromatography (GC)	16
2.8 Fourier Transform Infra Red (FTIR)	17
2.9 Metode BET	20
2.10 Penelitian Perengkahan Minyak Jarak oleh Wangsamulia dkk... ..	22
BAB 3. METODE PENELITIAN	29
3.1 Alur Penelitian	29
3.2 Variabel Penelitian	30
3.3 Alat dan Bahan	30
3.4 Prosedur Penelitian	31
3.4.1 Preparasi Reaktan dan Katalis	31
3.4.2 Tahap <i>Blank Test</i>	32
3.4.3 Tahap Reaksi Perengkahan Katalitik Minyak Jarak ..	32
3.4.4 Tahap Analisis Produk Perengkahan	34
3.4.5 Tahap Penyajian dan Pengolahan Data	35
3.4.6 Gambar Skema Peralatan Penelitian	37
3.5 Pelaksanaan Penelitian	37

BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	38
4.1 Analisis Percobaan.....	38
4.1.1 Tahap Preparasi.....	38
4.1.2 Tahap <i>Blank Test</i>	39
4.1.3 Tahap Reaksi Perengkahan Katalitik.....	40
4.1.4 Tahap Analisa Produk.....	42
4.2 Deaktivasi Katalis.....	42
4.2.1 Hubungan Deaktivasi Katalis dengan Jumlah Produk.....	42
4.2.2 Hubungan Deaktivasi Katalis dengan Penurunan Luas Permukaan.....	43
4.2.3 Hubungan Deaktivasi Katalis dengan Waktu Reaksi.....	46
4.3 Siklus Reaksi Perengkahan Katalitik.....	47
4.4 Simulasi Jumlah Siklus Reaksi Perengkahan Katalitik.....	53
4.4.1 Menentukan Waktu Total Reaksi.....	53
4.4.2 Menentukan Jumlah Siklus Reaksi Perengkahan.....	55
4.4.3 Menentukan <i>Yield</i> C ₄ Rata-Rata.....	56
BAB 5. KESIMPULAN DAN SARAN.....	59
DAFTAR REFERENSI.....	60



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1. Kandungan Asam Lemak pada Minyak Jarak.....	6
Tabel 2.2. Sifat n-butana.....	8
Tabel 2.3. Sifat Fisik dan Kimia Al_2O_3	9
Tabel 2.4. Karakteristik Katalis Alumina.....	10
Tabel 2.5. Kandungan Katalis JRC-ALO-7.....	11
Tabel 2.6. Tabel Pengaruh Suhu dan Rasio Massa Katalis/SJO Terhadap Yield C_4	24
Tabel 2.7. Pengaruh Rasio Massa Katalis/SJO Terhadap Yield C_4 untuk suhu Reaksi 320 °C; 330 °C; 340 °C.....	27
Tabel 4.1. Hasil Analisis FTIR SJO Murni.....	40
Tabel 4.2. Perbandingan Luas Permukaan Katalis Alumina JRC-ALO-7 pada Sebelum dan Sesudah Reaksi.....	44
Tabel 4.3. Perbedaan Densitas antara SJO dan Produk Cair.....	45
Tabel 4.4. Perbandingan Analisis FTIR SJO dan Produk Cair SJO pada Setiap Siklus Reaksi.....	50
Tabel 4.5. Waktu Reaksi untuk Ketiga Siklus.....	54
Tabel 4.6. Waktu Reaksi untuk Setiap Siklus.....	54
Tabel 4.7. Perbandingan Waktu Terjadinya <i>Yield</i> C_4 Maksimum.....	57
Tabel 4.8. Perbandingan <i>Yield</i> C_4 pada Beberapa Penelitian.....	58

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.1. Struktur Trigliserida dalam Minyak Jarak.....	2
Gambar 2.1. Gambar Tanaman Jarak Pagar.....	5
Gambar 2.2. N-butana dan i-butana.....	7
Gambar 2.3. Struktur Molekul Alumina.....	9
Gambar 2.4. Permukaan Katalis yang Tertutup Adsorbat.....	14
Gambar 2.5. Grafik Performa Katalis Terhadap Waktu Operasi Katalis di mana Volume Aktif Mengalami Penurunan.....	15
Gambar 2.6. Grafik Performa Katalis Terhadap Waktu Operasi Katalis dimana Aktivitas Menurun di Seluruh Bed.....	15
Gambar 2.7. Variasi Keluaran Terhadap Waktu Katalis yang Memberikan Konversi Maksimal T_1 , T_2 , dan T_3 adalah Umur Katalis untuk Volume Katalis V_1 , V_2 , dan V_3	16
Gambar 2.8. Diagram Alir Kromatografi Gas-Cair.....	17
Gambar 2.9. Instrumentasi FTIR.....	18
Gambar 2.10. Perbedaan sistim Spektrofotometer IR dan FTIR.....	19
Gambar 2.11. Cara Kerja FTIR.....	20
Gambar 2.12. Skema Instrumentasi pada BET.....	22
Gambar 3.1. Skema Alat Perengkahan Katalitik.....	37
Gambar 4.1. Spektra FTIR pada SJO Murni.....	39
Gambar 4.2. Perbandingan <i>Yield</i> C_4 Terhadap Waktu Reaksi dengan Suhu Masukan Katalis 300°C	43
Gambar 4.3. Tampilan Fisik SJO Sesudah Reaksi.....	45
Gambar 4.4. Perbandingan <i>Yield</i> C_4 Terhadap Waktu Reaksi dengan Suhu Masukan Katalis 150°C	47
Gambar 4.5. Siklus Reaksi Perengkahan Katalitik pada SJO (<i>Straight Jatropha Oil</i>) dengan Katalis Alumina.....	48
Gambar 4.6. Spektra FTIR (a) SJO, (b) Produk Cair I, (c) Produk Cair II, dan (d) Produk Cair III.....	50
Gambar 4.7. Persamaan Garis untuk <i>Yield</i> C_4 Maksimum pada Setiap Siklus.....	54

DAFTAR SINGKATAN

C	Karbon
C ₃	Propana
C ₄	Butana
Al ₂ O ₃	Alumina / Aluminium oksida
LPG	<i>Liquified Petroleum Gas</i>
SJO	<i>Straight Jatropa Oil</i>
FCC	<i>Fluid Catalytic Cracking</i>
GC	<i>Gas Chromatography</i>
FTIR	<i>Fourier Transform Infra Red</i>
RPKA	Rekayasa Produk Kimia dan Bahan Alam
UI	Universitas Indonesia

BAB 1

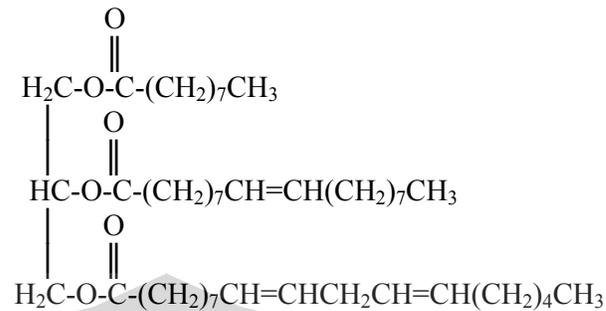
PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang Masalah

Butana (C₄) merupakan salah satu fraksi hidrokarbon yang digunakan sebagai bahan baku produk kimia. Di Indonesia, salah satu produk kimia berbahan baku butana yang sedang digalakkan produksinya adalah LPG (*Liquefied Petroleum Gas*), akibat dilakukannya program konversi minyak tanah oleh pemerintah. Selain sebagai bahan baku LPG, fraksi hidrokarbon C₄ juga dimanfaatkan sebagai bahan petrokimia. Bahan petrokimia tersebut dibentuk melalui proses reaksi dehidrogenasi yang akan menghasilkan propilen dan butilen yang akan diolah lebih lanjut menjadi produk petrokimia seperti plastik, ban mobil, pelarut, tekstil, komestik dan lain sebagainya.

Butana yang digunakan selama ini diproduksi dari minyak dan gas bumi, yang merupakan sumber energi yang tidak dapat diperbaharui. Oleh sebab itu, suatu saat nanti jumlahnya akan menipis dan tidak akan cukup lagi untuk memenuhi kebutuhan manusia. Penggunaan sumber energi yang dapat diperbaharui adalah solusi dari masalah ini, dimana tumbuhan merupakan salah satunya.

Untuk memperoleh butana dari tumbuhan, diperlukan rantai hidrokarbon panjang, menyerupai rantai hidrokarbon pada minyak bumi, yang dapat difraksionasi menjadi butana. Dalam tumbuhan, struktur rantai hidrokarbon panjang dapat diperoleh dari senyawa trigliserida. Apabila dilihat dari struktur kimianya, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 1.1, minyak jarak mengandung senyawa trigliserida. Senyawa trigliserida mengandung hidrokarbon seperti halnya minyak bumi. Selain minyaknya mengandung struktur trigliserida, tanaman jarak juga memiliki beberapa keunggulan lain seperti kandungan minyaknya yang mencapai 30% - 40% dari biji kering, dapat tumbuh pada lahan yang kurang subur atau lahan kritis, masa produktifnya hingga 50 tahun, dan *nonedible* (tidak dapat dimakan) sehingga penggunaannya untuk bahan baku energi tidak akan bersinggungan dengan kebutuhan pangan. (Santoso, 2009).



Gambar 1.1. Struktur Trigliserida dalam Minyak Jarak (Manurung, 2009)

Penelitian-penelitian yang dilakukan sebelumnya, telah membuktikan bahwa senyawa trigliserida ini dapat diolah untuk menghasilkan butana (C_4). Twaiq, *et.al.* (2003) telah melakukan konversi terhadap senyawa trigliserida dalam minyak kelapa sawit melalui mekanisme perengkahan katalitik menggunakan bermacam-macam katalis Zeolit dan menemukan bahwa dengan katalis HZSM-5 dapat diperoleh *yield* butana sebesar 16,6% berat dan dengan β Zeolit diperoleh *yield* butana sebesar 15,5% berat. Konversi terhadap senyawa trigliserida dalam minyak Canola juga telah dilakukan oleh Idem, *et.al.* (1997) dan diketahui ternyata pada suhu reaksi 500°C dapat diperoleh butana sebesar 5,3% berat dengan katalis HZSM-5 dan 7,7% berat dengan katalis silika-alumina.

Penelitian akan perengkahan minyak jarak, telah dilakukan oleh Wangsamulia, dkk., di laboratorium RPKA Departemen Teknik Kimia UI. Dalam penelitian tersebut, minyak jarak direngkah melalui mekanisme perengkahan katalitik dengan menggunakan katalis Alumina (JRC-ALO-7) dan dihasilkan *yield* butana maksimum sebesar 70% dan *yield* butana rata-rata sebesar 53%, pada 320°C dan perbandingan SJO:katalis = 1:100. Hasil penelitian tersebut menunjukkan potensi minyak jarak dalam menghasilkan butana. Oleh sebab itu, dalam penelitian ini akan dilakukan optimasi *yield* butana yang dapat dihasilkan dari minyak jarak melalui mekanisme perengkahan katalitik.

Penyebab kurang optimalnya butana yang dihasilkan dalam penelitian Wangsamulia, dkk., adalah deaktivasi katalis. Deaktivasi katalis menyebabkan *yield* butana menurun drastis di pertengahan waktu reaksi. Sementara, reaktan

masih memiliki rantai panjang hidrokarbon yang dapat direngkah lebih lanjut untuk menghasilkan butana. Oleh sebab itu, dalam optimasi ini akan dilakukan pergantian katalis lama dengan katalis baru di setiap saat deaktivasi diperkirakan terjadi. Sistem ini mengadopsi proses semi kontinu pada reaksi perengkahan di industri. Setelah optimasi dilakukan, maka diharapkan dapat diperoleh suatu sistem perengkahan minyak jarak, dengan melakukan pergantian katalis, yang dapat menghasilkan produk butana sebanyak mungkin dengan *yield* yang optimal.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Bagaimana pengaruh suhu saat masuknya katalis dan sistem pergantian katalis pada reaksi perengkahan katalitik pada minyak jarak dengan katalis Alumina?
2. Berapa lama waktu dan jumlah pergantian katalis Alumina optimal dalam reaksi perengkahan katalitik pada minyak jarak?
3. Bagaimana efektivitas pengembangan sistem optimasi yang dilakukan terhadap reaksi perengkahan katalitik pada minyak jarak?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Mengoptimasi sintesis produk hidrokarbon fraksi butana dari minyak jarak.
2. Mengetahui pengaruh suhu saat masuknya katalis dan sistem pergantian katalis pada reaksi perengkahan katalitik pada minyak jarak dengan katalis Alumina.
3. Mengetahui waktu dan jumlah pergantian katalis Alumina optimal dalam reaksi perengkahan katalitik pada minyak jarak.
4. Menghitung konversi dan *yield* produk butana sebagai parameter efektivitas pengembangan sistem yang dilakukan terhadap reaksi perengkahan katalitik.

1.4 Batasan Masalah

Pada penelitian ini, penulis membatasi masalah sebagai berikut:

1. Perengkahan minyak jarak dilakukan dengan metode perengkahan katalitik dengan menggunakan katalis Alumina.

2. Minyak jarak yang digunakan adalah *Straight Jatropha Oil* (SJO) yaitu minyak jarak pagar yang telah dibersihkan pengotor-pengotornya.
3. Reaksi perengkahan katalitik dilakukan pada fasa cair dengan menggunakan reaktor tumpak pada tekanan atmosferik.

1.5 Sistematika Penulisan

Sistematika penulisan seminar ini adalah sebagai berikut:

BAB I PENDAHULUAN

Berisi latar belakang penelitian, rumusan masalah, tujuan penelitian, pembatasan masalah, dan sistematika penulisan.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

Berisi tinjauan pustaka yang membahas penelitian perengkahan minyak jarak Wangsamulia dkk serta pengetahuan umum tentang minyak jarak, butana, perengkahan katalitik, katalis alumina, deaktivasi katalis, umur katalis, GC dan FTIR.

BAB III METODE PENELITIAN

Berisi tentang diagram alir penelitian, peralatan dan bahan, serta prosedur yang digunakan dalam penelitian.

BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Minyak Jarak

Minyak Jarak adalah minyak nabati yang diekstrak dari biji buah tanaman Jarak yang telah matang. Secara umum, minyak jarak pagar dipergunakan sebagai bahan pelumas dan bahan bakar pesawat terbang. Tanaman Jarak merupakan tanaman yang sangat mudah ditemukan di Indonesia, dengan daya tahan hidup yang sangat tinggi. Tanaman jarak tidak memerlukan perawatan seperti halnya tanaman-tanaman lain. Minyak jarak sendiri merupakan minyak yang tidak dapat dimakan sehingga penggunaannya tidak akan bertentangan dengan penggunaan sebagai makanan. Gambar tanaman jarak ditunjukkan pada gambar 2.1.



Gambar 2.1. Gambar Tanaman Jarak Pagar (Wikipedia, 2009)

Trigliserida merupakan kandungan terbesar dalam minyak jarak dengan rumus molekul seperti diberikan pada Gambar 1.1. Seperti terlihat pada Gambar 1.1, trigliserida merupakan rantai hidrokarbon panjang yang menyerupai rantai hidrokarbon yang terkandung di dalam minyak bumi. Rantai hidrokarbon tersebut berupa asam lemak yang terikat pada struktur trigliserida. Asam-asam lemak tersebut memiliki ikatan jenuh dan ikatan tak jenuh, yaitu ikatan rangkap dua. Pada Tabel 2.1 diberikan jenis asam lemak yang terkandung dalam minyak jarak. Angka di dalam kurung menunjukkan jumlah atom karbon dan jumlah ikatan rangkap di dalamnya.

Layaknya pada proses perengkahan minyak bumi, maka ikatan hidrokarbon pada asam lemak – asam lemak inilah yang berusaha dipotong. Tujuannya adalah menghasilkan panjang rantai hidrokarbon yang diinginkan, yaitu fraksi dengan hidrokarbon $C_5 - C_{12}$ ataupun fraksi hidrokarbon $C_3 - C_4$ untuk bahan baku petrokimia dan LPG.

Tabel 2.1. Kandungan Asam Lemak pada Minyak Jarak (Wikipedia, 2009)

Nama umum	Nama sistimatik	Persentase
<i>Asam lemak jenuh</i>		
Laurat (12:0)	n-dodekanoat	< 1
Palmitat (16:0)	n-hexadekanoat	16
Miristat (14:0)	n-tetradekanoat	0.38
Stearat (18:0)	n-oktadekanoat	6-7
Arakhidat (20:0)	n-eikosanoat	< 1
<i>Asam lemak tak jenuh</i>		
Oleat (18:1)	n-oktadek-9-enoat	42-43.5
<i>Asam lemak poly-tak jenuh</i>		
Linoleat (18:2)	n-oktadek-9,12-dienoat	33-34.5

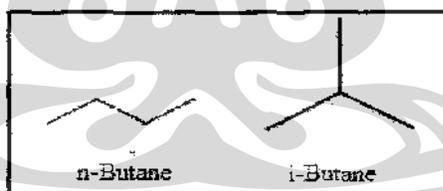
Kandungan asam lemak tak jenuh yang lebih banyak ini memungkinkan dilakukannya proses perengkahan dengan lebih mudah. Hal ini disebabkan asam lemak tak jenuh memiliki kestabilan yang kurang sehingga untuk merengkahnya, dibutuhkan energi yang lebih sedikit. Dari berbagai kelebihan yang dimiliki minyak jarak pagar, kelebihan utamanya adalah sifatnya yang bukan merupakan minyak pangan. Dengan demikian, pemakaian minyak jarak pagar sebagai sumber energi tidak akan bertentangan dengan kebutuhan pangan manusia. Selain itu, karena merupakan minyak nabati maka emisi yang dihasilkan dari minyak jarak pagar ini akan lebih rendah jika dibandingkan dengan bahan bakar fosil. Berikut ini merupakan sifat kimia dari minyak jarak:

Sifat-sifat kimia minyak jarak (Kandpal & Madan,1994) :

1.Densitas	: 0.9181 g cm ⁻³ pada 15 °C
2.Flash Point	: 290 °C
3.Cetane number	: 48-52
4.Viskositas	: 50,80 cSt pada 30 °C
5.Phospor	: 290 ppm
6.Glycerine	: -
7.Metanol	: -
8.Sulphur	: < 1 ppm
9.Iodine Value	: 96,5 mg iodine/g
10.Acid Value	: 3,08 mg KOH/g
11.Nilai kalori	: 35,58 MJ/kg

2.2 Butana

Butana (n-butana, C₄H₁₀) merupakan rantai lurus hidrokarbon dengan empat atom karbon. Seperti diperlihatkan pada Gambar 2.2, butana memiliki isomer yang dikenal dengan normal-butana atau iso-butana. Sifat-sifat dari butana diberikan pada Tabel 2.2.



