OPTIMASI SINTESIS HIDROKARBON FRAKSI BUTANA DARI MINYAK JARAK MELALUI REAKSI PERENGKAHAN KATALITIK DENGAN KATALIS ZSM-5

SKRIPSI

ELLEN TANTONO 0606076311



UNIVERSITAS INDONESIA FAKULTAS TEKNIK PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA DEPOK DESEMBER 2009

OPTIMASI SINTESIS HIDROKARBON FRAKSI BUTANA DARI MINYAK JARAK MELALUI REAKSI PERENGKAHAN KATALITIK DENGAN KATALIS ZSM-5

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana

ELLEN TANTONO 0606076311



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 : Ellen Tantono

NPM : 0606076311

Tanda Tangan:

Tanggal: 28 Desember 2009

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh
Nama: Ellen Tantono
NPM: 0606076311

Program Studi : Teknik Kimia

Judul Skripsi : Optimasi Sintesis Hidrokarbon Fraksi Butana Dari

Minyak Jarak Melalui Reaksi Perengkahan

Katalitik Dengan Katalis ZSM-5

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. M. Nasikin, M. Eng (

Penguji : Dr. Ir. Slamet, M.T. (

Penguji : Ir. Setiadi, M.Eng. (

Ditetapkan di : Depok

Tanggal: 28 Desember 2009

UCAPAN TERIMA KASIH

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 Departemen 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, selaku dosen pembimbing yang telah menyediakan waktu, tenaga, dan pikiran untuk mengarahkan saya dalam penyusunan seminar ini;
- (2) Ir. Praswasti PDK Wulan, MT, selaku dosen pembimbing akademik yang telah menyediakan waktu dan membantu kehidupan akademik perkuliahan selama ini;
- (3) Para dosen Departemen Teknik Kimia FTUI yang telah memberikan ilmu dan membagi wawasannya;
- (4) Ibu dan kakak-kakak yang selalu memberi dukungan dan semangat;
- (5) Teguh yang selalu memberi perhatian, dukungan dan semangat, serta bantuannya dalam memberikan penjelasan, informasi dan berbagi pengalaman;
- (6) Kang Djajat dan Mang Ijal sebagai penanggung jawab laboratorium yang selalu mendampingi selama saya penelitian;
- (7) Kak Sugiarti atas kebaikan, informasi, bantuan dan minyak jarak pagar yang diberikan untuk penelitian;
- (8) Rusydi dan Doni yang telah memberikan penjelasan, informasi dan berbagi pengalaman penelitian, serta Doni yang telah bersedia datang untuk membantu saat penelitian;
- (9) Anny, Catherine, Pingkan, Yeni, Francy, Linna dan Refani atas dukungan dan persahabatannya;

- (10) Yeni, Falah, Nerissa, dan Ayu yang sudah membantu dalam pencarian sumber dan saling bertukar wawasan serta informasi yang ada;
- (11) Fikri, Jaywaine, Mei dan Kevin selaku teman kelompok perancangan atas kerja sama dan pengertiannya;
- (12) Semua teman-teman yang tidak dapat disebutkan satu demi satu, yang selalu memberikan informasi dan bantuan semangat dikala susah;
- (13) Semua pihak yang telah membantu dalam menyelesaikan skripsi ini secara langsung maupun tidak langsung.

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

Ellen Tantono

HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS

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

Nama : Ellen Tantono
NPM : 0606076311
Program studi : Teknik Kimia
Departemen : Teknik Kimia
Fakultas : Fakultas Teknik

Jenis Karya : Skripsi

demi 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 Hidrokarbon Fraksi Butana Dari Minyak Jarak Melalui Reaksi Perengkahan Katalitik Dengan Katalis ZSM-5

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (database), merawat, dan mempublikasikan tugas akhir saya tanpa meminta izin dari 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

(Ellen Tantono)

ABSTRAK

Nama : Ellen Tantono Program Studi : Teknik Kimia

Judul : Optimasi Sintesis Hidrokarbon Fraksi Butana Dari Minyak

Jarak Melalui Reaksi Perengakahan Katalitik Dengan Katalis

ZSM-5

Penelitian sebelumnya tentang sintesis hidrokarbon fraksi C₄ dari minyak jarak (SJO) menggunakan katalis zeolit menunjukkan terjadinya penurunan *yield* C₄ akibat deaktivasi katalis. Dalam penelitian ini dilakukan optimasi sintesis hidrokarbon fraksi C₄ dengan meningkatkan suhu pemasukan katalis menjadi 320°C dan melakukan sistem siklus pergantian katalis. Reaksi dilakukan pada pada fasa cair dan tekanan atmosferik dalam reaktor tumpak, dengan suhu reaksi 340°C dan rasio massa katalis/SJO sebesar 1:100. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa sistem siklus pergantian katalis dapat meningkatkan *yield* C₄, dimana kondisi optimal reaksi perengkahan katalitik berupa 5 siklus reaksi perengkahan katalitik dengan waktu reaksi total 335 menit dan *yield* C₄ rata-rata sebesar 29,6%.

Kata kunci:

Minyak jarak, perengkahan katalitik, katalis zeolit, hidrokarbon fraksi C₄, pergantian katalis, deaktivasi katalis.

ABSTRACT

Name : Ellen Tantono

Study Program: Chemical Engineering

Title : Optimization of Butane Hydrocarbon Fraction Synthesis From

Jatropha Oil Using Catalytic Cracking Reaction With ZSM-5

Catalyst

Past research regarding hydrocarbon fraction C_4 synthesis from Jatropha oil (SJO) by using Zeolit catalyst shows decrease of C_4 yield due to catalyst deaktivation. In this research optimation of hydrocarbon fraction C_4 synthesis is done by increasing the catalyst feeding temperature to $320^{\circ}C$ and by doing catalyst replacement cycle system. Reaction was done in liquid phase and atmospheric pressure in batch reactor, with reaction temperature of $340^{\circ}C$ and ratio of catalyst mass/SJO 1:100. The result of the research shows that the replacement cycle system can improve the yield of C_4 , where the optimum condition of the catalytic cracking is at 5 cycle of catalytic cracking reaction with total reaction time of 335 minutes and average C_4 yield of 29.6 %.

Key words:

Jatropha oil, catalytic cracking, zeolite catalyst, C₄ fraction hydrocarbon, catalyst replacement, catalyst deactivation.

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
UCAPAN TERIMA KASIH	iv
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH	V
ABSTRAK	vi
ABSTRACT	vii
DAFTAR ISI	iix
DAFTAR TABEL	X
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
DAFTAR SINGKATAN	xiv
1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	∠
1.4 Batasan Masalah	
1.5 Sistematika Penulisan	4
2. TINJAUAN PUSTAKA	.,4 6
2.1 Bahan Baku dan Produk	<i>6</i>
2.1.1 Minyak Jarak	., (
2.1.2 Butana	8
2.1.3 LPG (Liquified Petroleum Gas)	<u>9</u>
2.1.3 LPG (Liquified Petroleum Gas)	9
2.1.3 LPG (<i>Liquified Petroleum Gas</i>)	9 12
2.1.3 LPG (<i>Liquified Petroleum Gas</i>)	9 12 13
2.1.3 LPG (Liquified Petroleum Gas) 2.1.4 Katalis Zeolit RCC (Residue Catalytic Cracking) 2.2 Perengkahan Katalitik 2.3 Deaktivasi Katalis 2.3.1 Poisoning	9 12 13
2.1.3 LPG (Liquified Petroleum Gas) 2.1.4 Katalis Zeolit RCC (Residue Catalytic Cracking) 2.2 Perengkahan Katalitik 2.3 Deaktivasi Katalis 2.3.1 Poisoning 2.3.2 Sintering	9 12 13 14
2.1.3 LPG (Liquified Petroleum Gas) 2.1.4 Katalis Zeolit RCC (Residue Catalytic Cracking) 2.2 Perengkahan Katalitik 2.3 Deaktivasi Katalis 2.3.1 Poisoning 2.3.2 Sintering 2.3.3 Fouling	9 12 13 14
2.1.3 LPG (Liquified Petroleum Gas) 2.1.4 Katalis Zeolit RCC (Residue Catalytic Cracking) 2.2 Perengkahan Katalitik 2.3 Deaktivasi Katalis 2.3.1 Poisoning 2.3.2 Sintering 2.3.3 Fouling 2.3.3.1 Coking.	9 13 13 14 14
2.1.3 LPG (Liquified Petroleum Gas) 2.1.4 Katalis Zeolit RCC (Residue Catalytic Cracking) 2.2 Perengkahan Katalitik 2.3 Deaktivasi Katalis 2.3.1 Poisoning 2.3.2 Sintering 2.3.3 Fouling 2.3.3 Fouling 2.3.3.1 Coking 2.3.3.2 Asal Mula dan Sifat dari Coking	12 13 14 14 14
2.1.3 LPG (Liquified Petroleum Gas) 2.1.4 Katalis Zeolit RCC (Residue Catalytic Cracking) 2.2 Perengkahan Katalitik 2.3 Deaktivasi Katalis 2.3.1 Poisoning 2.3.2 Sintering 2.3.3 Fouling 2.3.3 Fouling 2.3.3.1 Coking 2.3.3.2 Asal Mula dan Sifat dari Coking 2.3.3.3 Komposisi dan Pembentukkan Coke	12 13 14 14 15
2.1.3 LPG (Liquified Petroleum Gas) 2.1.4 Katalis Zeolit RCC (Residue Catalytic Cracking) 2.2 Perengkahan Katalitik 2.3 Deaktivasi Katalis 2.3.1 Poisoning 2.3.2 Sintering 2.3.3 Fouling 2.3.3.1 Coking 2.3.3.2 Asal Mula dan Sifat dari Coking 2.3.3.3 Komposisi dan Pembentukkan Coke 2.3.3.4 Laju Pembentukkan Coke	9 13 13 14 14 15 15
2.1.3 LPG (Liquified Petroleum Gas) 2.1.4 Katalis Zeolit RCC (Residue Catalytic Cracking) 2.2 Perengkahan Katalitik 2.3 Deaktivasi Katalis 2.3.1 Poisoning 2.3.2 Sintering 2.3.2 Sintering 2.3.3 Fouling 2.3.3.1 Coking 2.3.3.2 Asal Mula dan Sifat dari Coking 2.3.3.3 Komposisi dan Pembentukkan Coke 2.3.3.4 Laju Pembentukkan Coke 2.3.3.5 Regenerasi Katalis	9 12 13 14 14 15 16
2.1.3 LPG (Liquified Petroleum Gas) 2.1.4 Katalis Zeolit RCC (Residue Catalytic Cracking) 2.2 Perengkahan Katalitik 2.3 Deaktivasi Katalis 2.3.1 Poisoning 2.3.2 Sintering 2.3.3 Fouling 2.3.3 Fouling 2.3.3.1 Coking 2.3.3.2 Asal Mula dan Sifat dari Coking 2.3.3.3 Komposisi dan Pembentukkan Coke 2.3.3.4 Laju Pembentukkan Coke 2.3.3.5 Regenerasi Katalis 2.4 Metode Analisa.	13 13 14 14 15 16 17
2.1.3 LPG (Liquified Petroleum Gas) 2.1.4 Katalis Zeolit RCC (Residue Catalytic Cracking) 2.2 Perengkahan Katalitik 2.3 Deaktivasi Katalis 2.3.1 Poisoning 2.3.2 Sintering 2.3.3 Fouling 2.3.3 Fouling 2.3.3.1 Coking 2.3.3.2 Asal Mula dan Sifat dari Coking 2.3.3.3 Komposisi dan Pembentukkan Coke 2.3.3.4 Laju Pembentukkan Coke 2.3.3.5 Regenerasi Katalis 2.4 Metode Analisa 2.4.1 Metode Kromatografi Gas	13 13 14 14 15 15 15
2.1.3 LPG (Liquified Petroleum Gas) 2.1.4 Katalis Zeolit RCC (Residue Catalytic Cracking) 2.2 Perengkahan Katalitik 2.3 Deaktivasi Katalis 2.3.1 Poisoning 2.3.2 Sintering 2.3.2 Sintering 2.3.3 Fouling 2.3.3 Fouling 2.3.3.1 Coking 2.3.3.2 Asal Mula dan Sifat dari Coking 2.3.3.3 Komposisi dan Pembentukkan Coke 2.3.3.4 Laju Pembentukkan Coke 2.3.3.5 Regenerasi Katalis 2.4 Metode Analisa 2.4.1 Metode Kromatografi Gas 2.4.2 Metode Fourier Transform Infrared Spectrometer (FTIR)	13 14 14 15 15 17 17
2.1.3 LPG (Liquified Petroleum Gas) 2.1.4 Katalis Zeolit RCC (Residue Catalytic Cracking) 2.2 Perengkahan Katalitik 2.3 Deaktivasi Katalis 2.3.1 Poisoning 2.3.2 Sintering 2.3.3 Fouling 2.3.3 Fouling 2.3.3.1 Coking 2.3.3.2 Asal Mula dan Sifat dari Coking 2.3.3.3 Komposisi dan Pembentukkan Coke 2.3.3.4 Laju Pembentukkan Coke 2.3.3.5 Regenerasi Katalis 2.4 Metode Analisa 2.4.1 Metode Kromatografi Gas	13 14 14 15 15 17 17
2.1.3 LPG (Liquified Petroleum Gas) 2.1.4 Katalis Zeolit RCC (Residue Catalytic Cracking) 2.2 Perengkahan Katalitik 2.3 Deaktivasi Katalis 2.3.1 Poisoning 2.3.2 Sintering 2.3.3 Fouling 2.3.3.1 Coking 2.3.3.2 Asal Mula dan Sifat dari Coking 2.3.3.3 Komposisi dan Pembentukkan Coke 2.3.3.4 Laju Pembentukkan Coke 2.3.3.5 Regenerasi Katalis 2.4 Metode Analisa 2.4.1 Metode Kromatografi Gas 2.4.2 Metode Fourier Transform Infrared Spectrometer (FTIR) 2.5 Penelitian Pendahulu	
2.1.3 LPG (Liquified Petroleum Gas) 2.1.4 Katalis Zeolit RCC (Residue Catalytic Cracking) 2.2 Perengkahan Katalitik 2.3 Deaktivasi Katalis 2.3.1 Poisoning 2.3.2 Sintering 2.3.2 Sintering 2.3.3 Fouling 2.3.3.1 Coking 2.3.3.2 Asal Mula dan Sifat dari Coking 2.3.3.3 Komposisi dan Pembentukkan Coke 2.3.3.4 Laju Pembentukkan Coke 2.3.3.5 Regenerasi Katalis 2.4 Metode Analisa 2.4.1 Metode Kromatografi Gas 2.4.2 Metode Fourier Transform Infrared Spectrometer (FTIR) 2.5 Penelitian Pendahulu 3. METODE PENELITIAN	13 14 14 15 16 17 17 18 21
2.1.3 LPG (Liquified Petroleum Gas) 2.1.4 Katalis Zeolit RCC (Residue Catalytic Cracking) 2.2 Perengkahan Katalitik 2.3 Deaktivasi Katalis 2.3.1 Poisoning 2.3.2 Sintering 2.3.3 Fouling 2.3.3 Fouling 2.3.3.1 Coking 2.3.3.2 Asal Mula dan Sifat dari Coking 2.3.3.3 Komposisi dan Pembentukkan Coke 2.3.3.4 Laju Pembentukkan Coke 2.3.3.5 Regenerasi Katalis 2.4 Metode Analisa 2.4.1 Metode Kromatografi Gas 2.4.2 Metode Fourier Transform Infrared Spectrometer (FTIR) 2.5 Penelitian Pendahulu 3. METODE PENELITIAN 3.1 Alur Penelitian	12
2.1.3 LPG (Liquified Petroleum Gas) 2.1.4 Katalis Zeolit RCC (Residue Catalytic Cracking) 2.2 Perengkahan Katalitik 2.3 Deaktivasi Katalis 2.3.1 Poisoning 2.3.2 Sintering 2.3.2 Sintering 2.3.3 Fouling 2.3.3.1 Coking 2.3.3.2 Asal Mula dan Sifat dari Coking 2.3.3.3 Komposisi dan Pembentukkan Coke 2.3.3.4 Laju Pembentukkan Coke 2.3.3.5 Regenerasi Katalis 2.4 Metode Analisa 2.4.1 Metode Kromatografi Gas 2.4.2 Metode Fourier Transform Infrared Spectrometer (FTIR) 2.5 Penelitian Pendahulu 3. METODE PENELITIAN	

