

**PREPARASI DAN KARAKTERISASI ZEOLIT SEBAGAI ADSORBEN  
PENGURANGAN SULFUR DALAM MINYAK SOLAR**

**Disusun oleh :**

**IKA SUMANTI**

**2305310225**



**PROGRAM DIPLOMA 3 KIMIA TERAPAN  
DEPARTEMEN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS INDONESIA  
DEPOK  
2008**

**PREPARASI DAN KARAKTERISASI ZEOLIT SEBAGAI ADSORBEN  
PENGURANGAN SULFUR DALAM MINYAK SOLAR**

**Laporan Praktik Kerja Lapangan Diajukan Sebagai Tugas Akhir  
Pendidikan Program Diploma 3 Kimia Terapan**

**Disusun oleh :**

**IKA SUMANTI**

**2305310225**



**PROGRAM DIPLOMA 3 KIMIA TERAPAN  
DEPARTEMEN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS INDONESIA  
DEPOK  
2008**

**LEMBAR PENGESAHAN**

**PREPARASI DAN KARAKTERISASI ZEOLIT SEBAGAI ADSORBEN  
PENGURANGAN SULFUR DALAM MINYAK SOLAR**

**LAPORAN PRAKTIK KERJA LAPANGAN**

**DISUSUN OLEH:**

**IKA SUMANTI**

**2305310225**

**Menyetujui,**



  
**Drs. Anda Lucia M.T**

**Pembimbing I**

**Ka. Kel. Proses Separasi**

**PPPTGMGB “LEMIGAS”**

  
**Dr. Riwandi Sihombing**

**Pembimbing II**

**Departemen Kimia FMIPA UI**

## KATA PENGANTAR

Segala puji bagi Allah SWT atas rahmat dan barakah yang telah dilimpahkan, sehingga penulis dapat menyelesaikan Laporan Praktik Kerja Lapangan yang berjudul Preparasi dan Karakterisasi Zeolit Sebagai Adsorben Pengurangan Sulfur dalam Minyak Solar.

Laporan ini disusun sebagai syarat untuk menyelesaikan program studi Diploma 3 Kimia Terapan, Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia. Laporan Praktik Kerja Lapangan ini merupakan hasil kegiatan PKL yang telah dilaksanakan di Laboratorium Uji Sifat Fisika Kelompok Proses Separasi KPRT Proses di PPPTMGB "LEMIGAS" di Jl. Ciledug Raya Kav. 109 Cipulir Kebayoran Lama Jakarta Selatan, yang dimulai dari tanggal 10 Maret 2008 sampai dengan 10 Juni 2008.

Pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada seluruh pihak yang telah membantu selama kegiatan Praktik Kerja Lapangan maupun dalam penyusunan laporan. Penulis banyak memperoleh bimbingan dan bantuan dari berbagai pihak, oleh karena itu penulis ingin berterima kasih kepada :

1. Drs.Riswiyanto,M.Si. selaku Ketua Program D3 Kimia Terapan FMIPA UI.
2. Dr.Ir.Hadi Purnomo,M.Sc,DIC selaku Kepala Pusat PPPTMGB "LEMIGAS".
3. Drs.Anda Lucia,M.T, selaku Ka. Kel. Proses Separasi dan pembimbing I yang telah banyak memberikan bimbingan, pengarahan kepada penulis

- selama melaksanakan PKL, serta memberikan masukan dan penjelasan mengenai penyusunan Laporan PKL.
4. Dr.Riwandi Sihombing selaku pembimbing II yang telah membimbing penulis dalam pembuatan Laporan Praktik Kerja Lapangan.
  5. Drs.Abdul Haris,M.Si selaku Koordinator KPRT Proses yang telah membantu, sehingga penulis dapat melaksanakan Praktik Kerja Lapangan.
  6. Bapak Yaya Sukarya,Bc. M, selaku Pa. Lab Sifat Uji Fisika.
  7. Mba Baity Hotimah, selaku asisten dari pembimbing I yang telah membantu dalam mencari pemecahan masalah yang dihadapi dalam penyelesaian PKL, serta mengarahkan dalam penyusunan Laporan PKL.
  8. Mas awang, Ibu Dessy, Ibu Titin, Bpk Cahya, Ibu Erna, Bpk Adiwari, Mas Yono dan seluruh operator/teknisi di Laboratorium Uji Sifat Fisika Kelompok Separasi KPRT Proses di PPPTMGB "LEMIGAS" yang telah membantu penulis dalam menyelesaikan PKL.
  9. Seluruh Dosen di Program D3 Kimia Terapan yang telah memberikan ilmu, pengalaman, bantuan yang bermanfaat dan insyaallah diaplikasikan dalam kehidupan sehari-hari.
  10. Seluruh Staf di Departemen Kimia yang telah memberikan informasi dan membantu selama perkuliahan.
  11. Bapak, Mama, Mas Hendri dan De an yang telah memberikan kasih sayang, doa, motivasi, dukungan baik moril maupun materil dan semangat, sehingga penulis dapat menyelesaikan Laporan PKL.
  12. Teman–teman seperjuangan PKL (Mila, Fitri, dan Irma) Di KPRT Proses

yang selalu memberikan dukungan dan semangatnya sampai selesainya Laporan PKL ini.

13. Wika terima kasih sudah membantu (nguji XRD di CMFA Metalurgi FT UI, koleksi skripsinya, dan pencarian data di JCPDS), alfin (makasih atas segala doa, semangat), agung makasih banyak atas sharingnya, Byan yang telah memperkenalkan kami dengan Bapak Abdul Haris, K'irwan & K'danar makasih atas software XRDnya, Mba indy dan K'ivan di metal yang udah membantu dalam pengujian XRD. Adik-adik ku (Ririn, Mega dan Riza) SMAK PA makasih ya atas doa, semangat dan bantuannya.
14. Seluruh teman-teman di D3 Kimia Terapan 05 yang selalu kompak dan telah menjadi seperti keluarga sendiri, makasih atas (doa, semangat, kerjasamanya, pengalaman, canda, tawa, dll) selama 3 tahun ini.
15. Bapak Kardi, Bapak Ibrahim, Bpk Lamta, dan Krisna (IPB) yang telah membantu dalam preparasi zeolit dan pengujian luas permukaan.
16. Keluarga di kosan yang telah membantu penulis selama ada di Cipulir, kalian sudah menjadikan penulis sebagai anggota keluarganya sendiri.
17. Bu Leni atas kesempatannya sehingga penulis dapat melaksanakan PKL di PPPTMGB"LEMIGAS".

Penulis menyadari sepenuhnya bahwa Laporan Praktik Kerja Lapangan ini jauh dari sempurna, tetapi percobaan ini dapat memberikan manfaat yang besar bagi masyarakat luas, terutama dalam perkembangan ilmu pengetahuan.

Penulis

2008

## **ABSTRAK**

**PROGRAM D3 KIMIA TERAPAN**

**DEPARTEMEN KIMIA**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**

**UNIVERSITAS INDONESIA**

**2008**

**Ika Sumanti**

**2305310225**

**Preparasi dan Karakterisasi Zeolit Sebagai Adsorben Pengurangan Sulfur  
dalam Minyak Solar**

**xiii + 97 Halaman, Gambar, Tabel, Lampiran**

Sulfur merupakan salah satu komponen utama penyebab polusi udara. Senyawa sulfur yang terdapat dalam solar diubah menjadi gas buang  $SO_x$  yang berdampak negatif bagi kesehatan maupun lingkungan. Teknik desulfurisasi sangat penting untuk pengurangan kadar sulfur dalam solar. Pada percobaan ini dilakukan pengurangan sulfur dengan teknik desulfurisasi adsorpsi menggunakan zeolit alam Lampung. Zeolit merupakan mineral alumina silikat yang mempunyai struktur berongga, yang mempunyai kemampuan sebagai dehidrator, adsorben, penukar ion dan penyaring molekul.

Zeolit alam Lampung dipreparasi dengan aktifasi secara kimia, pertukaran ion dan kalsinasi. Karakterisasi zeolit dilakukan dengan XRD, Luas permukaan

dengan metode BET dan total sulfur dalam solar dengan metode lampu ASTM D1266-mod.