Gambar 2.2. N-butana dan i-butana (Wikipedia, 2009)

Hidrokarbon C₄ dalam bentuk olefin memiliki ikatan rangkap terbuka yang sangat reaktif, sehingga mudah berpolimerisasi antara satu dengan yang lainnya membentuk polimer. Produk petrokimia hilir dari jalur olefin ini adalah berbagai jenis bahan baku plastik berupa resin plastik yang berbentuk bubuk, butir atau kristal padat. Bahan baku butilena (C₄H₈)/butadiena (C₄H₆) akan menghasilkan produk polibutadiena (karet sintetis untuk industri ban).

Universitas Indonesia

Tabel 2.2. Sifat n-butana (Wikipedia, 2009)

Rumus Molekul	CH ₃ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₃
Massa Molar	58.12 gr/mol
Bentuk Senyawa	Gas yang tidak bewarna
Nomor CAS	[106-97-8]
Densitas / Fasa	2.48 kg/m ³ pada fasa gas 600 kg/m ³ pada fasa cair
Titik Leleh	-138.4°C
Titik Didih	-0.5°C
Titik Nyala	-60°C
Kelarutan dalam Air	0.61 gr/cm ³ (20°C)

Butana juga merupakan salah satu bahan baku dari LPG (*Liquid Petroleum Gas*). Setelah diadakannya konversi penggunaan minyak tanah ke LPG, maka LPG menjadi bahan bakar domestik utama di Indonesia pada saat ini. Oleh sebab itu, ketersediaan bahan baku LPG, yang salah satunya adalah butana, sangat penting untuk ditingkatkan.

2.3 Katalis Alumina (Al₂O₃)

Katalis adalah senyawa yang meningkatkan laju reaksi di mana suatu reaksi kimia mencapai kesetimbangan tanpa terlibat secara permanen di dalam reaksi. Parameter yang harus diperhatikan untuk menilai kualitas suatu katalis adalah sebagai berikut:

1. Aktifitas, yaitu kemampuan katalis untuk mengkonversi reaktan menjadi produk yang diinginkan.
2. Selektifitas, yaitu kemampuan katalis untuk mempercepat suatu reaksi diantara beberapa reaksi yang terjadi sehingga produk yang diinginkan dapat diperoleh dengan produk samping seminimal mungkin.
3. Stabilitas, yaitu lamanya katalis memiliki aktifitas dan selektifitas seperti pada keadaan semula.

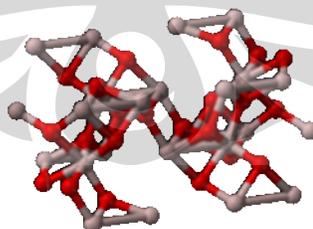
Universitas Indonesia

4. *Yield*, yaitu jumlah produk tertentu untuk setiap satuan reaktan yang dikonsumsi.
5. Kemudahan diregenerasi, yaitu proses pengembalian aktifitas dan selektifitas katalis pada keadaan semula.

Aluminium oksida (Al_2O_3), yang biasa disebut alumina, merupakan senyawa kimia yang terdiri atas unsur aluminium dan oksigen. Alumina merupakan salah satu jenis katalis asam yang umum diaplikasikan pada proses perengkahan katalitik seperti pada proses FCC (*Fluidized Catalytic Cracking*) pada pengolahan minyak bumi. Alumina terdiri dari alumina amorf dan alumina dengan struktur trigonal. Alumina dalam bentuk amorf memiliki kekuatan asam yang lebih rendah daripada alumina dengan struktur trigonal. Adapun sifat fisik dan sifat kimia alumina ditunjukkan pada Tabel 2.3 dan struktur molekul Alumina ditunjukkan pada Gambar 2.3.

Tabel 2.3. Sifat Fisik dan Kimia Al_2O_3 (Wikipedia, 2009)

Rumus Kimia	Al_2O_3
Bentuk	Bubuk kristalin putih atau padat
Berat Molekul	101,96 gram/mol
Titik Leleh	2054°C
Titik Didih	2980°C
Densitas	$3,97 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$



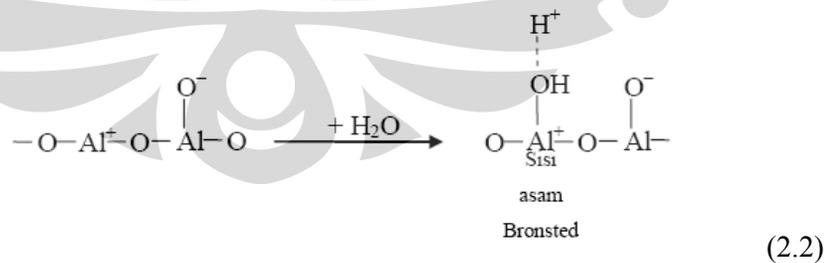
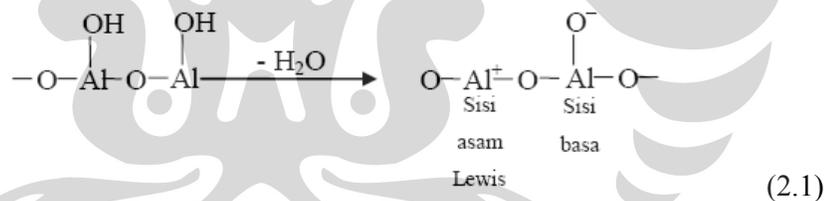
Gambar 2.3. Struktur Molekul Alumina (Wikipedia 2009)

Katalis untuk reaksi perengkahan katalitik dipilih berdasarkan sifat keasamannya. Katalis alumina merupakan salah satu katalis yang memiliki sifat asam yang sesuai untuk merengkah senyawa yang memiliki rantai karbon yang panjang menjadi lebih pendek. Kekuatan asam pada katalis alumina terletak pada sisi asam katalis yang diasosiasikan dengan atom aluminium. Aluminium dengan keasaman yang tinggi dikelilingi oleh atom oksigen yang memiliki keelektronegatifan yang baik.

Tabel 2.4. Karakteristik Katalis Alumina (Wikipedia, 2009)

Jenis Katalis	Asam
Jenis Keasaman	Bronsted dan Lewis
Rasio Si/Al	0
Kekuatan Asam	Sedang

Sisi asam dari alumina dapat dilihat pada reaksi dehidrasi pada preparasi alumina serta adsorpsi air pada permukaan katalis alumina berikut ini:



Sisi Bronsted akan menginisiasi reaksi ion karbonium dan sisi Lewis akan memberikan reaksi ion radikal. Keduanya ada meskipun pada prakteknya asam Bronsted lebih dominan.

Katalis alumina memiliki selektivitas yang kecil sehingga dapat menghasilkan produk yang beragam. Selektivitas katalis juga bergantung pada ukuran reaktan yang akan direaksikan. Jika ukuran pori katalis semakin mendekati ukuran pori reaktan maka selektivitas akan tinggi karena molekul reaktan dapat berdifusi dengan efektif ke dalam pori katalis. Tetapi jika ternyata ukuran pori katalis sangat besar dibandingkan ukuran pori produk maka molekul reaktan berdifusi ke bagian sisi inti aktif mana saja sehingga produk yang dihasilkan akan sangat beragam.

Jenis katalis alumina yang digunakan pada penelitian ini adalah JRC-ALO-7, dengan komposisi sebagai berikut:

Tabel 2.5. Kandungan Katalis JRC-ALO-7 (Wikipedia, 2009)

Jenis Katalis	JRC – ALO – 7
% Fe ₂ O ₃	<0,01
% SiO ₂	<0,01
%Na ₂ O	<0,0015
%TiO ₂	-
%Cl	<0,2
%Al ₂ O ₃	>99,6885
Luas Permukaan	180 m ² /gram
Struktur	Amorf

2.4 Perengkahan Katalitik

Perengkahan katalitik merupakan proses pemutusan rantai hidrokarbon panjang dengan menggunakan bantuan katalis (Speight, 1991). Penggunaan katalis akan menurunkan energi aktivasi reaksi sehingga energi kalor yang dibutuhkan lebih sedikit. Hal ini menyebabkan reaksi perengkahan katalitik dapat

dilaksanakan pada suhu operasi lebih rendah dibandingkan dengan perengkahan termal sehingga lebih ekonomis dan aman.

Pada perengkahan katalitik digunakan katalis asam yang akan menyebabkan pembentukan karbokation. Karbokation merupakan atom karbon yang bermuatan positif pada suatu rantai hidrokarbon. Karbokation ini kemudian akan membentuk senyawa yang lebih stabil. Proses pembentukan karbokation dapat berlangsung melalui mekanisme sebagai berikut:

1. Penambahan proton (H^+) dari katalis asam seperti reaksi berikut



Pada reaksi di atas, katalis asam bertindak sebagai penyumbang proton kepada hidrokarbon dan disebut sebagai asam Bronsted.

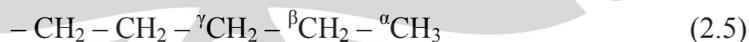
2. Penghilangan ion hidrida (H^-) dari hidrokarbon oleh katalis asam



Pada reaksi di atas, katalis asam bertindak sebagai penerima proton dari hidrokarbon dan disebut sebagai asam Lewis.

Karbokation yang terbentuk pada perengkahan katalitik menyebabkan terjadinya reaksi isomerisasi (pembentukan rantai cabang) dan eliminasi (pembentukan ikatan rangkap) sehingga produknya lebih bervariasi dibandingkan pada perengkahan termal. Selain itu, kelebihan perengkahan katalitik adalah pemutusan ikatan hidrokarbon terjadi pada suatu lokasi tertentu tidak secara acak seperti pada perengkahan termal (Speight, 1991). Contohnya adalah:

Hidrokarbon paraffin cenderung terengkah pada ikatan karbon γ



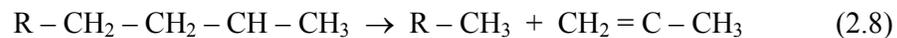
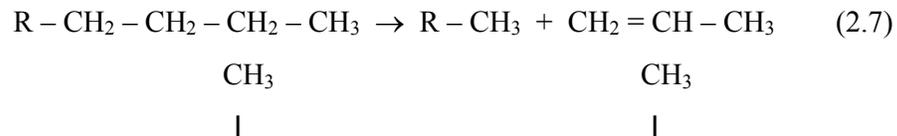
Hidrokarbon isoparaffin terengkah berturut-turut pada ikatan karbon γ dan β terhadap karbon tersier



|

CH₃

Hidrokarbon panjang cenderung terengkah menjadi produk dengan 3 – 4 atom karbon.



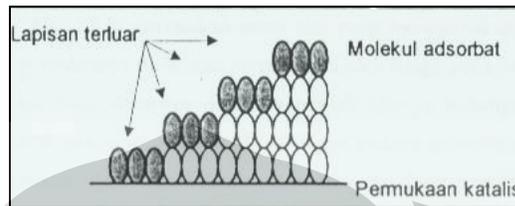
Selain kelebihan-kelebihan di atas, pada pengolahan minyak bumi, perengkahan katalitik lebih disukai karena menghasilkan lebih sedikit residu dan lebih banyak fraksi *gasoline* dan fraksi ringan $C_1 - C_4$. Tingkat keasaman katalis berperan penting dalam mengontrol reaksi yang terjadi. Penggunaan katalis dengan keasaman rendah akan menghasilkan reaksi pemutusan ikatan tak jenuh yang lebih lemah. Sedangkan penggunaan katalis dengan keasaman tinggi akan mampu memutuskan ikatan jenuh hidrokarbon.

2.5 Deaktivasi Katalis

Deaktivasi katalis atau berkurangnya performa dari katalis dapat diakibatkan oleh beberapa hal, antara lain: deaktivasi akibat kerusakan secara fisik, deaktivasi akibat keracunan pada katalis yang disebabkan oleh ketidakmurnian umpan, dan deaktivasi akibat keracunan pada katalis yang disebabkan oleh reaktan atau produk. Kebanyakan proses katalitik yang menggunakan reaktan organik, katalisnya akan rusak akibat keracunan oleh reaktan (Twigg, 1989).

Proses katalitik yang menggunakan reaktan organik akan membentuk deposit karbon pada katalis. Deposit karbon ini biasa disebut dengan istilah “*coke*”, di mana deposit ini bukan murni karbon tetapi biasanya juga memiliki kandungan hidrogen. *Coke* terbentuk melalui reaksi dehidrogenasi atau polimerisasi kompleks. Pembentukan *coke* biasanya dihambat dengan menggunakan atau memilih katalis yang sesuai dengan reaktan dan menggunakan kombinasi kondisi proses, misalnya menggunakan hidrogen dengan tekanan tinggi untuk menurunkan reaksi dehidrogenasi yang terjadi.

Gambar 2.4. merupakan gambaran dari permukaan katalis yang tertutup adsorbat, dimana dalam reaksi katalitik dengan menggunakan reaktan organik, adsorbat yang terbentuk adalah karbon (*coke*).



Gambar 2.4. Permukaan Katalis yang Tertutup Adsorbat (Twigg, 1989)

Coke secara umum menggambarkan bahan karbon yang terbentuk dan menumpuk di permukaan katalis. Komposisi yang ada tergantung reaktan, katalis, kondisi reaksi dan waktu reaksi serta berbagai rasio karbon.

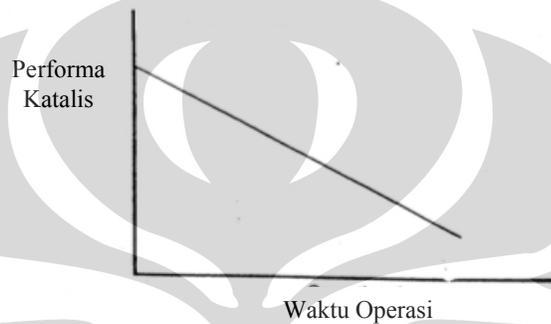
Pembentukan *coke* dapat menyebabkan deaktivasi katalis dengan cepat, tetapi di sisi lain pembakaran *coke* memberikan sumber panas untuk reaksi *cracking* yang endotermis. *Coke* mengandung struktur poliaromatik kental yang mendekati karakter *graphite*. Untuk parafin, laju *cracking* dan laju pembentukan *coke* meningkat dengan meningkatnya berat molekul reaktan terutama dari jumlah karbon. Laju pembentukan *coke* juga meningkat dengan meningkatnya kekuatan asam dari katalis.

Pembentukan *coke* berhubungan dengan sifat asam-basa dari sistem katalis reaktan. Beberapa peneliti menyatakan bahwa asam kuat lebih cenderung mengakibatkan pembentukan *coke* daripada asam lemah dan begitupula asam Lewis daripada asam Bronsted, serta adanya transisi kemurnian ion logam. Penumpukan *coke* menjadi lebih banyak pada sisi asam kuat silika-alumina.

2.6 Umur Katalis

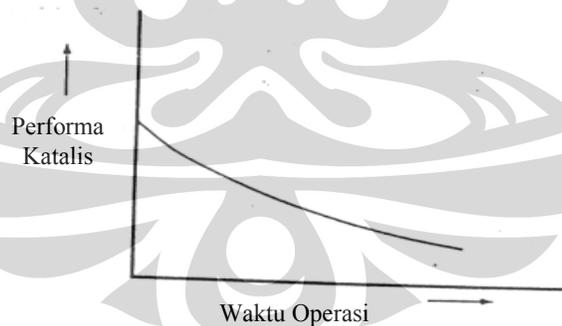
Frekuensi dari pergantian katalis harus ditetapkan untuk mengetahui performa katalis di saat akhir waktu “hidup”nya dan untuk menentukan volume katalis yang dibutuhkan. Langkah pertama dalam menentukan frekuensi pergantian katalis yang optimum adalah dengan memplot grafik antara performa

katalis dengan waktu operasi. Grafik ini dapat diperoleh dengan menggunakan data-data pada uji laboratorium terhadap deaktivasi katalis. Performa katalis didefinisikan sebagai aktivitas katalis dikali dengan volume aktif. Apabila katalis pada bagian atas *bed* terdeaktivasi oleh peracunan saat *bed* katalis sedang atau masih aktif, maka performa katalis akan menurun seiring dengan waktu seperti yang ditunjukkan pada gambar 2.5.



Gambar 2.5. Grafik Performa Katalis Terhadap Waktu Operasi Katalis di mana Volume Aktif Mengalami Penurunan (Twigg, 1989)

Apabila seluruh muatan katalis secara gradual teracuni, maka penurunan muatan katalis berbanding waktu akan berjalan seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.6.

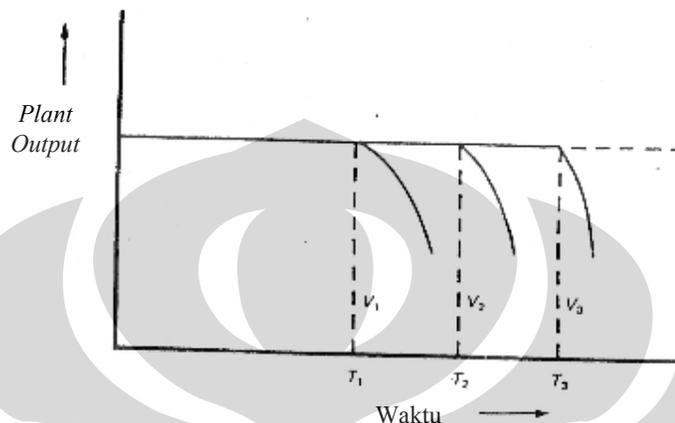


Gambar 2.6. Grafik Performa Katalis Terhadap Waktu Operasi Katalis di mana Aktivitas Menurun di Seluruh Bed (Twigg, 1989)

Dengan mengetahui aktivitas dan kebiasaan atau penyebab terdeaktivasinya katalis, maka efisiensi dari sebuah proses katalitik dapat dihitung berdasarkan volume katalis yang digunakan. Keluaran atau produk pada reaksi

Universitas Indonesia

katalitik akan meningkat apabila katalis yang digunakan baru, maka salah satu cara peningkatan produk adalah dengan meregenerasi katalis setiap waktu tertentu, sehingga akan dihasilkan grafik produk terhadap waktu operasi untuk volume katalis yang berbeda seperti yang ditunjukkan pada gambar 2.7.