3.4 Prosedur Penelitian	. 28
3.4.1 Tahap Preparasi Katalis dan Reaktan	. 28
3.4.1.1 Tahap Preparasi Katalis	. 28
3.4.1.2 Tahap Preparasi Reaktan	. 28
3.4.2 Tahap Blank Test	. 29
3.4.3 Tahap Reaksi Perengkahan Katalitik Minyak Jarak	. 29
3.4.4 Tahap Analisis Produk Perengkahan	. 31
3.4.5 Tahap Penyajian dan Pengolahan Data	. 32
3.5 Gambar dan Skema Alat Penelitian	. 34
3.6 Pelaksanaan Penelitian	. 34
4. HASIL DAN PEMBAHASAN	. 35
4.1 Analisis Percobaan	. 35
4.1.1 Tahap Preparasi Katalis dan Reaktan	. 35
4.1.1.1 Tahap Preparasi Katalis	
4.1.1.2 Tahap Preparasi Reaktan	. 36
4.1.2 Tahap Blank Test	
4.1.3 Tahap Reaksi Perengkahan Katalitik Minyak Jarak	. 37
4.2 Analisis Sistem Siklus Pergantian Katalis	
4.3 Analisis Deaktivasi Katalis	.41
4.3.1 Analisis Penyebab Deaktivasi Katalis	.41
4.3.2 Analisis Pengaruh Struktur Katalis Terhadap Deaktivasi Katalis	. 42
4.4 Analisis Densitas Residu Perengkahan Katalitik	. 43
4.5 Analisis FTIR Residu	. 45
4.6 Analisis Pengaruh Suhu Pemasukan Katalis Terhadap Umur Katalis	. 48
4.7 Perhitungan Konversi Perengkahan Katalitik	. 49
4.8 Simulasi Jumlah Siklus Reaksi Perengkahan Katalitik	. 50
5. KESIMPULAN DAN SARAN	. 53
DAETAD DEEDDENGI	51

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Kandungan Asam Lemak pada Minyak Jarak	7
Tabel 2.2	Sifat n-butana	
Tabel 2.3	Data Analisa GC Pada Tahap Kenaikan Suhu Reaksi	. 23
Tabel 2.4	Data Analisa GC Pada Tahap Penahanan Suhu Reaksi	. 23
Tabel 2.5	Data Analisa Tahap Distilasi	. 23
Tabel 2.6	Perbandingan Spektra FTIR Minyak Jarak Murni dengan Produk	
	Cair	. 24
Tabel 2.7	Pengaruh Suhu dan Rasio Massa Katalis/SJO Terhadap Yield	
	Produk C ₄	24
Tabel 4.1	Perbandingan Waktu Deaktivasi Katalis ZSM-5 dan Katalis	
	JRC-ALO-7	42
Tabel 4.2	Macam-Macam Peak pada FTIR Residu SJO pada Tahap	
A	Blank Test	46
Tabel 4.3	Perbandingan Spektra FTIR SJO Tahap Blank Test dengan Residu	
	Tahap Reaksi Perengkahan Katalitik	47
Tabel 4.4	Hasil Perhitungan Konversi Reaksi Perengkahan Katalitik	49
Tabel 4.5	Hasil Perhitungan Waktu Reaksi dan Yield C4 Maksmimum Setiap	
	Siklus	. 51
Tabel 4.6	Ringkasan Jumlah Siklus Hasil Reaksi Perengkahan Katalitik	51
Tabel 4.7	Perbandingan Hasil Penelitian Saat Ini dengan Penelitian	
	Sebelumnya	. 52

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Gambar Tanaman Jarak Pagar	6	
Gambar 2.2	Struktur Trigliserida dalam Minyak Jarak	6	
Gambar 2.3			
Gambar 2.4			
Gambar 2.5	ambar 2.5 Struktur Kristal Katalis ZSM-5		
Gambar 2.6	ambar 2.6 Struktur Pori pada Kristal Katalis ZSM-5		
Gambar 2.7	•		
Gambar 2.8	O I		
Gambar 2.9	Skema Reaksi Perengkahan Katalitik Parafin		
Gambar 2.10	Diagram Alir Kromatografi Gas Cair		
Gambar 2.11	Skema Instrumentasi pada FTIR	19	
Gambar 2.12	Perbedaan Sistem Spektrofotometri IR dan FTIR	20	
Gambar 2.13	Cara Kerja FTIR	21	
Gambar 2.14	Pengaruh Waktu Reaksi Terhadap Yield C4 pada Rasio Massa		
	Katalis 1:100		
Gambar 3.1	Diagram Alir Penelitian		
Gambar 3.2	Skema Perengkahan Katalitik	34	
Gambar 3.3	Skema Alat Penelitian	34	
Gambar 4.1	Pengaruh Waktu Reaksi Terhadap <i>Yield</i> C ₄ pada Suhu 340°C		
	dan Rasio 1:100	39	
Gambar 4.2	Pengaruh Sistem Siklus Pergantian Katalis Terhadap Yield C4	40	
Gambar 4.3	Pengaruh Waktu Reaksi Terhadap Densitas Residu	44	
Gambar 4.4	Spektra FTIR Residu SJO (a) Tahap Blank Test, (b) Reaksi		
	Perengkahan Katalitik Tahap Pertama, (c) Reaksi Perengkahan		
	Katalitik Tahap Kedua dan (d) Reaksi Perengkahan		
	Katalitik Tahap Ketiga		
Gambar 4.5	Reaksi Perengkahan Pada (a) Parafin (b) Olefin		
Gambar 4.6	Pengaruh Suhu Pemasukan Katalis Terhadap Umur Katalis	48	
Gambar 4.7	Kurva Yield C ₄ Terhadap Waktu dari Siklus Reaksi Perengkahan		
	Katalitik	50	

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Data Hasil Analisa GC	56
Lampiran 2	Kurva Kalibrasi GC	58



DAFTAR SINGKATAN

С	Karbon	
Н	Hidrogen	
О	Oksigen	
LPG	Liquified Petroleum Gas	
SJO	Straight Jatropha Oil	
RCC	Residue Catalytic Cracking	
IBP	Initial Boiling Point	
GC	Gas Chromatography	
FTIR	Forier Transform Infra Red	
ВЕТ	Brunauer, Emmett, and Teller	
RPKA	Rekayasa Produk Kimia dan Bahan Alam	

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Minyak bumi merupakan sumber daya alam yang mempunyai manfaat yang sangat besar dalam kehidupan. Akan tetapi, minyak bumi merupakan sumber daya alam yang tidak dapat diperbaharui dan akan habis cadangannya dalam beberapa generasi ke depan. Oleh karena itu, telah banyak penelitian dilakukan dengan tujuan untuk memproduksi fraksi-fraksi hidrokarbon dari bahan baku alternatif selain minyak bumi.

Butana atau C₄ adalah salah satu hidrokarbon fraksi yang penting dalam minyak bumi. Salah satu kegunaannya yang paling penting adalah sebagai bahan baku pembuatan LPG, dimana LPG di Indonesia adalah LPG campuran yang terdiri atas 70% butana dan 30% propana (Wikipedia, 2009). Sekarang ini, LPG sudah menjadi suatu sumber energi yang sangat penting bagi masyarakat. Hal ini dipicu oleh semakin meningkatnya kesadaran masyarakat bahwa LPG relatif jauh lebih mudah, lebih aman dan lebih bersih dibanding bahan bakar lain. Hal ini menunjukkan bahwa peningkatan produksi LPG harus terus diupayakan.

Selain penggunaannya dalam LPG, fraksi butana dari minyak bumi juga banyak dimanfaatkan sebagai bahan baku petrokimia. Hidrokarbon fraksi butana akan diproses menjadi butilen melalui reaksi hidrogenasi dan diproses lebih lanjut menjadi polimer dan produk-produk petrokimia. Mengingat semakin pesatnya perkembangan industri petrokimia saat ini maka kebutuhan akan hidrokarbon fraksi C₄ pun menjadi semakin tinggi. Hal ini berarti produksi C₄ yang berasal dari minyak bumi juga harus ditingkatkan.

Dua faktor di atas menunjukkan bahwa hidrokarbon fraksi butana merupakan hidrokarbon fraksi yang sangat penting dalam berbagai aspek kehidupan kita. Yang menjadi permasalahan saat ini adalah menipisnya cadangan minyak bumi yang merupakan sumber bahan baku utama fraksi butana. Oleh karena itu, perlu dilakukan penelitian yang bertujuan untuk mencari sumber energi lainnya yang dapat dijadikan sebagai bahan baku alternatif yang mampu diolah menjadi hidrokarbon fraksi ringan setaraf butana.

Salah satu sumber potensi sumber daya alam terbarukan yang sekarang ini banyak diteliti dan dimanfaatkan adalah minyak jarak. Minyak jarak dipilih sebagai bahan baku aternatif pengganti minyak bumi karena komponen trigliserida dalam minyak jarak dapat diolah untuk menghasilkan produk-produk olahan minyak bumi dan jumlah ikatan rangkapnya lebih banyak jika dibandingkan dengan minyak kelapa sawit. Selain itu, kelebihan lain dari tanaman ini adalah daya tahannya yang sangat kuat terhadap kekeringan dan serangan hama (mudah dibudidayakan), serta penggunaannya sebagai bahan bakar alternatif tidak akan bertentangan dengan kebutuhan pangan (Santoso, 2009).

Berbagai penelitian yang dilakukan telah berhasil membuktikan bahwa komponen trigliserida dalam tanaman dapat disintesis untuk menghasilkan hidrokarbon fraksi butana (C₄). Penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Twaiq, dkk (2003) berhasil mensintesis butana dari minyak kelapa sawit melalui reaksi perengkahan katalitik dengan bermacam-macam katalis zeolit. Hasil penelitian menunjukkan bahwa dengan katalis HZSM-5 diperoleh *yield* butana sebesar 16,6% berat dan dengan β Zeolit diperoleh *yield* butana sebesar 15,5% berat. Sedangkan konversi senyawa trigliserida dalam minyak Canola pada suhu reaksi 500°C menghasilkan *yield* butana sebesar 5,3% berat dengan katalis HZSM-5 dan 7,7% berat dengan katalis silika-alumina (Idem, 1997).

Penelitian mengenai sintesis butana dari minyak jarak juga telah dilakukan di Departemen Teknik Kimia Universitas Indonesia oleh Diyanto dkk (2008). Dalam penelitian tersebut dilakukan proses perengkahan katalitik dengan bahan baku minyak jarak dan katalis ZSM-5. Katalis ZSM-5 memiliki kekuatan asam yang tinggi yang diperlukan dalam reaksi perengkahan katalitik. Selain itu, katalis ini juga memiliki struktur dengan selektivitas yang tinggi dalam merengkah parafin dan telah dibuktikan dalam berbagai penelitian. Reaksi perengkahan katalitik dilakukan secara semi-tumpak pada fasa cair dan tekanan atmosferik. Berdasarkan penelitian Diyanto dkk (2008), perengkahan minyak jarak dengan menggunakan katalis Zeolit menghasilkan *yield* C₄ maksimum sebesar 12,1% berat pada suhu reaksi 340°C dan rasio massa katalis/SJO sebesar 1:100.

Dalam penelitian yang dilakukan oleh Diyanto dkk (2008), *yield* C₄ yang dihasilkan dari minyak jarak mengalami penurunan setelah selang waktu tertentu.

Hal ini menunjukkan bahwa *yield* C₄ hasil perengkahan katalitik masih belum optimal. Hasil analisa menunjukkan bahwa penyebab penurunan tersebut adalah terjadinya deaktivasi katalis zeolit. Sementara, reaktan SJO masih memiliki rantai panjang hidrokarbon yang dapat direngkah lebih lanjut untuk menghasilkan butana. Oleh karena itu, perlu dilakukan penelitian lanjutan untuk memperoleh produk C₄ yang optimum.

Penelitian lanjutan yang telah dilaksanakan merupakan pengembangan dari penelitian sebelumnya (penelitian Diyanto dkk, 2008). Penelitian ini bertujuan untuk meningkatkan produk C₄ yang telah diperoleh pada penelitian sebelumnya. Penelitian ini telah dilakukan dengan menggunakan katalis zeolit pada kondisi operasi maksimum penelitian sebelumnya, yaitu suhu reaksi 340°C dan rasio massa katalis zeolit/SJO sebesar 1:100. Dengan demikian, kondisi operasi pada penelitian ini berlandaskan pada hasil penelitian sebelumnya serta didukung oleh teori-teori yang ada.

Upaya yang telah dilakukan dalam penelitian ini adalah pengembangan sistem reaksi yang bertujuan untuk menjaga aktivitas katalis, yaitu dengan memilih suhu pemasukan katalis yang tepat dan melakukan pergantian katalis zeolit secara konstan setelah katalis mengalami deaktivasi. Upaya ini disesuaikan dengan analisa penyebab penurunan *yield* C₄ pada penelitian sebelumnya, yaitu penurunan *yield* C₄ akibat deaktivasi katalis. Sistem pergantian katalis ini mengadopsi proses semi kontinu pada reaksi perengkahan di industri. Dengan dimasukkannya katalis pada suhu yang tepat dan dilakukan pergantian katalis secara konstan, diharapkan dapat memperpanjang umur katalis dan aktivitas katalis akan selalu terjaga sehingga produk C₄ yang dihasilkan akan meningkat bila dibandingkan dengan penelitian sebelumnya.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dari penelitian ini adalah:

- 1. Bagaimana mengoptimasi sintesis hidrokarbon fraksi C₄ dari minyak jarak dengan memperpanjang umur katalis dan menjaga aktivitas katalis zeolit secara konstan?
- 2. Bagaimana pengaruh suhu pemasukan katalis dan sistem pergantian katalis pada reaksi perengkahan katalitik dari minyak jarak dengan katalis ZSM-5?

- 3. Berapa lama waktu dan jumlah pergantian katalis Zeolit optimal dalam reaksi perengkahan katalitik pada minyak jarak?
- 4. Bagaimana efektivitas pengembangan sistem optimasi yang dilakukan terhadap reaksi perengkahan katalitik pada minyak jarak?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

- 1. Mengoptimasi sintesis produk berupa hidrokarbon fraksi C₄;
- 2. Mengetahui pengaruh suhu pemasukan katalis dan sistem pergantian katalis pada reaksi perengkahan katalitik dari minyak jarak dengan katalis zeolit;
- 3. Mengetahui waktu dan jumlah pergantian katalis zeolit optimal dalam reaksi perengkahan katalitik pada minyak jarak;
- 4. Menghitung konversi dan *yield* C₄ sebagai parameter efektivitas pengembangan sistem yang dilakukan terhadap reaksi perengkahan katalitik.

1.4 Batasan Masalah

Pada penelitian ini, penulis membatasi masalah sebagai berikut:

- 1. Minyak jarak yang digunakan merupakan *Straight Jatropha Oil* (SJO) yang telah dibersihkan dari pengotor-pengotornya dan diolah untuk menghilangkan warna, bau, serta keasaman.
- 2. Reaksi perengkahan katalitik dilakukan pada fasa cair dengan sistem pergantian katalis pada reaktor semi-tumpak dan tekanan atmosferik.
- 3. Reaksi perengkahan katalitik minyak jarak dengan menggunakan katalis Zeolit ZSM 5 yang berbentuk serbuk.

1.5 Sistematika Penulisan

Sistematika penulisan skripsi ini adalah sebagai berikut:

BAB 1 PENDAHULUAN

Berisi pendahuluan yang terdiri dari latar belakang, rumusan masalah, tujuan penelitian, batasan masalah dan sistematika penulisan.

BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

Berisi tinjauan pustaka yang membahas tentang penelitian pendahulu sebagai dasar penelitian ini, *coking*, perengkahan katalitik, minyak jarak, hidrokarbon fraksi butana, LPG, katalis zeolit yang digunakan dalam reaksi perengkahan katalitik dan metode analisa.

BAB 3 METODE PENELITIAN

Berisi tentang diagram alir penelitian, variabel penelitian, alat dan bahan, prosedur penelitian, serta pelaksanaan penelitian.

BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN

Berisi tentang penyajian data penelitian yang diperoleh, analisis kecenderungan data yang diperoleh, perbandingan antara proses perengkahan pada penelitian ini dengan penelitian sebelumnya dan pembahasan mengenai fenomena yang terjadi dalam proses perengkahan katalitik dengan pergantian katalis.

BAB 5 KESIMPULAN

Berisi tentang kesimpulan yang dapat diambil berdasarkan percobaan yang dilakukan terkait dengan tujuan dari penelitian ini.

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Bahan Baku dan Produk

2.1.1 Minyak Jarak

Minyak jarak adalah minyak nabati yang diperoleh melalui proses ekstraksi biji buah tanaman jarak yang telah matang. Tanaman jarak pagar dapat dikembangkan pada lahan kritis. Secara fisik, tanaman jarak dan buahnya tidak dapat dikonsumsi karena dapat menyebabkan keracunan, sehingga penggunaannya tidak akan bertentangan dengan kebutuhan pangan manusia. Berikut merupakan sifat-sifat kimia minyak jarak (Kandpal, 1994):

1. Densitas : 0,920 g/cm³ (20°C) 5. Phospor : 290 ppm

2. Flash Point : 236 °C 6. Gylcerine : -

3. *Cetane number*: 48-52 7. Metanol: -

4. Viskositas : 52



Gambar 2.1. Gambar Tanaman Jarak Pagar Sumber: Wikipedia, 2009

Kandungan terbesar dalam minyak jarak adalah trigliserida, yang mempunyai rumus molekul seperti diberikan pada Gambar 2.2.

Gambar 2.2. Struktur Trigliserida dalam Minyak Jarak Sumber: Diyanto, 2008

Seperti terlihat pada Gambar 2.2, R₁, R₂, dan R₃ 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 tanda kurung dipisahkan oleh tanda titik dua (:). Angka pertama menunjukkan jumlah atom karbon dan angka kedua menunjukkan jumlah ikatan rangkap yang terdapat pada senyawa tersebut.