Dari hasil XRD ZAL mengandung klinoptilolit 68,9% dan mordenit 24,7%, sedangkan ZALP+H+IE mengandung klinoptilolit 60,19%, mordenit 12,28% dan NiO 19,72%. Analisa BET menunjukkan bahwa zeolit alam Lampung yang tidak mengalami aktivasi mempunyai luas permukaan yang lebih besar, yaitu ZAL 48,64 m<sup>2</sup>/g dan ZALP+H+IE 46,08 m<sup>2</sup>/g. Kadar sulfur dalam MS sebesar 810 ppm, MS+Ad+ZALP+H+IE-0,5 sebesar 786 ppm, MS+Ad+ZALP+H+IE-1 sebesar 782 ppm dan MS+Ad+ZALP+H+IE-1,5 sebesar 750 ppm. Dapat dikatakan bahwa zeolit alam Lampung dapat menurunkan kadar sulfur dalam solar dengan kenaikan massa zeolit yang ditambahkan ke dalam solar pada waktu adsorpsi.

## DAFTAR ISI

Halaman

LEMBAR JUDUL	
LEMBAR PENGESAHAN .....	ii
KATA PENGANTAR .....	iii
ABSTRAK .....	vi
DAFTAR ISI .....	viii
DAFTAR GAMBAR .....	xi
DAFTAR TABEL .....	xii
DAFTAR LAMPIRAN .....	xiii
BAB I. PENDAHULUAN .....	1
I.1 Latar Belakang Praktik Kerja Lapangan .....	1
I.2 Tempat Pelaksanaan Praktik Kerja Lapangan .....	3
I.3 Tujuan Praktik Kerja Lapangan .....	3
I.3.1 Tujuan Umum .....	3
I.3.2 Tujuan Khusus .....	3
BAB II. TINJAUAN INSTITUSI .....	4
II.1. Sejarah Lemigas .....	4
II.2 Visi dan Misi PPTMGB “LEMIGAS” .....	6
II.3 Struktur Organisasi PPPTMGB “LEMIGAS” .....	7
II.4 Sarana dan Fasilitas .....	9
II.4.1. Laboratorium .....	10

II.4.2. Perpustakaan .....	16
<b>BAB III. PELAKSANAAN PKL.....</b>	<b>17</b>
III.1. Waktu dan Tempat PKL.....	17
III.2. Tinjauan Pustaka .....	17
III.2.1. Minyak Solar .....	17
III.2.1.1. Kadar sulfur dalam minyak solar .....	18
III.2.1.2. Sifat-sifat lain .....	20
III.2.2. Zeolit.....	20
III.2.2.1. Struktur Kerangka Zeolit.....	21
III.2.2.2. Jenis-jenis Zeolit.....	26
III.2.2.3. Karakterisasi Jenis Zeolit Terpenting.....	31
III.2.3. Sifat-Sifat Zeolit .....	32
III.2.3.1. Zeolit sebagai Dehidrator .....	33
III.2.3.2. Zeolit sebagai adsorban .....	33
III.2.3.3. Zeolit sebagai penukar ion.....	34
III.2.3.4. Zeolit sebagai penyaring molekul.....	35
III.2.4. Adsorpsi.....	35
III.2.5. Difraksi Sinar-X.....	37
III.2.6. Analisa Luas Permukaan dengan metode BET .....	40
III.2.7. Metode Lampu ASTM D – 1266.....	43
<b>III.3. PERCOBAAN .....</b>	<b>45</b>

III.3.1. Alur Percobaan.....	45
III.3.2. Alat-alat.....	46
III.3.3. Bahan-bahan.....	47
III.3.4. Prosedur Percobaan.....	47
III.3.4.1 Tahap preparasi dan pengaktifan adsorben.....	47
III.3.4.2. Tahap Karakterisasi Zeolit.....	50
III.3.4.3. Tahap adsorpsi.....	51
III.3.5. Metode pengolahan data.....	51
III.4. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	52
III.4.1. Preparasi zeolit alam Lampung.....	52
III.4.2. Karekterisasi Zeolit.....	53
III.4.2.1. Analisa Difraktometer Sinar – X (XRD).....	53
III.4.2.2. Analisa Luas Permukaan dengan BET.....	57
III.4.3. Analisa total sulfur dalam solar.....	58
III.5. Kesimpulan.....	59
BAB IV. PENUTUP.....	61
IV.1. Hasil Praktik Kerja Lapangan.....	61
IV.2. Manfaat Pelaksanaan Praktik Kerja Lapangan.....	61
IV.3. Saran.....	62
DAFTAR PUSTAKA.....	65
LAMPIRAN.....	68

## DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 3.1 Struktur Aluminosilikat .....	21
Gambar 3.2 Susunan Tetrahedral $\text{SiO}_4$ dan $\text{AlO}_4$ yang membentuk Rongga Kubus Oktahedral dalam zeolit .....	22
Gambar 3.3 Kerangka dasar tetrahedral (Sutarti, 1994) .....	23
Gambar 3.4 Unit pembangun sekunder.....	24
Gambar 3.5 Unit-unit Polihedral Zeolit .....	24
Gambar 3.6.a Sangkar sodalit .....	25
Gambar 3.6.b Zeolit sodalit.....	25
Gambar 3.7 Posisi kation dan molekul air dalam rongga zeolit (Barrer,1978).....	26
Gambar 3.8 Struktur rangka zeolit alam jenis klinoptilolit dengan saluran-saluran yang berbentuk dari cincin-8 dan cincin-10.....	31
Gambar 3.9 Struktur rangka zeolit alam jenis mordenit .....	32
Gambar 3.10 Skema difraktometer serbuk sinar-X.....	38
Gambar 3.11 Difraksi sinar-X oleh lattice kristal .....	39
Gambar 3.12 Klasifikasi isoterm adsorpsi oleh Bunauer dkk.....	42
Gambar 3.13 Bagan Alur Percobaan.....	45
Gambar 3.14 Kurva XRD ZAL.....	54
Gambar 3.15 Kurva XRD ZALP+H+IE .....	55
Gambar 3.16 Diagram Penurunan kadar sulfur pada solar .....	59

**DAFTAR TABEL**

	Halaman
Tabel 3.1	Jenis mineral zeolit beserta rumus kimianya ..... 28
Tabel 3.2	Beberapa jenis Zeolit sintetis dengan Rumus Molekulnya (Riberio1984)..... 30
Tabel 3.3	Contoh penggunaan zeolit sintetis ..... 30
Tabel 3.4	Sampel-sampel dalam percobaan..... 49
Tabel 3.5	Penamaan zeolit sesuai dengan treatment yang dilakukan ..... 50
Tabel 3.6	Data $d$ ( $\text{\AA}$ ), $2\theta$ untuk ZAL dan ZALP+H+IE..... 55
Tabel 3.7	Data BET..... 57

## DAFTAR LAMPIRAN

		Halaman
Lampiran 1	Data Zeolit Alam Lampung.....	69
Lampiran 2	Spesifikasi bahan bakar minyak solar 48 .....	70
Lampiran 3	Data XRD Zeolit Alam Lampung (ZAL).....	72
Lampiran 4	Data XRD Zeolit Alam Lampung setelah dimodifikasi (ZALP+H+IE).....	74
Lampiran 5	JCPDS file untuk Mordenit .....	76
Lampiran 6	JCPDS file untuk klinoptilolit .....	78
Lampiran 7	JCPDS file untuk NiO .....	80
Lampiran 8	Cara kerja ALAT NOVA 1200e.....	81
Lampiran 9	Cara Kerja Sulfur Lamp ASTM D – 1266 .....	86
Lampiran 10	Cara Kerja XRD .....	88
Lampiran 11	Perhitungan kadar sulfur.....	89
Lampiran 12	Data luas permukaan ZAL.....	91
Lampiran 13	Data luas permukaan ZALP+H+IE .....	93
Lampiran 14	Alat pengukuran sulfur dengan metode Lampu ASTM D 1266 ....	95
Lampiran 15	Nova 1200e.....	96
Lampiran 16	Struktur Organisasi PPPTMGB”LEMIGAS” .....	97

# BAB I

## PENDAHULUAN

### **I.1. Latar Belakang Praktik Kerja Lapangan**

Seiring dengan berkembangnya sektor industri yang dapat meningkatkan devisa Negara dan kesejahteraan masyarakat. Sehingga menghasilkan barang dan jasa yang bermanfaat bagi kelangsungan hidup manusia. Salah satu sektor industri yang memegang andil besar meningkatnya industri adalah dibidang kimia.