Gambar 2.7. Variasi Keluaran Terhadap Waktu Katalis yang Memberikan Konversi Maksimal T_1 , T_2 , dan T_3 adalah Umur Katalis untuk Volume Katalis V_1 , V_2 , dan V_3 . (Twig, 1989)

2.7 Gas Chromatography (GC)

Gas-liquid chromatography (GLC), atau yang biasanya disederhanakan dengan *gas chromatography* (GC), merupakan jenis kromatografi yang umum digunakan untuk memisahkan dan menganalisis kandungan senyawa pada senyawa organik, yang dapat teruapkan tanpa mengalami dekomposisi. GC biasanya digunakan untuk menguji kemurnian kandungan substansi tertentu, atau untuk memisahkan komponen-komponen dalam campuran. Dalam beberapa situasi, GC dapat digunakan untuk mengidentifikasi senyawa. Dalam skala kecil, GC dapat digunakan untuk menyiapkan senyawaan murni dari campuran.

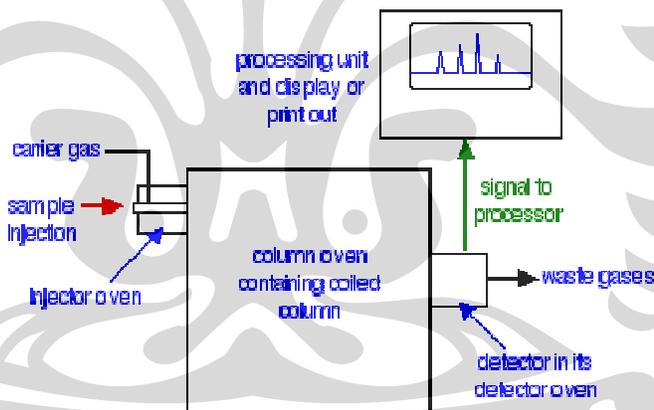
Pada GC, fasa bergerak merupakan gas pembawa, yang biasanya merupakan gas inert seperti helium atau gas yang tidak reaktif seperti nitrogen. Fasa diam merupakan lapisan mikroskopik likuid atau polimer di atas sebuah padatan yang inert, di dalam sebuah kaca atau *tube* logam yang disebut kolom.

Senyawa gas yang dianalisa akan bereaksi dengan dinding pada kolom, di mana dinding ini dilapisi dengan fasa diam yang berbeda-beda. Hal ini mengakibatkan setiap senyawa akan terelusi pada waktu yang berbeda-beda, yang

disebut dengan waktu retensi. Perbandingan dari waktu retensi ini yang membuat GC dapat menganalisis kandungan senyawa dari suatu campuran.

GC secara prinsipnya mirip dengan kromatografi kolom, tetapi memiliki beberapa perbedaan. Pertama, proses pemisahan senyawa dalam campuran berlangsung dalam fasa diam berupa likuid dan fasa gerak berupa gas, sementara pada kromatografi kolom, fasa diamnya adalah padat dan fasa Bergeraknya likuid. Kedua, kolom yang dilewati fasa gas berlokasi dalam sebuah pemanas sehingga suhu gas dapat dikontrol, sedangkan kromatografi kolom tidak memiliki kontrol suhu. Ketiga, konsentrasi senyawa dalam gas merupakan fungsi dari tekanan uap gas

GC juga memiliki kemiripan dengan distilasi fraksional, karena keduanya memisahkan komponen dari sebuah campuran berdasarkan perbedaan titik didihnya (atau tekanan uapnya). Perbedaannya adalah distilasi biasanya digunakan untuk memisahkan senyawa dalam skala besar, sedangkan GC digunakan dalam skala kecil.



Gambar 2.8. Diagram Alir Kromatografi Gas-Cair (Diyanto, 2008)

2.8 Fourier Transform Infra Red (FTIR)

Pada dasarnya Spektrofotometer FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) adalah sama dengan Spektrofotometer IR, dimana spektroskopi ini mengeksplotasi fakta bahwa molekul-molekul memiliki frekuensi spesifik yang berotasi atau bergetar sesuai dengan tingkat energinya. Perbedaannya adalah pengembangan pada sistim optiknya sebelum berkas sinar infra merah melewati

contoh. Dasar pemikiran dari Spektrofotometer FTIR adalah dari persamaan gelombang yang dirumuskan oleh Jean Baptiste Joseph Fourier (1768-1830) seorang ahli matematika dari Perancis. Fourier mengemukakan deret persamaan gelombang elektronik sebagai :

$$a_0 + a_1 \cos \omega t + b_1 \sin \omega t + a_2 \cos 2 \omega t + b_2 \sin 2 \omega t \quad (2.9)$$

dimana :

- a dan b merupakan suatu tetapan
- t adalah waktu
- ω adalah frekwensi sudut (radian per detik) ($\omega = 2 \Pi f$ dan f adalah frekwensi dalam Hertz)

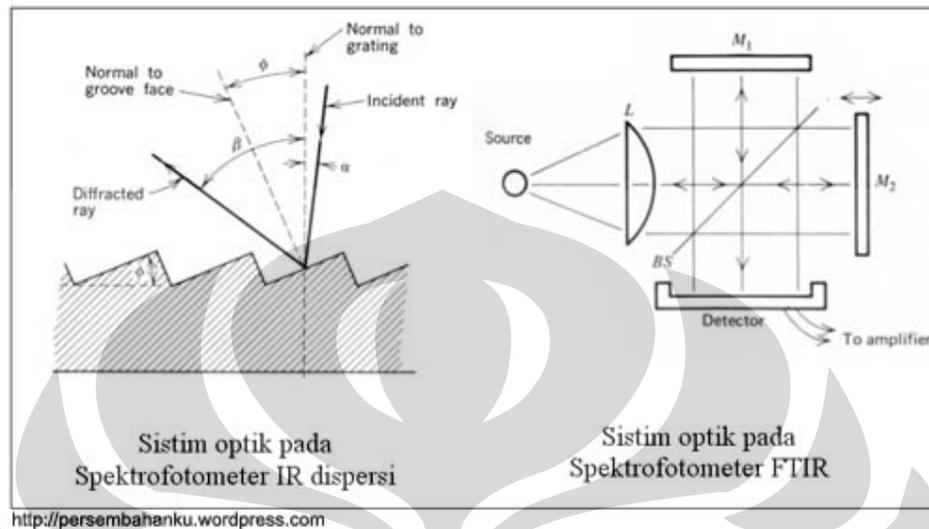
Dari deret Fourier tersebut intensitas gelombang dapat digambarkan sebagai daerah waktu atau daerah frekuensi. Perubahan gambaran intensitas gelombang radiasi elektromagnetik dari daerah waktu ke daerah frekuensi atau sebaliknya disebut Transformasi Fourier.



Gambar 2.9. Instrumentasi FTIR (Wikipedia, 2009)

Selanjutnya pada sistim optik peralatan instrumen FTIR dipakai dasar daerah waktu yang nondispersif. Sebagai contoh aplikasi pemakaian gelombang radiasi elektromagnetik yang berdasarkan daerah waktu adalah interferometer yang dikemukakan oleh Albert Abraham Michelson (Jerman, 1831). Perbedaan sistim optik Spektrofotometer IR dispersi (*Hadamard Transform*) dan

Interferometer Michelson pada Spektrofotometer FTIR (*Fourier Transform*) tampak pada gambar berikut :



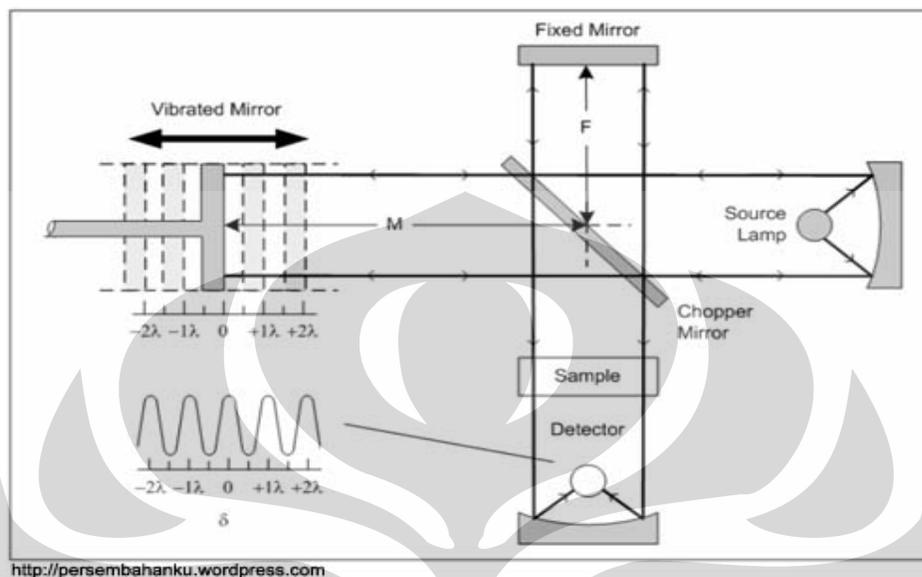
Gambar 2.10. Perbedaan sistim Spektrofotometer IR dan FTIR

Sistim optik Spektrofotometer FTIR seperti pada gambar 2.10 dilengkapi dengan cermin yang bergerak tegak lurus dan cermin yang diam. Dengan demikian radiasi infra merah akan menimbulkan perbedaan jarak yang ditempuh menuju cermin yang bergerak (M) dan jarak cermin yang diam (F). Perbedaan jarak tempuh radiasi tersebut adalah 2 yang selanjutnya disebut sebagai retardasi (δ). Hubungan antara intensitas radiasi IR yang diterima detektor terhadap retardasi disebut sebagai interferogram. Sedangkan sistim optik dari Spektrofotometer IR yang didasarkan atas bekerjanya interferometer disebut sebagai sistim optik *Fourier Transform Infra Red*.

Pada sistim optik FTIR digunakan radiasi LASER (*Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation*) yang berfungsi sebagai radiasi yang diinterferensikan dengan radiasi infra merah agar sinyal radiasi infra merah yang diterima oleh detektor secara utuh dan lebih baik. Detektor yang digunakan dalam Spektrofotometer FTIR adalah TGS (*Tetra Glycerine Sulphate*) atau MCT (*Mercury Cadmium Telluride*). Detektor MCT lebih banyak digunakan karena memiliki beberapa kelebihan dibandingkan detektor TGS, yaitu memberikan respon yang lebih baik pada frekuensi modulasi tinggi, lebih sensitif, lebih cepat,

Universitas Indonesia

tidak dipengaruhi oleh suhu, sangat selektif terhadap energi vibrasi yang diterima dari radiasi infra merah.



Gambar 2.11. Cara Kerja FTIR (Wikipedia, 2009)

2.9 Metode BET

BET merupakan metode karakterisasi yang digunakan untuk menentukan karakteristik intrinsik dari suatu material berpori. Metode ini dikembangkan oleh Brunauer, Emmett, dan Teller pada tahun 1938 sebagai hasil perluasan dari teori Langmuir. Metode ini dilakukan berdasarkan prinsip adsorpsi fisika molekul gas pada permukaan padatan dalam beberapa lapisan (*multilayer*) dan berkembang menjadi metode analisis yang penting untuk mengukur luas permukaan spesifik dan distribusi ukuran pori (porositas) suatu material.

Persamaan BET yang digunakan :

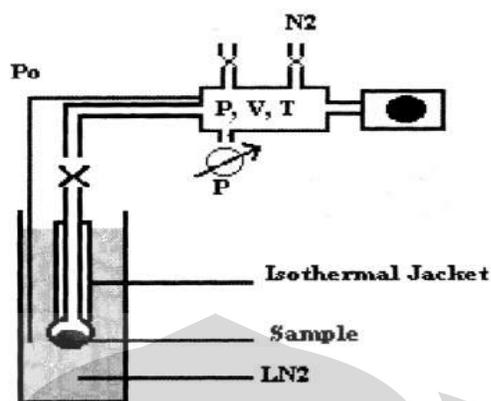
$$\frac{\left(\frac{P}{P_0}\right)}{V\left(1-\frac{P}{P_0}\right)} = \frac{1}{C.V_m} + \left[\frac{(C-1)}{C.V_m}\right]\left(\frac{P}{P_0}\right) \quad (2.10)$$

Dimana:

- P : tekanan gas saat adsorpsi
 P₀ : tekanan jenuh adsorbat gas pada suhu percobaan
 V : volume gas yang diadsorpsi pada tekanan P
 V_m : volume gas yang diadsorpsi untuk *monolayer*
 C : konstanta sebagai fungsi eksponensial dari panas adsorpsi dan panas pencairan, $C = \exp(Q_a - Q_p)/R$
 Q_a : panas adsorpsi pada *layer* pertama
 Q_b : panas pencairan gas pada *layer* yang lain

Rentang tekanan yang digunakan untuk metode BET adalah $0,05 < p/p^0 < 0,3$ karena pada tekanan yang lebih rendah, pendekatan persamaan BET akan menghasilkan adsorpsi yang sangat sedikit dan pada tekanan yang lebih tinggi, akan dihasilkan adsorpsi yang terlalu besar (Adamson, 1990).

Secara umum, metode ini dilakukan dengan memasukkan adsorbat padatan dalam jumlah tertentu ke dalam wadah sampel yang dijaga pada kondisi suhu nitrogen cair (77 K). Adsorpsi gas inert (biasanya nitrogen) yang diinjeksikan ke dalam sampel selanjutnya akan menyebabkan terjadinya indikasi isothermal adsorpsi di mana tekanan menurun secara perlahan hingga tekanan kesetimbangan tercapai. Lapisan tunggal molekul gas yang terbentuk pada permukaan selama proses adsorpsi tersebut kemudian dapat digunakan untuk menentukan luas permukaan spesifik sementara prinsip kondensasi kapiler dapat diterapkan untuk menunjukkan keberadaan pori, volume pori, dan distribusi ukuran pori. Berikut adalah skema instrumentasi umum pada metode BET.



Gambar 2.12. Skema Instrumentasi pada BET

Pada metode BET, sebelum melakukan pengukuran, sampel di-*treatment* terlebih dahulu pada suhu yang dinaikkan dalam kondisi vakum ataupun dialirkan gas untuk menghilangkan berbagai pengotor pada sampel. Kemudian untuk memperoleh data gas yang teradsorpsi, dapat digunakan 2 teknik yang dapat digunakan yaitu teknik aliran yang menggunakan detektor TCD dan penganalisis Qsurf serta teknik volumetrik yang menggunakan Autosorb Quntachrome (untuk gas inert N₂ atau CO₂) ataupun ASAP (untuk gas inert Ar atau Kr) yang dapat memberikan informasi menyeluruh mengenai kondisi isothermal yang terjadi. Metode BET pada dasarnya mudah dilakukan dan sudah diterima secara luas sebagai metode karakterisasi intrinsik untuk material berpori. Karenanya metode ini cocok untuk digunakan sebagai karakterisasi untuk material berpori seperti Alumina.

2.10 Penelitian Sebelumnya

Perengkahan katalitik minyak nabati yang telah diteliti dan dipublikasikan selama ini umumnya dilakukan pada minyak kelapa sawit yang bertujuan untuk menghasilkan *biogasoline* (fraksi C5 – C11). Namun pada prosesnya dihasilkan pula fraksi C3 dan C4 sebagai produk samping dalam jumlah yang signifikan. Perengkahan minyak kelapa sawit dengan menggunakan katalis ZSM-5 menghasilkan konversi 95.99 %berat dengan yield 36.45 %berat fraksi *gasoline* dan 12.54 %berat fraksi C1 – C4. Pada penelitian ini reaksi dilangsungkan pada

Universitas Indonesia

tekanan atmosfer dan suhu 500°C secara *semi continuous* di dalam *fixed bed reactor* dengan rasio massa katalis/CPO = 1:7.2 dan rasio Si/Al = 61 (Twaiq, Zabidi, & Bhatia, 1999).

Penggunaan katalis alumina itu sendiri dalam perengkahan katalitik telah dilakukan untuk mensintesis fraksi *gasoline* dari CPO. Proses perengkahan minyak kelapa sawit menggunakan katalis alumina dengan rasio massa katalis 1:100 dilakukan pada suhu 150°C selama 15 menit dan berhasil menurunkan berat molekul dari 849 gr/mol menjadi 597 gr/mol dengan struktur molekul menjadi lebih pendek jika dibandingkan senyawa awalnya. Senyawa yang terbentuk memiliki angka oktana sebesar 111.2 namun viskositasnya masih lebih besar jika dibanding bensin biasa (Moestika, 2004).

Penelitian lebih lanjut menggunakan katalis alumina untuk memperoleh fraksi C₃ dan C₄ melalui perengkahan katalitik CPO. Pada penelitian ini, fraksi C₃ dan C₄ yang awalnya berupa produk samping perengkahan katalitik pada penelitian – penelitian sebelumnya dijadikan sebagai produk utama sehingga diharapkan dapat menghasilkan produk hidrokarbon tersebut dalam jumlah yang besar. Penelitian ini dilakukan pada tekanan atmosfer secara batch pada suhu 370°C dan rasio massa katalis/CPO = 1:125 menghasilkan konversi 50,09% dengan selektivitas produk C₃ sebesar 2,12% dan produk C₄ sebesar 11,53% (Hidayat, 2007).

Penelitian mengenai pengolahan minyak jarak kebanyakan merupakan penelitian untuk pembuatan biodiesel atau biogasoline. Penelitian yang dilakukan di DTK, FTUI berhasil melakukan perengkahan minyak jarak pagar secara termal dan menghasilkan bahan bakar setara solar. Penelitian ini juga menghasilkan kinetika reaksi dari perengkahan termal minyak jarak pagar tersebut (Rohmah, 2008).

Perengkahan katalitik minyak jarak pagar untuk menghasilkan bahan bakar setara bensin telah dilakukan dengan menggunakan katalis 5% H-ZSM-5/Alumina pada reaktor *fixed bed* dan tekanan atmosferik. Sebelum direngkah minyak jarak pagar dicampur dengan senyawa ABE (Aseton, Butanol, dan Etanol) untuk mengatasi kereaktifan gugus ester dan ikatan rangkap rantai karbon

Universitas Indonesia

pada trigliserida sehingga tidak membentuk reaksi polimerisasi/kondensasi. Hasil optimal diperoleh pada umpan dengan campuran butanol pada suhu 375°C dengan rasio mol 1:5 memberikan konversi 76.51% dan yield bensin 72.67% (Iskandar, 2007).