Tabel 2.1. Kandungan Asam Lemak pada Minyak Jarak

Nama umum	Nama sistematik	Persentase
Asam lemak jenuh		
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
Asam lemak tak jenuh		
Oleat (18:1)	n-oktadek-9-enoat	42-43.5
Asam lemak poly-tak jenuh		
Linoleat (18:2)	n-oktadek-9,12-dienoat	33-34.5

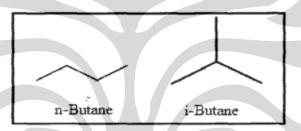
Layaknya pada proses perengkahan minyak bumi, maka ikatan hidrokarbon pada asam lemak - asam lemak inilah yang berusaha dipotong. Tujuannya adalah menghasilkan panjang rantai hidrokarbon yang diinginkan, yaitu fraksi gasolin dengan hidrokarbon C_5 - C_{12} ataupun fraksi hidrokarbon C_3 - C_4 untuk bahan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

Penggunaan minyak jarak sebagai bahan baku alternatif juga disebabkan berbagai kelebihan minyak jarak bila dibandingkan dengan minyak nabati lainnya. Kelebihan tersebut adalah biaya produksi yang lebih murah, masa panen yang lebih singkat, usia produktif yang lebih panjang, dan harganya yang lebih murah. Selain itu, karena merupakan minyak nabati maka emisi yang dihasilkan dari

minyak jarak pagar ini akan lebih rendah jika dibandingkan dengan bahan bakar fosil. Pada penelitian ini, digunakan minyak jarak straight atau *Straight Jatropha Oil* (SJO) yang merupakan minyak jarak yang pertama-tama telah diolah terlebih dahulu untuk menghilangkan kadar keasamannya.

2.1.2 Butana

Butana (n-butana, C₄H₁₀) merupakan alkana rantai lurus dengan empat atom karbon. Seperti diperlihatkan pada Gambar 2.3, butana memiliki isomer yang dikenal dengan metil-propana atau iso-butana (i-butana). Butana sangat mudah terbakar, tidak berwarna, dan merupakan gas yang mudah dicairkan. Nama butana diturunkan dari nama asam butirat. Sifat-sifat dari butana diberikan pada Tabel 2.2.



Gambar 2.3. n-butana dan i-butana Sumber: Wikipedia, 2009

Tabel 2.2. Sifat n-butana

Rumus Molekul	CH-C ₂ -CH ₂ -CH ₃
Massa Molar	58,08 gr/mol
Bentuk Senyawa	Gas yang tidak bewama
Nomor CAS	[106-97-81
Densitas / Fasa	2,52 kg/m³ dalam fasa gas
Densitas / Tasa	584 kg/m³ dalam fasa cair
Titik Leleh	-138°C
Titik Didih	-0,5°C
Tîtik Nyala	-60°C
Kelarutan dalam Air	$0,61 \text{ g/cm}^3 (20^{\circ}\text{C})$

Sumber: Wikipedia, 2009

2.1.3 LPG (Liquified Petroleum Gas)

LPG merupakan campuran dari berbagai unsur hidrokarbon kompleks dengan 1-5 atom karbon berupa campuran propana, propilen, butana, dan hidrokarbon berat la`innya. Berdasarkan spesifikasinya, LPG dibagi menjadi 3 jenis, yaitu LPG campuran, LPG propana, dan LPG butana. LPG yang dipasarkan di Indonesia terdiri atas 30% propana dan 70% butana dengan tekanan dalam tabung 5 bar dan tekanan keluar regulator 28 mbar (milibar). Dengan demikian, butana merupakan komponen penyusun utama LPG di Indonesia.

2.1.4 Katalis Zeolit RCC (Residue Catalytic Cracking)

Katalis RCC merupakan katalis zeolit sintetis berupa mineral tektosilikat yang terdiri dari unit-unit tetrahedral [AlO₄]⁻⁵ dan [SiO₄]⁻⁴ yang saling berhubungan melalui atom O (Satterfield, 1991). Atom pusat zeolit dapat berupa Si⁴⁺ atau Al³⁺. Jika ion Si⁴⁺ menempati pusat zeolit, maka molekul tetrahedral akan menjadi lebih elektropositif dan melemahkan ikatan atom O–H sehingga meningkatkan keasaman zeolit. Hal ini menyebabkan senyawa oksida kombinasi aluminosilikat seperti zeolit memiliki kekuatan asam yang lebih tinggi dibandingkan oksida tunggalnya Al₂O₃ dan SiO₂ (Richardson, 1989).

Sifat-sifat katalis zeolit:

a) Shape Selectivity

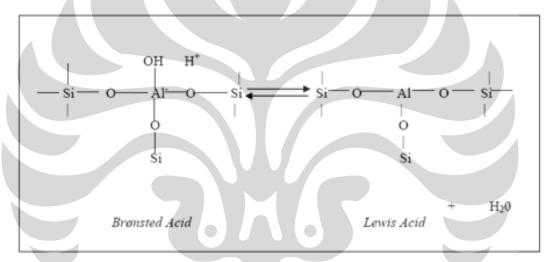
Berikut ini adalah perbedaan selektifitas katalis yang dipengaruhi bentuk oleh Haag (1994):

- Selektivitas dipengaruhi difusi : Selektifitas dipengaruhi oleh laju relatif difusi oleh reaktan atau produk, dengan kata lain kinetik dari transfer massa pada reaksi.
- 2. Selektifitas dipengaruhi *sorption*: Prinsip dari katalis jenis ini adalah perbedaan konstanta kesetimbangan penyerapan dari reaktan-reaktan, biasanya secara termodinamik, bukan secara kinetik.

b) Keasaman

Bentuk asam dari zeolit merupakan faktor penting dari aplikasi katalitik zeolit. Katalis ZSM-5 memiliki dua *acid sites* yaitu asam bronsted dan asam

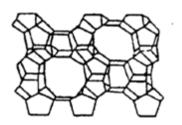
lewis. Jika ion alumunium yang trivalen disubstitusi secara isomorphous dengan ion silikon yang quadrivalen, dalam susunan kristal silika yang membentuk tetrahedral, total muatan negatif yang ada perlu distabilisasi dengan ion positif seperti proton. Ion positif ini dapat diperoleh dari disosiasi molekul air, membentuk gugus hidroksil pada atom alumunium. Struktur yang terbentuk, dimana ion aluminium dan silicon terkoordinasi secara tetrahedral, merupakan asam bronsted. Jika struktur ini dipanaskan, molekul air pada susunan akan hilang dan menghasilkan ion Al, sehingga asam bronsted akan terkonversi menjadi asam lewis. Contoh dari struktur asam bronsted dan lewis pada zeolit dapat dilihat pada Gambar 2.4.

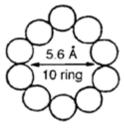


Gambar 2.4. Struktur Asam Bronsted dan Asam Lewis Sumber: Satterfield, 1991

Katalis RCC merupakan zeolit tipe ZSM-5 yang telah lama digunakan dalam proses sintesis *gasoline* dengan nilai oktan tinggi. Katalis ZSM-5 memiliki struktur kristal 2 dimensi seperti dapat dilihat pada Gambar 2.8. Katalis ini memiliki ukuran pori yang lebih kecil dari tipe *faujasite*, yaitu 0,54 – 0,56 nm dan memiliki 10 atom O yang mengelilingi porinya (Rase, 2000). Kristal katalis RCC ini memiliki karakteristik sebagai berikut (Gracedavidson, 2002):

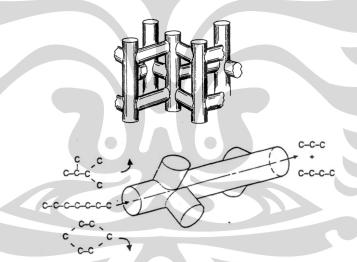
- Luas permukaan : $200 800 \text{ m}^2/\text{g}$
- Volume pori : $0.1 2.6 \text{ m}^3/\text{g}$





Gambar 2.5. Struktur Kristal Katalis ZSM-5 Sumber: Rase, 2000

Struktur pori katalis ZSM-5 sangat unik yang mana akan bersifat selektif merengkah struktur parafin yang merupakan komponen oktan rendah. Hal ini menyebabkan ZSM-5 memiliki selektivitas yang tinggi dalam menghasilkan gasoline dengan nilai oktan tinggi. Oleh karena rantai hidrokarbon panjang dalam struktur gliserida SJO merupakan struktur paraffin, maka SJO akan secara efektif terengkah menjadi fraksi hidrokarbon C₃ dan C₄ seperti diperlihatkan pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6. Struktur Pori pada Kristal Katalis ZSM-5 Sumber: Rase, 2000

Oleh karena itu, pada penelitian ini digunakan katalis zeolit sintesis agar mampu merengkah minyak jarak hingga membentuk fraksi hidrokarbon C₄. Selain itu, katalis RCC selama ini dipakai di pengilangan minyak Pertamina Balongan untuk merengkah residu hasil distilasi minyak bumi. Dengan kata lain, keunggulan katalis ini adalah kemampuannya merengkah hidrokarbon berat yang menyerupai rantai hidrokarbon panjang dalam struktur gliserida SJO (Diyanto, 2008).

2.2 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 dilangsungkan 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 (Iswara, 2006):

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

$$R-CH=CH-CH_2-R+H^+ \to R^-CH-CH_2-CH_2-R \xrightarrow{-H^+} R=CH_2+CH_2=CH-R$$
 (2.1)

Pada reaksi (2.1), katalis asam bertindak sebagai penyumbang proton kepada hidrokarbon dan disebut sebagai asam Bronsted.

2. Penghilangan ion hìdrida (H) dari hidrokarbon oleh katalis asam

$$R-CH_2-CH_2-CH_3 \rightarrow R-^+CH-CH_2-CH + H \rightarrow R=CH_2 + CH_2=CH_2$$
 (2.2)
Pada reaksi (2.2), 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

$$-CH_{2}-CH_{2}-{}^{\gamma}CH_{2}-{}^{\beta}CH_{2}-{}^{\alpha}CH_{3}$$
 (2.3)

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

$$CH_{3} - CH - {}^{\alpha}CH_{2} - {}^{\beta}CH_{2} - {}^{\gamma}CH_{3}$$
 (2.4)
 CH_{3}

Hidrokarbon panjang cenderung terengkah menjadi produk dengan 3-4 atom karbon

$$R - CH_2 - CH_2 - CH_3 \rightarrow R - CH_3 + CH_2 = CH - CH_3$$
 (2.5)

$$CH_3$$
 CH_3 I $R - CH_2 - CH_2 - CH_3 \rightarrow R - CH_3 + CH_2 = C - CH_3$ (2.6)

Selain kelebihan-kelebihan di atas, pada pengolahan rninyak bumi, perengkahan katalitik lebih disukai karena menghasilkan lebih sedikit residu dan lebih banyak fraksi *gasoline* dan fraksi ringan C₁ – C₄. Pada proses perengkahan katalitik minyak bumi, katalis yang sering digunakan adalah ZSM-5 (Speight, 1991) yang dapat diatur tingkat keasamannya berdasarkan rasio kandungan Si/Al. 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.

2.3 Deaktivasi Katalis

Seiring dengan berjalannya reaksi, katalis heterogen dapat mengalami deaktivasi yang mengakibatkan menurunnya aktivitas katalis. Hal ini dapat berakibat buruk karena akan menurunkan laju berjalannya reaksi. Deaktivasi katalis ini dapat terjadi disebabkan oleh 3 hal, yaitu *poisoning*, *sintering* dan *fouling*.

2.3.1 Poisoning

Peracunan katalis dapat terjadi bila sebuah katalis bereaksi atau berikatan dengan senyawa lain tetapi tidak dapat saling melepaskan karena ikatan antara reaktan dan katalis tersebut terlalu kuat. *Poisoning* juga dapat terjadi jika senyawa tersebut mengubah sifat-sifat katalis secara kimiawi. Hal ini dapat mengurangi efektifitas dari katalis (seperti mengurangi inti aktif) sehingga katalis tersebut tidak dapat bereaksi dengan semestinya. Contoh: peracunan katalis oleh sulfur pada katalis dalam reaksi pengolahan minyak bumi.

2.3.2 Sintering

Penggunaan katalis dalam reaksi pada suhu yang tinggi dapat menyebabkan terjadinya *sintering*. *Sintering* adalah fenomena penggabungan katalis yang diakibatkan karena suhu yang terlalu tinggi. Pada suhu yang tinggi, katalis dapat melebur menjadi satu. Hal ini mengakibatkan berkurangnya inti aktif dan permukaan katalis. Fenomena *sintering* ini sering terjadi pada reaksi-reaksi yang menggunakan suhu tinggi sehingga katalis perlu diganti lebih sering.



Gambar 2.7. Fenomena Sintering pada Katalis

2.3.3 Fouling

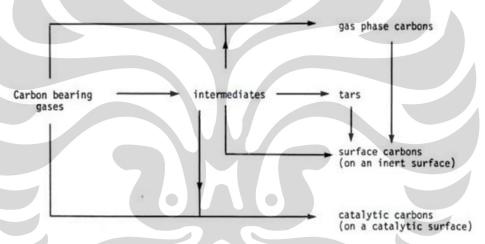
Fouling mencakup semua fenomena dimana permukaan katalis ditutupi oleh deposit, misalkan oleh polimer atau sisa-sisa pembakaran seperti debu. Pembentukan coke (coking) juga merupakan salah satu bentuk fouling yang paling sering terjadi. Dalam pembentukan coke, residu karbon menutup permukaan aktif dan mengurangi permukaan aktifnya. Pertama-tama, karbon ini menghambat reaktan untuk mencapat inti aktif, dan kedua, jumlah coke yang banyak dapat menghambat pori-pori internal dari katalis. Dalam kebanyakan kasus, material hidrokarbon dan aromatik berperan besar dalan pembentukkan coke. Pore blocking merupakan mekanisme fouling yang sangat banyak terjadi ketika coke dalam jumlah besar terbentuk pada permukaan katalis.

2.3.3.1 *Coking*

Setelah penggunaan katalis dalam beberapa waktu, fenomena *coking* dapat terjadi. Fenomena *coking* adalah peristiwa dimana terjadi deposit senyawa karbon di atas permukaan katalitik. Material yang terdeposit dapat berupa karbon elemental, senyawa aromatik poilisiklik bermassa molekul tinggi polimer atau sejenisnya pada katalis metal. Sumber deposit ini dapat berasal dari fasa gas atau lainnya. Lokasi terjadinya *coking* serta efek dari *coking* tersebut dapat sangat bervariasi. Kebanyakan katalis metal biasanya memiliki *support*, dan baik katalis tersebut, atau *support*nya dapat mempengaruhi fenomena itu.

2.3.3.2 Asal Mula dan Sifat dari Coking

Katalis berbasis metal biasanya digunakan untuk melakukan bermacammacam reaksi yang melibatkan senyawa karbon, dan *coke* biasanya terbentuk pada
katalis setelah beberapa waktu. Jumlah yang terdeposit dan sifat deposit
bergantung pada katalis, bahan kimia yang ada serta kondisi operasi. Deposit
dapat mendeaktivasi katalis secara parsial atau seluruhnya. *Coke* dapat berasal
dari beberapa sumber. Reaksi fasa gas dapat memproduksi *coke* melalui gas
reaktif pada suhu tinggi. Jenis *coke* ini dapat mengandung tar, yang terdiri dari
campuran senyawa aromatik polisiklik atau karbon dalam fasa gas. Jika elemen
reaksi yang mengarah pada *coking* mengalami kontak dengan permukaan inert,
karbon permukaan dapat terbentuk. Secara umum, pembentukan *coking* dapat
disimpulkan dalam Gambar 2.8.



Gambar 2.8. Mekanisme Pembentukkan *Coke* Sumber: Oudar & Wise, 1985

2.3.3.3 Komposisi dan Pembentukkan Coke

Deposit karbon pada katalis akan terbentuk secara perlahan-lahan pada semua reaksi konversi hidrokarbon. Pembentukkan *coke* ini biasanya terjadi dalam beberapa detik setelah reaksi, seperti dalam proses perengkahan katalitik atau dalam waktu tahunan seperti dalam proses *hydrocraking* atau *reforming*. *Coke* dapat menutup *active sites* baik secara langsung atau menutup pori-pori yang mengakibatkan deaktifvasi katalis secara perlahan-lahan

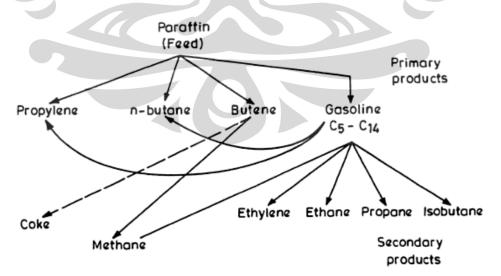
Mekanisme pembentukkan *coke* sangatlah kompleks. Reaksi tersebut meliputi alkilasi aromatik dan oligomerisasi olefin, dilanjutkan dengan

dehydrocyclization, aromatisasi dan kondensasi. Rumus kimia dari *coke* dapat berupa CH₁ atau CH_{0,5}. Dalam kasus katalis zeolit, keasaman zeolit dan struktur porinya akan mempengaruhi komposisi dan distribusi *coke*, serta laju terbentuknya *coke*. Pada katalis ZSM-5 yang memiliki keasaman rendah dan poripori yang kecil, reaksi yang mengarah pada pembentukan *coke* sangat terbatas. Keasaman yang rendah mengurangi kecenderungan terbentuk *coke* sedangkan pori yang kecil membatasi pembentukkan karbon.