Kimia merupakan bidang ilmu pengetahuan yang terus berkembang sesuai dengan perkembangan zaman. Dan salah satu komponen penting dalam perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi. Melalui cakupan bidang yang luas, kimia hadir dalam menjalani fungsi pelayanan kepada masyarakat.

Kimia mempunyai andil sebagai motor pengubah, kemajuan, pengembangan, dan perbaikan dalam bidang ilmu pengetahuan dan teknologi. Untuk mewujudkan hal tersebut pengembangan *human resources* saat ini memegang peranan yang amat penting. Kemajuan profesionalitas SDM hanya dapat tercapai bila ada keterkaitan yang erat antara sektor pendidikan dan sektor dunia kerja. Hubungan yang baik ini dapat dicapai dengan menyelaraskan dunia pendidikan dengan tuntutan dunia industri.

Dalam rangka melaksanakan Tri Darma Perguruan Tinggi yang meliputi pendidikan, penelitian, dan pengabdian pada masyarakat, ilmu pengetahuan yang telah didapat dalam proses perkuliahan perlu ditunjang dengan pengetahuan praktik dalam dunia kerja yang sebenarnya. Pengetahuan praktis ini tidak dapat diperoleh dibangku kuliah, dan sangat penting untuk menunjang kualitas keilmuan

dan ketrampilan mahasiswa, agar mahasiswa tersebut sudah terbiasa apabila memasuki dunia industri atau dunia kerja nyata.

Dengan dasar pemikiran di atas, maka Program D3 Kimia Terapan FMIPA UI memasukkan program Praktik Kerja Lapangan (PKL) ke dalam kurikulum pendidikannya. Dengan adanya pelaksanaan mata kuliah Praktik Kerja Lapangan, diharapkan mahasiswa mampu mengembangkan dan menerapkan ilmu pengetahuan yang diperoleh selama kuliah ke dalam dunia kerja/industri dan masyarakat. Dengan adanya Praktik Kerja Lapangan ini juga diharapkan terjalin kerjasama yang baik antara pihak Program D3 Kimia Terapan FMIPA UI dengan pihak industri atau instansi pemerintah sehingga dapat membuka peluang bagi mahasiswa lain yang ingin melakukan Praktik Kerja Lapangan di tempat tersebut.

Pelaksanaan Praktik Kerja Lapangan dilakukan oleh mahasiswa yang telah memenuhi persyaratan PKL, yaitu mahasiswa yang telah menyelesaikan mata kuliah baik teori maupun praktik.

Praktik Kerja Lapangan dilakukan pada akhir semester enam dengan beban studi sebanyak 4 SKS dan merupakan salah satu syarat kelulusan bagi setiap mahasiswa Program D3 Kimia Terapan FMIPA UI agar dapat memperoleh gelar Diploma 3.

## **I.2. Tempat Pelaksanaan Praktik Kerja Lapangan**

Praktik Kerja Lapangan (PKL) ini dilaksanakan di Laboratorium Uji Sifat Fisika, Kelompok Proses Separasi, Pusat Penelitian dan Pengembangan Minyak dan Gas Bumi “LEMIGAS”, Jalan Ciledug Raya Kav. 109, Cipulir, Kebayoran Lama, Jakarta Selatan.

### **I.3. Tujuan Praktik Kerja Lapangan**

Tujuan Praktik Kerja Lapangan meliputi tujuan umum dan khusus.

#### **I.3.1. Tujuan Umum**

- a) Memenuhi syarat akhir kelulusan mahasiswa Program D3 Kimia Terapan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.
- b) Meningkatkan SDM mahasiswa kimia yang meliputi segi intelektualitas, wawasan, dan ketrampilan untuk menciptakan lulusan yang profesional.
- d) Sebagai sarana bagi mahasiswa untuk mengenal lebih dekat kondisi dunia kerja pada berbagai industri sehingga mahasiswa mampu mempersiapkan diri untuk terjun ke dalamnya.
- e) Menumbuhkan dan meningkatkan sikap disiplin dan profesionalisme mahasiswa dalam rangka memasuki dunia kerja.
- f) Melatih mahasiswa untuk mengenal dan mampu mengoperasikan instrumen kimia yang lebih modern untuk lebih memantapkan ketrampilan.
- g) Melatih mahasiswa untuk dapat melakukan serangkaian uji analisis kimia secara tepat dan akurat di dalam laboratorium kimia.

#### **I.3.2. Tujuan Khusus**

Adapun tujuan khusus dilakukannya praktik kerja lapangan di Laboratorium Uji Sifat Fisika, Kelompok Proses Separasi, PPPTMGB “LEMIGAS” adalah Penurunan sulfur dalam solar dengan menggunakan zeolit sebagai adsorben. Pada pengujian ini parameter yang diukur adalah luas permukaan, XRD sebagai karekterisasi zeolit dan total sulfur di dalam solar.

## **BAB II**

### **TINJAUAN INSTITUSI**

#### **II.1. Sejarah Lemigas**

PPPTMGB “LEMIGAS” yang pada awalnya disebut sebagai Lembaga Minyak dan Gas Bumi, berdiri berdasarkan Surat Keputusan Menteri Nomor 17/M/Migas/65 tanggal 11 Juni 1965 dan Surat Keputusan Menteri Migas Nomor 208a/M/Migas/65 dengan memiliki 3 tugas pokok yaitu Riset, Pendidikan dan Pelatihan, serta Dokumentasi dan Publikasi di bidang perminyakan. Sejak tahun 1977, Lembaga Minyak dan Gas Bumi berubah nama menjadi PPTMGB “LEMIGAS” berdasarkan Keputusan Menteri Pertambangan Nomor 646 Tahun 1977, tanggal 26 Desember 1977 yang kemudian berdasarkan Surat Keputusan Menteri Pertambangan dan Energi Nomor 1092 Tahun 1984, tanggal 5 November 1984, PPTMGB “LEMIGAS” menjadi PPPTMGB “LEMIGAS”.

Latar belakang berdirinya Lembaga Minyak dan Gas Bumi adalah karena hampir semua pengetahuan, data dan tenaga ahli di bidang perminyakan dikuasai atau menjadi monopoli perusahaan-perusahaan asing, sedangkan lapangan maupun cadangan minyak dan gas bumi merupakan milik negara.

Pemerintah menyadari bahwa kebutuhan atas minyak dan gas bumi akan berkembang dengan pesat, dimana hal ini harus disikapi dengan kemajuan kemampuan teknis ilmiah serta teknologi, agar minyak dan gas bumi benar-benar dapat dimanfaatkan bagi kepentingan masyarakat, bangsa dan negara.

Seiring dengan berkembangnya industri minyak dan gas bumi di dunia, para pendiri Lembaga Minyak dan Gas Bumi telah mempelajari dari pihak-pihak luar atas kebutuhan suatu lembaga yang melakukan penelitian dan pengembangan di bidang minyak dan gas bumi untuk disesuaikan dan diterapkan.

PPPTMGB “LEMIGAS” menjamin bahwa dalam menghasilkan jasa Litbang selalu berupaya memenuhi persyaratan standar dan kepuasan pelanggan, melaksanakan perbaikan berkelanjutan terhadap keefektifan sistem manajemen mutu, serta memastikan bahwa seluruh personel berperan aktif dan bertanggung jawab terhadap pencapaian sasaran mutu sesuai fungsinya, berdasarkan Surat Keputusan Nomor 21.K/12/BLM/2003 tentang Struktur Organisasi, Tugas Pokok dan Fungsi Manajemen Mutu Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Minyak dan Gas Bumi “LEMIGAS” yang berdasarkan SNI 19-9001-2001 atau ISO 9001:2000. Sedangkan untuk sistem mutu Peralatan Laboratorium saat ini LEMIGAS telah terakreditasi dengan SNI 19-17025 atau ISO 17025:1999

Untuk memenuhi prioritas tertinggi dalam pelaksanaan operasional, maka “LEMIGAS” telah menerapkan Sistem Manajemen Kesehatan dan Keselamatan Kerja (SMK3) yang mengacu pada standar internasional OHSAS 18001:1999 yang diperoleh dari TUV Internasional - Indonesia.