Pada penelitian sebelumnya di Departemen Teknik Kimia Universitas Indonesia, telah dilakukan perengkahan minyak jarak melalui reaksi katalitik untuk menghasilkan C₃ dan C₄ dengan menggunakan katalis asam Alumina standar (Al₂O₃) JRC-ALO-7. Reaksi dilakukan secara tumpak dengan kondenser *full reflux* pada fasa cair dan tekanan atmosferik selama 60 menit. Pada reaksi divariasikan suhu reaksi (320°C; 330°C; 340°C) dan rasio massa katalis/minyak jarak (1:75 dan 1:100). Produk gas dianalisis dengan GC sedangkan produk cairnya diperoleh melalui proses distilasi untuk kemudian dilakukan uji densitas dan analisis FTIR.

Perengkahan minyak jarak dengan menggunakan katalis alumina pada penelitian ini menghasilkan produk mayoritas berupa butana. Propana dan beberapa senyawa lain juga diperoleh namun dalam jumlah yang sedikit dan kemunculannya tidak kontinu. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan Wangsamulia dkk, diperoleh hasil penelitian seperti yang tertera pada Tabel 2.6, di mana dapat diketahui bahwa dari variasi massa katalis yang dilakukan dalam penelitian ini, diperoleh bahwa *yield* C₄ yang dihasilkan lebih besar pada rasio massa katalis/minyak jarak 1:100.

Tabel 2.6. Tabel Pengaruh Suhu dan Rasio Massa Katalis/SJO Terhadap Yield C4

Yield C4 (%) Suhu	Rasio Katalis/SJO	
	1:75	1:100
200 °C	5	25
250 °C	15	42
300 °C	23	51

Wangsamulia, peneliti sebelumnya, kemudian menyimpulkan bahwa rasio massa katalis/minyak jarak yang lebih tinggi membuat kandungan asam dalam reaktan semakin besar, sehingga:

- Semakin banyak permukaan yang dapat mengadsorpsi reaktan
- Semakin banyak reaktan yang terengkah
- Hidrokarbon produk perengkahan akan teradsorpsi juga pada permukaan katalis
- Hidrokarbon produk perengkahan dapat terengkah lagi menjadi hidrokarbon yang rantai karbonnya lebih pendek

Inti asam yang semakin kuat dapat mengakibatkan perengkahan yang terjadi menjadi tidak terkontrol, di mana katalis tidak lagi memotong pada ikatan rangkap tetapi juga pada ikatan jenuh dengan produk pemotongan yang lebih kecil dari C_4 . Akibatnya reaksi menjadi tidak spesifik untuk menghasilkan C_4 sehingga *yield* C_4 akan menurun (Wangsamulia, 2008). Kenaikan rasio katalis/minyak jarak juga akan meningkatkan pembentukan *coke* (Bevy, 2006). *Coke* akan menutupi inti aktif dari katalis alumina sehingga meningkatkan tahanan difusi reaktan ke dalam katalis yang menyebabkan aktifitas katalis berkurang dan menurunkan *yield* dari C_4 .

Berdasarkan penelitian ini juga diketahui bahwa semakin tinggi rasio massa katalis/minyak jarak, maka semakin tinggi viskositas larutan reaktan. Viskositas yang tinggi akan menurunkan turbulensi yang terjadi saat pengadukan selama proses perengkahan sehingga kontak antara reaktan dengan katalis serta difusi reaktan ke dalam katalis berkurang (Wangsamulia, 2008).

Oleh sebab itu, dapat disimpulkan bahwa dari segi kekuatan asam, pembentukan *coke* pada katalis, dan tingkat viskositas, rasio massa katalis/minyak jarak 1:100 merupakan rasio yang baik dalam melakukan reaksi perengkahan katalitik minyak jarak untuk menghasilkan hidrokarbon fraksi C_4 . Jadi, optimasi yang akan dilakukan juga akan menggunakan rasio massa katalis/minyak jarak 1:100 berlandaskan pada hasil penelitian yang ada sebelumnya serta didukung oleh teori-teori yang ada.

Dari variasi suhu reaksi yang dilakukan dalam penelitian ini, diperoleh bahwa yield C_4 yang dihasilkan lebih besar pada suhu 320°C . Variasi suhu yang dilakukan (320°C , 330°C , 340°C) didasarkan dari titik didih minyak jarak yang digunakan dalam penelitian ini yaitu *Straight Jatropha Oil* (SJO), adalah 360°C . Perengkahan katalitik merupakan reaksi yang bersifat endotermis sehingga semakin tinggi suhu reaksi maka perengkahan yang terjadi akan semakin reaktif.

Pada penelitian ini, katalis alumina “diletakkan” pada larutan SJO sehingga reaktan yang akan mengalami reaksi perengkahan katalitik adalah reaktan yang berfasa cair. Oleh sebab itu, suhu reaksi yang diinginkan adalah suhu reaksi yang setinggi mungkin tetapi reaktan (larutan SJO) belum berubah fasa menjadi uap. Atau dengan kata lain, suhu maksimal sebelum titik didihnya. Jadi, digunakan suhu ($320 - 340$) $^\circ\text{C}$, di bawah ($20 - 40$) $^\circ\text{C}$ dari titik didih SJO (360°C).

Berdasarkan tabel 2.7, dapat terlihat bahwa *yield* dan konversi C_4 terbesar dari variasi suhu reaksi dalam penelitian ini diperoleh pada suhu 320°C . Semakin tinggi suhu reaksi, maka semakin besar energi yang diperoleh untuk melakukan perengkahan. Akan tetapi, semakin besar energi maka semakin besar kemungkinan terjadinya reaksi perengkahan lanjutan bahkan setelah diperoleh C_4 . Produk dari reaksi lanjutan ini adalah hidrokarbon dengan rantai yang lebih pendek dari C_4 sehingga akan menurunkan *yield* C_4 .

Karakteristik katalis juga merupakan faktor yang mempengaruhi hasil yang diperoleh dari perengkahan katalitik yang dilakukan pada suhu tertentu. Katalis alumina JRC-ALO-7 merupakan katalis alumina berbentuk amorf, di mana keasaman pada amorf tidak merata. Oleh sebab itu, pada bagian dengan keasaman tinggi akan menyebabkan terjadi reaksi konsekutif sementara pada bagian dengan keasaman rendah tidak terjadi reaksi. Perbedaan distribusi keasaman ini menyebabkan lebih banyaknya *coke* yang terbentuk dibandingkan katalis yang memiliki distribusi keasaman yang homogen.

Tabel 2.7. Pengaruh Rasio Massa Katalis/SJO Terhadap Yield C₄ untuk suhu Reaksi 320 °C; 330 °C; 340 °C

Yield C ₄ (%) Waktu Reaksi (menit)	Rasio Katalis/SJO (320 °C)		Rasio Katalis/SJO (330 °C)		Rasio Katalis/SJO (340 °C)	
	1:75	1:100	1:75	1:100	1:75	1:100
10	65	67	35	50	20	35
20	62	70	48	58	23	41
30	58	67	53	61	25	45
40	50	55	52	60	25	45
50	40	40	45	55	24	43
60	25	20	30	48	23	39

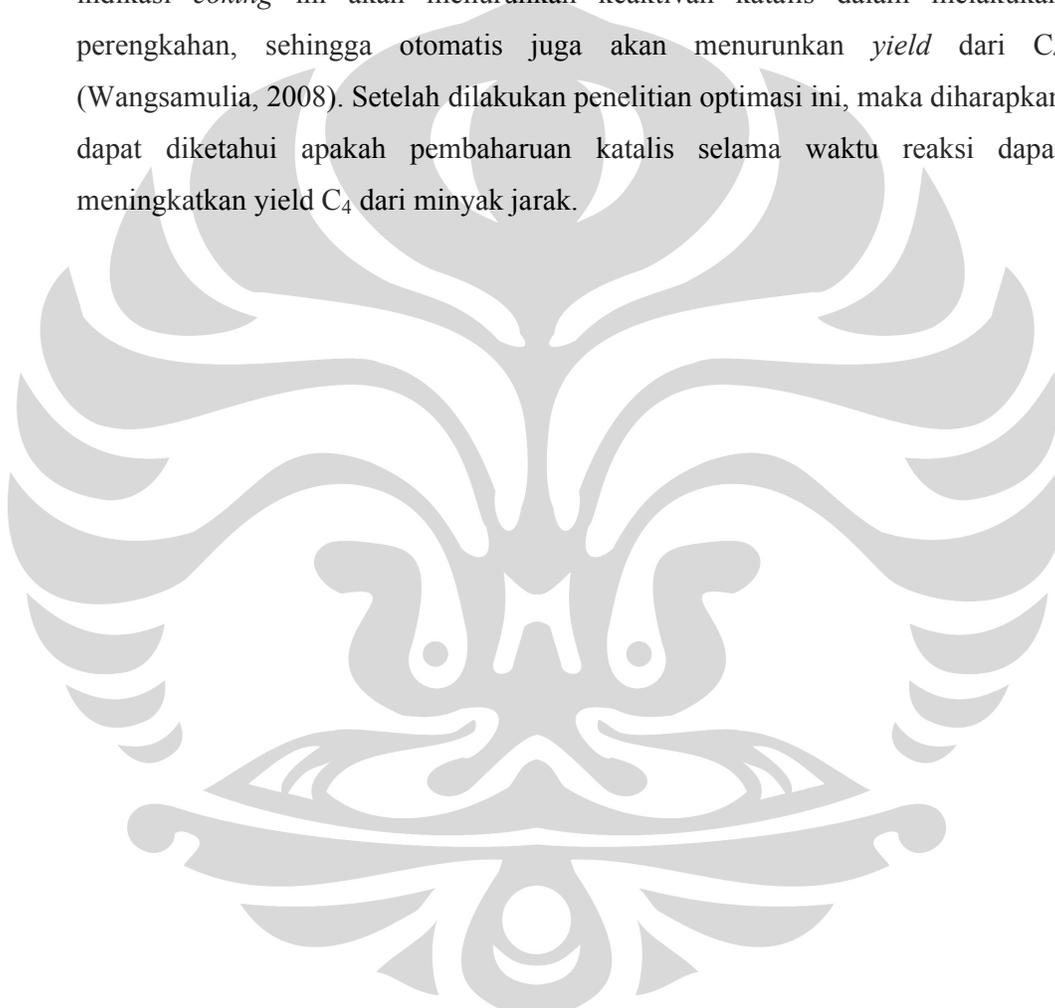
Jadi, dapat disimpulkan bahwa baik *yield* maupun konversi C₄ dari minyak jarak melalui reaksi perengkahan katalitik dengan menggunakan katalis Alumina, memiliki hasil yang lebih tinggi pada suhu 320°C. Oleh sebab itu, suhu reaksi inilah (320°C) yang akan digunakan dalam optimasi sintesis C₄ dari minyak jarak yang akan dilakukan.

Berdasarkan penelitian pengolahan minyak jarak untuk sintesis fraksi C₃ dan C₄ dengan reaksi perengkahan katalitik menggunakan katalis alumina (Al₂O₃), yang dilakukan oleh Wangsamulia dkk di DTK UI, diketahui bahwa *yield* C₄ terbaik diperoleh pada suhu reaksi 320°C dan rasio massa katalis/SJO 1:100 setelah reaksi berlangsung selama ±20 menit dengan *yield* C₄ mencapai 70%. Setelah melewati menit ke-20, persen *yield* C₄ akan menurun perlahan, hingga setelah melewati menit ke-30, persen *yield* C₄ akan menurun drastis.

Dalam penelitian yang dilakukan oleh Wangsamulia dkk, ditemukan beberapa masalah yang membuat *yield* C₄ hasil dari perengkahan katalitik pada minyak jarak menjadi tidak optimal. Beberapa masalah tersebut antara lain adalah terjadinya deaktivasi katalis, berkurangnya jumlah ikatan rangkap untuk direngkahkan, dan terjadinya polimerisasi. Dalam penelitian yang diajukan kali ini,

optimasi akan dilakukan dengan mencari solusi untuk masalah terjadinya deaktivasi katalis.

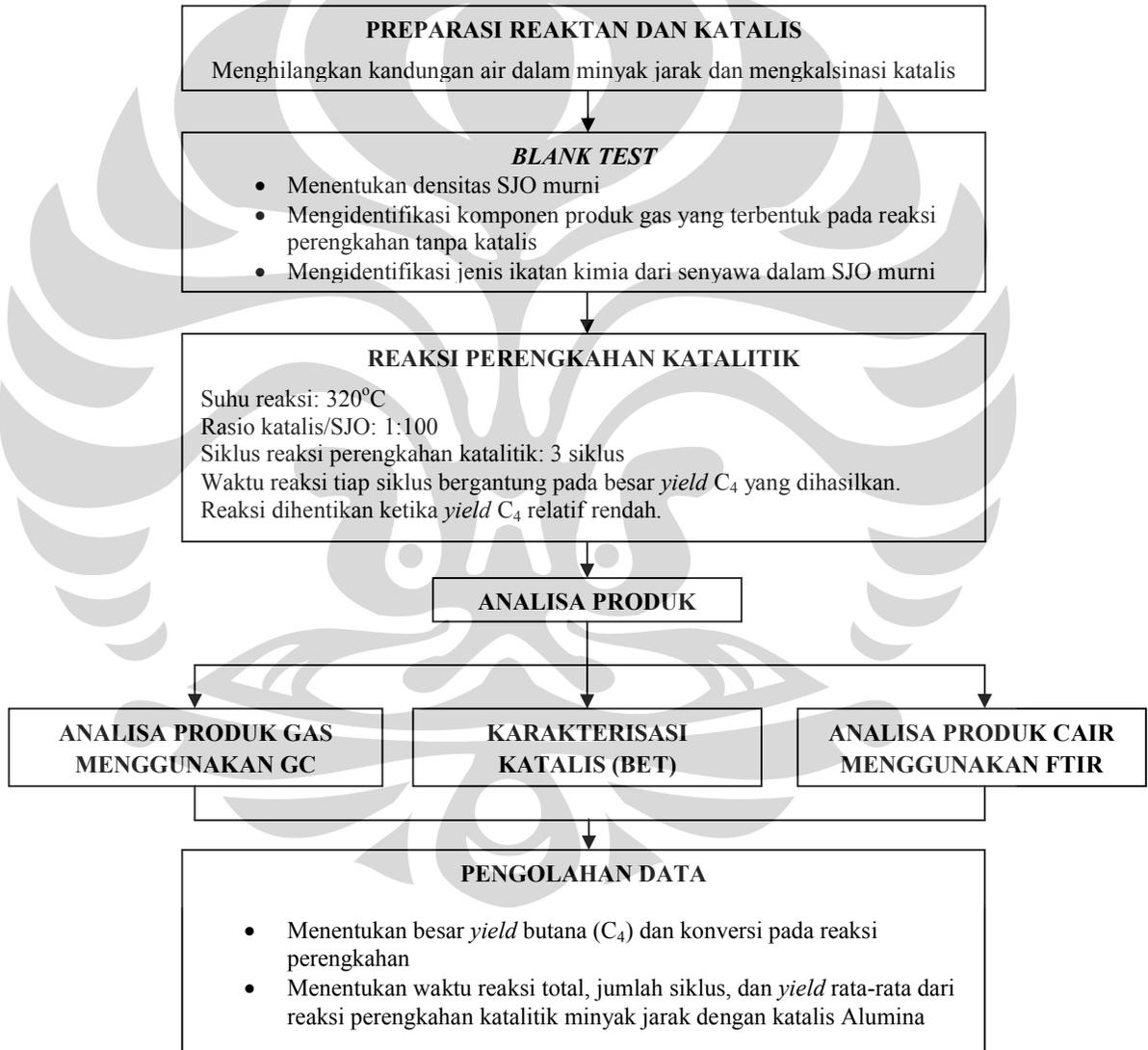
Penyebab penurunan *yield* C_4 setelah melewati menit ke-20 ini, diperkirakan disebabkan karena terjadinya deaktivasi katalis. Semakin lama waktu tinggal reaktan pada permukaan katalis maka peluang untuk terjadinya *coking* (tertutupnya pori katalis oleh karbon) akan semakin besar, di mana indikasi *coking* ini akan menurunkan keaktifan katalis dalam melakukan perengkahan, sehingga otomatis juga akan menurunkan *yield* dari C_4 (Wangsamulia, 2008). Setelah dilakukan penelitian optimasi ini, maka diharapkan dapat diketahui apakah pembaharuan katalis selama waktu reaksi dapat meningkatkan *yield* C_4 dari minyak jarak.



BAB 3 METODE PENELITIAN

3.1 Alur Penelitian

Secara garis besar skema alur penelitian dalam optimasi sintesa fraksi hidrokarbon butana dari minyak jarak melalui reaksi perengkahan katalitik dengan katalis alumina adalah sebagai berikut:



3.2 Variabel Penelitian

Variabel bebas dari kondisi operasi yang divariasikan pada penelitian ini adalah:

1. Suhu perengkahan katalitik minyak jarak
Suhu perengkahan awalnya ditentukan berdasarkan suhu dengan hasil sintesa C₄ terbaik dari penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Wangsamulia, dkk., yaitu 320°C.
2. Rasio massa katalis/SJO
Rasio massa katalis/SJO ditentukan berdasarkan rasio massa katalis/SJO dengan hasil sintesa C₄ terbaik dari penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Wangsamulia, dkk., yaitu 1:100.
3. Interval Waktu Pembaharuan Katalis
Katalis akan diperbaharui pada menit ketika *yield* butana dianggap relatif rendah.