2.3.3.4 Laju Pembentukkan Coke

Laju pembentukan *coke* memiliki korelasi dengan berat molekul reaktan dan untuk parafin dengan peningkatan nomor karbon. Laju pembentukkan karbon dapat disimpukan sebagai berikut:

- 1. Laju pembentukkan *coke* meningkat dengan meningkatnya kekuatan asam dari katalis dan peningkatan kekuatan basa dari reaktan hidrokarbon. Hal ini disebabkan karena peningkatan pembentukan dan stabilisasi ion karbonium pembentuk *coke*.
- 2. Laju pembentukkan *coke* juga meningkat dengan meningkatnya kepadatan *acid site* pada katalis. Pelakuan khusus pada katalis zeolit untuk mengurangi tingkat keasaman dan kepadatan lokasi asam dapat mengurangi laju pembentukan *coke*.



Gambar 2.9. Skema Reaksi Perengkahan Katalik Parafin Sumber: Oudar & Wise, 1985

2.3.3.5 Regenerasi Katalis

Katalis yang mengalami *coking* biasanya diregenerasi melalui pembakaran oleh aliran oksigen atau udara. Seiring pembakaran, *coke* diubah menjadi CO₂ dan H₂O. Seiring regenerasi, aktivitas katalis dapat dikembalikan seluruhnya atau sebagian.

Untuk katalis logam mulia bifungsional, yang memiliki fungsi asam dan metal, perlakuan pembakaran *coke* dan redispersi metal diperlukan untuk mengembalikan aktifitas katalis. Tergantung dari tingkat keparahan deaktivasi *coke*, *shutdown* berkala untuk operasi diperlukan untuk regenerasi katalis yang ter*coking*.

Kondisi untuk regenerasi katalis bergantung pada reaktivitas *coke*. Hal ini juga bergantung pada sifat kimia dari deposit *coke*, mekanisme formasi, komposisi (rasio H/C, S dan N) dan distribusi dari katalis yang terdeaktivasi. Jika komponen dari deposit karbon tersebut merupakan polimer hidrokarbon, komponen tersebut dapat terdekomposisi dan menguap dan produknya dapat terbakar secara homogen di luar pori katalis. Tipe dan komposisi dari katalis yang terdeaktivasi dapat mempengaruhi proses regenerasi.

2.4 Metode Analisa

2.4.1 Metode Kromatografi Gas

Kromatografi gas-cair (biasa disebut kromatografi gas) merupakan analisis yang biasa digunakan untuk menganalisa kandungan sampel dalam wujud gas. GC bekerja dengan prinsip campuran akan memisah menjadi substansi tunggal ketika dipanaskan. Gas yang dipanaskan dibawa sepanjang kolom dengan menggunakan gas inert (misalnya helium, nitrogen, argon atau karbon dioksida, terkadang mengandung *molecular sieve* untuk menghilangkan air dan pengotor lain) sehingga terjadi pemisahan karena perbedaan daya pencampuran. Gas yang diinjeksian ke dalam kolom kromatografi bersama gas pembawa (*Carrier Gas*) lalu dianalisa berdasarkan laju migrasi gas tersebut.

Peralatan GC dapat digunakan untuk mengetahui jenis gas yang dijeksikan dari waktu retensinya dan volume gas tersebut melalui luas area *peak*

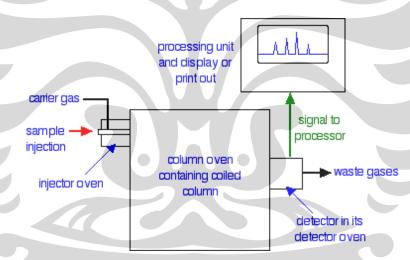
yang muncul pada grafik. Oleh karena itu, produk gas pada penelitian ini akan dianalisa dengan menggunakan GC. Berikut adalah instrumentasi pada GC:

• Injektor sampel

Injektor sampel berguna sebagai jalan masuk sampel ke dalam kolom kromatografi memiliki berbagai fungsi. Selain fungsinya sebagai alat memasukkan sampel, injektor juga berguna untuk menguapkan, mencampurkan sampel dengan gas pembawa, dan membawa sampel ke bagian atas kolom. Penggunaan injektor otomatis akan meningkatkan tingkat presisi sampel.

Kolom kromatografi

Kolom kromatografi merupakan tempat dimana terjadi pemisahan antara gas sampel dan gas pembawa, dan untuk menentukkan waktu retensi dari sampel.



Gambar 2.10. Diagram Alir Kromatografi Gas-Cair

2.4.2 Metode Fourier Transform Infrared Spectrometer (FTIR)

Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) merupakan metode analisis kualitatif dan kuantitatif yang berdasarkan pada fakta bahwa setiap gas memiliki spektrum absorpsi infra merah unik (spektrum sidik jari). Analisis kualitatifnya berupa analisis gugus fungsi ataupun analisis pola melalui perbandingan dengan spektrum standar. Sedangkan, analisis kuantitatifnya berupa pengukuran absorbansi dari pita absorpsi yang sebanding dengan jumlah material dalam sampel.

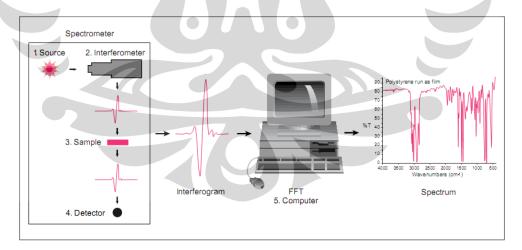
Pada dasarnya Spektrofotometer FTIR (Fourier Trasform Infra Red) adalah sama dengan Spektrofotometer IR dispersi, yang membedakannya adalah pengembangan pada sistim optiknya sebelum berkas sinar infra merah melewati contoh. Dasar pemikiran dari Spektrofotometer FTIR adalah dari persamaan gelombang yang dirumuskan oleh Jean Baptiste Joseph Fourier (1768-1830) seorang ahli matematika dari Perancis. Fourier mengemukakan deret persamaan gelombang elektronik sebagai:

$$a_0 + a_1 \cos \omega t + b_1 \sin \omega t + a_2 \cos 2 \omega t + b_2 \sin 2 \omega t$$
 (2.7)

dimana:

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

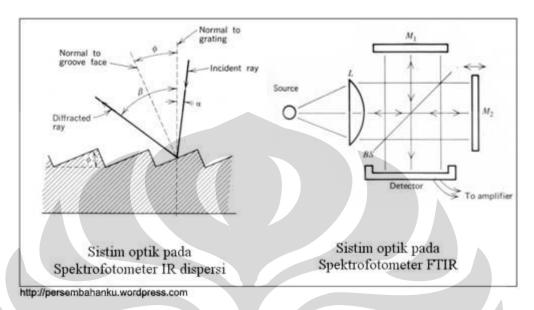
Dari deret Fourier tersebut intensitas gelombang dapat digambarkan sebagai daerah waktu atau daerah frekuensi. Perubahan gambaran intensitas gelobang radiasi elektromagnetik dari daerah waktu ke daerah frekuensi atau sebaliknya disebut Transformasi Fourier (*Fourier Transform*).



Gambar 2.11. Skema Instrumentasi pada FTIR

Selanjutnya pada sistim optik peralatan instrumen FTIR dipakai dasar daerah waktu yang non dispersif. 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 dispersif (*Hadamard Transform*) dan Interferometer Michelson pada Spektrofotometer FTIR (*Fourier Transform*) tampak pada Gambar 2.12.



Gambar 2.12. Perbedaan sistem Spektrofotometer IR dan FTIR

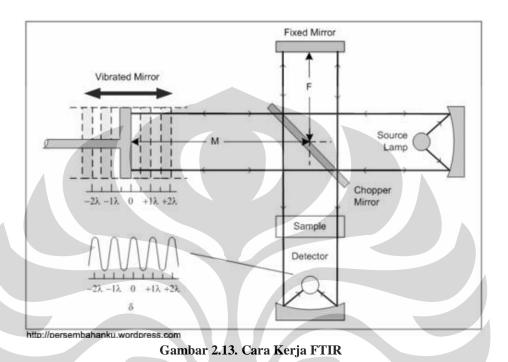
Cara Kerja Alat Spektrofotometer FTIR

Sistim optik Spektrofotometer FTIR seperti pada Gambar 2.12 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 Emmission 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, tidak dipengaruhi oleh temperatur, sangat selektif terhadap energi vibrasi yang diterima dari radiasi infra merah.



Pada penelitian yang akan dilakukan, FTIR akan digunakan untuk mengetahui perubahan jenis ikatan yang terjadi pada distilat pada tahap perengkahan katalitik dibandingkan dengan distilat pada tahap blank test.

2.5 Penelitian Pendahulu

Perengkahan katalitik yang telah diteliti dan dipublikasikan selama ini terutama bertujuan untuk menghasilkan biogasoline (fraksi $C_5 - C_{11}$) dari minyak kelapa sawit. Akan tetapi, pada prosesnya dihasilkan pula fraksi C_3 dan C_4 dalam jumlah yang signifikan. Twaiq dkk membuktikan bahwa perengkahan katalitik minyak kelapa sawit pada tekanan atmosfer dan suhu 500°C dapat menghasilkan konversi 95,99 % berat dengan yield 36,45% berat fraksi gasoline dan 12,54% berat fraksi $C_1 - C_4$. Pada penelitian ini reaksi dilangsungkan secara semi continuous di dalam fixed bed reactor dengan menggunakan katalis ZSM-5 dengan rasio massa katalis/CPO = 1:7,2 dan rasio Si/A1 = 61 (Twaiq, Zabidi & Bhatia, 1999).

Selain itu, pada proses pembuatan biogasoline dengan katalis H-zeolit alam, melalui reaksi perengkahan minyak kelapa sawit dalam *fixed bed reactor* pada fasa cair, tekanan atmosferik, suhu 320° C, dan rasio massa katalis/CPO = 1:75, diperoleh konversi 21,36% berat dengan *yield* 58% berat fraksi *biogasoline* dan 6% berat fraksi $C_1 - C_4$ (Iswara, 2006).

Perengkahan katalitik minyak jarak pagar untuk menghasilkan bahan bakar setaraf 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 pada trigliserida sehingga tidak membentuk reaksi polimerisasi atau 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).

Penelitian terbaru di Departemen Teknik Kimia Universitas Indonesia oleh Diyanto dkk (2008) mengenai produksi fraksi hidrokarbon C₃ dan C₄ dari minyak jarak menunjukkan potensi yang cukup baik. Dalam penelitian tersebut dilakukan proses perengkahan katalitik dengan bahan baku minyak jarak dengan katalis Zeolit HZSM-5. Penelitian ini adalah dasar dari penelitian yang telah dilaksanakan. Oleh karena itu, penelitian oleh Diyanto dkk (2008) akan dijelaskan lebih lanjut seperti di bawah ini.

Pada penelitian Diyanto dkk, terdapat 3 tahap utama dalam setiap percobaannya, yaitu tahap *blank test*, tahap reaksi perengkahan katalitik dan tahap distilasi. Reaksi perengkahan katalitik dilakukan secara *batch* pada fasa cair dan tekanan atmosferik dengan suhu reaksi 320°C, 330°C dan 340°C, dengan variasi rasio massa katalis/SJO sebesar 1:75 dan 1:100. Produk gas hasil perengkahan katalitik dianalisis dengan GC dan produk cair dengan FTIR. Analisa GC bertujuan untuk mengetahui produk gas yang terbentuk dan *yield* gas dari hasil perengkahan katalitik minyak jarak. Sedangkan analisa FTIR untuk mengetahui perubahan jenis ikatan yang terjadi dibandingkan dengan distilat pada tahap *blank test*. Data hasil analisa GC dan FTIR ditunjukkan pada Tabel 2.3 – Tabel 2.6 di halaman selanjutnya.

Tabel 2.3. Data Analisa GC Pada Tahap Kenaikan Suhu Reaksi

Suhu (°C)	Yield C ₄ (% massa)			
Sullu (C)	Rasio Katalis/SJO = 1:75	Rasio Katalis/SJO = 1:100		
160	3,97	2,98		
180	3,44	11,93		
200	5,31	10,94		
220	6,95	21,83		
240	7,17	21,75		
260	14,66	13,08		
280	21,42	25,54		
300	19,64	23,19		
320	13,39	3,37		

Sumber: Diyanto, 2008

Tabel 2.4. Data Analisa GC Pada Tahap Penahanan Suhu Reaksi

	Yield C ₄ (% massa)					
Waktu Reaksi	Rasio Katalis/SJO		Rasio Katalis/SJO		Rasio Katalis/SJO	
(menit)	$(320^{\circ}$	°C)	(33	0°C)	(340	$0^{\circ}C)$
	1:75	1:100	1:75	1:100	1:75	1:100
0	13,39	25,54	13,03	19,99	8,25	17,69
5	15,92	23,19	13,85	19,66	7,44	9,43
10	12,89	27,37	17,51	56,38	9,20	12,71
15	11,15	19,65	23,29	43,76	7,60	17,32
20	14,84	29,77	20,74	63,68	13,35	19,90
25	38,88	39,1	16,83	23,91	13,46	55,81
30	17,25	16,68	25,64	39,45	14,61	31,18
35	16,54	7,99	23,47	17,26	33,24	35,77
40	9,48	55,89	13,38	13,52	11,6	46,11
45	12,04	38,67	20,46	29,16	19,01	96,96
50	15,81	29,45	10,16	10,86	31,07	31,67
55	16,08	33,91	16,43	11,45	21,40	27,49
60	9,89	25,04	14,64	18,69	12,47	29,11

Sumber: Diyanto, 2008

Tabel 2.5. Data Analisa Tahap Distilasi

	Rasio		Rasio		Rasio	
Jenis Data	Katalis/SJO		Katalis/SJO		Katalis/SJO	
Jenis Data	(320°C)		$(330^{\circ}C)$		$(340^{\circ}C)$	
	1:75	1:100	1:75	1:100	1:75	1:100
Densitas (g/mL)	0,921	0,941	0,924	0,942	0,937	0,947
Massa awal distilasi (g)	15,43	14,01	13,23	13,83	12,5	12,71
Massa distilat (g)	4,45	4,86	4,84	4,61	4,08	4,61
Volume distilat (mL)	6	6,5	6,1	5,9	5,7	6
Massa residu (g)	6,8	5,43	5,57	6,33	8,23	5,89

Sumber: Diyanto, 2008

Tabel 2.6. Perbandingan Spektra FTIR Minyak Jarak Murni dengan Produk Cair

Ionis Gueus	Daniana Galambana	Absorbansi		
Jenis Gugus	s Gugus Panjang Gelombang		Produk cair	
(-CH ₃)	2923,55 cm ⁻¹	2,32	2,16	
(=CH ₂)	2854,13 cm ⁻¹	2,06	1,79	
C=O	1712,47 cm ⁻¹	7,98	7,98	
C=C	1697,05 cm ⁻¹	0,61	0,83	
-(CH) _n -	725,1 cm ⁻¹	0,19	0,18	

Sumber: Diyanto, 2008

Berdasarkan Tabel 2.6 di atas, dapat dilihat terjadinya penurunan absorbansi ikatan tunggal dan rangkap. Hal ini terjadi karena banyak rantai hidrokarbon yang telah direngkah menjadi produk yang lebih kecil lalu menguap ke atas sehingga terjadi penurunan absorbansi terhadap gugus alkil, gugus =CH₂ dan –(CH)_n–. Ikatan C=O sama sekali tidak mengalami penurunan absorbansi. Hal ini menunjukkan tidak ada ikatan C=O yang terengkah. Hal ini turut diperkuat dengan tidak adanya produk CO₂ yang nampak pada analisa sampel gas.

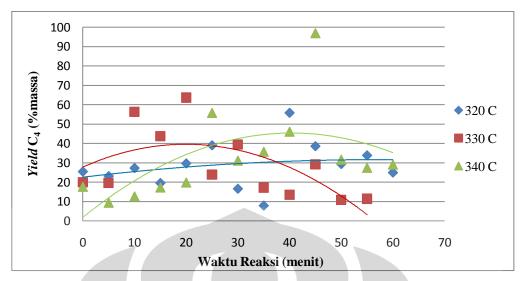
Berdasarkan hasil penelitian, pada reaksi dengan suhu 340°C dan rasio katalis/SJO = 1:100 didapatkan hasil maksimum yaitu *yield* hidrokarbon C₄ mencapai 12,1 %. *Yield* produk C4 hasil perengkahan katalitik dari minyak jarak untuk setiap variasi suhu reaksi dan rasio katalis/SJO dapat dilihat pada Tabel 2.7. Produk gas yang diperoleh kebanyakan berupa produk i-C₄ dan n-C₄, sedangkan produk C₃ tidak diperoleh secara konsisten.