## **II.2. Visi dan Misi PPTMGB “LEMIGAS”**

### **II.2.1. Visi**

- menjadi suatu lembaga litbang yang unggul, profesional dan bertaraf internasional, dengan sasaran menjadi pusat keunggulan yang mandiri dan mempunyai sumber daya manusia berkualitas tinggi, spektrum kemampuan intitusi yang luas, produk penelitian dan pengembangan yang bermanfaat bagi pemerintah, stakeholder, industri, dan masyarakat.

### **II.2.2. Misi**

- Meningkatkan peran LEMIGAS dalam memberikan masukan bagi penyusunan kebijakan pemerintah guna meningkatkan iklim yang kondusif bagi pengembangan industri minyak dan gas bumi
- Meningkatkan kualitas jasa penelitian dan pengembangan untuk memberikan nilai tambah bagi pelanggan
- Menciptakan produk unggulan dan mengembangkan produk andalan
- Meningkatkan iklim kerja yang kondusif melalui sinergi, koordinasi, serta penerapan sistem manajemen secara konsisten.

### **II.3. Struktur Organisasi PPPTMGB “LEMIGAS”**

Dalam melaksanakan kegiatan penelitian dan pengembangan teknologi minyak dan gas bumi, PPPTMGB “LEMIGAS” memiliki struktur organisasi yang terdiri atas:

#### **1. Kelompok Program Riset Teknologi**

Kelompok Program Riset Teknologi (KPRT) yang mempunyai tugas melaksanakan dan memberikan pelayanan jasa penelitian dan pengembangan di bidang teknologi minyak dan gas bumi. KPRT ini dibagi menjadi 5 kelompok, yaitu :

a) Kelompok Program Riset Teknologi Eksplorasi, terdiri dari :

- Kelompok Kerja Evaluasi Lahan Migas.
- Kelompok Kerja Stratigrafi.
- Kelompok Kerja Sedimentologi.
- Kelompok Kerja Pencitraan Bawah Permukaan.
- Kelompok Kerja Sistem Hidrokarbon.
- Kelompok Kerja Penginderaan Jauh dan SIG.

b) Kelompok Program Riset Teknologi Eksploitasi, terdiri dari :

- Kelompok Kerja Pemboran.
- Kelompok Kerja Produksi.
- Kelompok Kerja Evaluasi Formasi.
- Kelompok Kerja Reservoir.
- Kelompok Kerja Peningkatan Pengurusan.

c) Kelompok Program Riset Teknologi Proses, terdiri dari :

- Kelompok Kerja Teknologi Proses Separasi.
- Kelompok Kerja Teknologi Proses Konversi dan Katalisa.
- Kelompok Kerja Analitik dan Kimia Terapan.
- Kelompok Kerja Bioteknologi.
- Kelompok Kerja *Engineering* dan Pemodelan.
- Kelompok Kerja Teknologi Lingkungan.

d) Kelompok Program Riset Teknologi Aplikasi Produk, terdiri dari :

- Kelompok Kerja Pelumas.
- Kelompok Bahan Bakar Minyak dan Bahan Bakar Gas.

e) Kelompok Program Riset Teknologi Gas, terdiri dari :

- Kelompok Kerja Teknologi Pemanfaatan Gas.
- Kelompok Kerja Teknologi Analisis Gas.
- Kelompok Kerja Teknologi Separasi Gas.
- Kelompok Kerja Transportasi Gas.
- Kelompok Kerja Tekno Ekonomi.

## **2. Bagian Tata Usaha**

Bagian Tata Usaha mempunyai tugas melaksanakan urusan kepegawaian, keuangan, rumah tangga, dan ketatausahaan pusat. Bagian Tata Usaha dibagi menjadi 2 Sub Bagian yaitu :

- a) Sub Bagian Umum dan Kepegawaian.
- b) Sub Bagian Rumah Tangga dan Keuangan.

### **3. Bidang Sarana Penelitian dan Pengembangan**

Bidang Sarana Penelitian dan Pengembangan bertugas melaksanakan pengelolaan sarana dan prasarana penelitian dan pengembangan teknologi pusat.

Bidang Sarana Penelitian dan Pengembangan dibagi menjadi 2 Sub Bidang yaitu :

- a) Sub Bidang Pengembangan Sarana.
- b) Sub Bidang Pengoperasian Sarana.

### **4. Bidang Program**

Bidang Program dibagi menjadi 2 Sub Bidang yaitu :

- a) Sub Bidang Penyiapan Rencana.
- b) Sub Bidang Analisis dan Evaluasi.

### **5. Bidang Afiliasi**

Bidang Afiliasi dibagi menjadi 2 Sub Bidang yaitu :

- a) Sub Bidang Afiliasi Jasa Teknologi.
- b) Sub Bidang Informasi dan Publikasi.

## **II.4. Sarana dan Fasilitas**

PPPTMGB “LEMIGAS” menempati lahan seluas 12,4 hektar, digunakan untuk gedung perkantoran, laboratorium, perpustakaan, dan sarana lain seperti koperasi, fasilitas olah raga, perpakiran, pertamanan, masjid, dan lain-lain.

PPPTMGB “LEMIGAS” memiliki bangunan gedung seluas lebih kurang 55.000

<sup>2</sup> m yang letaknya disesuaikan dengan pembagian kelompok serta bidang tugas masing-masing kelompok atau bidang tersebut.

### **II.4.1. Laboratorium**

PPPTMGB “LEMIGAS” memiliki laboratorium uji dan laboratorium kalibrasi yang telah mendapatkan Sertifikat Akreditasi Laboratorium sesuai ISO 17025-2005 dari Komite Akreditasi Nasional (KAN). Laboratorium uji berada dilingkungan KPRT Eksplorasi, KPRT Eksploitasi, KPRT Proses, KPRT Aplikasi Produk, dan KPRT Gas sedangkan Laboratorium Kalibrasi berada di Bidang Sarana Penelitian dan Pengembangan.

#### **1. Kelompok Program Riset Teknologi (KPRT) Eksplorasi**

KPRT Eksplorasi mempunyai beberapa laboratorium uji yang mampu melakukan jasa pengujian dan analisis bermutu tinggi terhadap percontoh batuan antara lain komposisi mineral, besar butir, kandungan fosil, kandungan bahan organik (kematangan termal bahan organik, bitumen/hidrokarbon, isotop karbon, dan komposisi kerogen), minyak bumi (komposisi bitumen/hidrokarbon, distribusi biomarker, dan isotop karbon), gas bumi (komposisi hidrokarbon, kandungan non-hidrokarbon, dan isotop karbon), serta pengukuran sifat fisik (gaya berat, magnetik, seismik, citra satelit, dan resistivitas).

Setiap kelompok yang terdapat di KPRT Eksplorasi memiliki laboratorium masing-masing, yaitu :

a) Kelompok Teknologi Biokimia, memiliki :

- Laboratorium Statigrafi.
- Laboratorium Petrografi dan Sedimentologi.
- Laboratorium Kartografi dan Topografi.

b) Kelompok Teknologi Geologi, memiliki :

- Laboratorium Seismik.
- Laboratorium Potensial.
- Laboratorium Panas Bumi.
- Laboratorium Pengolahan Data dan Instrumen.

## 2. Kelompok Program Riset Teknologi (KPRT) Eksploitasi

Laboratorium di KPRT Eksploitasi digunakan untuk melakukan pengujian percontohan pemboran hingga untuk kepentingan penelitian EOR.

Setiap kelompok di KPRT Eksploitasi memiliki laboratorium masing-masing, yaitu :

a) Kelompok Evaluasi Formasi, memiliki :

- Laboratorium *Routine Core*.
- Laboratorium *Integrated Special Core*.
- Laboratorium Kerusakan Formasi.
- Laboratorium Mekanika Batuan.

b) Kelompok Produksi, memiliki :

- Laboratorium Uji Peralatan Produksi.
- Laboratorium Teknologi Produksi.

c) Kelompok Reservoir, memiliki :

- Laboratorium PVT.
- Laboratorium Komposisi Fluida.
- Laboratorium Pemindelan Reservoir.

d) Kelompok Peningkatan Pengurusan, memiliki :

- Laboratorium *Gas Flooding*.
- Laboratorium *Thermal and Chemical Flooding*.

e) Kelompok Pemboran, memiliki :

- Laboratorium Material Pemboran.
- Laboratorium Teknologi Pemboran.