Sedangkan variabel terikat, yaitu parameter yang akan diamati pada berbagai kondisi operasi, pada penelitian ini adalah:

1. *Yield*
2. Konversi

3.3 Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah:

- | | |
|-----------------------|----------------------------------|
| - Reaktor kaca 100 ml | - <i>Stopwatch</i> |
| - <i>Stirrer</i> | - Pompa dan selang plastik |
| - Gelas Beaker | - Termokopel |
| - Gelas Ukur | - <i>Syringe</i> |
| - Pipet | - <i>Gas Chromatography</i> (GC) |
| - Piknometer | - FTIR |
| - Cawan | - Mortar |
| - Sendok | - Corong |
| - Statip | |
| - Kondenser | |
| - <i>Hot Plate</i> | |
| - Insulator | |

Bahan-bahan pada penelitian ini adalah:

1. Minyak jarak (SJO)
2. Katalis JRC – ALO – 7 (*Japan Reference Catalyst*)/Alumina (Al_2O_3)

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Preparasi Reaktan dan Katalis

Tahap preparasi reaktan dan katalis dilakukan dengan tujuan untuk mempersiapkan reaktan (minyak jarak/ SJO) dan katalis yang akan digunakan pada reaksi perengkahan katalitik. Preparasi reaktan dilakukan dengan tujuan untuk menghilangkan kandungan air dalam minyak jarak. Preparasi katalis dilakukan dengan tujuan untuk menghilangkan kandungan air dalam katalis dan mengaktifkan sisi aktif katalis.

Prosedur preparasi reaktan yang dilakukan adalah sebagai berikut:

1. Memasukkan minyak jarak yang akan dihilangkan kandungannya di dalam gelas beaker.
2. Memanaskan gelas beaker berisi minyak jarak, dengan menggunakan *hot plate*, hingga suhunya mencapai 120°C dan ditahan selama 1 jam.
3. Mematikan *hot plate* dan mendinginkan minyak jarak.
4. Mengukur densitas minyak jarak menggunakan piknometer.
5. Menyimpan minyak jarak dalam wadah tertutup.

Prosedur preparasi katalis yang dilakukan adalah sebagai berikut:

1. Menyiapkan katalis yang akan dipreparasi dalam cawan keramik.
2. Menghaluskan butiran katalis hingga membentuk bubuk.
3. Memanaskan cawan keramik berisi bubuk katalis, dengan menggunakan *furnace*, hingga suhunya mencapai 300°C dan ditahan selama 1 jam.
4. Menurunkan suhu *furnace* hingga $\pm 100^\circ\text{C}$ kemudian mengeluarkan katalis dari dalam *furnace*.
5. Menyimpan bubuk katalis dalam desikator.

3.4.2 Tahap *Blank Test*

Tahap *blank test* ini bertujuan untuk mengetahui karakteristik dan sifat-sifat minyak jarak pagar (SJO) di mana nantinya akan digunakan sebagai pembanding dengan sisa SJO setelah reaksi. Pertama – tama pengukuran densitas dari SJO murni. Pada tahap *blank test* ini juga dilakukan reaksi perengkahan tanpa menggunakan katalis untuk mengetahui efektivitas penggunaan katalis dalam reaksi perengkahan. Dengan ini, kita dapat mengetahui apakah C₄ akan terbentuk jika SJO direaksikan tanpa katalis. Selain itu, dilakukan pula karakterisasi BET untuk katalis Alumina dengan tujuan untuk mengetahui luas permukaan katalis mula-mula. Karakterisasi BET dilakukan oleh operator laboratorium RPKA.

Prosedur yang dilakukan dalam pengukuran densitas SJO murni adalah sebagai berikut :

1. Menimbang dan mencatat berat piknometer kosong.
2. Mengisi piknometer dengan SJO murni sampai penuh kemudian menutup piknometer.
3. Menimbang dan mencatat berat piknometer berisi SJO murni.
4. Menentukan densitas (ρ) SJO murni dengan menggunakan persamaan sebagai berikut:

$$\rho = (\text{berat piknometer kosong} - \text{berat piknometer berisi SJO}) / \text{volume piknometer}$$

Prosedur yang dilakukan dalam uji efektivitas penggunaan katalis dalam reaksi perengkahan adalah sebagai berikut:

1. Menyiapkan SJO sebanyak 20 ml dalam reaktor.
2. Memanaskan SJO dengan menggunakan *hot plate* hingga mencapai suhu 320°C.
3. Melakukan analisis produk gas dengan menggunakan GC (*Gas Chromatography*) pada suhu 320°C, setiap 5 menit sekali, selama 1 jam.

3.4.3 Tahap Reaksi Perengkahan Katalitik Minyak Jarak

Tahap ini bertujuan untuk merengkah SJO menjadi C₄ dengan menggunakan katalis alumina (Al₂O₃). Reaksi dilakukan secara tumpak dengan

tekanan atmosferik. Sepanjang reaksi perengkahan, akan dilakukan tiga kali pergantian katalis lama dengan katalis baru sebagai simulasi sederhana dari regenerasi katalis dengan tujuan untuk meneliti indikasi deaktivasi katalis alumina (JRC-ALO-7) yang terjadi dalam reaksi perengkahan katalitik pada minyak jarak.

Pada tahap ini, tabung kondensor diarahkan secara vertikal agar terjadi *full-reflux* terhadap produk yang dihasilkan sehingga yang keluar dari atas tabung kondensor saat pengambilan sampel adalah murni produk gas. Disamping itu diharapkan produk yang sudah terengkah dapat direngkah lagi saat di *reflux*.

Adapun prosedur yang dilakukan adalah sebagai berikut:

1. Memasukkan 50 ml SJO cair ke dalam reaktor dan menimbang massa awal SJO
2. Menimbang katalis Alumina dengan rasio massa katalis/SJO adalah 1:100
3. Memasang termokopel, corong, dan kondenser pada reaktor, kemudian memanaskan secara bersamaan SJO dalam reaktor dan katalis dalam cawan di atas *hot plate*.
4. Memasukkan katalis ke dalam reaktor melalui corong ketika suhu reaksi mencapai 300°C.
5. Menaikkan suhu hingga mencapai 320°C kemudian mengambil sampel gas dan melakukan analisis GC setiap 5 menit selama waktu reaksi pada suhu tersebut.
6. Mematikan *hot plate*, mendinginkan sisa SJO dalam reaktor, menimbang massa sisa SJO, dan membiarkan katalis mengendap pada sisa SJO dalam reaktor.
7. Memisahkan katalis yang telah mengendap dengan sisa SJO.
8. Menimbang massa SJO yang telah dipisahkan dari katalis.
9. Menimbang massa katalis alumina yang akan digunakan, dimana rasio katalis/SJO = 1:100, kemudian mengulangi prosedur percobaan di atas hingga tiga kali pergantian katalis.

3.4.4 Tahap Analisis Produk Perengkahan

Tahap ini bertujuan untuk mendapatkan data yang berguna dalam perhitungan hasil dan analisis. Berdasarkan IBP dan pengukuran densitas serta hasil dari analisis GC, dan FTIR dapat diperkirakan perubahan jumlah dan komposisi senyawa yang terkandung dalam SJO sebelum dan setelah reaksi perengkahan.

Deskripsi analisis yang dilakukan terhadap produk adalah sebagai berikut:

1. *Densitas*

Pengukuran densitas dilakukan terhadap SJO murni, SJO hasil perengkahan katalitik dan distilatnya. Tujuannya adalah untuk mengetahui terjadinya perengkahan dengan menganalisa perubahan densitas. Pengukuran densitas dilakukan pada suhu 50⁰C dikarenakan pada suhu ruang SJO murni masih berfasa padat. Densitas ditentukan dengan menggunakan alat piknometer (10 ml) sesuai dengan prosedur sebagai berikut :

- a. Menimbang massa piknometer kosong.
- b. Memasukkan sampel ke dalam piknometer hingga hampir penuh.
- c. Menutup piknometer dan memastikan tidak ada gelembung udara.
- d. Menimbang massa piknometer berisi sampel.
- e. Menentukan densitas

2. *Gas Chromatography (GC)*

Analisis GC bertujuan untuk mengetahui jenis dan komposisi dari komponen yang terdapat dalam sampel. Sampel yang digunakan adalah produk gas hasil reaksi perengkahan minyak jarak. Analisis GC dilakukan di laboratorium RPKA.

3. *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*

Analisis FTIR bertujuan untuk mengetahui jenis ikatan kimia dari senyawa-senyawa yang terkandung dalam sampel. Analisis ini digunakan untuk membandingkan ikatan kimia yang terdapat dalam produk cair hasil distilasi dari

SJO hasil perengkahan dan SJO murni. Analisis FTIR dilakukan di laboratorium RPKA.

4. Karakterisasi Katalis (BET)

Analisis karakterisasi katalis dengan metode BET bertujuan untuk membandingkan luas permukaan spesifik dan diameter pori katalis rata-rata pada katalis alumina yang digunakan dalam percobaan pada saat sebelum dan sesudah katalis digunakan dalam reaksi perengkahan. Dengan mengetahui perbedaan luas permukaan dan diameter pori katalis sebelum dan setelah reaksi, maka dapat diketahui berapa persen luas permukaan yang tertutupi *coke* dan dapat diketahui indikasi terjadinya deaktivasi katalis. Analisis BET dilakukan di laboratorium RPKA.

3.4.5 Tahap Penyajian dan Pengolahan Data

Penyajian data dari parameter yang dicari adalah sebagai berikut:

1. Reaktan

Massa SJO pada awal tahap reaksi perengkahan katalitik minyak jarak.

2. Produk

- a. Produk gas ditentukan dari sejumlah massa yang hilang pada saat reaksi perengkahan katalitik minyak jarak. Kandungan dan komposisi dari produk gas tersebut diperhitungkan berdasarkan hasil analisis GC.

- b. Produk cair ditentukan dari jumlah distilat yang dihasilkan dari SJO hasil perengkahan pada tahap distilasi. Kandungan produk cair tersebut diperkirakan berdasarkan hasil perhitungan densitas, analisis GC dan analisis FTIR.

3. Residu

Massa SJO pada awal tahap reaksi perengkahan dikurangi dengan massa produk gas dan cair.

Analisis data dilakukan dengan perhitungan sebagai berikut :

$$\text{Konversi} = (\text{massa reaktan} - \text{massa residu}) / \text{massa reaktan} \quad (3.1)$$

$$\text{Yield} = \text{massa hidrokarbon } C_4 / \text{massa reaktan} \quad (3.2)$$

Di mana:

- massa reaktan = massa SJO pada awal tahap reaksi perengkahan
- massa residu = massa SJO pada awal tahap reaksi perengkahan dikurangi dengan massa produk gas dan cair
- massa hidrokarbon C_4 = massa fraksi C_4 dalam aliran produk gas

Waktu reaksi total reaksi perengkahan katalitik ditentukan dengan langkah sebagai berikut:

1. Memplot data *yield* C_4 terhadap waktu reaksi untuk 3 siklus reaksi yang telah dilakukan dalam penelitian.
2. Membuat *trendline* linear untuk *yield* C_4 maksimum pada ketiga siklus reaksi dan menentukan persamaan garisnya.
3. Mengasumsikan *yield* maksimum terkecil yang ingin dicapai dalam setiap siklus reaksi.
4. Menentukan waktu total reaksi menggunakan persamaan garis, dengan variabel x merupakan waktu reaksi dan variabel y adalah besar *yield* maksimum terkecil.

Banyaknya siklus reaksi ditentukan menggunakan persamaan sebagai berikut:

$$\text{Banyak siklus} = \text{waktu reaksi total} / \text{waktu reaksi setiap siklus}$$

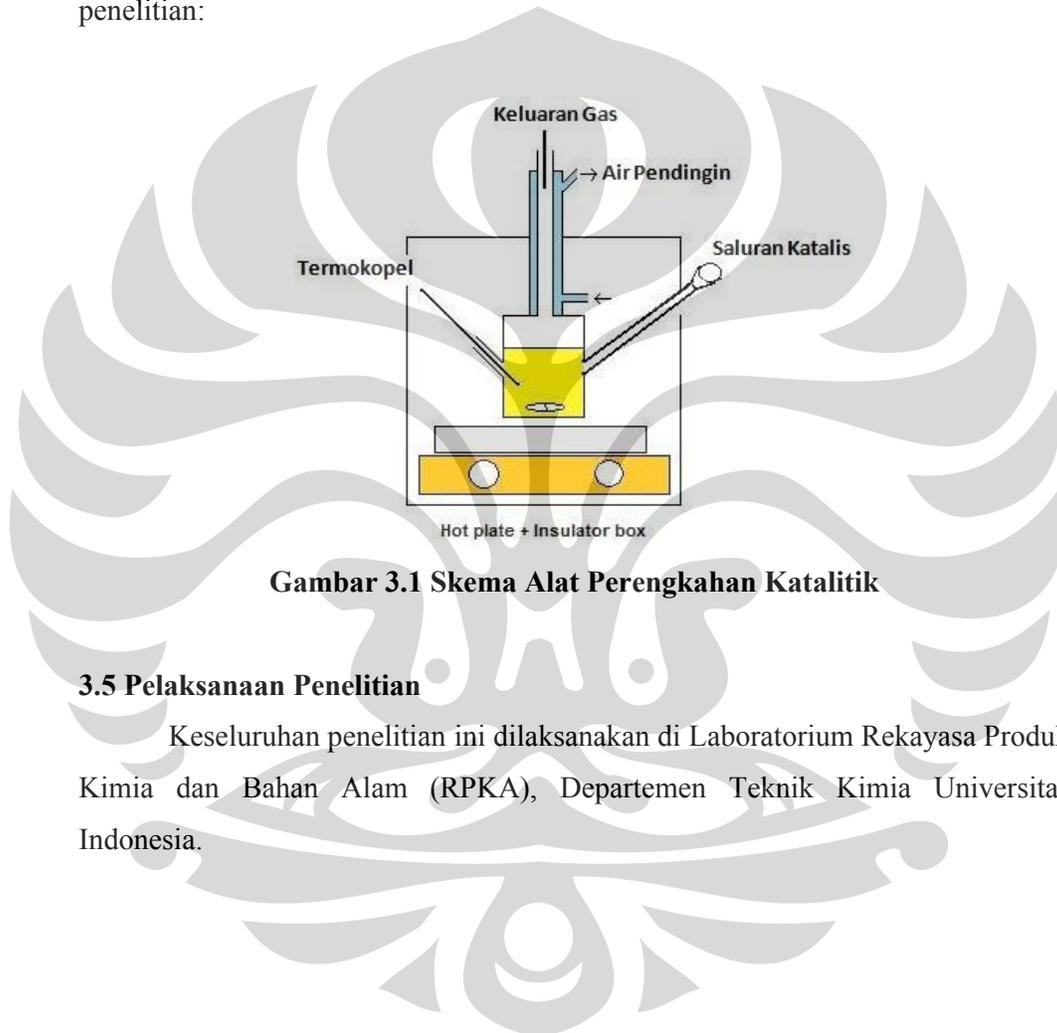
Oleh karena terjadi deaktivasi katalis dalam reaksi ini, maka waktu reaksi untuk setiap siklus akan tidak sama. Jadi, dibutuhkan suatu konstanta pengali sebagai faktor dari terjadinya penurunan waktu reaksi akibat terjadinya deaktivasi katalis. Konstanta ini akan ditentukan secara empiris melalui hasil data penelitian yang diperoleh.

Besar *yield* C_4 rata-rata selama total waktu reaksi ditentukan menggunakan persamaan sebagai berikut:

$$Yield \text{ rata-rata} = \Sigma \text{ luas kurva} / \text{waktu reaksi total}$$

3.4.6 Gambar Skema Peralatan Penelitian

Berikut ini adalah skema susunan peralatan yang akan digunakan dalam penelitian:



Gambar 3.1 Skema Alat Perengkahan Katalitik

3.5 Pelaksanaan Penelitian

Keseluruhan penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Rekayasa Produk Kimia dan Bahan Alam (RPKA), Departemen Teknik Kimia Universitas Indonesia.

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Analisis Percobaan

Penelitian ini bertujuan untuk mengoptimasi sintesis butana melalui mekanisme perengkahan katalitik menggunakan katalis Alumina. Optimasi dilakukan terhadap sistem operasi reaksi perengkahan katalitik. Optimasi ini dilakukan melalui beberapa cara, antara lain dengan:

1. Mengubah suhu masukan katalis, dimana pada percobaan sebelumnya, katalis dimasukkan ke dalam reaktor pada suhu 150°C sedangkan pada percobaan ini katalis akan dimasukkan pada suhu 300°C.
2. Melakukan pergantian katalis ketika katalis terdeaktivasi.

Secara garis besar, percobaan pada penelitian ini dibagi menjadi 4 tahap, yaitu tahap preparasi, tahap *blank test*, tahap reaksi perengkahan katalitik, dan tahap analisa produk.

4.1.1 Tahap Preparasi

Sebelum pelaksanaan reaksi perengkahan, dilakukan preparasi terhadap reaktan dan katalis terlebih dahulu. Katalis yang masih memiliki ukuran partikel yang besar dihaluskan dengan menggunakan *mortar* untuk memperoleh ukuran partikel yang lebih kecil. Selanjutnya, katalis dikalsinasi menggunakan *furnace* pada suhu 300°C untuk aktivasi katalis. Aktivasi katalis terjadi dengan terbentuknya inti asam Bronsted. Katalis juga dipanaskan untuk menguapkan air yang mengisi pori-pori katalis sehingga luas permukaan katalis akan meningkat. Setelah dikalsinasi katalis diletakkan pada desikator untuk mencegah masuknya uap air ke dalam pori-pori katalis (Richardson, 1989).

Katalis yang telah dikalsinasi, selanjutnya dianalisis besar luas permukaannya dengan karakterisasi BET. Data hasil karakterisasi BET katalis sebelum reaksi akan digunakan sebagai pembandingan dengan data hasil karakterisasi BET pada katalis sesudah reaksi.

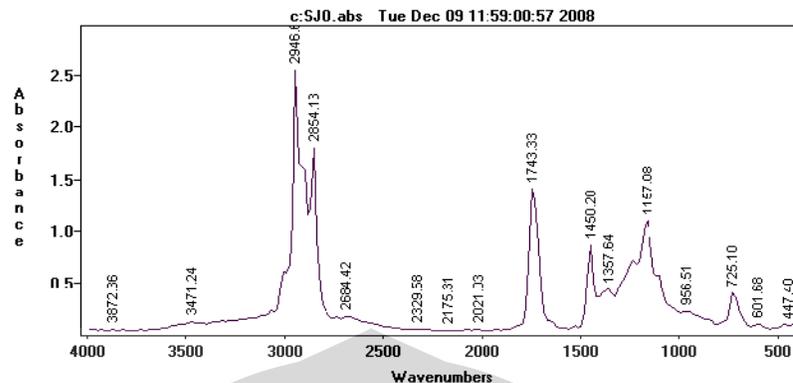
Untuk reaktan, pemanasan dilakukan untuk menghilangkan kandungan air dalam SJO (*Straight Jatropha Oil*). SJO yang telah mengalami pemanasan warnanya terlihat lebih coklat dibandingkan dengan SJO sebelum mengalami pemanasan. Volume SJO juga bertambah setelah mengalami pemanasan. Bertambahnya volume SJO disebabkan karena berkurangnya kandungan air dalam SJO. Densitas air lebih besar daripada densitas SJO murni sehingga dengan menghilangnya sebagian besar air akan menurunkan densitas SJO. Penurunan densitas SJO menyebabkan kenaikan volume pada SJO.