Selain suhu reaksi dan rasio katalis/SJO, *yield* C₄ juga dipengaruhi oleh waktu reaksi. Hal ini terjadi pada penelitian yang dilakukan oleh Diyanto dkk (2008), dimana *yield* C₄ hasil perengkahan katalitik mengalami penurunan setelah selang waktu tertentu. Kecenderungan penurunan *yield* C₄ setelah selang waktu tertentu dapat dilihat pada Tabel 2.4 dan Gambar 2.15.

Tabel 2.7. Pengaruh Suhu dan Rasio Massa Katalis/SJO Terhadap Yield Produk C₄

Suhu	Yield C ₄ (% massa)		
Sullu	Rasio 1:75	Rasio 1:100	
320°C	3,58	8,65	
330°C	5,97	8,73	
340°C	5,84	12,1	

Sumber: Diyanto, 2008



Gambar 2.14. Pengaruh Waktu Reaksi Terhadap *Yield* C₄ pada Rasio Massa Katalis 1:100 Sumber: Diyanto, 2008

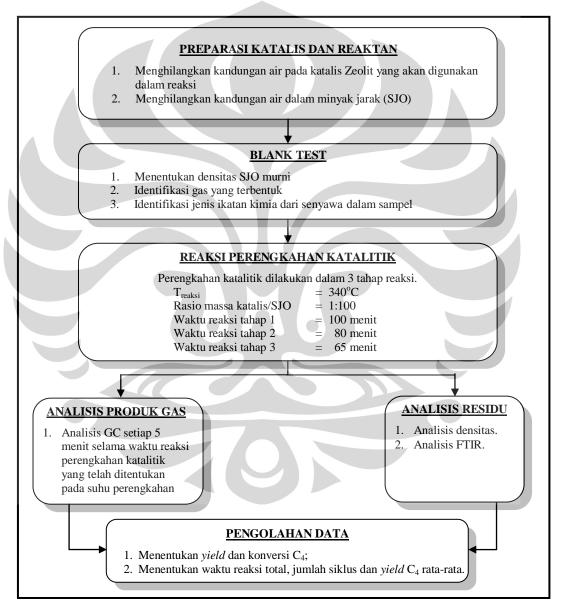
Penurunan yield C4 menunjukkan bahwa hasil perengkahan katalitik pada penelitian yang dilakukan oleh Diyanto dkk masih belum optimal. Analisa yang mungkin terjadi adalah terbentuknya coking pada permukaan katalis yang mengurangi keaktifan katalis. Semakin lama waktu reaksi, maka waktu tinggal reaktan pada permukaan katalis juga akan semakin lama. Hal ini meningkatkan kemungkinan untuk terjadinya coking, yaitu tertutupnya pori-pori pada permukaan katalis oleh karbon. Fenomana coking ini selanjutnya akan menurunkan aktivitas katalis dalam melakukan perengkahan katalitik (katalis mengalami deaktivasi) dan akan mengakibatkan penurunan yield C4 yang dihasilkan. Oleh karena itu, untuk memperoleh yield C4 yang konstan, aktivitas katalis zeolit harus dijaga secara konstan, dengan melakukan pergantian katalis setelah katalis mengalami deaktivasi.

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 Alur Penelitian

Penelitian ini terdiri atas tahap preparasi dan karakterisasi katalis, *blank test*, reaksi perengkahan katalitik, distilasi, analisis produk, dan pengolahan data. Alur penelitian ditunjukkan oleh bagan pada Gambar 3.1 di bawah ini.



Gambar 3.1. Diagram Alir Penelitian

3.2 Variabel Penelitian

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

1. Rasio massa katalis/SJO, yaitu 1:100;

Rasio massa katalis/SJO ditentukan berdasarkan rasio maksimum pada penelitian sebelumnya (Diyanto dkk, 2008).

2. Suhu reaksi, yaitu 340°C;

Suhu reaksi ditentukan berdasarkan suhu reaksi maksimum pada penelitian sebelumnya (Diyanto dkk, 2008).

3. Waktu reaksi perengkahan katalitik tiap siklus

Waktu reaksi perengkahan katalitik tiap siklus ditentukan berdasarkan hasil awal penelitian ini, yaitu saat yield C4 telah menurun hingga relatif rendah atau sekitar 10%.

- Tahap 1 = 100 menit
- Tahap 2 = 80 menit
- Tahap 3 = 65 menit

Sedangkan, parameter yang ingin diketahui atau sebagai variabel terikat pada penelitian ini adalah:

- 1. Yield;
- 2. Konversi.

3.3 Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah:

- 1. Reaktor kaca 100 mL
- Stirrer 3. Gelas beaker
- Gelas ukur
- 5. Pipet

2.

- 6. Piknometer
- 7. Timbangan
- 8. Cawan
- 9. Spatula

- 10. Kondenser
- 11. Hot plate
- 12. Rangka insulator
- 13. Stopwatch
- 14. Pompa dan selang plastik
- 15. Termokopel
- 16. *Gas Chromatography* (GC)
- 17. **FTIR**
- 18. Syringe

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

- 1. Minyak jarak pagar (SJO)
- 2. Katalis zeolit RCC (residue catalytic cracking)

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Tahap Preparasi Katalis dan Reaktan

3.4.1.1 Tahap Preparasi Katalis

Tahapan ini bertujuan untuk mempersiapkan katalis Zeolit ZSM-5 yang akan digunakan pada reaksi perengkahan katalitik dengan menghilangkan kandungan air pada katalis. Prosedur yang dilakukan adalah sebagai berikut:

- 1. Menimbang katalis ZSM-5 yang berbentuk serbuk sebanyak 4 gram;
- 2. Mengkalsinasi katalis ZSM-5 dengan menggunakan *furnace* pada suhu 200°C selama 1 jam;
- 3. Menurunkan suhu *furnace* hingga ± 100°C kemudian mengeluarkan katalis dari dalam *furnace*.
- 4. Memasukkan katalis ke dalam wadah tertutup dan menyimpannya di dalam desikator.

3.4.1.2 Tahap Preparasi Reaktan

Tahapan ini bertujuan untuk mempersiapkan reaktan SJO yang akan digunakan pada reaksi perengkahan katalitik dengan menghilangkan kandungan air pada SJO. Prosedur yang dilakukan adalah sebagai berikut:

- 1. Mengambil 200 mL SJO dalam *beaker glass*, kemudian mencelupkan termokopel;
- 2. Memanaskan SJO dalam *beaker glass* di atas *hot plate* hingga suhu 120°C selama 1 jam sehingga mencair dan hilang kandungan airnya;
- 3. Mematikan *hot plate* dan mendinginkan SJO hingga suhu 50°C;
- 4. Mengukur densitas SJO dengan piknometer;
- 5. Menyimpan minyak jarak dalam wadah tertutup.

3.4.2 Tahap Blank Test

Tahapan ini bertujuan untuk mengetahui densitas SJO murni, identifikasi gas-gas yang dihasilkan dan identifikasi jenis ikatan kimia dari senyawa dalam sampel. SJO tanpa katalis diproses dalam reaktor dengan kondisi yang sama seperti pada saat perengkahan. Selanjutnya, hasil blank test ini akan digunakan sebagai perbandingan dengan hasil reaksi perengkahan katalitik sehingga pengaruh katalis dalam reaksi dapat diketahui. Prosedur yang dilakukan adalah sebagai berikut:

- 1. Memasukkan 50 mL SJO cair (50°C) ke dalam reaktor dan menimbang massa awal SJO;
- 2. Melakukan pemanasan SJO tanpa menggunakan katalis. Menaikkan suhu hingga mencapai suhu perengkahan (340°C) dalam 30 menit dan menahan reaksi selama 100 menit pada suhu perengkahan;
- 3. Mengambil sampel gas dengan *syringe* setiap 5 menit dan melakukan analisis GC:
- 4. Mendiamkan SJO selama 30 menit (pada tahap reaksi perengkahan katalitik, selang waktu ini akan dimanfaatkan untuk pergantian katalis);
- 5. Mengulangi langkah 2 hingga 4 untuk SJO hasil pemanasan pada langkah 2 dengan waktu penahanan reaksi selama 80 menit;
- 6. Mengulangi langkah 5 di atas untuk SJO hasil pemanasan pada langkah 5 dengan waktu penahanan suhu reaksi 65 menit;
- 7. Mendinginkan sisa SJO dalam reaktor hingga suhu 50°C untuk kemudian ditimbang massa akhir SJO.

3.4.3 Tahap Reaksi Perengkahan Katalitik Minyak Jarak

Tahap ini bertujuan untuk merengkah SJO menjadi produk C₄ yang diharapkan dengan menggunakan katalis zeolit. Pada tahap ini, tabung kondenser diarahkan secara vertikal agar terjadi *full-reflux* terhadap produk yang dihasilkan sehingga yang keluar dari bagian atas tabung kondenser adalah murni produk gas. Adapun prosedur yang dilakukan adalah sebagai berikut:

1. Memasukkan 50 mL SJO cair (50°C) ke dalam reaktor dan menimbang massa awal SJO;

- 2. Menimbang katalis Zeolit dengan rasio massa katalis/SJO adalah 1:100;
- 3. Memasukkan *stirrer*, memasang termokopel, saluran katalis dan kondenser pada reaktor;
- 4. Memanaskan secara bersamaan SJO dalam reaktor dan katalis dalam cawan di atas *hot plate*;
- 5. Setelah suhu SJO mencapai 320°C, katalis dimasukkan ke dalam reaktor;
- 6. Menaikkan suhu hingga mencapai suhu perengkahan 340°C dalam rentang waktu 30 menit;
- 7. Menahan reaksi selama 100 menit pada suhu perengkahan;
- 8. Mengambil sampel gas dengan *syringe* tiap 5 menit dan melakukan analisis GC;
- 9. Mematikan *hot plate*, mendinginkan sisa SJO dalam reaktor hingga suhu 50°C dan katalis mengendap di dasar reaktor, serta menimbang massa hasil perengkahan;
- 10. Memisahkan SJO hasil perengkahan tahap 1 dengan katalisnya;
- 11. Mengukur densitas SJO hasil perengkahan katalitik tahap 1 dan memasukkan SJO ke reaktor perengkahan tahap 2;
- 12. Menimbang massa SJO dalam reaktor perengkahan tahap 2 dan katalis Zeolit baru dengan rasio massa katalis/SJO adalah 1:100;
- 13. Mengulangi langkah 3 sampai 9 untuk reaksi perengkahan katalitik tahap 2 dengan reaktan SJO hasil perengkahan 1, katalis Zeolit baru dan waktu penahanan reaksi selama 80 menit;
- 14. Memisahkan SJO hasil perengkahan tahap 2 dengan katalisnya;
- 15. Mengukur densitas SJO hasil perengkahan katalitik tahap 2 dan memasukkan SJO ke reaktor perengkahan tahap 3;
- 16. Menimbang massa SJO dalam reaktor perengkahan tahap 3 dan katalis Zeolit baru dengan rasio massa katalis/SJO adalah 1:100;
- 17. Mengulangi langkah 13 untuk reaksi perengkahan katalitik tahap 3 dengan reaktan SJO hasil perengkahan 2, katalis Zeolit baru dan waktu penahanan reaksi selama 65 menit;
- 18. Memisahkan SJO hasil perengkahan tahap 3 (residu) dengan katalisnya;

19. Mengukur densitas SJO hasil perengkahan tahap 3 (residu) dengan piknometer.

3.4.4 Tahap Analisis Produk Perengkahan

Tahap ini bertujuan untuk mendapatkan data yang berguna dalam perhitungan hasil dan analisis. Analisis yang dilakukan terhadap produk adalah :

1. Densitas

Pengukuran densitas dilakukan terhadap SJO murni dan SJO hasil perengkahan katalitik. Tujuannya adalah untuk mengetahui terjadinya perengkahan dengan menganalisis perubahan densitas. Densitas ditentukan dengan menggunakan alat piknometer (10 mL) sesuai dengan prosedur sebagai berikut:

- a. Menimbang massa piknometer kosong;
- b. Memasukkan sampel bersuhu 50°C ke dalam piknometer hingga hampir penuh;
- c. Menutup piknometer dan memastikan tidak ada gelembung udara;
- d. Menimbang massa piknometer berisi sampel;
- e. Menentukan densitas.

$$\rho = \frac{\text{massa piknometer berisi sampel-massa piknometer kosong}}{\text{volume sampel (10 mL)}}$$
(3.1)

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.

Instrumen yang digunakan adalah GC dengan detektor GC-TCD (*Thermal Conducivity Detector*) dan gas pembawa Helium. Prosedur yang dilakukan adalah sebagai berikut:

- a. Menyalakan instrumen GC dengan memutar saklar ke posisi ON;
- b. Mengatur laju alir gas pembawa yang akan digunakan pada 25 mL/menit;
- c. Mengambil sampel sebanyak 1 mL dengan *syringe* lalu menginjeksikan sampel tersebut ke dalam injektor kolom GC;

d. Melakukan analisis terhadap hasil pembacaan kromatogram yang diperoleh.

3. Forier Transform Infra Red (FTIR)

Analisis FTIR bertujuan untuk mengetahui jenis ikatan kimia dari senyawa-senyawa yang terkandung dalam sampel. Analisis ini digunakan untuk untuk membandingkan ikatan kimia yang terdapat dalam produk cair hasil distilasi dari SJO hasil perengkahan dan SJO murni. Analisis FTIR dilakukan di laboratorium RPKA.

Instrumen FTIR yang digunakan adalah Perkin-Elmer FTIR model 2000. Prosedur yang dilakukan adalah sebagai berikut:

- a. Menyalakan instrumen FTIR dengan memutar saklar ke posisi ON;
- b. Mengambil sampel sekitar 1 mL dan meletakkannya dalam wadah sampel;
- c. Memasukkan sampel yang berada pada wadah ke dalam instrumen FTIR;
- d. Melakukan analisis terhadap hasil pembacaan spektrum infra merah yang diperoleh.

3.4.5 Tahap Penyajian dan Pengolahan Data

Penyajian data dari parameter yang dicari adalah sebagai berikut :

1. Reaktan

a. 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.

3. Residu

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

Pengolahan data dilakukan dengan perhitungan sebagai berikut:

1. Konversi =
$$\frac{\text{massa reaktan-massa residu}}{\text{massa reaktan}} \times 100 \%$$
 (3.2)

2.
$$Yield = \frac{\text{massa hidrokarbon } C_4}{\text{massa reaktan}} \times 100 \%$$
 (3.3)

dimana:

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

Penentuan waktu reaksi total, jumlah siklus dan *yield* rata-rata C₄ reaksi perengkahan katalitik dilakukan dengan prosedur sebagai berikut:

- 1. Memplot data *yield* C4 terhadap waktu reaksi untuk 3 siklus reaksi yang telah dilakukan;
- 2. Menarik garis linear yang menghubungkan titik puncak *yield* C₄ untuk 3 tahap reaksi;
- 3. Menentukan persamaan garis pada langkah 2;

$$y = ax \pm b$$

dimana: $y = yield C_4 (\%)$

x = waktu reaksi (menit)

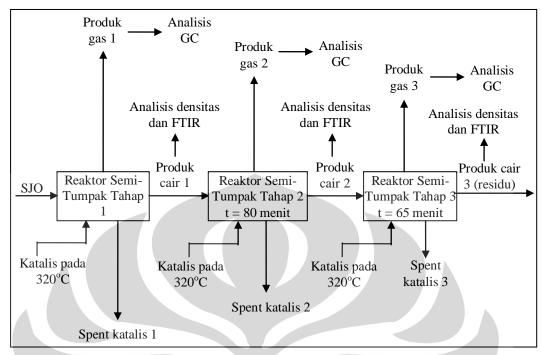
4. Menetukan faktor penurunan waktu reaksi pada setiap siklus (f);

$$f = \frac{\text{waktu reaksi tahap kedua}}{\text{waktu reaksi tahap pertama}}$$
(3.4)

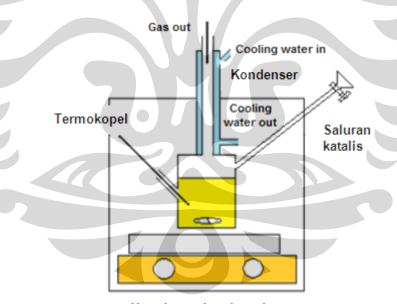
- 5. Mengasumsikan *yield* maksimum terkecil yang ingin dicapai pada akhir siklus reaksi (dengan asumsi yang digunakan adalah minimal 10%);
- 6. Menentukan waktu reaksi katalitik hingga *yield* C₄ maksimum siklus terakhir;
- 7. Menentukan jumlah siklus reaksi optimal;
- 8. Menentukan *yield* C4 rata-rata untuk siklus reaksi tersebut.

$$Yield C_4 = \frac{\sum \text{luas di bawah kurva}}{\text{waktu reaksi total}}$$
 (3.5)

3.5 Gambar dan Skema Alat Penelitian



Gambar 3.2. Skema Perengkahan Katalitik



Hot plate + insulator box Gambar 3.3. Skema Alat Penelitian

3.6 Pelaksanaan Penelitian

Keseluruhan penelitian ini akan 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 hidrokarbon fraksi C₄ dari minyak jarak pagar melalui reaksi perengkahan katalitik dengan menggunakan katalis zeolit RCC. Optimasi dilakukan melalui pengembangan sistem reaksi perengkahan katalitik berupa:

- 1. Meningkatkan suhu pemasukan katalis, dimana pada penelitian sebelumnya (Diyanto dkk, 2008), suhu pemasukan katalis adalah 150°C sedangkan pada penelitian ini katalis akan dimasukkan pada suhu 320°C.
- 2. Melakukan sistem siklus pergantian katalis saat katalis terdeaktivasi untuk menjaga aktivitas katalis tetap konstan.