### **3. Kelompok Program Riset Teknologi (KPRT) Proses**

Laboratorium di KPRT Proses terdiri atas beberapa lab uji yang mampu melakukan pengujian/analisis terhadap komoditas minyak dan gas bumi, produk-produk hasil olahannya seperti bahan bakar gas (LPG, LNG, dan BBG), produk BBM (premium, kerosin, solar, dan minyak bakar), bahan bakar penerbangan (avgas dan avtur), produk non-BBM (nafta, wax, aspal, dan minyak lumas), serta bahan-bahan pembantu industri migas (pelarut, aditif, katalis, dan sebagainya).

Setiap kelompok di KPRT Proses memiliki laboratorium masing-masing, yaitu :

a) Kelompok Analitik dan Kimia Terapan, memiliki :

- Laboratorium Kromatografi.
- Laboratorium Kimia Umum dan Limbah.
- Laboratorium Spektroskopi.

b) Kelompok Proses Separasi, memiliki :

- Laboratorium Pemisahan Minyak Bumi dan Produknya.
- Laboratorium Uji Sifat Fisika Minyak Bumi dan Produknya.

Pada laboratorium uji sifat fisika terdapat beberapa pengujian antara lain :

Densitas (*Spescific Grafity, Density*), ASTM D 1298, Tekanan Uap *Reid* (RVP),

ASTM D 323, Destilasi ASTM, ASTM D 86, Titik Asap (*Smoke Point*), IP 57, Titik Beku (*Freeze Point*), ASTM D 2386, Warna *Saybolt*, ASTM D 156, Warna *Lovibond*, IP 17, Warna ASTM, ASTM D 1500, Titik Nyala PMCC (*Flash Point*), ASTM D 93, Titik Nyala Abel (*Flash Point*), IP-170, Titik Nyala COC, ASTM D 92, Viskositas Kinematik, ASTM D 445, Indeks Viskositas, ASTM D 2270, Titik Kabut (*Cloud Point*), ASTM D 2500, Titik Tuang (*Pour Point*), ASTM D 97, Titik Leleh (*Melting Point*), ASTM D 87, Kandungan Air dan Sedimen, ASTM D 96 / ASTM D 2709 / ASTM D 1796 / ASTM D 4007, Kandungan Sedimen dengan Metode Ekstraksi ASTM D 473, *Congeling Point*, ASTM D 938, *Copper Strip Test* ASTM D 130, *Existen Gum* ASTM D 381, *Aniline Point* IP-58, *Asphalten Content* IP-143, C. C. R ASTM D 189, *Ash Content* ASTM D 482, *Sulfated Ash* ASTM D 874, *Cetane Index* ASTM D 976, *Clode Point* ASTM D 2500, *Cone Penetration of Lub Grease* ASTM D 217, *Diesel Index* IP-21, *Diluen Content* ASTM D 322, *Dropping Point of Lub. Grease* ASTM D 566, *Ductility* ASTM D 113, *Insoluble In Used Oil* ASTM D 893, *Loss On Heating* ASTM D 6, Nilai Kalor ASTM D 240, *Oil Content* ASTM D 721, *Viscosity Index* ASTM D 2270, *Wax Content* IFP-Alkohol-Eter, *Viscosity Gravity Constant* ASTM D 2501, *Solubility* ASTM D 2042, dan *Silver Strip Test* IP-227.

c) Kelompok Proses Konversi dan Katalisa, memiliki :

- Laboratorium Preparasi dan Karakterisasi.
- Laboratorium Pengembangan Proses Uji dan Aktivasi.

d) Kelompok Bioteknologi, memiliki :

- Laboratorium Mikrobiologi.

- Laboratorium Bioproses.

e) Kelompok Teknologi Lingkungan, memiliki :

- Laboratorium Lingkungan.

#### **4. Kelompok Program Riset Teknologi (KPRT) Aplikasi Produk**

KPRT Aplikasi mempunyai beberapa laboratorium uji yang mampu melakukan pengujian dan analisis terhadap produk-produk hasil olahannya serta fasilitas/bahan baku pembantu industri minyak dan gas bumi. Laboratorium di KPRT Aplikasi Produk dirancang untuk menguji material produk migas seperti pelumas, mesin, maupun bahan bakar minyak dan gas.

Setiap kelompok di KPRT Aplikasi Produk memiliki laboratorium masing-masing, yaitu :

a) Kelompok Pelumas, memiliki :

- Laboratorium Fisika Kimia Pelumas Industri
- Laboratorium Fisika Kimia Pelumas Otomotif
- Laboratorium Semi Pelumas

b) Kelompok Bahan Bakar Minyak dan Gas Bumi, memiliki :

- Laboratorium Fisika Kimia.
- Laboratorium Semi Unjuk Kerja.
- Laboratorium Unjuk Kerja.

#### **5. Kelompok Program Riset Teknologi (KPRT) Gas**

KPRT Gas memiliki laboratorium pengujian Korosi, Uji Tabung, Kromatografi Gas, Sifat Fisika dan Kimia Gas, Separasi Gas dan Kondensat,

Transmisi dan Distribusi Gas, serta Laboratorium Uji Pipa. Laboratorium tersebut tersebar di beberapa kelompok yaitu Kelompok Teknologi Pemanfaatan Gas, Pengembangan Teknologi Analisa Gas, dan Transportasi Gas. Laboratorium di KPRT Gas dirancang untuk kepentingan penelitian gas, termasuk transmisinya.

## **6. Laboratorium Kalibrasi**

Laboratorium Kalibrasi PPPTMGB “LEMIGAS” mampu melakukan kalibrasi peralatan pengukuran suhu, tekanan, massa dan volume. Tugas laboratorium kalibrasi adalah melayani jasa kalibrasi internal dan eksternal. Jasa kalibrasi internal yaitu melayani kalibrasi peralatan laboratorium uji di dalam lingkungan PPPTMGB “LEMIGAS”, sedangkan jasa kalibrasi eksternal melayani peralatan ukur laboratorium uji di luar lingkungan PPPTMGB “LEMIGAS”. Sebagai lembaga penelitian yang mengelola banyak peralatan laboratorium, PPPTMGB Lemigas perlu melakukan kalibrasi rutin atas peralatan yang digunakan. Hal ini perlu dilakukan mengingat ketatnya persyaratan pengujian percontoh di lingkungan industri migas.

### **II.4.2. Perpustakaan**

Sarana perpustakaan PPPTMGB “LEMIGAS” telah mengelola lebih dari 7.000 judul buku (terbitan sebelum tahun 1980 sampai dengan terbitan tahun terkini), ribuan laporan ilmiah, dan dokumen AMDAL. Perpustakaan PPPTMGB “LEMIGAS” telah dimanfaatkan secara aktif oleh masyarakat ilmiah dan mahasiswa dari berbagai perguruan tinggi di Indonesia serta secara internal melayani pegawai atau peneliti PPPTMGB “LEMIGAS”. Dalam upaya untuk

meningkatkan pelayanan perpustakaan yang modern, diterapkan sistem komputerisasi untuk pengelolaan buku, laporan ilmiah, dan dokumen lain. Penambahan buku selalu dilaksanakan setiap tahunnya, berdasarkan kebutuhan internal setiap satuan kerja di PPPTMGB “LEMIGAS” dan arah perkembangan litbang ke depan.



## **BAB III**

### **PELAKSANAAN PKL**

#### **III.1. Waktu dan Tempat PKL**

Praktik Kerja Lapangan (PKL) dilaksanakan dari tanggal 10 Maret 2008 sampai dengan tanggal 10 Juni 2008 bertempat di Laboratorium Uji Sifat Fisika, Kelompok Proses Separasi KPRT Proses, Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Minyak dan Gas Bumi (PPPTMGB) “LEMIGAS” Jl. Cileduk Raya kav. 109 Cipulir Kebayoran Lama Jakarta Selatan.

#### **III.2. Tinjauan Pustaka**

##### **III.2.1. Minyak solar**

Solar (gas oil) merupakan produk minyak bumi yang mempunyai trayek didih antara 230 °C–350 °C. Solar yang biasanya disebut *High Speed Diesel* (HSD) atau *Automotive Diesel Oil* (ADO) digunakan untuk kendaraan bermesin disel<sup>6</sup>.