4.1.2 Tahap *Blank Test*

Tahap *blank test* bertujuan untuk mengetahui karakteristik dan sifat-sifat minyak jarak pagar (SJO) di mana nantinya akan digunakan sebagai pembanding dengan sisa SJO setelah reaksi. Data-data yang diperoleh pada tahap *blank test*, antara lain:

1. Mengetahui densitas SJO murni.
2. Mengidentifikasi produk gas yang terbentuk apabila dilakukan reaksi perengkahan terhadap SJO tanpa menggunakan katalis.
3. Mengidentifikasi jenis ikatan senyawa dalam SJO murni.

Densitas SJO murni yang digunakan dalam percobaan ini adalah $0,893 \text{ gr/cm}^3$. Produk gas pada reaksi perengkahan SJO tanpa menggunakan katalis tidak mengandung senyawa butana. Jenis ikatan senyawa SJO murni dianalisis menggunakan FTIR, dimana besar absorbansi merefleksikan jumlah ikatan senyawa yang terdapat dalam sampel. Grafik hasil FTIR dapat dilihat pada Gambar 4.1 dan data hasil FTIR ditunjukkan pada Tabel 4.1, sebagai berikut:



Gambar 4.1. Spektra FTIR pada SJO Murni

Tabel 4.1. Hasil Analisis FTIR untuk SJO Murni

Jenis Ikatan	Panjang Gelombang	Absorbansi
-CH ₃	2946.69	2.55
=CH ₂	2854.13	1.73
C=C	1697.05	0.15
O-C=O	1157.08	1.10
(CH) _n	725.10	0.42

4.1.3 Tahap Reaksi Perengkahan Katalitik

Pada tahap reaksi perengkahan katalitik, dilakukan reaksi perengkahan struktur trigliserida pada minyak jarak pagar yang telah dimurnikan (SJO) dengan menggunakan katalis, untuk menghasilkan butana (i-C₄ dan n-C₄). Katalis yang digunakan adalah katalis asam alumina standar (Al₂O₃) JRC-ALO-7.

Tahap reaksi perengkahan katalitik dibagi menjadi 3 bagian, yang disebut dengan: reaksi perengkahan katalitik I, II, dan III. Pada reaksi perengkahan katalitik I, digunakan SJO sebanyak 50 ml. Reaksi perengkahan katalitik II akan menggunakan sisa hasil SJO dari reaksi perengkahan katalitik I. Reaksi perengkahan katalitik III akan menggunakan sisa hasil SJO dari reaksi perengkahan katalitik II. Besar massa katalis/SJO yang digunakan adalah 1:100, dengan densitas SJO pada 30°C, 1 atm adalah 0,893 gr/cm³. Pada setiap pergantian bagian reaksi perengkahan, dilakukan pergantian katalis yang lama

(*used catalyst*) dengan yang baru (*fresh catalyst*). Pergantian katalis ini dilakukan sebagai representasi dari regenerasi katalis.

Pada tahap ini, digunakan tabung kondensor yang diarahkan secara vertikal agar terjadi *full-reflux* terhadap produk yang dihasilkan sehingga yang keluar dari atas tabung kondensor saat pengambilan sampel adalah murni produk gas. Penggunaan kondensor yang dialiri air sebagai media pendingin merupakan usaha agar produk gas dengan rantai hidrokarbon yang masih panjang, terutama yang lebih panjang dari C₄ (butana), dapat terkondensasi dan kembali ke reaktor untuk mengalami reaksi perengkahan lebih lanjut.

Katalis akan dimasukkan ke dalam reaktor pada suhu 300°C karena suhu reaksi yang diinginkan adalah 320°C. Hal ini bertujuan untuk memperpanjang umur aktif katalis, dimana semakin dekat suhu masuk katalis dengan suhu reaksi akan dihasilkan produk yang lebih banyak karena umur aktif katalis yang lebih panjang. Selain itu, juga bertujuan agar katalis bekerja pada suhu reaksi sehingga energi yang diperlukan katalis untuk merengkah SJO menjadi produk gas telah tersedia.

Selanjutnya, setelah suhu reaksi yang diinginkan tercapai, reaksi ditahan pada suhu konstan sampai waktu reaksi yang diinginkan. Sampel gas produk kemudian dianalisa menggunakan GC (*Gas Chromatography*) selama waktu reaksi setiap 5 menit sekali. Pengambilan sampel produk gas dilakukan dengan menggunakan *syringe* secara langsung (tanpa menggunakan *gas trap*) dari bagian atas kondensor. Hal ini dikarenakan jumlah produk gas yang terbentuk sangat sedikit dibandingkan dengan jumlah udara, sehingga jika dilakukan pengambilan gas melalui *gas trap* terlebih dahulu akan menyebabkan udara yang masuk ke dalam *syringe* lebih banyak dibandingkan dengan cara pengambilan secara langsung (tanpa *gas trap*).

Setelah waktu reaksi pada satu bagian tahap reaksi perengkahan katalitik selesai, *hot plate* akan dimatikan untuk menurunkan suhu SJO dalam reaktor. Penurunan suhu ini dilakukan dengan tujuan untuk mengambil katalis dalam SJO. Selama penurunan suhu, bagian atas kondensor akan ditutup untuk mencegah

adanya produk gas yang keluar sehingga dapat diasumsikan tidak terjadi perengkahan selama penurunan suhu.

Oleh karena penurunan suhu cukup lama, maka ketika penurunan suhu selesai dilakukan, katalis telah mengendap di permukaan bawah reaktor. Jadi, pemisahan SJO dan katalis cukup dilakukan dengan menuang SJO di bagian atas endapan katalis ke dalam reaktor kosong. Dalam hal ini, diusahakan agar endapan katalis jangan sampai ada yang terikut ketika penuangan dilakukan.

Endapan katalis yang masih bercampur dengan sedikit SJO, kemudian dicuci menggunakan n-heksana. n-heksana merupakan pelarut untuk senyawa organik sehingga SJO sisa reaksi yang menempel pada katalis akan terlarut ke dalam n-heksana. Pencucian dilakukan berulang kali hingga katalis benar-benar bersih dari sisa SJO. Katalis yang sudah bersih kemudian dikeringkan dan selanjutnya akan dianalisis luas permukaannya dengan analisa BET untuk melakukan perbandingan luas permukaan katalis sebelum dan sesudah reaksi.

Data yang diperoleh dari tahap reaksi perengkahan katalik adalah sebagai berikut:

1. Data GC produk gas yang terbentuk selama perengkahan katalitik.
2. Densitas Residu hasil perengkahan katalitik (pada suhu 30°C).
3. Massa yang hilang akibat perengkahan katalitik.

4.1.4 Tahap Analisa Produk

Tahap analisa produk bertujuan untuk memperoleh data akan komposisi produk gas dan cair serta luas permukaan katalis setelah reaksi. Data hasil analisa produk kemudian digunakan dalam pengolahan data. Komposisi produk gas dianalisis menggunakan GC (*Gas Chromatography*). Jenis ikatan senyawa dalam produk cair dianalisis menggunakan FTIR (*Fourier Transformer Infra Red*). Luas permukaan katalis diketahui menggunakan karakterisasi BET.

4.2 Deaktivasi Katalis

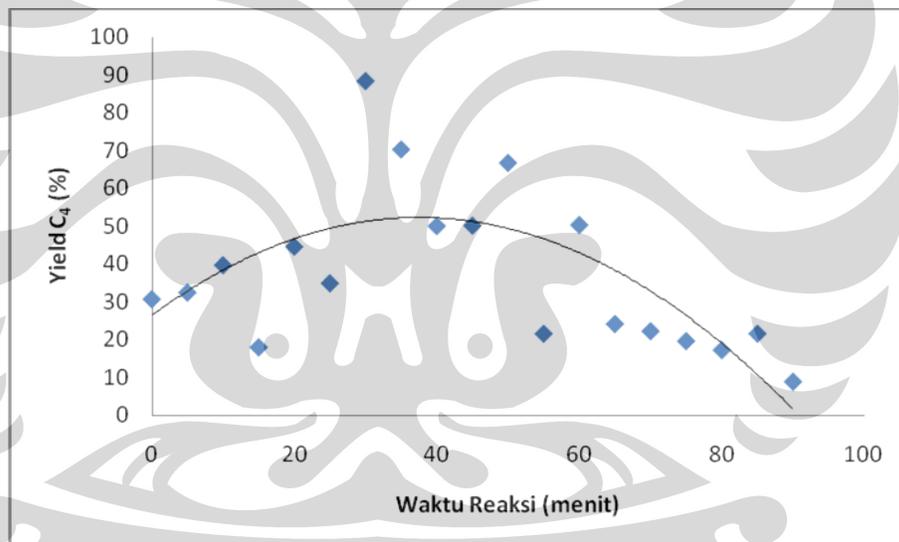
4.2.1 Hubungan Deaktivasi Katalis dengan Jumlah Produk

Katalis memiliki umur aktif, dimana setelah umur aktifnya berakhir, maka katalis sudah tidak dapat lagi mengadsorpsi reaktan. Berakhirnya umur aktif katalis

Universitas Indonesia

menandakan terjadinya deaktivasi katalis. Salah satu indikasi yang terjadi dari terdeaktivasinya katalis adalah jumlah produk reaksi yang berkurang. Gambar 4.2 menunjukkan indikasi berkurangnya jumlah produk butana pada reaksi perengkahan katalitik akibat deaktivasi katalis. Berdasarkan Gambar 4.2, dapat diketahui bahwa setelah menit ke-40, *yield* C₄ terus menurun hingga akhir waktu reaksi.

Apabila katalis tidak mengalami deaktivasi, konsentrasi total dari sisi aktif katalis tidak akan berubah terhadap waktu sepanjang reaksi (Fogler, 1999). Oleh sebab itu, bila deaktivasi tidak terjadi, maka *yield* C₄ seharusnya tidak mengalami penurunan selama waktu reaksi. Akan tetapi, data hasil percobaan menunjukkan terjadinya penurunan *yield* C₄ sehingga perlu dianalisis penyebab deaktivasi katalis. Dimana hasil analisis ini kemudian akan berguna untuk menentukan metode reaktivasi katalis.



Gambar 4.2. Perbandingan *Yield* C₄ Terhadap Waktu Reaksi dengan Suhu Masukan Katalis 300°C

4.2.2 Hubungan Deaktivasi Katalis dengan Penurunan Luas Permukaan

Dengan melakukan karakterisasi BET, dapat diketahui luas permukaan dari suatu katalis. Indikasi lain dari terjadinya deaktivasi katalis adalah menurunnya luas permukaan katalis. Oleh sebab itu, dengan melakukan karakterisasi BET terhadap katalis mula-mula dan katalis setelah reaksi, dapat diketahui apakah terjadi penurunan luas permukaan pada katalis. Tabel 4.1

menunjukkan perubahan luas permukaan katalis Alumina (Al_2O_3) JRC-ALO-7 yang digunakan dalam reaksi perengkahan katalitik. Permukaan katalis merupakan tempat terjadinya pengikatan molekul-molekul reaktan sehingga penurunan luas permukaan katalis akan menyebabkan aktivitas katalis menurun.

Tabel 4.2. Perbandingan Luas Permukaan Katalis Alumina JRC-ALO-7 pada Sebelum dan Sesudah Reaksi

Jenis Katalis	Luas Permukaan (m^2/g)	
	Sebelum Reaksi	Sesudah Reaksi
JRC-ALO-7	180	65,39

Terdapat beberapa hal yang dapat menyebabkan katalis terdeaktivasi, seperti *fouling*, *coking*, *sintering*, dan lain-lain. Dimana dalam kebanyakan proses katalitik yang menggunakan reaktan organik, seperti contohnya minyak jarak, akan terbentuk deposit karbon pada katalis (Twig, *et.al.*, 1989). Deposit karbon ini biasa disebut dengan *coke* dan peristiwanya disebut *coking*. Deposit karbon yang menutupi pori-pori katalis mengakibatkan luas permukaan katalis berkurang sehingga aktivitas katalis mengalami penurunan.

Kebanyakan *coke* hadir dalam bentuk menyerupai grafit, dengan komposisi $\text{CH}_{0,4}$ sampai $\text{CH}_{0,5}$, sehingga kemungkinan besar *coke* terbentuk akibat terengkahnya hidrokarbon olefin (Richardson, 1989). Reaksi perengkahan mengarahkan terbentuknya sebuah olefin dan parafin yang lebih pendek. Dalam reaksi perengkahan, olefin lebih mudah untuk direngkah daripada parafin dan juga lebih cepat mengalami isomerisasi dan pembentukan *coke*. Diolefin dan olefin aromatik bahkan lebih cepat mengalami perengkahan, penjumlahan, terpolimerisasi, dan terkonversi menjadi *coke* (Speight, 1991).

Minyak jarak pagar memiliki kandungan olefin dan diolefin dalam rantai hidrokarbon trigliseridanya, seperti yang dapat dilihat pada Tabel 2.1. Oleh sebab itu, rantai panjang hidrokarbon dalam SJO dapat mengalami perengkahan hingga terkonversi menjadi *coke* dan menyebabkan katalis terdeaktivasi.

Penyebab lain yang diperkirakan merupakan penyebab terjadinya deaktivasi katalis pada reaksi perengkahan SJO dengan menggunakan katalis Alumina JRC-ALO-7 adalah *fouling*. *Fouling* menyebabkan luas permukaan katalis menurun sehingga akan menyebabkan penurunan pada aktivitas katalis. Oleh sebab itu, *fouling* merupakan salah satu penyebab terjadinya deaktivasi katalis. *Fouling* pada permukaan katalis dapat terjadi akibat terbentuknya polimer (senyawa rantai panjang) (Lee, *et.al*, 1987).

Pada reaksi perengkahan katalitik SJO ini, terbentuknya polimer dapat diketahui secara kualitatif dengan melihat kondisi dari produk cair. Produk cair yang terbentuk berwarna kehitaman dan kental, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.3. Secara kuantitas, terbentuknya polimer dapat diketahui dari meningkatnya densitas produk cair dibandingkan dengan densitas SJO. Peningkatan densitas ditunjukkan pada Tabel 4.3.



Gambar 4.3. Tampilan Fisik SJO Sesudah Reaksi

Tabel 4.3. Perbedaan Densitas antara SJO dan Produk Cair

Densitas (gr/cm ³)	
SJO	Produk Cair
0,893	0,939

Semakin panjang rantai suatu senyawa maka densitasnya akan semakin bertambah, begitu pula sebaliknya. Peningkatan densitas pada SJO setelah mengalami reaksi perengkahan menunjukkan bahwa perengkahan mengakibatkan terbentuknya hidrokarbon rantai pendek yang kemudian meninggalkan SJO dalam

Universitas Indonesia

bentuk gas dan menyisakan rantai hidrokarbon yang lebih panjang dibanding SJO awal. Hal ini diakibatkan karena terjadinya reaksi propagasi antara radikal bebas rantai panjang hidrokarbon tak jenuh yang menyerang senyawa hidrokarbon jenuh membentuk senyawa hidrokarbon C₂₉:1 (Rohmah, 2008). Pada penelitian ini, dimana perengkahan dilakukan secara katalitik, energi yang dibutuhkan untuk terjadinya reaksi tersebut akan lebih rendah sehingga mengakibatkan peluang untuk terjadinya reaksi propagasi tersebut menjadi lebih besar.

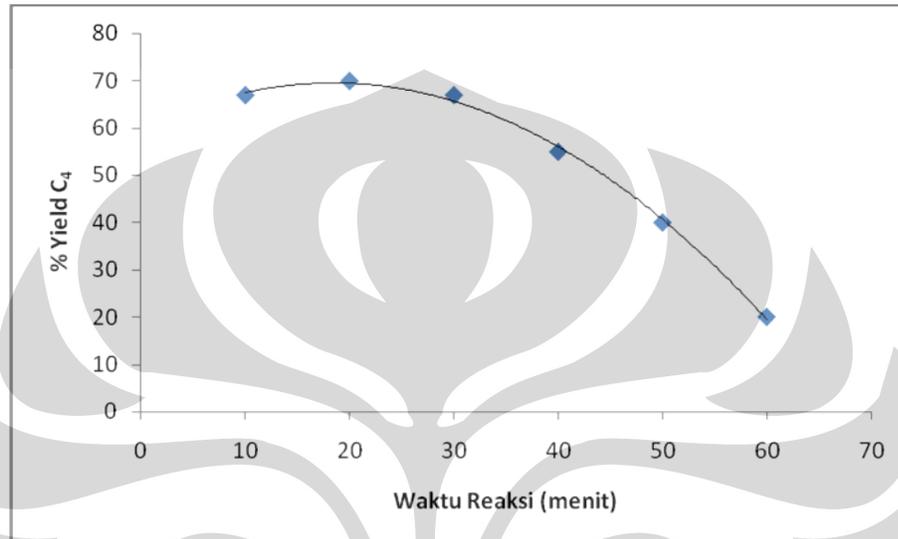
Penyebab utama terjadinya deaktivasi katalis Alumina dalam reaksi perengkahan katalitik pada SJO adalah *fouling* pada permukaan katalis akibat terbentuknya polimer pada produk cair. Hal ini disimpulkan berdasarkan pengamatan visual terhadap penampilan fisik katalis setelah reaksi. Katalis yang mengalami *coking* akan berubah warna menjadi kehitaman (Bevy, 2006) sedangkan katalis setelah reaksi pada penelitian ini warnanya adalah kecoklatan.

Hal ini menunjukkan kecenderungan bahwa terjadinya deaktivasi akibat polimer yang terbentuk pada produk cair menutupi permukaan katalis daripada akibat karbon. Selain itu, peningkatan densitas menunjukkan bahwa yang terbentuk pada produk cair adalah rantai hidrokarbon panjang (polimer) bukan rantai hidrokarbon pendek. Sedangkan *coking*, terjadi akibat perengkahan berulang sehingga hanya tertinggal satu karbon tunggal.