Secara garis besar, percobaan pada penelitian ini terdiri dari empat tahap, yaitu tahap preparasi dan karakterisiasi katalis, tahap preparasi reaktan, tahap *blank test* dan tahap reaksi perengkahan katalitik. Proses perengkahan katalitik dilakukan dalam 3 tahap reaksi dengan waktu reaksi yang berbeda.

Sebelum tahap *blank test* dan tahap reaksi perengkahan katalitik, perlu dilakukan kalibrasi GC untuk gas yang diperkirakan akan ditemukan pada sampel produk gas, diantaranya adalah CO₂, CH₄, C₂H₄, C₂H₆, C₃H₆, C₃H₈, i-C₄ dan n-C₄. Berdasarkan hasil kalibrasi yang diperoleh, maka dapat diketahui waktu tinggal untuk masing-masing senyawa pada kolom Porapak-Q. Selain itu, kalibrasi GC ini juga akan menghasilkan persamaan untuk masing-masing senyawa, yang berfungsi untuk mengkonversi hasil GC berupa luas area menjadi volume.

4.1.1 Tahap Preparasi Katalis dan Reaktan

4.1.1.1 Tahap Preparasi Katalis

Tahap preparasi katalis bertujuan untuk mempersiapkan katalis zeolit ZSM-5 yang akan digunakan pada reaksi perengkahan katalitik. Sebelum reaksi perengkahan katalitik, katalis dikalsinasi dengan menggunakan *furnace* pada suhu 200°C selama 1 jam terlebih dahulu. Tujuannya adalah untuk menguapkan atau menghilangkan kandungan air yang mengisi pori-pori katalis sehingga akan

meningkatkan luas permukaan katalis. Setelah dikalsinasi, katalis dimasukkan ke dalam wadah tertutup dan disimpan di dalam desikator untuk mencegah masuknya uap air kembali ke dalam pori-pori katalis (Richardson, 1982).

4.1.1.2 Tahap Preparasi Reaktan

Tahap ini bertujuan untuk mempersiapkan reaktan SJO (*Straight Jatropha Oil*) yang akan digunakan pada tahap *blank test* dan tahap reaksi. Reaktan dipanaskan pada suhu 120°C untuk menghilangkan kandungan air pada SJO. Adapun, pengaruh tahap preparasi reaktan terhadap kondisi awal SJO adalah:

- 1. Perubahan warna SJO menjadi lebih coklat;
- 2. Densitas SJO menurun dan volume SJO meningkat akibat berkurangnya air yang terkandung pada SJO.

4.1.2 Tahap Blank Test

Tahap *blank test* bertujuan untuk mengetahui densitas SJO murni, identifikasi gas-gas yang dihasilkan dan identifikasi jenis ikatan kimia dari senyawa dalam sampel. Selanjutnya, data yang diperoleh akan digunakan sebagai pembanding dengan hasil minyak jarak setelah reaksi dengan menggunakan katalis.

Pada tahap ini, minyak jarak dipanaskan sampai mencapai suhu reaksi, lalu setelah mencapai suhu reaksi ditahan selama waktu reaksi yang telah ditentukan. Analisis sampel gas menggunakan GC dilakukan setiap 5 menit selama penahanan pada suhu reaksi. Hasil analisis GC menunjukkan bahwa ternyata tidak terbentuk produk C₄ ataupun produk hidrokarbon lainnya sama sekali dalam tahap *blank test* ini. Selain itu, juga diambil data FTIR untuk mengetahui jenis ikatan kimia dari senyawa dalam sampel.

Pada tahap ini juga diambil data densitas minyak jarak murni dan diperoleh densitas sebesar 0,885 g/cm³. Uji densitas dilakukan untuk mengetahui pengaruh dari penambahan katalis zeolit pada reaksi perengkahan katalitik. Apabila reaksi perengkahan katalitik telah berlangsung, maka densitas dari residu hasil reaksi perengkahan katalitik akan mengalami penurunan bila dibandingkan dengan tahap *blank test*. Hal ini disebabkan rantai panjang asam lemak pada

senyawa trigliserida telah terengkah menjadi senyawa dengan rantai yang lebih pendek. Namun, perlu diingat bahwa densitas residu dapat pula mengalami peningkatan bila terjadi reaksi polimerisasi. Hal ini disebabkan katalis zeolit juga berperan aktif dalam reaksi polimerisasi.

Jadi, adapun data-data yang akan diperoleh dalam tahap *blank test* ini adalah sebagai berikut:

- 1. Densitas SJO murni;
- 2. Data analisis GC produk gas yang terbentuk selama tahap reaksi tanpa katalis;
- 3. Data analisis FTIR produk cair (residu) hasil tahap reaksi tanpa katalis.

4.1.3 Tahap Reaksi Perengkahan Katalitik

Pada penelitian ini, reaksi perengkahan katalitik dilakukan untuk mensintesis hidrokarbon fraksi butana (i-C₄ dan n-C₄) dari minyak jarak dengan katalis zeolit. Reaksi perengkahan katalitik dilakukan dalam 3 tahap, dimana pergantian katalis dilakukan antara tahap yang satu dengan yang lain. Katalis yang digunakan adalah katalis yang masih baru, sedangkan reaktan yang digunakan pada tahap kedua dan ketiga adalah produk cair dari tahap sebelumnya. Pergantian katalis ini merupakan representasi dari regenerasi katalis di industri. Perengkahan 3 tahap reaksi bertujuan untuk mengetahui jumlah dan waktu pergantian katalis yang paling optimal.

Pergantian katalis diharapkan dapat menjaga aktivitas katalis tetap konstan pada tahap reaksi selanjutnya sehingga dapat meningkatkan produk gas yang dihasilkan. Reaksi perengkahan katalitik dilakukan pada suhu reaksi 340°C dan rasio massa katalis/SJO sebesar 1:100 berdasarkan pada kondisi paling optimal hasil penelitian Diyanto dkk (2008). Adapun waktu reaksi untuk setiap tahap reaksi berbeda disebabkan perbedaan waktu deaktivasi katalis pada tiap tahap.

Reaktan SJO dalam reaktor dan katalis zeolit dipanaskan sampai 320°C agar air yang masih terdapat di dalam SJO dan katalis menguap. Setelah itu, katalis dimasukkan ke dalam reaktor melalui saluran katalis untuk direaksikan dengan SJO. Katalis dimasukkan pada suhu yang lebih tinggi bila dibandingkan dengan penelitian sebelumnya. Hal ini bertujuan untuk mencegah katalis terdeaktivasi lebih cepat. Semakin dekat suhu pemasukan katalis dengan suhu

reaksi akan dihasilkan produk gas yang lebih banyak. Hal ini juga bertujuan agar energi yang diperlukan katalis untuk merengkah SJO menjadi produk gas telah tersedia karena katalis bekerja pada suhu reaksi.

Setelah katalis dan SJO dicampur bersama, *stirrer* dan kondenser dinyalakan. Kondenser dipasang secara vertikal agar terjadi *full-reflux* terhadap produk yang dihasilkan. Hal ini bertujuan agar fraksi-fraksi berat hidrokarbon yang menguap dapat terkondensasi dan mengalami perengkahan lebih lanjut menjadi rantai yang lebih pendek. Dengan demikian, saat pengambilan sampel, murni produk gas yang keluar dari bagian atas kondenser.

Saat suhu reaksi 340°C telah tercapai, maka reaksi akan berlangsung pada suhu konstan selama waktu reaksi yang telah ditentukan. Pada tahap ini, pengambilan sampel gas dilakukan setiap 5 menit untuk dianalisis dengan GC sehingga dapat diketahui komposisi dan senyawa dalam sampel gas. Adapun penentuan waktu reaksi adalah berdasarkan hasil penelitian, dimana reaksi yang sama telah dilakukan untuk waktu reaksi yang panjang. Hasil analisis GC kemudian akan diolah sehingga diketahui waktu dimana katalis telah terdeaktivasi, yaitu *yield* C₄ yang mulai mengalami penurunan atau bahkan tidak terbentuk produk C₄ sama sekali.

Setelah reaksi selesai, produk cair hasil reaksi perengkahan katalitik akan diturunkan suhunya dalam waktu secepat mungkin untuk mengurangi reaktan yang terengkah. Saat suhu telah mengalami penurunan, katalis telah mengendap di dasar reaktor. Selanjutnya, produk cair dipindahkan ke reaktor perengkahan tahap selanjutnya tanpa ada katalis yang terikut. Endapan katalis yang masih bercampur dengan sedikit SJO dicuci menggunakan n-heksana. n-heksana merupakan pelarut untuk senyawa organik sehingga SJO yang menempel pada katalis akan terlarut ke dalam n-heksana. Selanjutnya, katalis yang telah bebas dari minyak akan diuji BET untuk dianalisis luas permukaannya setelah reaksi. Sedangkan, produk cair akan diuji FTIR untuk mengetahui pengaruh penggunaan katalis dalam reaksi.

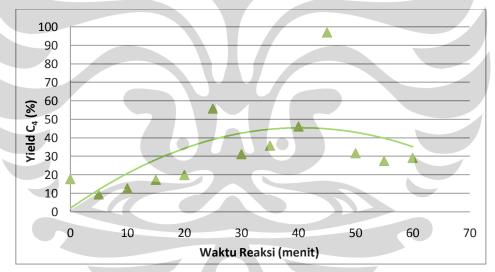
Jadi, adapun data-data yang akan diperoleh dalam tahap reaksi perengkahan katalitik ini adalah sebagai berikut:

1. Densitas residu SJO hasil perengkahan katalitik;

- 2. Data analisis GC produk gas yang terbentuk selama reaksi perengkahan katalitik;
- 3. Data analisis FTIR residu SJO hasil perengkahan katalitik;
- 4. Massa SJO yang hilang selama reaksi tahap perengkahan katalitik.

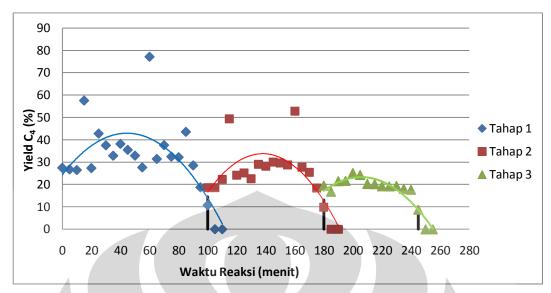
4.2 Analisis Sistem Siklus Pergantian Katalis

Tujuan dari reaksi perengkahan katalitik dengan sistem siklus pergantian katalis adalah untuk mengoptimasi produk C₄ yang dihasilkan. Optimasi yang dimaskud adalah dengan mencegah penurunan *yield* C₄ yang diakibatkan oleh deaktivasi katalis. Pergantian katalis yang telah terdeaktivasi dengan katalis baru dilakukan antara tahap yang satu dengan tahap yang lain Adapun, metode pergantian katalis yang dilakukan merupakan adopsi sederhana dari teknologi regenerasi katalis di industri.



Gambar 4.1. Pengaruh Waktu Reaksi Terhadap *Yield* C₄ pada Suhu 340°C dan Rasio 1:100 Sumber: Diyanto, 2008

Berdasarkan Gambar 4.1 di atas, terlihat bahwa pada penelitian sebelumnya (Diyanto dkk, 2008), seiring dengan berjalannya waktu reaksi, *yield* C₄ akan meningkat sampai ke titik puncak tertentu dan kemudian *yield* akan menurun selebihnya dari titik maksimum tersebut. Fenomena ini juga terjadi pada penelitian lanjutan yang telah dilakukan, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.2 di halaman selanjutnya.



Gambar 4.2. Pengaruh Sistem Siklus Pergantian Katalis Terhadap Yield C4

Adapun, analisis penyebab terjadinya fenomena tersebut adalah katalis telah mengalami deaktivasi seiring dengan berlalunya waktu reaksi. Oleh karena itu, sistem siklus pergantian katalis diharapkan dapat meningkatkan *yield* C₄ yang telah menurun dan membuktikan analisis penyebab fenomena penurunan *yield* C4 yang terjadi.

Hasil reaksi perengkahan katalitik dengan sistem siklus pergantian katalis seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.2 di atas adalah sebagai berikut:

- 1. *Yield* C₄ tahap awal mengalami penurunan setelah selang waktu tertentu dan kembali meningkat pada tahap selanjutnya, serta mengalami penurunan kembali setelah selang waktu tertentu.
 - → Hasil penelitian tersebut memperkuat analisis bahwa penurunan *yield* C₄ benar terjadi akibat deaktivasi katalis.
- 2. Yield C_4 tahap pertama > yield C_4 tahap kedua > yield C_4 tahap ketiga.

Fenomena ini terjadi karena reaktan pada tahap kedua dan tahap ketiga telah berkurang. Hal ini disebabkan reaktan yang digunakan pada tahap selanjutnya merupakan produk cair hasil reaksi perengkahan katalitik tahap sebelumnya.

3. Waktu deaktivasi katalis semakin cepat pada tahap selanjutnya.

Selain penurunan *yield* C₄, pada reaksi perengkahan katalitik tahap selanjutnya juga terjadi penurunan umur katalis atau waktu deaktivasi katalis

menjadi semakin cepat. Hal ini disebabkan reaktan tahap selanjutnya (merupakan produk cair tahap sebelumnya) memiliki densitas yang lebih tinggi sehingga mempercepat deaktivasi katalis. Peningkatan densitas terjadi karena katalis ZSM-5 juga berperan aktif dalam reaksi polimerisasi. Adapun, polimer dapat menutup permukaan katalis sehingga mengakibatkan *fouling* dan katalis menjadi terdeaktivasi (Idem dkk, 1997).

Berdasarkan Gambar 4.2 di halaman sebelumnya, dapat dilihat juga bahwa waktu pemotongan reaksi untuk setiap tahap berbeda, dimana waktu reaksi menjadi semakin berkurang untuk setiap tahap selanjutnya. Pemotongan waktu reaksi berdasarkan pada waktu deaktivasi katalis atau *yield* C₄ yang dihasilkan telah berkurang hingga sekitar 10%. Berdasarkan hasil penelitian, apabila reaksi terus dilanjutkan tanpa pergantian katalis maka *yield* C₄ yang dihasilkan sangat rendah atau bahkan tidak terbentuk C₄ sama sekali.

4.3 Analisis Deaktivasi Katalis

4.3.1 Analisis Penyebab Deaktivasi Katalis

Seiring dengan berjalannya reaksi, katalis heterogen dapat mengalami deaktivasi yang mengakibatkan menurunnya aktivitas katalis. Hal ini terjadi dapat berakibat buruk karena akan menurunkan laju berjalannya reaksi dan produk gas yang dihasilkan. Hal ini ditunjukkan pada Gambar 4.2, dimana *yield* C4 yang dihasilkan mengalami penurunan setelah selang waktu reaksi tertentu. Deaktivasi katalis dapat dibuktikan melalui perubahan sifat fisik (warna) katalis, dimana katalis awal berwarna putih dan berubah menjadi berwarna hitam.

Katalis setelah reaksi yang berubah menjadi warna hitam menunjukkan bahwa katalis tersebut terdeaktivasi akibat *coking* (Bevy, 2006). Kehadiran *coke* pada permukaan katalis dapat menurunkan luas permukaan katalis. Permukaan katalis merupakan tempat terjadinya pengikatan molekul-molekul reaktan sehingga penurunan luas permukaan katalis akan menyebabkan aktivitas katalis menurun. Kebanyakan *coke* hadir dalam bentuk menyerupai grafit, dengan komposisi CH_{0,4} sampai CH_{0,5}. Oleh karena itu, *coking* yang terjadi dianalisis sebagai akibat terengkahnya hidrokarbon olefin (Richardson, 1982), dimana olefin

lebih mudah untuk direngkah daripada parafin dan juga lebih cepat mengalami isomerisasi dan pembentukan *coke*.

Namun selain *coking*, deaktivasi katalis juga dianalisis sebagai akibat dari *fouling* oleh polimer. *Fouling* pada pori-pori di permukaan katalis dapat menyebabkan penurunan luas permukaan katalis sehingga mengakibatkan aktivitas katalis menurun dan terdeaktivasi. Hal ini disebabkan kondisi residu yang sangat viskos (kental) dan densitas residu yang meningkat bila dibandingkan awal sebelum reaksi. Indikasi tersebut menunjukkan bahwa telah terjadi reaksi polimerisasi yang mengakibatkan terbentuknya polimer yang menutup permukaan katalis. Selain itu, deaktivasi katalis akibat *fouling* oleh polimer turut diperkuat oleh penelitian Liana, dkk (2009), dimana katalis JRC-ALO 7 yang digunakan tidak berwarna hitam namun terjadi penurunan *yield* C₄ dan densitas residu bertambah.