Umumnya komponen solar terdiri atas hidrokarbon hasil distilasi langsung dari minyak bumi, namun komponen solar lainnya seperti solar perengkahan termal dan katalitik juga banyak dipakai. Mutu solar distilasi langsung, antara lain jenis hidrokarbonnya, serta kadar sulfur dan lilin, akan dipengaruhi oleh komposisi minyak bumi. Kadar sulfur dari solar distilasi langsung, meningkat dengan naiknya kadar sulfur umpan.

Solar rengkahan, baik yang berasal dari rengkahan termal maupun katalik, mengandung persentase aromatik dan olefin yang lebih besar dari pada solar hasil distilasi langsung. Solar dari minyak bumi naftenik mempunyai massa jenis lebih tinggi dibanding dengan solar distilasi minyak bumi parafinik.

Kualitas solar dinyatakan dalam angka setana, dapat diperoleh dengan mengukur kelambatan nyala solar dengan kelambatan bahan bakar pembanding (reference fuels) dalam mesin uji baku CFR (ASTM D 613-86).

Angka setana dari komponen solar dapat dibagi dalam tiga kelompok berikut:

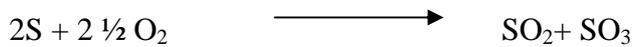
- Angka setana rendah (25-35), yaitu solar distilasi langsung minyak bumi naftenik dan solar perengkahan termal.
- Angka setana sedang (40-50), yaitu solar distilasi langsung minyak bumi tengahan dan solar perengkahan katalitik.
- Angka setana tinggi (>55), yaitu solar distilasi langsung minyak bumi parafinik dan solar penghidroengkahan.

Mutu komponen solar dipengaruhi oleh berbagai faktor, diantaranya massa jenis, kadar hidrokarbon tak jenuh, kadar kotoran nonhidrokarbon, warna dan stabilitas. Mutu solar menurun dengan naiknya massa jenis dan kadar aromatik, olefin dan sulfur<sup>5</sup>.

### **III.2. 1.1. Kadar sulfur dalam minyak solar**

Kandungan sulfur pada minyak solar akan mempengaruhi pembakaran. Sulfur yang dibakar dengan oksigen dalam bom kalorimeter sebagian besar dioksidasi menjadi  $\text{SO}_2$  dan sisanya menjadi  $\text{SO}_3$ .

Reaksi yang terjadi dalam bom kalorimeter:



Lapisan alkali ( $Na_2CO_3$ ) akan mengikat oksida-oksida sulfur tersebut membentuk garam ( $Na_2SO_4$ ). Hasil dari perubahan sulfur dapat menyebabkan korosi pada mesin disel. Selain itu, oksida-oksida sulfur dapat bereaksi dengan uap air pada saat pembakaran membentuk  $H_2SO_4$  dan  $H_2SO_3$ . Kondensasi dari uap asam ini dapat bersifat korosif terhadap logam. Jika kandungan sulfur dalam bahan bakar disel tinggi dapat mengakibatkan korosi pada silinder, cincin torak, bantalan dan saluran pembuangan gas hasil pembakaran. Semakin tinggi kadar sulfur dalam solar dapat menyebabkan mutunya semakin rendah sehingga harganya pun semakin murah<sup>2</sup>.

Selain menyebabkan kerusakan pada mesin disel, sulfur juga mengakibatkan pencemaran udara. Karena, pada kondisi tertentu sulfur oksida ( $SO_x$ ) dan nitrogen oksida ( $NO_x$ ) yang dihasilkan dari pembakaran bahan bakar minyak solar akan bereaksi dengan molekul-molekul uap air di atmosfer menjadi asam sulfat ( $H_2SO_4$ ) dan asam nitrogen ( $HNO_3$ ) yang selanjutnya turun kepermukaan bumi bersama air hujan yang dikenal dengan hujan asam<sup>8</sup>. Dampak negatif dari hujan asam selain rusaknya bangunan dan berkaratnya benda-benda yang terbuat dari logam, juga terjadinya kerusakan lingkungan terutama pengasaman (*acidification*) danau dan sungai. Ribuan danau airnya telah bersifat asam sehingga tidak ada lagi kehidupan akuatik, dikenal dengan “danau mati”.

Disamping merusak ekosistem perairan, hujan asam mengancam komoditi pertanian serta merusak hutan<sup>1</sup>.

### III.2.1.2. Sifat-sifat lain

Sifat-sifat lain dari bahan bakar disel yang harus diperhatikan adalah kebersihan bahan bakar dari kotoran, kecendrungan bahan bakar untuk menghasilkan endapan karbon dan kandungan sulfur. Adanya kotoran dalam bahan bakar disel merupakan salah satu faktor yang dapat menyebabkan keausan bagian-bagian pompa injeksi bahan bakar.

Minyak solar dalam penggunaannya mempunyai sifat-sifat tertentu yang ditetapkan dalam suatu spesifikasi. Adapun spesifikasi yang digunakan di Indonesia standar yang dikeluarkan Dirjen MIGAS lihat pada Lampiran 2.

### III.2.2. Zeolit

Zeolit pertama kali ditemukan oleh seorang ahli mineral berkebangsaan Swedia, Baron Freiherr Alex Cronsted ketika menemukan suatu mineral pada tahun 1756 (Barrer 1978). Zeolit berasal dari bahasa Yunani, Zein yang berarti mendidih dan Lithos yang berarti batu<sup>7</sup>. Zeolit berarti batuan mendidih. Hal ini sesuai dengan kemampuan zeolit yang akan menghamburkan uap, seperti air mendidih, bila dipanaskan pada  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ <sup>16</sup>.

Pada tahun 1858, Einhorn menunjukkan bahwa zeolit dapat bertindak sebagai penukar kation yang sifatnya *reversible*. Zeolit berfungsi sebagai penukar kation mulai dikembangkan pada awal tahun 1960 oleh Ames dkk.

Zeolit secara umum didefinisikan sebagai suatu mineral Aluminosilikat dengan struktur kristal berongga, yang berisi ion-ion logam dan molekul air<sup>10</sup>. Ion logam dan molekul air ini dapat bergerak bebas sehingga dapat terjadi pertukaran ion dan dehidrasi yang *reversible* tanpa ada perubahan bentuk<sup>11</sup>.

### III.2.2.1. Struktur Kerangka Zeolit

Zeolit terdiri atas sejumlah tetrahedral  $[\text{SiO}_4]^{4-}$  dan  $[\text{AlO}_4]^{4-}$  yang saling berhubungan melalui atom O dan dalam struktur tersebut  $\text{Si}^{4+}$  dapat diganti dengan  $\text{Al}^{3+}$  (**Gambar 3.1.b**). Zeolit merupakan struktur tiga dimensi dengan ukuran molekul 3-4 Å dan bersifat makroskopis.

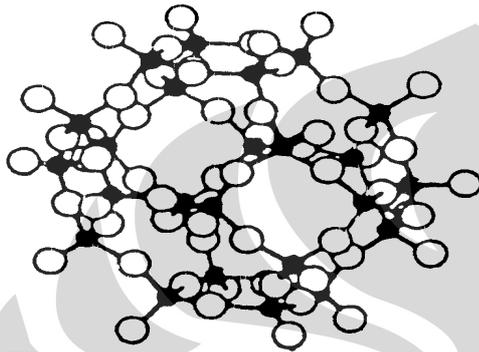
Jika atom Si sebagai atom pusat, muatan listrik akan netral. Namun jika beberapa atom Si yang bervalensi empat diganti dengan alumina yang bervalensi tiga, maka akan timbul muatan negatif dalam strukturnya. Muatan negatif ini akan dinetralkan oleh logam alkali atau alkali tanah. Rangka zeolit yang terbentuk dari ikatan 4 atom O dengan 1 atom Si (**Gambar 3.1.a**)



- a. unit dasar Si dengan 4 O    b.  $\text{Al}^{3+}$  menggantikan  $\text{Si}^{4+}$ , berkoordinasi tetrahedral dan oktahedral

**Gambar 3.1** Struktur Aluminosilikat <sup>14</sup>

Struktur zeolit adalah kompleks yaitu merupakan polimer kristal anorganik didasarkan kerangka tetrahedral yang diperluas tak terhingga dari  $\text{AlO}_4$  dan  $\text{SiO}_4$  dan dihubungkan satu dengan lainnya melalui pembagian bersama ion oksigen (**Gambar 3.2**).