4.2.3 Hubungan Deaktivasi Katalis dengan Waktu Reaksi

Pada percobaan ini, semakin lama katalis bereaksi dengan reaktan, maka akan semakin banyak luas permukaan katalis yang tertutupi oleh polimer dan *coke*. Oleh sebab itu, dilakukan perubahan waktu masuk katalis ke dalam reaktor dalam percobaan. Pada percobaan sebelumnya, yang dilakukan oleh Wangsamulia, dkk., katalis dimasukkan pada suhu 150°C. Artinya, katalis dimasukkan 170°C sebelum suhu reaksi perengkahan (320°C). Berdasarkan pada analisis di atas, maka dilakukan perubahan suhu masuk katalis menjadi 20°C sebelum suhu reaksi perengkahan, yaitu pada 300°C. Hal ini terbukti berhasil memperlama terjadinya deaktivasi katalis.

Perbandingan indikasi deaktivasi katalis berdasarkan perbedaan waktu reaksi dapat dilihat dengan membandingkan Gambar 4.3 dan 4.4. Pada suhu masukan 300°C, terlihat bahwa katalis mulai terdeaktivasi pada menit ke-45 sedangkan pada suhu masukan 150°C, katalis sudah mulai terdeaktivasi pada menit ke-25.



Gambar 4.4. Perbandingan *Yield C₄* Terhadap Waktu Reaksi dengan Suhu Masukan Katalis 150°C (Wangsamulia, 2008)

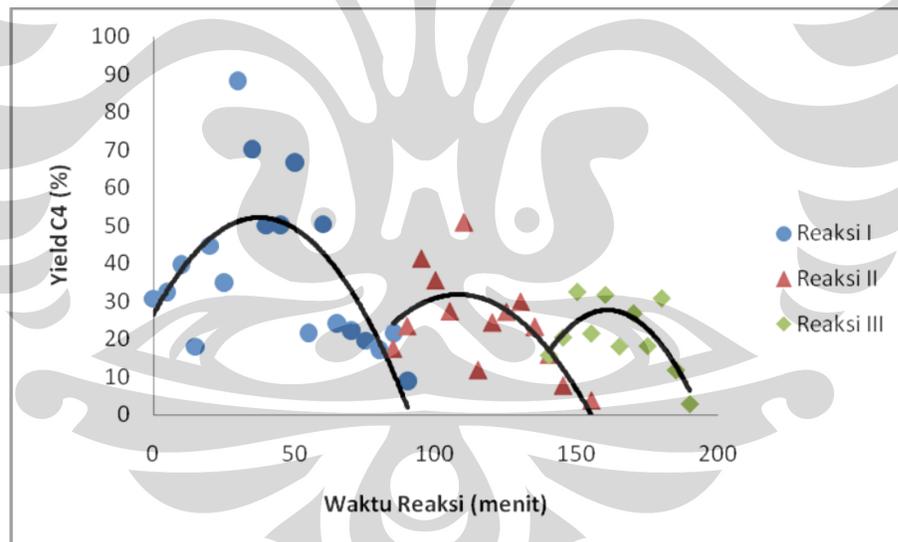
4.3 Siklus Reaksi Perengkahan Katalitik

Reaktivasi atau regenerasi katalis dilakukan untuk mengaktifkan kembali katalis yang telah terdeaktivasi, sehingga katalis dapat digunakan kembali dalam reaksi. Hal ini sangat penting untuk dilakukan, terutama dalam dunia industri, karena pergantian katalis yang terlalu sering akan menurunkan kapasitas produksi, menambah waktu *shutdown* pabrik, dan menambah pengeluaran dalam pembelian bahan baku katalis, dimana katalis umumnya memiliki harga yang cukup tinggi. Oleh sebab itu, adanya regenerasi katalis akan membuat industri beroperasi lebih efektif dan ekonomis.

SJO (*Straight Jatropha Oil*) telah terbukti dapat direngkah melalui mekanisme perengkahan katalitik dengan katalis Alumina JRC-ALO-7 untuk menghasilkan butana. Penggunaan SJO sebagai sumber bahan baku yang bersifat terbarui untuk menghasilkan butana merupakan suatu ide yang prospektif

sehingga dilakukan penelitian lebih lanjut untuk mengembangkan suatu sistem reaksi perengkahan yang dapat memberikan produk butana yang optimal

Pada penelitian ini, ingin dikembangkan suatu sistem regenerasi katalis Alumina JRC-ALO-7 dalam reaksi perengkahan SJO. Oleh sebab itu, reaktan (SJO) akan direngkai dalam 3 bagian reaksi perengkahan, dimana pada setiap bagian akan dilakukan pergantian katalis lama dengan katalis baru, sebagai simulasi sederhana dari regenerasi katalis. Setiap pergantian katalis akan menghasilkan satu siklus reaksi perengkahan katalitik. Reaksi perengkahan dilakukan pada suhu 320°C dan perbandingan massa katalis/SJO = 1:100. Pemilihan suhu dan rasio katalis/SJO didasarkan pada hasil penelitian sebelumnya, oleh Wangsamulia, dkk, dimana pada kondisi inilah diperoleh hasil *yield* butana yang terbaik. Berikut ini gambar yang menunjukkan tiga siklus dari reaksi perengkahan yang dilakukan dalam percobaan penelitian:



Gambar 4.5. Siklus Reaksi Perengkahan Katalitik pada SJO (*Straight Jatropha Oil*) dengan Katalis Alumina
(Pada: $T = 320^{\circ}\text{C}$; Katalis/SJO = 1:100)

Berdasarkan Gambar 4.5, dapat diketahui bahwa sepanjang waktu reaksi:

1. Yield C_4 reaksi I > Yield C_4 reaksi II > Yield C_4 reaksi III

2. Lama jangka waktu terdeaktivasinya katalis reaksi I > Lama jangka waktu terdeaktivasinya katalis reaksi II > Lama jangka waktu terdeaktivasinya katalis reaksi III

Hal ini menandakan bahwa semakin lama, rantai hidrokarbon yang terengkah menjadi butana semakin sedikit dan katalis semakin cepat terdeaktivasi.

Semakin sedikitnya rantai hidrokarbon yang terengkah menjadi butana dikarenakan semakin sedikitnya jumlah olefin yang tersisa, akibat dari tidak diperbaharuinya reaktan, sehingga perengkahan berlangsung secara lebih sulit. Perengkahan akan cenderung terjadi pada ikatan rangkap/ olefin terlebih dahulu. Hal ini disebabkan karena ikatan rangkap memiliki kestabilan yang kurang jika dibandingkan dengan ikatan jenuh/ tunggal/ parafin.

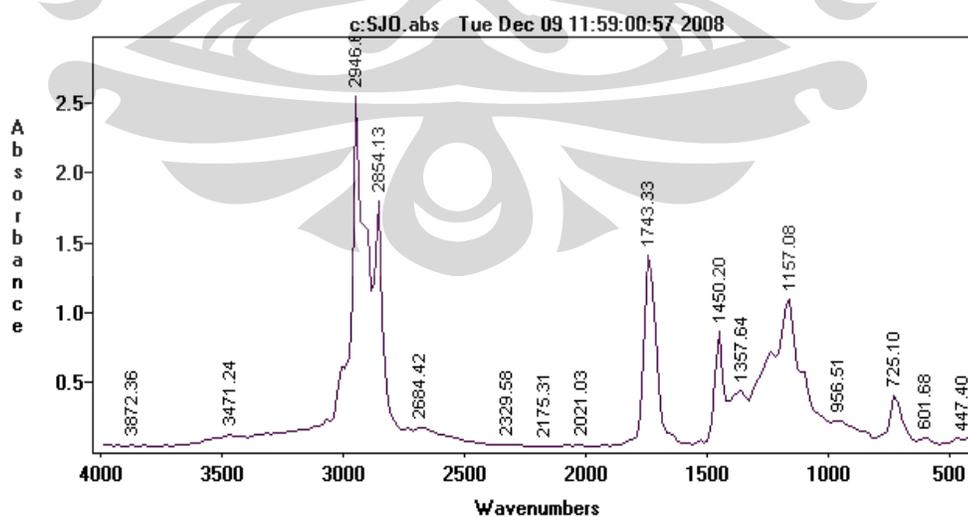
Telah disampaikan pada subbab 4.2, bahwa rantai hidrokarbon yang tersisa dalam produk cair kemungkinan besar akan membentuk polimer hidrokarbon C₂₉:1 (Rohmah, 2008). Hal ini berarti dalam 29 ikatan karbon terdapat 1 karbon yang berikatan rangkap. Sedangkan komponen penyusun rantai hidrokarbon pada SJO adalah 18:1 (asam Oleat) dan 18:2 (asam Linoleat). Oleh sebab itu, semakin banyak polimer yang terbentuk mengakibatkan semakin sedikitnya jumlah olefin atau semakin banyaknya jumlah parafin. Parafin merupakan ikatan hidrokarbon yang cenderung lebih stabil daripada olefin, sehingga lebih sulit untuk direngkah. Semakin banyaknya jumlah parafin menyebabkan dibutuhkan energi yang lebih besar agar perengkahan dapat berlangsung.

Polimer dapat menutup permukaan katalis sehingga menyebabkan *fouling* dan membuat katalis terdeaktivasi (Idem, *et.al.*, 1997). Sepanjang waktu reaksi, reaktan yang digunakan pada reaksi selanjutnya merupakan produk cair dari reaksi sebelumnya. Oleh sebab itu, semakin lama polimer yang terbentuk akan semakin banyak dan *fouling* pun akan terjadi semakin cepat. Hal ini menyebabkan katalis semakin cepat terdeaktivasi.

Gambar 4.6 dan Tabel 4.4 menunjukkan perbandingan hasil analisis FTIR pada SJO murni serta SJO setelah reaksi I, reaksi II, dan reaksi III, dimana absorbansi merefleksikan banyaknya kandungan gugus tersebut dalam sampel.

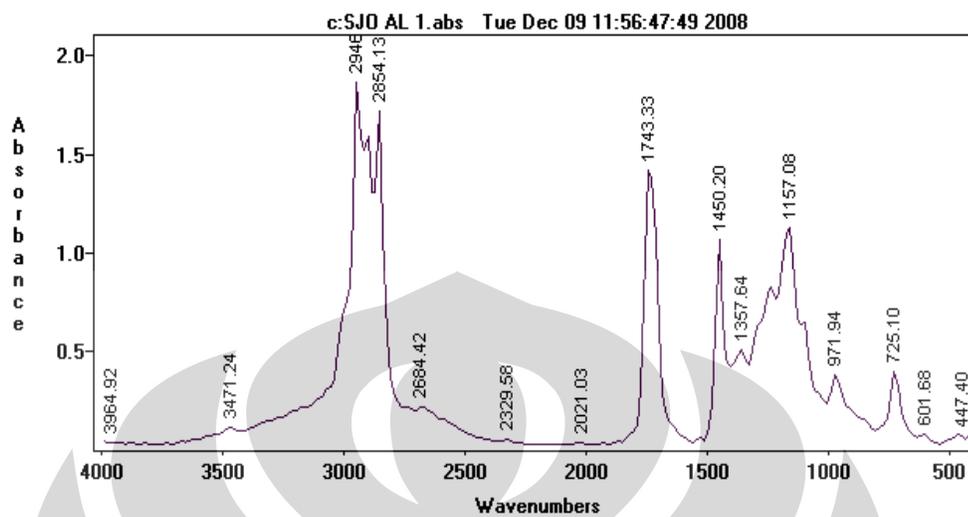
Berdasarkan perubahan absorbansi tersebut, dapat diindikasikan terjadinya reaksi perengkahan selama proses reaksi. Absorbansi ikatan C=O dari SJO dengan produk reaksi tidak mengalami perubahan (Wangsamulia, 2008). Hal ini menunjukkan bahwa reaksi perengkahan SJO akan lebih cenderung untuk merengkah ikatan C-C atau C=C daripada penghilangan gugus C=O. Informasi ini diperkuat dengan hasil analisa GC di mana produk CO₂ di dalam gas yang terbentuk pada reaksi perengkahan tak terdeteksi. Oleh sebab itu, nilai absorbansi ikatan C=O akan dijadikan referensi dalam penentuan nilai absorbansi pada pembacaan hasil analisis FTIR pada sampel SJO ini.

Perengkahan terutama ditunjukkan dengan perbedaan absorbansi pada SJO dengan produk cair adalah pada penurunan gugus ester (O-C=O) yang menunjukkan terjadinya pelepasan gugus ester dari senyawa trigliserida. Pada Tabel 4.4, juga terlihat penurunan absorbansi alkil, baik -CH₃, =CH₂ maupun -(CH)_n-. Hal ini menunjukkan berkurangnya rantai hidrokarbon yang terkandung di dalam SJO akibat adanya perengkahan. Perengkahan yang terjadi akan menghasilkan gas berupa hidrokarbon rantai pendek yang terlepas ke udara sehingga menurunkan absorbansi dari -(CH)_n-. Sementara, hidrokarbon sisa dari perengkahan tersebut saling berikatan sehingga menurunkan absorbansi gugus alkil. Akibatnya, terbentuk residu dengan densitas yang lebih tinggi sebagaimana dijelaskan pada subbab 4.2.

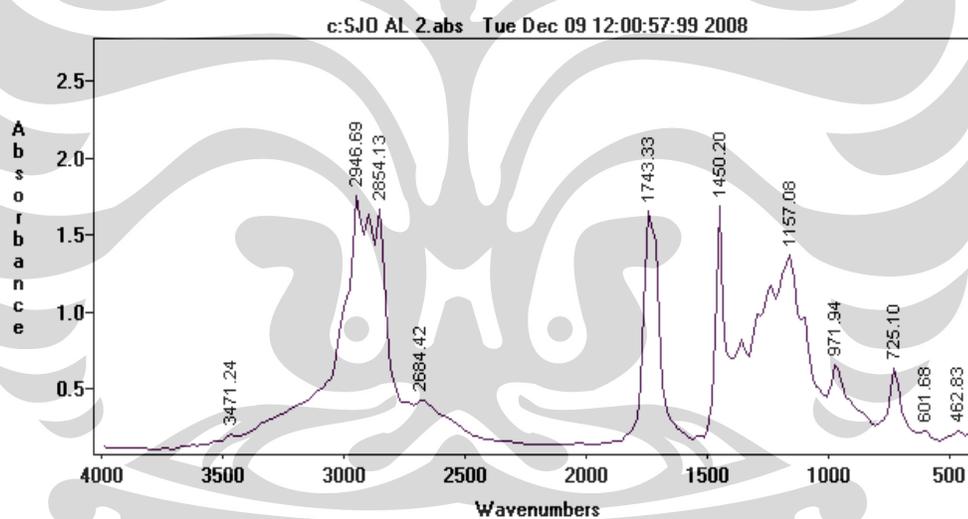


Universitas Indonesia

(a)

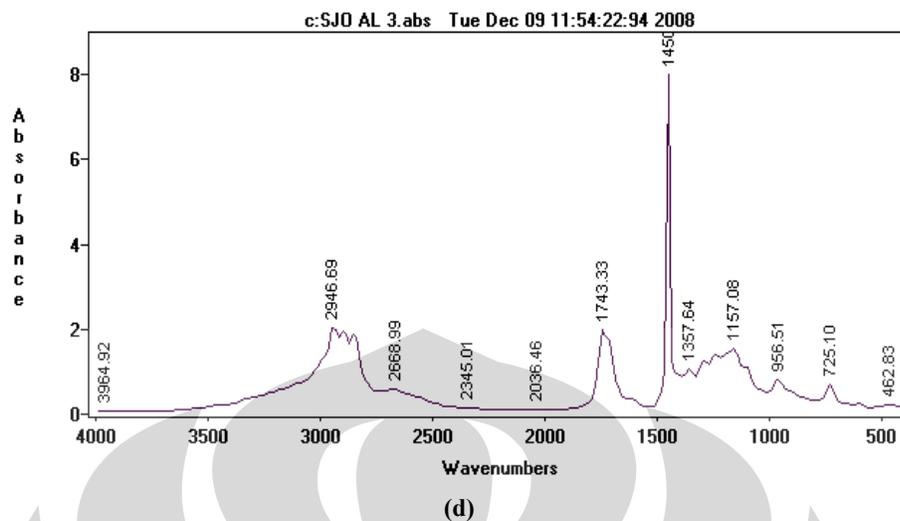


(b)



(c)

Universitas Indonesia

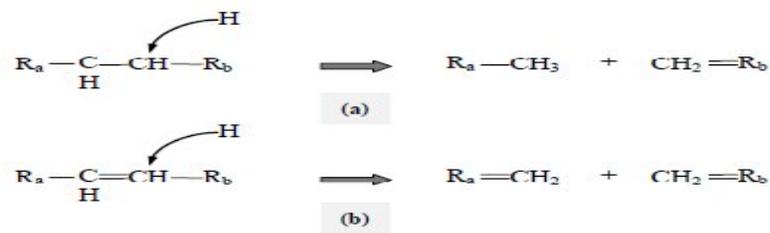


Gambar 4.6. Spektra FTIR (a) SJO, (b) Produk Cair Reaksi I, (c) Produk Cair Reaksi II, dan (d) Produk Cair Reaksi III

Tabel 4.4. Perbandingan Analisis FTIR SJO dan Produk Cair SJO pada Setiap Siklus Reaksi

Jenis Ikatan	Panjang Gelombang	Absorbansi pada SJO			
		Murni	Reaksi I	Reaksi II	Reaksi III
-CH ₃	2946,69	2,55	1,77	1,43	0,99
=CH ₂	2854,13	1,73	1,68	1,36	0,93
C=C	1697,05	0,47	0,62	0,77	0,63
O-C=O	1157,08	1,09	1,02	1,00	0,76
(CH) _n	725,10	0,42	0,40	0,40	0,35

Perengkahan akan menaikkan absorbansi ikatan C=C seperti yang terlihat pada Tabel 4.4. Apabila suatu parafin direngkah, maka akan terbentuk parafin dan olefin dengan rantai yang lebih pendek. Sementara jika kita merengkah olefin maka akan terbentuk dua buah olefin dengan rantai yang lebih pendek jika dibandingkan olefin sebelumnya, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.7. Hal inilah yang menyebabkan jumlah C=C bertambah pada produk cair.