Oleh karena terjadi peningkatan densitas produk cair, maka hasil analisis penyebab utama deaktivasi katalis zeolit pada penelitian ini adalah akibat *fouling* oleh polimer dan sedikit pengaruh *coking*. Hal ini disebabkan peningkatan densitas menunjukkan bahwa hidrokarbon yang terbentuk pada produk cair adalah rantai panjang (polimer) bukan rantai pendek. Sedangkan, *coking* terjadi akibat perengkahan berulang sehingga hanya tertinggal satu karbon tunggal, dimana densitas produk cair seharusnya menjadi lebih rendah.

4.3.2 Analisis Pengaruh Struktur Katalis Terhadap Deaktivasi Katalis

Setiap katalis memiliki waktu deaktivasi yang berbeda. Indikasi ini dapat dilihat dari perbandingan antara hasil penelitian ini dan penelitian Liana dkk, 2009. Perbandingan waktu deaktivasi katalis untuk kedua penelitian tersebut dapat dilihat pada Tabel 4.1 di bawah ini.

Tabel 4.1. Perbandingan Waktu Deaktivasi Katalis ZSM-5 dan Katalis JRC-ALO-7

Katalis	Waktu Deaktivasi Katalis (menit)				
Katalis	Tahap 1	Tahap 2	Tahap 3		
ZSM-5	100	80	65		
JRC-ALO-7	80	60	45		

Berdasarkan Tabel 4.1 (di halaman 42), terlihat bahwa deaktivasi katalis lebih cepat terjadi pada katalis Alumina JRC-ALO-7 bila dibandingkan dengan katalis ZSM-5. Indikasi tersebut dianalisis sebagai akibat dari perbedaan struktur katalis dari katalis tersebut. Katalis ZSM-5 merupakan jenis katalis dengan struktur berpori, dimana reaksi dapat berlangsung pada permukaan dan pori katalis. Sedangkan untuk katalis JRC-ALO-7 merupakan katalis amorf, katalis hanya dapat bereaksi pada permukaan katalis.

Dalam perengkahan katalitik dengan katalis ZSM-5, komponen trigliserida rantai panjang dalam minyak jarak akan mengalami perengkahan termal dan perengkahan katalitik di permukaan katalis. Selanjutnya, komponen trigliserida yang telah terengkah dan menjadi lebih pendek rantainya akan masuk ke dalam pori katalis dan turut mengalami perengkahan katalitik. Dengan demikian, luas permukaan reaksi pada katalis ZSM-5 lebih luas bila dibandingkan dengan katalis JRC-ALO-7. Hal inilah yang dianalisis menyebabkan waktu deaktivasi alumina lebih cepat bila dibandingkan dengan katalis ZSM-5.

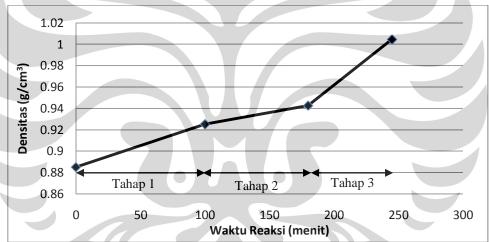
Selain itu, katalis zeolit memiliki distribusi keasaman yang homogen, sementara keasaman pada amorf tidak merata sehingga pada bagian dengan keasaman tinggi akan menyebabkan rerjadi reaksi konsekutif dan pada bagian dengan keasaman rendah tidak terjadi reaksi. Perbedaan distribusi keasaman ini menyebabkan *coke* yang terbentuk dari reaksi dengan menggunakan katalis alumina akan lebih banyak jika dibandingkan dengan zeolit (Nasution, 2008). Dengan demikian, struktur katalis mempengaruhi waktu deaktivasi katalis dalam reaksi perengkahan katalitik.

4.4 Analisis Densitas Residu Perengkahan Katalitik

Analisis densitas bertujuan untuk menentukan pengaruh katalis dalam reaksi perengkahan katalitik terhadap densitas dan keadaan residu hasil reaksi. Berdasarkan *blank test*, diketahui bahwa densitas SJO murni adalah sebesar 0,885 g/cm³. Densitas residu hasil reaksi dengan katalis ternyata mengalami kenaikan bila dibandingkan dengan densitas SJO murni. Hal ini menunjukkan bahwa perengkahan katalitik berpengaruh terhadap densitas fluida yang direaksikan.

Reaksi perengkahan katalitik akan memotong rantai hidrokarbon di trigliserida sehingga menciptakan radikal bebas. Radikal bebas tersebut akan berikatan dengan radikal bebas lainnya dan ikatan tersebut akan saling berikatan lagi sehingga membentuk struktur hidrokarbon yang lebih panjang dan lebih berat. Hal ini mengakibatkan terbentuknya polimer dengan densitas molekul yang lebih besar. Salah satu kemungkinan yang terjadi adalah rantai ester trigliserida saling berpolimerisasi menciptakan ester yang lebih kompleks dan lebih rumit. Hal inilah yang menyebabkan minyak goreng yang terlalu sering digunakan dapat menjadi kental dan berwarna hitam (Diyanto, 2008).

Efek dari reaksi polimerisasi terjadi seiring dengan waktu, dimana densitas produk cair akan semakin berat dan warnanya akan menjadi semakin hitam dan pekat. Fenomena ini ditunjukkan oleh Gambar 4.3 di bawah ini.



Gambar 4.3. Pengaruh Waktu Reaksi Terhadap Densitas Residu

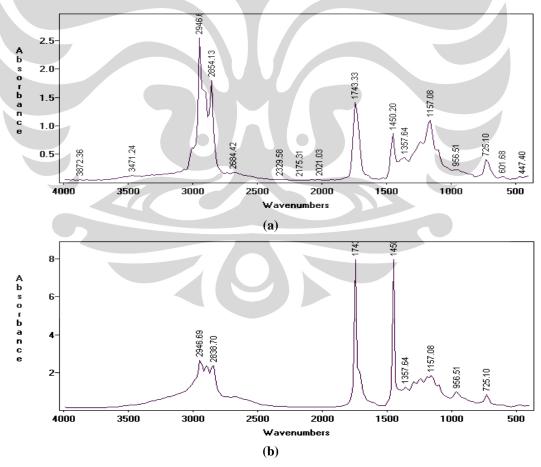
Berdasarkan Gambar 4.3 di atas, terlihat bahwa densitas residu meningkat seiring dengan berlalunya waktu reaksi. Hal ini menunjukkan bawa semakin lama waktu reaksi, maka perengkahan yang terjadi juga semakin banyak dan densitas produk yang dihasilkan juga semakin berat. Nilai densitas yang semakin tinggi berarti bahwa jumlah komponen dengan berat molekul tinggi yang terdapat di dalam residu semakin banyak. Densitas memiliki hubungan yang berbanding lurus dengan viskositas. Dengan demikian, peningkatan densitas akan diikuti dengan peningkatan viskositas yang ditunjukkan oleh bertambah kentalnya residu.

Gambar 4.3 juga menunjukkan bahwa peningkatan densitas terhadap waktu pada tahap pertama lebih besar dibandingkan dengan tahap kedua. Hal ini

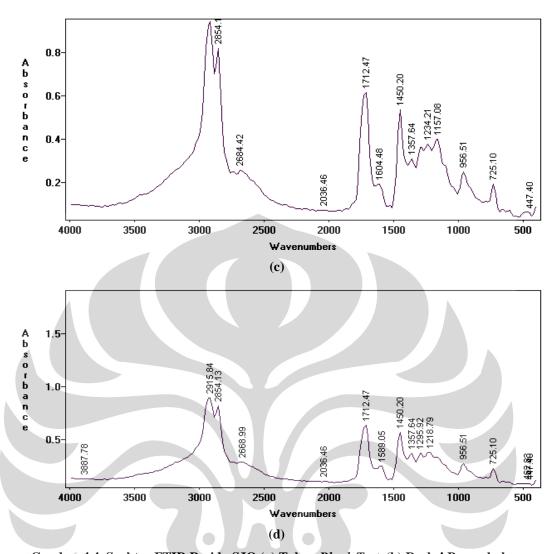
mengindikasikan bahwa reaksi pada tahap pertama lebih reaktif dibandingkan dengan tahap kedua. Peningkatan densitas terbesar terjadi pada tahap 3 dianalisis sebagai akibat reaksi polimerisasi berlangsung lebih dominan bila dibandingkan dengan reaksi perengkahan katalitik. Hal ini turut diperkuat oleh *yield* C₄ hasil reaksi perengkahan katalitik yang dihasilkan pada tahap selanjutnya lebih rendah dibandingkan dengan tahap awal.

4.5 Analisis FTIR Residu

Analisis FTIR bertujuan untuk mengetahui gugus-gugus yang terdapat dalam sampel residu. Melalui analisis FTIR terhadap residu, maka dapat diketahui perubahan yang terjadi pada gugus-gugus antara residu hasil reaksi perengkahan dengan residu tahap *blank test*. Dengan demikian, dapat diketahui apakah telah terjadi reaksi perengkahan yang mengakibatkan perubahan struktur ikatan pada SJO.



Gambar 4.4. Spektra FTIR Residu SJO (a) Tahap *Blank Test*, (b) Reaksi Perengkahan Katalitik Tahap Pertama, (c) Reaksi Perengkahan Katalitik Tahap Kedua dan (d) Reaksi Perengkahan Katalitik Tahap Ketiga



Gambar 4.4. Spektra FTIR Residu SJO (a) Tahap Blank Test, (b) Reaksi Perengkahan Katalitik Tahap Pertama, (c) Reaksi Perengkahan Katalitik Tahap Kedua dan (d) Reaksi Perengkahan Katalitik Tahap Ketiga (sambungan)

Berdasarkan hasil FTIR residu SJO pada tahap *blank test* seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.4 (a), dapat dilihat beberapa gugus dominan yang dimiliki SJO. Gugus dominan tersebut seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.2 di bawah ini.

Tabel 4.2. Macam-Macam Peak pada FTIR Residu SJO pada Tahap Blank Test

No	Panjang	Alkil	No	Panjang	Alkil
	Gelombang			Gelombang	
1	2946,69 cm ⁻¹	(-CH ₃)	4	1697,05 cm ⁻¹	C=C
2	2854,13 cm ⁻¹	$(=CH_2)$	5	1157,08 cm ⁻¹	O-C=O
3	1712,47 cm ⁻¹	C=O	6	725,1 cm ⁻¹	-(CH) _n -

Untuk menganalisa perbedaan antara tiga spektra FTIR tersebut, maka dilakukan perbandingan nilai absorbansi pada panjang gelombang yang telah disebutkan di atas. Hasil perbandingan tersebut dapat dilihat pada Tabel 4.3 di bawah ini.

Tabel 4.3. Perbandingan Spektra FTIR SJO Tahap *Blank Test* dengan Residu Tahap Reaksi Perengkahan Katalitik

Jenis	Panjang	Absorbansi			
Gugus	Gelombang	Blank Test	Tahap 1	Tahap 2	Tahap 3
(-CH ₃)	2946,69 cm ⁻¹	2,54	1,68	1,32	1,21
$(=CH_2)$	2854,13 cm ⁻¹	1,8	0,75	0,65	0,59
C=O	1712,47 cm ⁻¹	0,86	0,86	0,86	0,86
C=C	1697,05 cm ⁻¹	0,47	0,62	0,71	0,78
O-C=O	1157,08 cm ⁻¹	1,09	1,00	0,83	0,72
-(CH) _n -	725,1 cm ⁻¹	0,39	0,24	0,17	0,13

Besarnya absorbansi terhadap suatu gugus merefleksikan banyaknya kandungan gugus tersebut di dalam sampel. Absorbansi ikatan C=O sama sekali tidak mengalami perubahan (Diyanto dkk, 2008). Hal ini mengindikasikan bahwa tidak terjadi perengkahan pada ikatan C=O. Informasi ini diperkuat kembali dengan analisis sampel GC yang menunjukkan tidak adanya produk CO₂ yang terbentuk. Oleh karena itu, nilai absorbansi ikatan C=O dijadikan referensi dalam penentuan nilai absorbansi pada pembacaan hasil analisis FTIR pada sampel SJO.

Pada perengkahan katalitik SJO, ikatan C=O tidak terengkah disebabkan ikatan C=C dan C-C lebih mudah direngkah bila dibandingkan dengan ikatan C=O sehingga inti asam pada katalis lebih selektif dalam memotong ikatan C=C atau C-C (Rase, 2000). Hal ini juga dapat disebabkan oleh *acid strength* pada katalis kurang kuat untuk memotong ikatan C=O.

Perubahan absorbansi dapat mengindikasikan terjadinya reaksi perengkahan selama proses reaksi. Hasil analisis FTIR menunjukkan penurunan absorbansi dari gugus ester (O-C=O) yang berarti bahwa terjadi pelepasan gugus ester dari senyawa trigliserida. Hasil analisis FTIR juga menunjukkan bahwa terjadi kenaikan absorbansi pada ikatan C=C. Hal ini disebabkan oleh perengkahan parafin akan membentuk parafin dan olefin dengan rantai yang lebih pendek. Sedangkan, perengkahan olefin akan membentuk dua buah olefin dengan rantai yang lebih pendek.

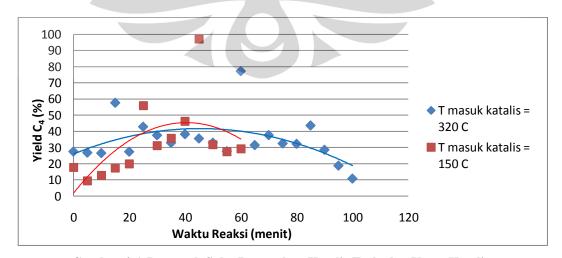
$$R_{a}$$
— C — CH — R_{b}
 R_{a} — CH_{3} + CH_{2} = R_{b}
 R_{a} — CH_{2} + CH_{2} = R_{b}
 R_{a} — CH_{2} + CH_{2} = R_{b}

Gambar 4.5. Reaksi Perengkahan Pada (a) Parafin (b) Olefin

Berdasarkan Tabel 4.3 di halaman sebelumnya, dapat dilihat juga bahwa terjadi penurunan absorbansi ikatan tunggal dan rangkap. Hal ini disebabkan banyak rantai hidrokarbon yang telah direngkah menjadi rantai yang lebih pendek lalu menguap sehingga menurunkan absorbansi –(CH)_n–. Sedangkan, hidrokarbon sisa dari perengkahan tersebut akan saling berikatan sehingga menurunkan absorbansi gugus alkil =CH₂ dan –CH₃. Hal inilah yang mengakibatkan terjadinya peningkatan densitas pada residu.

4.6 Analisis Pengaruh Suhu Pemasukan Katalis Terhadap Umur Katalis

Salah satu tujuan dari penelitian ini adalah untuk menentukan suhu pemasukan katalis yang lebih tepat atau optimal. Oleh karena itu, pada penelitian ini, katalis dimasukkan pada suhu yang lebih tinggi bila dibandingkan dengan penelitian sebelumnya (Diyanto dkk, 2008). Dari percobaan ini dapat diketahui pengaruh suhu pemasukan katalis terhadap umur katalis yang secara tidak langsung mempengaruhi waktu reaksi.



Gambar 4.6. Pengaruh Suhu Pemasukan Katalis Terhadap Umur Katalis

Berdasarkan Gambar 4.6 di halaman sebelumnya, dapat dilihat bahwa semakin tinggi suhu pemasukan katalis, maka waktu terjadinya penurunan *yield* C₄ menjadi semakin lama. Adapun telah dibahas sebelumnya bahwa penurunan *yield* C₄ terjadi akibat katalis yang mulai mengalami deaktivasi. Dengan demikian, hal ini menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu pemasukan katalis, katalis menjadi lebih lambat terdeaktivasi atau umur katalis menjadi semakin panjang. Adapun, semakin jauh suhu pemasukan katalis dengan suhu reaksi, maka waktu reaksi antara katalis dan reaktan hingga mencapai suhu reaksi mejadi lebih lama. Hal ini dapat mengakibatkan permukaan katalis yang tertutup oleh polimer atau karbon menjadi semakin luas sehingga katalis terdeaktivasi lebih cepat.

Selain itu, semakin dekat suhu pemasukan katalis dengan suhu reaksi, maka energi yang diperlukan katalis untuk merengkah SJO menjadi produk gas telah tersedia. Hal ini disebabkan proses perengkahan katalitik membutuhkan energi, dan jika suhu lebih tinggi, energi yang diberikan untuk proses ini akan semakin banyak, dan secara termodinamika reaksi berlangsung lebih cepat.

4.7 Perhitungan Konversi Perengkahan Katalitik

Konversi perengkahan katalitik didefinisikan sebagai jumlah reaktan yang terengkah selama proses perengkahan katalitik. Hasil perhitungan konversi reaksi perengkahan katalitik pada penelitian ini dapat dilihat pada Tabel 4.4 di bawah ini.