Keterangan

- Menunjukkan atom Al atau Si
- Menunjukkan atom Oksigen

**Gambar 3.2** Susunan Tetrahedral  $\text{SiO}_4$  dan  $\text{AlO}_4$  yang membentuk Rongga Kubus-Oktahedral dalam zeolit (struktur pembentuk sekunder)<sup>13</sup>.

Jika zeolit didasarkan pada satu unit sel kristal dapat dituliskan sebagai :



dimana : n : valensi dari kation M

w : jumlah molekul air per unit sel

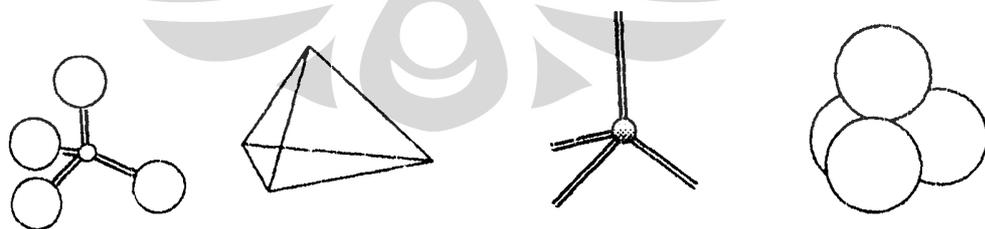
x dan y : jumlah total tetrahedral per unit sel

Biasanya  $y/x$  bernilai 1-5, tetapi zeolit dengan silika tinggi harga  $y/x$  dibuat hingga 10–100 atau bahkan lebih tinggi. Banyak kristal zeolit baru telah disintesis dan memenuhi beberapa fungsi penting dalam industri kimia dan minyak bumi dan juga dipakai sebagai produk seperti deterjen. Telah diketahui

lebih dari 150 tipe zeolit sintetik dan 40 mineral zeolit. Beberapa jenis zeolit berdasarkan rasio Si/Al antara lain, zeolit silika rendah dengan perbandingan Si/Al 1–1,5 memiliki konsentrasi kation paling tinggi, dan mempunyai sifat adsorpsi yang optimum, contoh zeolit silika rendah adalah zeolit A dan X; zeolit silika sedang, yang mempunyai perbandingan Si/Al adalah 2-5, contoh zeolit jenis ini adalah Mordernit, Erionit, Klinoptilolit, zeolit Y; zeolit silika tinggi, dengan perbandingan kadar Si/Al antara 10–100, bahkan lebih contohnya adalah ZSM-5.

Sementara itu klasifikasi dan ilustrasi struktur zeolit berdasarkan unit terkecilnya dibuat oleh Meyer (1967) untuk memudahkan penggambaran bentuk zeolit. Secara garis besar klasifikasi unit penyusun kerangka dasar dari kristal zeolit adalah:

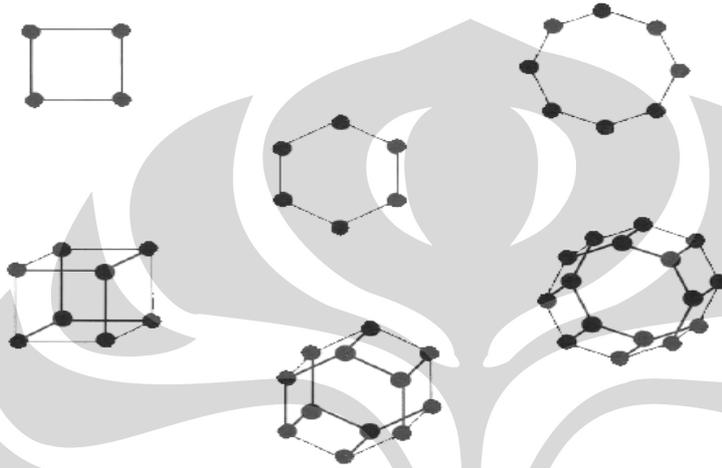
1. Unit pembangun primer, merupakan unit pembangun terkecil penyusun kerangka zeolit yang terdiri dari tetrahedral  $TO_4$  ( $T = Si$  atau  $Al$ ) yang membentuk suatu rangkai dengan setiap atom oksigen terbagi tetrahedral<sup>16</sup>.



a. Model Bola Tongkat b. Model Padatan c. Model Kerangka d. Model Kelompok Bola

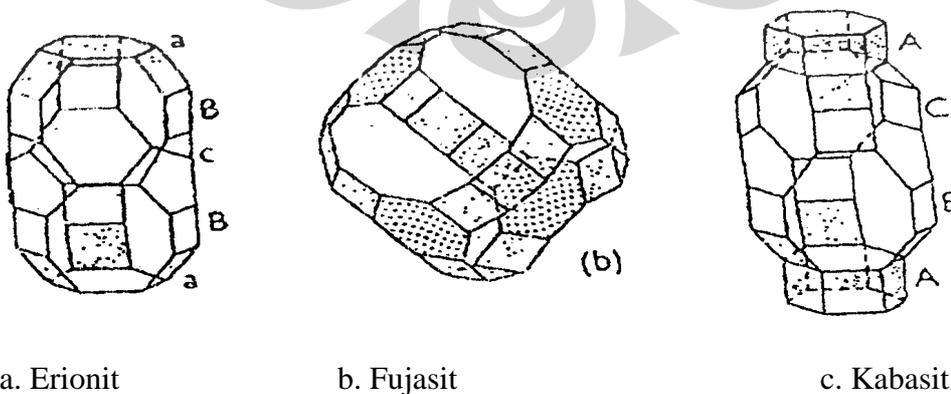
**Gambar 3.3** Kerangka dasar tetrahedral<sup>16</sup>

2. Unit pembangun sekunder, merupakan gabungan dari beberapa tetrahedral  $TO_4$  membentuk cincin tunggal, cincin ganda dan bentuk yang kompleks. Seperti bentuk cincin empat tunggal (S4R), cincin enam tunggal (S6R), cincin enam ganda (D6R) (**Gambar 3.4**)<sup>15</sup>.



**Gambar 3.4** Unit pembangun sekunder<sup>15</sup>.

3. Unit pembangun tersier, merupakan gabungan dari beberapa unit sekunder yang berkaitan dengan cara menggunakan tiap satu atom secara bersamaan sebagai sudut dua tetrahedral, membentuk suatu polihedral yang merupakan struktur kristal zeolit (**Gambar 3.5**)<sup>7</sup>.



a. Erionit

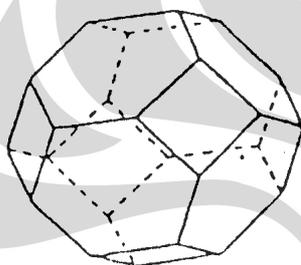
b. Fujasit

c. Kabasit

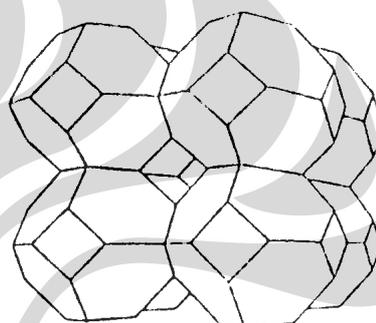
**Gambar 3.5** Unit-unit Polihedral Zeolit<sup>7</sup>

Untuk lebih jelasnya akan diterangkan struktur rangka dari beberapa jenis zeolit antara lain jenis sodalit, linde A dan fujasit. Ketiganya dibangun dari sangkar sodalit. Sangkar sodalit berupa polihedral dengan 14 bidang muka yang dibentuk dari delapan buah cincin 6 dan enam buah cincin 4 (**Gambar 3.6. a**)<sup>11</sup>.

Struktur rangka dari zeolit jenis sodalit adalah tumpukan dari sangkar sodalit yang saling berhimpitan pada bidang muka empatnya (**Gambar 3.6.b**)<sup>11</sup>.