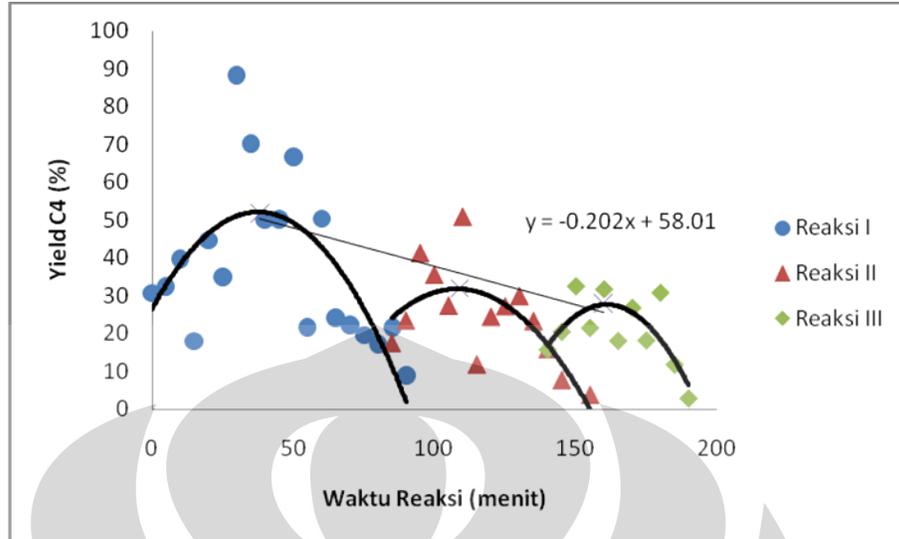
Gambar 4.7. Reaksi Perengkahan Pada (a) Parafin (b) Olefin

4.4 Simulasi Jumlah Siklus Reaksi Perengkahan Katalitik

Simulasi jumlah siklus reaksi ini bertujuan untuk menentukan waktu reaksi total perengkahan SJO dan *yield* butana rata-rata yang dapat dihasilkan. Berdasarkan data percobaan, telah diperoleh grafik perbandingan besar *yield* C₄ terhadap waktu untuk 3 siklus reaksi, seperti yang dapat dilihat pada Gambar 4.5. Selanjutnya, berdasarkan data percobaan 3 siklus yang telah diperoleh, akan disimulasikan prediksi dari siklus-siklus selanjutnya.

4.4.1 Menentukan Waktu Total Reaksi

Berdasarkan tiga buah siklus reaksi yang telah diplot perbandingan *yield* C₄ terhadap waktu reaksi, berdasarkan data hasil percobaan, dapat ditentukan persamaan garis untuk *yield* C₄ maksimum pada ketiga siklus reaksi. Hasil persamaan garis untuk *yield* maksimum pada ketiga siklus tersebut ditunjukkan pada Gambar 4.8.



Gambar 4.8. Persamaan Garis untuk *Yield C₄* Maksimum pada Setiap Siklus

Dengan asumsi bahwa siklus-siklus selanjutnya akan menunjukkan perubahan dengan fenomena yang sama seperti yang terjadi pada tiga siklus reaksi yang pertama, maka persamaan garis tersebut dapat digunakan untuk mencari besar *yield C₄* maksimum di setiap siklus reaksi perengkahan katalitik pada SJO dengan katalis Alumina pada 200°C dan rasio katalis/SJO = 1:100. Jadi, persamaan garis untuk mencari nilai *yield C₄* maksimum di setiap siklus adalah:

$$y = -0,202 x + 58,01 \quad (4.1)$$

dengan: y adalah % *yield C₄* maksimum.

x adalah waktu terjadinya *yield C₄* maksimum pada sebuah siklus.

Oleh karena variabel x dan y tidak diketahui, maka salah satu variabel diasumsikan. Dalam hal ini, variabel y (*yield C₄* maksimum) akan diasumsikan untuk mencari waktu total reaksi. Asumsinya adalah reaksi perengkahan dihentikan apabila $yield C_4 \leq 10\%$. Jadi, berdasarkan asumsi ini, maka waktu reaksi yang dibutuhkan untuk mencapai *yield C₄* maksimum sebesar 10% adalah:

$$y = -0,202 x + 58,01$$

$$10 = -0,202 x + 58,01$$

$$x = 238 \text{ menit}$$

Waktu ini dianggap sebagai waktu total reaksi. Jadi, total waktu reaksi hingga *yield C₄* maksimum 10% adalah 238 menit.

Universitas Indonesia

4.4.2 Menentukan Jumlah Siklus Reaksi Perengkahan

Persamaan untuk menentukan jumlah siklus reaksi adalah:

$$\text{Banyak siklus} = \text{waktu reaksi total} / \text{waktu reaksi setiap siklus}$$

Waktu reaksi untuk setiap siklus pada reaksi perengkahan katalitik tidak sama karena adanya faktor deaktivasi katalis. Oleh sebab itu, untuk mengetahui waktu reaksi setiap siklus dibutuhkan konstanta pengali sebagai faktor deaktivasi katalis terhadap laju reaksi.

Secara teoritis, konstanta deaktivasi katalis dapat ditentukan dengan penjelasan reaksi kinetika, sehingga dengan memperhitungkan konstanta deaktivasi katalis, persamaan laju reaksi dari sebuah reaksi akan menjadi seperti berikut:

$$-r'_A = k' a(t) C_A \quad (4.2)$$

Dengan: r = laju reaksi

K = konstanta laju reaksi

$a(t)$ = konstanta deaktivasi katalis

C = konsentrasi

Akan tetapi, karena reaksi perengkahan rantai hidrokarbon trigliserida merupakan reaksi yang sangat kompleks, maka penetapan konstanta deaktivasi katalis secara kinetika tidak diterapkan.

Setiap pergantian siklus, menandakan pergantian katalis. Siklus berganti apabila *yield* C_4 yang dihasilkan sudah di bawah 10%. Oleh sebab itu, berdasarkan Gambar 4.8, dapat dianalisis bahwa panjang waktu reaksi selanjutnya adalah 0,75 dari panjang waktu reaksi pada reaksi sebelumnya. Data panjang waktu reaksi tiga siklus pertama reaksi perengkahan ditunjukkan pada Tabel 4.5.

Tabel 4.5. Waktu Reaksi untuk Ketiga Siklus

Siklus	Panjang Waktu Reaksi (menit)
I	80
II	60
III	45

Universitas Indonesia

Dengan diketahui konstanta laju deaktivasi katalis, maka panjang waktu reaksi untuk siklus-siklus selanjutnya dapat diketahui, dengan waktu reaksi total untuk keseluruhan siklus adalah 238 menit. Panjang waktu reaksi untuk setiap siklus ditunjukkan pada Tabel 4.6.

Tabel 4.6. Waktu Reaksi untuk Setiap Siklus

Siklus	Panjang Waktu Reaksi (menit)
I	80
II	60
III	45
IV	34
V	19
Σ	238

Jadi, berdasarkan panjang waktu reaksi setiap siklus maka diketahui bahwa terdapat 5 siklus reaksi perengkahan atau dilakukan 5 kali pergantian katalis.

4.4.3 Menentukan *Yield C₄* Rata-Rata

Telah diketahui bahwa akan terdapat 5 siklus reaksi dalam perengkahan katalitik SJO dengan menggunakan katalis Alumina, pada suhu reaksi 320°C dan rasio katalis/SJO = 1:100. Telah diketahui panjang waktu setiap siklus reaksi dan persamaan garis untuk menentukan besar *yield C₄* maksimum pada setiap siklus. Selanjutnya, untuk mencari *yield C₄* rata-rata untuk seluruh siklus perlu diketahui luas area di bawah kurva untuk kemudian dibagi dengan panjang sumbu x (waktu reaksi) pada kurva. Untuk mengetahui luas area kurva, maka diperlukan tinggi kurva, yaitu besar *yield C₄* maksimum dari setiap kurva. Jadi, perlu diprediksi waktu terjadinya *yield C₄* maksimum pada setiap siklus.

Berdasarkan perbandingan antara waktu terjadinya *yield C₄* maksimum, diketahui bahwa rata-rata *yield C₄* maksimum terjadi pada 46,7% dari panjang

waktu reaksinya. Data perbandingan waktu terjadinya *yield* C₄ maksimum ditampilkan pada Tabel 4.7.

Tabel 4.7. Perbandingan Waktu Terjadinya *Yield* C₄ Maksimum

Siklus	Panjang Waktu Reaksi (menit)	Waktu Terjadinya <i>Yield</i> C ₄ Maksimum (menit)	Perbandingan (%)
I	80	38	47,5
II	60	29	48,3
III	45	20	44,4
Rata-rata			46,7

Kemudian dengan mengasumsikan bahwa fenomena siklus-siklus reaksi selanjutnya adalah sama dengan fenomena ketiga siklus pertama, maka *yield* C₄ maksimum terjadi di setiap 46,7% dari panjang waktu reaksi. Waktu terjadinya *yield* C₄ maksimum kemudian dimasukkan pada persamaan 4.1 sehingga diperoleh *yield* maksimum untuk setiap siklus. Jumlah dari nilai *yield* maksimum dikalikan dengan panjang waktu reaksi merupakan luas area kurva. Selanjutnya untuk mencari *yield* rata-rata, luas kurva dibagi dengan total waktu reaksi, sehingga diperoleh *yield* C₄ rata-rata dari reaksi perengkahan katalitik pada SJO dengan katalis Alumina pada suhu reaksi 320°C dan rasio katalis/SJO = 1:100 adalah 34,4%. Sedangkan konversi rata-rata, berdasarkan perhitungan data hasil penelitian yang telah diperoleh, adalah sebesar 51%. Berikut ini adalah perbandingan *yield* C₄ rata-rata dari hasil perengkahan katalitik pada trigliserida, yang diperoleh pada beberapa percobaan lainnya:

Tabel 4.8. Perbandingan *Yield C₄* pada Beberapa Hasil Penelitian

Percobaan	<i>Yield C₄</i> Rata-Rata (%)
Liana, dkk. Reaktan: SJO (<i>Straight Jatropha Oil</i>) Katalis: Alumina JRC-ALO-7 Suhu Reaksi: 320°C	34,4
Tantono, dkk Reaktan: SJO (<i>Straight Jatropha Oil</i>) Katalis: Zeolit HZSM-5 Suhu Reaksi: 340°C	29,6
Resita, dkk Reaktan: CPO (<i>Crude Palm Oil</i>) Katalis: Alumina JRC-ALO-7 Suhu Reaksi: 340°C	16,7
Twaiq, <i>et.al.</i> Reaktan: CPO (<i>Crude Palm Oil</i>) Katalis: HZSM-5 Suhu Reaksi: 400°C	16,6
Idem, <i>et.al.</i> Reaktan: <i>Canola Oil</i> Katalis: Silika Alumina Suhu Reaksi: 500°C	7,7

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Kesimpulan yang dapat diambil dari penelitian ini antara lain:

1. Optimasi sintesis hidrokarbon fraksi butana dari minyak jarak melalui mekanisme perengkahan katalitik menggunakan katalis alumina telah berhasil dilakukan dengan mengadakan pergantian katalis sehingga menghasilkan siklus reaksi perengkahan katalitik.
2. Waktu reaksi perengkahan katalitik dalam sintesis hidrokarbon fraksi butana pada minyak jarak dengan menggunakan katalis alumina adalah 238 menit, dengan 5 siklus perengkahan, dan *yield* butana rata-rata sebesar 34,4%.
3. Penyebab utama terdeaktivasinya katalis Alumina JRC-ALO-7 dalam reaksi perengkahan katalitik dalam sintesis hidrokarbon fraksi butana pada minyak jarak adalah *fouling* akibat terbentuknya polimer pada produk cair.

5.2 Saran

Saran yang diberikan berdasarkan hasil penelitian ini yaitu untuk mengoptimalkan sintesis hidrokarbon fraksi butana dari minyak jarak melalui mekanisme perengkahan katalitik menggunakan katalis alumina maka perlu dilakukan sistem pergantian katalis yang lama dengan katalis baru. Pada suhu reaksi 320°C dan rasio katalis/minyak jarak 1:100, pergantian katalis dilakukan sebanyak 5 kali dengan waktu reaksi 238 menit. Dengan melakukan optimasi tersebut, maka dapat diperoleh *yield* butana rata-rata adalah 34,4%.

DAFTAR REFERENSI

- Bevy, L. P. (2006). Trends in Catalysis Research. Nova Publisher.
- Diyanto, T. (2008). *Pengolahan Minyak Jarak Menjadi Fraksi Hidrokarbon C₃ dan C₄ Melalui Reaksi Perengkahan Katalitik dengan Katalis Zeolit*. Depok: Departemen Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Indonesia.
- Fogler, H.S. (1999). *Elements of Chemical Reaction Engineering 3rd ed.* New Jersey: Prentice Hall.
- Hidayat, M. (2007). *Sintesis Hidrokarbon Fraksi C₃ dan C₄ dari Minyak Kelapa Sawit Melalui Reaksi Perengkahan Katalitik Menggunakan Katalis Alumina*. Skripsi. Depok: Departemen Teknik Kimia FTUI.
- Idem, R.O., Katikaneni, S.P.R., & Bakhshi, N.N. (1997). Catalytic Conversion of Canola Oil to Fuels and Chemicals: Rules of Catalyst Acidity, Basicity and Shape Selectivity on Product Distribution. *Elsevier Journal of Fuel Processing Technology*, 51, 101-125.
- Iskandar, U. P. (2007). *Konversi Katalitik Minyak Jarak Pagar Menjadi Bahan Bakar Setaraf Fraksi Bensin Menggunakan Katalis Alumina*. Skripsi. Depok: Teknik Kimia FTUI.
- Iswara, G. (2006). *Sintesis Bensin Bio dari Minyak Kelapa Sawit melalui Reaksi Perengkahan Katalitik pada Fasa Cair Menggunakan Katalis H-Zeolit*. Skripsi. Depok: Departemen Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Indonesia.
- Lee, J.C., Trimm, D.L., Wainwright, M.S., Cant, N.W., Kohler, M.A., & Onuoha, N.I. Copper Catalysts for The Hydrolysis of Acrylonitrile to Acrylamide: Deactivation and Cure. *Elsevier Journal of Catalyst Deactivation*.
- Kandpal, J. B., & Madan, M. (1994). *Jatropha curcas : A Renewable Source Of Energy For Meeting Future Energy Needs*.
- Manurung, R. (2005). *Straight Jatropha Oil: Promising Green Fuel*. (Gajah Mada University, Performer)

- Moestika, A. (2004). *Pembuatan Biogasoline dari Minyak Kelapa Sawit Melalui Reaksi Perengkahan Dengan Menggunakan Katalis Alumina*. Skripsi. Depok: Teknik Kimia FTUI.
- Richardson, J. T. (1989). *Principles of Catalyst Development*. New York: Plenum Press.
- Rohmah, E. N. (2008). *Rekayasa Minyak Jarak (Jatropha Oil) Menjadi Bahan Bakar Setara Solar Melalui Proses Thermal Cracking*. Thesis. Depok: Departemen Teknik Kimia FTUI.
- Santoso, A. (2009). *Kajian Produk Agroindustri yang Potensial dan Feasibel untuk Dikembangkan sebagai Bahan Baku Biodiesel di Indonesia*. http://fisika.brawijaya.ac.id/bss-ub/proceeding/PDF%20FILES/BSS_251_1.pdf
- Speight, J. (1991). *The Chemistry and Technology of Petroleum*. New York: Marcel Dekker Inc.
- Twaiq, F. A., Zabidi, N. A., & Bhatia, S. (1999). Catalytic Conversion of Palm to Hydrocarbons of Various Zeolite Catalysts. *Elsevier Journal of Fuel Processing Technology*, 38, 3230-3237.
- Twigg, M. (1989). *Handbook of Commercial Catalyst*. USA: Wolfe Publishing Ltd.
- Wangsamulia, D. (2008). *Pengolahan Minyak Jarak Pagar untuk Sintesa Fraksi C₃ dan C₄ dengan Reaksi Perengkahan Katalitik Menggunakan Katalis Alumina (Al₂O₃)*. Depok: Departemen Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Indonesia.
- Wikipedia. (2009, April 14). *Aluminium oxide*. Retrieved April 15, 2009, from Wikipedia: http://en.wikipedia.org/wiki/Aluminium_oxide
- Wikipedia. (2009, November 25). *Linoleic Acid*. Retrieved November 2009, 2008, from Wikipedia: http://en.wikipedia.org/wiki/Linoleic_acid
- Wikipedia. (2009, November 17). *Oleic Acid*. Retrieved November 27, 2009, from Wikipedia: http://en.wikipedia.org/wiki/Oleic_acid

LAMPIRAN

Hasil Kalibrasi Data *Gas Chromatography*

Waktu (menit)	Siklus	i-C4	n-C4	Udara
0	I	0	0.106256345	0.653958971
5		0.01868777	0.093088867	0.655740588
10		0.02070366	0.118879173	0.648734938
15		0	0.065645436	0.634861717
20		0.03426467	0.134114017	0.62279121
25		0.00629872	0.110477379	0.665672771
30		0.0082654	0.14331169	0.828666811
35		0.01702526	0.14055584	0.776000736
40		0	0.178006248	0.644592533
45		0	0.201370562	0.598941698
50		0	0.209778109	0.685982061
55		0	0.118330688	0.451683043
60		0	0.186149142	0.630546712
65		0.01525391	0.086767864	0.577821187
70		0	0.089487276	0.597833221
75		0	0.088794958	0.547832861
80		0	0.087533059	0.492489566
85		0.0115278	0.060722494	0.585219982
90		0	0.085878015	0.632146141
95		0	0.160611983	0.610258518
100	0.01042294	0.095693213	0.7008065	
105	0.03662349	0.078477302	0.578314056	
110	0.01789156	0.137784648	0.693478663	
115	II	0	0.048439113	0.589945392
120		0.01757546	0.084554746	0.580868539
125		0.02047702	0.088422909	0.598769098
130		0	0.090501782	0.696880805
135		0	0.065806529	0.717040508
140		0	0.05052374	0.681107064

Hasil Kalibrasi Data *Gas Chromatography* (sambungan)

Waktu (menit)	Siklus	i-C4	n-C4	Udara
145	III	0	0.070165643	0.556046713
150		0	0.07295026	0.645219647
155		0.021161409	0.06567612	0.733761632
160		0.021933768	0.068307314	0.582080576
165		0.021237452	0.0717574	0.707800644
170		0	0.067072264	0.630679039
175		0	0.11095107	0.587958572
180		0	0.064870652	0.64545937
185		0.02154908	0.103680766	0.594927784