Tabel 4.4. Hasil Perhitungan Konversi Reaksi Perengkahan Katalitik

Konversi (%)					
Tahap 1	Tahap 2	Tahap 3	3 siklus reaksi		
20,8	23,5	29,1	58,6		

Berdasarkan hasil perhitungan pada Tabel 4.4 di atas, dapat dilihat bahwa terjadi peningkatan nilai konversi untuk tahap selanjutnya. Indikasi ini menunjukkan bahwa perengkahan yang terjadi untuk tahap selanjutnya lebih aktif bila dibandingkan dengan tahap sebelumnya. Hal ini dianalisis sebagai akibat bertambahnya jumlah ikatan rangkap yang cenderung direngkah oleh katalis. Peningkatan jumlah ikatan rangkap dalam reaktan ditunjukkan oleh peningkatan absorbansi ikatan rangkap pada produk cair hasil perengkahan katalitik. Setiap

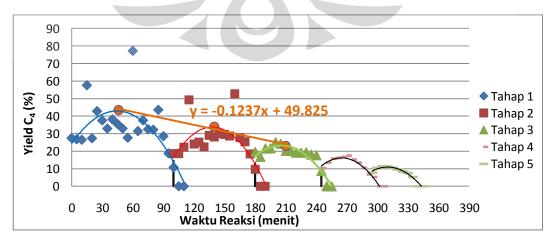
reaksi perengkahan sebuah ikatan rangkap akan dihasilkan dua buah ikatan rangkap dengan rantai yang lebih pendek dan jika rantainya telah cukup pendek akan cenderung menguap ke udara.

4.8 Simulasi Jumlah Siklus Reaksi Perengkahan Katalitik

Jumlah siklus reaksi perengkahan katalitik dibutuhkan untuk mengetahui jumlah dan waktu pergantian katalis yang optimal hingga jumlah produk yang dihasilkan telah mengalami penurunan. Selain itu, simulasi ini juga bertujuan untuk menentukan rata-rata *yield* C₄ yang diperoleh dari siklus reaksi tersebut.

Secara teoritis, laju reaksi yang melibatkan deaktivasi katalis dapat dijelaskan dengan persamaan matematis reaksi kinetika. Namun akibat reaksi perengkahan yang terjadi adalah reaksi kompleks (reaksi yang membentuk banyak produk), maka penurunan persamaan dan penentuan konstanta dekativasi katalis akan sulit untuk dilakukan. Oleh karena itu, untuk tahap awal, perhitungan jumlah siklus akan dilakukan secara sederhana seperti yang dijelaskan pada Bab 3.

Berdasarkan plot data *yield* C₄ terhadap waktu reaksi untuk 3 siklus reaksi yang telah dilakukan, maka persamaan garis untuk *yield* C₄ maksimum dari ketiga siklus tersebut dapat ditentukan. Plot grafik dan hasil persamaan garis untuk *yield* maksimum pada ketiga siklus tersebut dapat dilihat pada Gambar 4.7 di bawah ini. Dengan asumsi bahwa siklus reaksi selanjutnya akan menunjukkan hasil dengan fenomena yang sama, maka persamaan garis tersebut dapat digunakan untuk menentukan *yield* C₄ maksimum di setiap siklus reaksi perengkahan katalitik dari SJO dengan katalis zeolit pada suhu 340°C dan rasio massa katalis/SJO = 1:100.



Gambar 4.7. Kurva Yield C4 Terhadap Waktu dari Siklus Reaksi Perengkahan Katalitik

Untuk menentukan waktu reaksi setiap siklus, maka perlu diketahui faktor penurunan waktu reaksi terhadap siklus, yaitu:

$$f = \frac{\text{waktu reaksi tahap kedua}}{\text{waktu reaksi tahap pertama}} = \frac{80 \text{ menit}}{100 \text{ menit}} = 0.8$$

Siklus terakhir atau pergantian katalis terakhir yang dilakukan pada reaksi perengkahan katalitik ini adalah *yield* C₄ maksimum pada siklus tersebut bernilai sekitar 10%.

Penentuan *yield* C₄ rata-rata untuk seluruh siklus dapat dilakukan dengan membagi luas area di bawah kurva dengan lama waktu reaksi pada kurva untuk tiap siklus. 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. Adapun untuk mempermudah perhitungan yang dilakukan, luas permukaan kurva dihitung dengan pendekatan matematis, yaitu dengan mengasumsikan bahwa luas permukaan di bawah kurva berbentuk persegi panjang. Hasil perhitungan waktu reaksi setiap siklus dan waktu reaksi total dengan *yield* C₄ maksimum pada siklus tersebut dapat dilihat pada Tabel 4.5 di bawah ini.

Tabel 4.5. Hasil Perhitungan Waktu Reaksi dan Yield C₄ Maksmimum Setiap Siklus

Siklus	Lama Waktu Reaksi (menit)	Waktu <i>Yield</i> C ₄ Maksimum (menit ke-)	Yield C ₄ maksimum (%)
1	100	51	43,5
2	80	139	34
3	65	205	23
4	50	264	17,5
5	40	310	11,5
Σ	335		Rata-rata = 29,6

Tabel 4.6. Ringkasan Hasil Simulasi Jumlah Siklus Reaksi Perengkahan Katalitik

Persamaan garis	y = -0.1237 x + 49.825
Waktu reaksi total	335 menit
Faktor penurunan waktu reaksi setiap siklus	0,8
Jumlah siklus reaksi	5
Yield C ₄ rata-rata	29,6 %

Berdasarkan Tabel 4.6, diketahui bahwa *yield* C₄ rata-rata dari reaksi perengkahan katalitik pada SJO dengan katalis zeolit pada suhu reaksi 340°C dan

rasio massa katalis/SJO = 1:100 29,55%, dengan 5 siklus reaksi atau 5 kali pergantian katalis dan waktu reaksi total selama 335 menit. Perbandingan $yield C_4$ rata-rata dari hasil perengkahan katalitik pada trigliserida yang diperoleh pada beberapa penelitian lainnya dapat dilihat pada Tabel 4.7 di bawah ini.

Tabel 4.7. Perbandingan Hasil Penelitian Saat Ini dengan Penelitian Sebelumnya

Parameter Pembanding	Tantono, dkk (2009)	Rusydi, dkk (2009)	Diyanto, dkk (2008)	Dewi, dkk (2007)	Twaiq, dkk (2003)
Bahan Baku	SJO	CPO	SJO	CPO	CPO
Katalis	Zeolit	Zeolit	Zeolit	Zeolit	Zeolit
	ZSM-5	ZSM-5	ZSM-5	ZSM-5	ZSM-5
Suhu Reaksi	340°C	340°C	340°C	340°C	400°C
Produk	C ₄	C ₃ dan C ₄	C_4	C ₃ dan C ₄	C_4
<i>Yield</i> C ₄ (%)	29,6	29	12	23	16,6

Berdasarkan Tabel 4.7 di atas, diketahui bahwa *yield* C₄ rata-rata yang diperoleh pada penelitian ini lebih tinggi bila dibandingkan dengan penelitian sebelumnya. Adapun tujuan penelitian ini adalah untuk mengoptimasi *yield* C₄ yang dihasilkan dari penelitian sebelumnya (Diyanto dkk, 2008) sebesar 12,1%. Dengan demikian, pengembangan sistem reaksi dengan melakukan pergantian katalis dan suhu pemasukan katalis yang lebih tinggi dapat meningkatkan *yield* C₄ rata-rata yang dihasilkan.

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan bahwa:

- 1. Optimasi sintesis hidrokarbon fraksi butana dari miyak jarak dalam reaksi perengkahan katalitik dengan katalis zeolit melalui peningkatan suhu pemasukan katalis dan melakukan sistem siklus pergantian katalis berhasil memperpanjang umur katalis dan meningkatkan *yield* C₄ yang dihasilkan.
- 2. Kondisi optimal reaksi perengkahan katalitik pada penelitian ini berupa 5 siklus reaksi perengkahan katalitik dengan waktu reaksi total 335 menit dan *yield* C₄ rata-rata sebesar 29,6%.
- 3. Penyebab deaktivasi katalis zeolit pada penelitian ini adalah *fouling* oleh polimer dan karbon. Hal ini ditunjukkan oleh warna katalis setelah reaksi berwarna hitam dan densitas residu SJO hasil reaksi perengkahan meningkat.

5.2 Saran

Saran yang diberikan berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan adalah untuk mengoptimalkan sintesis hidrokarbon fraksi butana dari minyak jarak melalui mekanisme perengkahan katalitik dengan katalis zeolit, maka perlu dilakukan sistem siklus pergantian katalis. Sistem pergantian katalis akan meningkatkan *yield* C₄ dan produk gas yang dihasilkan. Adapun, aplikasi dari sistem ini masih sulit untuk diterapkan sehingga perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai pengembangan sistem untuk aplikasi di industri.

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, Skripsi. Depok: Departemen Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Indonesia.
- Fogler, H.S. (1999). *Elements of Chemical Reaction Engineering* 3rd ed. New Jersey: Prentice Hall.
- Hambali, E., dkk. (2007). Teknologi Bioenergi. Jakarta: Agromedia.
- 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.
- 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.
- Kandpal, J.B. dan M. Madan. (1994). *Jatropha curcus*: a renewable source of energy for meeting future energy needs.
- Oudar, J. dan H. Wise. (1985). *Deactivation and Poisoning of Catalysts*. CRC Press.
- Pambudi, N. A. (2008). *Potensi Jarak Pagar sebagai Tanaman Energi di Indonesia*. Retrieved: June 9, 2009, from: chem-is-try.org: http://www.chem-is-try.org/artikel-kimia/teknologi-tepat-guna/potensi-jarak-pagar-sebagai-tanaman-energi-di-indonesia/
- Pertamina. (2009). *Bisnis LPG Pertamina: Menjamin Ketahanan Pasokan Energi Nasional*. Retrieved: June 9, 2009, from: Pertamina:

 <a href="http://upv.pertamina.com/pertaminaruv/index.php?option=com_content&vie_w=article&id=67:bisnis-lpg-pertamina-menjamin-ketahanan-pasokan-energi-nasional&catid=36:berita-kita&Itemid=59
- Pertamina. (2008). *Sekilas Tentang Program Konversi Minyak Tanah ke LPG*. Retrieved: June 9, 2009, from: Pertamina: http://www.pertamina.com/konversi/program.php
- Richardson, J. T. (1982). *Principles of Catalyst Development*. New York: Plenum Press.

- Robert, M. (2005). *Straight Jatropha Oil: Promising Green Fuel*. Yogyakarta: Universitas Gajah Mada.
- Twaiq, F. A., Zabidi, N. A., & Bhatia, S. (2003). Catalytic Conversion of Palm Oil Over Mesoporous Aluminosilicate MCM-41 for Production of Liquid Hydrocarbon Fuels. Elsevier Journal of Fuel Processing Technology, 84, 105-120.
- 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.
- Satterfield, C.N. (1991). *Heterogeneous Catalysis in Industrial Practice* (2nd ed). Mexico: McGraw-Hill, Inc.
- Wikipedia. (2009). *Butane*. Retrieved: June 9, 2009, from: wikipedia: http://www.wikipedia.org/butane
- Wikipedia. (2009). *Liquified Petroleum Gas*. Retrieved: June 9, 2009, from: wikipedia: http://www.wikipedia.org/LPG
- Wikipedia. (2009). *Jatropha*. Retrieved: June 9, 2009, from: wikipedia: http://www.wikipedia.org/jatropha

Lampiran 1

Data Hasil Analisa GC

Tabel 1. Analisa GC Reaksi Perengkahan Katalitik Tahap 1

Waktu Reaksi (menit)	Udara	i-C ₄	n-C ₄	Total C ₄	Total Sampel	<i>Yield</i> C ₄ (%)
0	0,513831	0,019819	0,113757	0,133576	0,486169	27,5
5	0,546765	0,018281	0,103017	0,121298	0,453235	26,8
10	0,569818	0,018999	0,094947	0,113947	0,430182	26,5
15	0,789377	0,020745	0,100501	0,121246	0,210623	57,6
20	0,498713	0,018698	0,118404	0,137102	0,501287	27,4
25	0,598251	0,01615	0,155796	0,171946	0,401749	42,8
30	0,603684	0,014623	0,134095	0,148718	0,396316	37,5
35	0,556749	0,0183	0,127478	0,145779	0,443251	32,9
40	0,554371	0,010557	0,159553	0,170111	0,445629	38,2
45	0,551291	0,039187	0,120181	0,159368	0,448709	35,5
50	0,559769	0,020745	0,124191	0,144937	0,440231	32,9
55	0,602745	0,015287	0,094562	0,109848	0,397255	27,7
60	0,8397	0,019326	0,104352	0,123678	0,1603	77,2
65	0,536873	0,020745	0,12487	0,145616	0,463127	31,5
70	0,647276	0,01887	0,113757	0,132626	0,352724	37,6
75	0,600275	0,018038	0,11177	0,129808	0,399725	32,5
80	0,650593	0,017668	0,094947	0,112615	0,349407	32,3
85	0,695276	0,018999	0,11374	0,132739	0,304724	43,6
90	0,576945	0,017349	0,10341	0,120759	0,423055	28,6
95	0,593877	0,014827	0,061313	0,076141	0,406123	18,8
100	0,516826	0,008935	0,042997	0,051932	0,483174	10,8

Tabel 2. Analisa GC Reaksi Perengkahan Katalitik Tahap 2

Waktu Reaksi (menit)	Udara	i-C ₄	n-C ₄	Total C ₄	Total Sampel	Yield C ₄ (%)
0	0,513831	0,012604	0,077856	0,09046	0,486169	18,60674
5	0,546765	0,011948	0,072329	0,084277	0,453235	18,59457
10	0,569818	0,012242	0,083594	0,095836	0,430182	22,27802
15	0,789377	0,013314	0,09063	0,103944	0,210623	49,35096
20	0,647306	0,011125	0,073854	0,084979	0,352694	24,0942
25	0,626966	0,013031	0,080995	0,094026	0,373034	25,20579
30	0,571905	0,013222	0,083187	0,096409	0,428095	22,52046
35	0,695692	0,011847	0,07645	0,088297	0,304308	29,01568
40	0,666196	0,017629	0,076299	0,093928	0,333804	28,13865
45	0,606555	0,012038	0,106187	0,118225	0,393445	30,0487
50	0,688945	0,017951	0,074155	0,092106	0,311055	29,61079
55	0,645592	0,016475	0,085328	0,101803	0,354408	28,72469
60	0,8397	0,012111	0,072498	0,084608	0,1603	52,78126
65	0,695276	0,01157	0,072937	0,084506	0,304724	27,73207
70	0,647276	0,011608	0,077931	0,089539	0,352724	25,38498
75	0,536873	0,011474	0,074007	0,085481	0,463127	18,45736
80	0,593877	0,010031	0,029614	0,039645	0,406123	9,761812

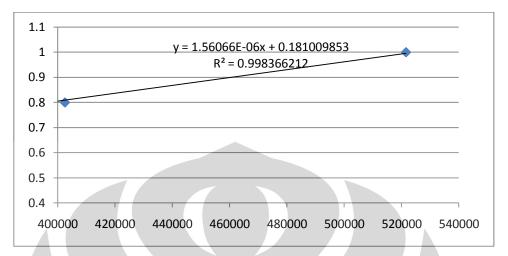
(lanjutan)

Tabel 3. Analisa GC Reaksi Perengkahan Katalitik Tahap 3

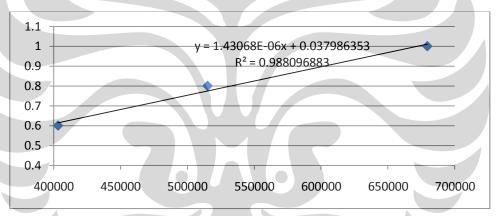
Waktu Reaksi (menit)	Udara	i-C ₄	n-C ₄	Total	Total Sampel	<i>Yield</i> C ₄ (%)
0	0,62558	0,013135	0,059871	0,073006	0,37442	19,49844
5	0,498713	0,012824	0,071115	0,083938	0,501287	16,74458
10	0,598251	0,013086	0,073175	0,086261	0,401749	21,47128
15	0,603684	0,014459	0,071205	0,085664	0,396316	21,61516
20	0,678645	0,014499	0,066131	0,08063	0,321355	25,09063
25	0,695276	0,004758	0,069101	0,07386	0,304724	24,23822
30	0,602745	0,014544	0,065816	0,08036	0,397255	20,22888
35	0,559769	0,018284	0,070398	0,088681	0,440231	20,14429
40	0,551291	0,014608	0,071355	0,085963	0,448709	19,15782
45	0,556749	0,013899	0,07085	0,084749	0,443251	19,11982
50	0,562135	0,014407	0,070198	0,084605	0,437865	19,32204
55	0,647276	0,014018	0,04967	0,063688	0,352724	18,05607
60	0,576945	0,004942	0,069767	0,074709	0,423055	17,65931
65	0,593877	0,004912	0,030517	0,03543	0,406123	8,723835



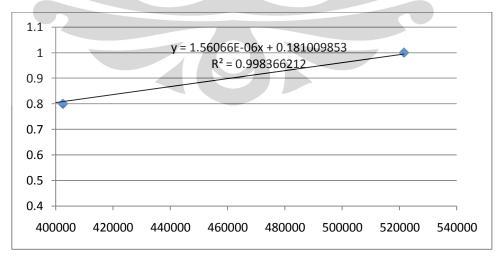
Lampiran 2 Kurva Kalibrasi GC



Gambar 1. Kurva Kalibrasi GC n-C₄H₁₀



Gambar 2. Kurva Kalibrasi GC i-C₄H₁₀



Gambar 3. Kurva Kalibrasi GC Udara