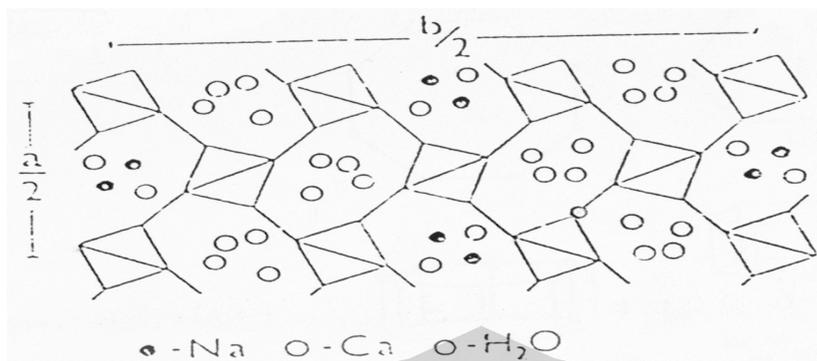


**Gambar 3.6. a** Sangkar sodalit<sup>11</sup>



**Gambar 3.6. b** Zeolit sodalit<sup>11</sup>

Struktur zeolit merupakan gabungan dari beberapa unit pembangun sekunder yang tersusun sehingga membentuk rongga-rongga dan saluran. Rongga-rongga dan saluran ini berisikan kation dan molekul air. Kation-kation bergerak bebas dalam rongga zeolit sehingga kation tersebut digantikan dengan kation lain tanpa merusak struktur dari zeolit. Molekul air juga dapat bergerak bebas dalam rongga, maka zeolit dapat menyerap air secara *reversible*. Posisi kation dan molekul air dalam rongga zeolit dapat dilihat pada **Gambar 3.7**.



**Gambar 3.7** Posisi kation dan molekul air dalam rongga zeolit (Barrer, 1978).

### III.2.2.2. Jenis-jenis Zeolit

Zeolit merupakan salah satu bahan kekayaan alam yang sangat bermanfaat bagi industri kimia di Indonesia. Zeolit ada dua macam yaitu zeolit alam dan sintetik. Zeolit alam sudah banyak dimanfaatkan sehingga jumlahnya semakin berkurang. Umumnya zeolit alam digunakan untuk pupuk, penjernihan air, dan diaktifkan untuk dimanfaatkan sebagai katalis dan adsorbent. Zeolit sintetik sudah banyak digunakan di industri namun di Indonesia belum banyak diproduksi dan umumnya diperoleh dari impor. Untuk memenuhi kebutuhan zeolit ini maka para ahli melakukan penelitian sehingga didapatkan berbagai macam zeolit sintetik. Indonesia banyak membutuhkan zeolit sintetik untuk proses-proses kimia di industri kimia seperti sebagai katalis, ion exchanger dan adsorben<sup>18</sup>.

#### a. Zeolit Alam

Zeolit alam terbentuk karena adanya proses perubahan alam (zeolitisasi) dari batuan vulkanik tuf. Zeolit alam banyak ditemukan di dalam batuan sediment sebagai hasil alterasi debu-debu vulkanis (mengandung Si) oleh air danau asin.

Dalam proses sedimentasi tersebut mineral-mineral lain seperti feldspar dan kwarsa juga ikut tercampur membentuk kompleks zeolit yang tidak teratur dan tidak seragam. Sedimentasi zeolit ini berlangsung secara terus menerus pada dasar-dasar lautan.

Menurut proses terbentuknya, mineral zeolit ini dapat dibedakan menjadi tujuh kelompok<sup>16</sup>, yaitu:

1. Mineral zeolit yang terbentuk di dalam endapan danau air laut.
2. Mineral zeolit yang terbentuk karena proses metamorphose berderajat rendah akibat pengaruh timbunan.
3. Mineral zeolit yang terbentuk dari pengendapan sediment laut dalam.
4. Mineral zeolit yang terbentuk di daerah pengairan air terbuka.
5. Mineral zeolit yang terbentuk dari proses hidrotermal.
6. Mineral zeolit yang terbentuk karena pengaruh tekanan.
7. Mineral zeolit yang terbentuk di dalam batuan beku.

Jenis atau spesi zeolit yang terdapat di alam ditentukan oleh perbandingan Si dan Al yang bervariasi. Lebih dari 50 jenis zeolit alam telah ditemukan. Hanya 20 jenis mineral yang terdapat di alam batuan sedimen, terutama sediment piroklastik dan beberapa namanya terdapat dalam **Table 3.2**<sup>18</sup>.

**Tabel 3.1<sup>18</sup>**. jenis mineral zeolit beserta rumus kimianya :

Nama Mineral	Rumus Kimia Unit Sel
Analsim	$\text{Na}_{16}(\text{Al}_{16}\text{Si}_{32}\text{O}_{96}) \cdot 16\text{H}_2\text{O}$
Kabazit	$(\text{Na}_2, \text{Ca})_6 (\text{Al}_{12}\text{Si}_{24}\text{O}_{72}) \cdot 40\text{H}_2\text{O}$
Klinoptilolit	$(\text{Na}_4\text{K}_4)(\text{Al}_8\text{Si}_{40}\text{O}_{96}) \cdot 24\text{H}_2\text{O}$
Erionit	$(\text{Na}, \text{Ca}_5\text{K}) (\text{Al}_9\text{Si}_{27}\text{O}_{72}) \cdot 27\text{H}_2\text{O}$
Ferrierit	$(\text{Na}_2\text{Mg}_2)(\text{Al}_6\text{Si}_{30}\text{O}_{72}) \cdot 18\text{H}_2\text{O}$
Heulandit	$\text{Ca}_4(\text{Al}_8\text{Si}_{28}\text{O}_{72}) \cdot 24\text{H}_2\text{O}$
Laumonit	$\text{Ca}(\text{Al}_8\text{Si}_{16}\text{O}_{48}) \cdot 16\text{H}_2\text{O}$
Mordenit	$\text{Na}_8(\text{Al}_8\text{Si}_{40}\text{O}_{96}) \cdot 24\text{H}_2\text{O}$
Filipsit	$(\text{Na}, \text{K})_{10}(\text{Al}_{10}\text{Si}_{22}\text{O}_{64}) \cdot 20\text{H}_2\text{O}$
Natrolit	$\text{Na}_4(\text{Al}_4\text{Si}_6\text{O}_{20}) \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
Wairakit	$\text{Ca}(\text{Al}_2\text{Si}_4\text{O}_{12}) \cdot 12\text{H}_2\text{O}$

#### b. Zeolit Sintetis

Zeolit sintetis adalah suatu senyawa kimia yang mempunyai sifat fisik dan kimia yang sama dengan zeolit alam. Zeolit ini dibuat dari bahan lain dengan proses sintetis, bertujuan untuk memperoleh zeolit dengan kemurnian yang lebih baik, dengan komposisi Si/Al yang diinginkan.

Secara umum zeolit mampu menyerap, menukar ion dan menjadi katalis, membuat zeolit sintetis ini dapat dikembangkan untuk keperluan alternatif pengolahan limbah. Zeolit sintetis dibuat dengan rekayasa yang sedemikian rupa sehingga mendapatkan karakter yang sama dengan zeolit alam. Zeolit sintetis sangat bergantung pada jumlah Al dan Si, sehingga ada 3 kelompok zeolit sintetis, yaitu<sup>17</sup>:

(1) Zeolit sintetis dengan kadar Si rendah

Zeolit jenis ini banyak mengandung Al, berpori, mempunyai nilai ekonomi tinggi karena efektif untuk pemisahan dengan kapasitas besar. Volume porinya dapat mencapai  $0,5 \text{ cm}^3$  tiap  $\text{cm}^3$  volume zeolit. Kadar maksimum Al dalam zeolit dicapai bila perbandingan Si/Al mendekati 1 sehingga mengakibatkan daya penukar ion dari zeolit maksimum. Contoh zeolit Si rendah adalah zeolit A dan X.

(2) Zeolit sintetis dengan kadar Si sedang

Jenis zeolit modernit mempunyai perbandingan Si/Al=5 sangat stabil, maka diusahakan membuat zeolit Y dengan perbandingan Si/Al=1-3. Contoh zeolit sintetis jenis ini adalah zeolit omega.

(3) Zeolit sintetis dengan kadar Si tinggi

Zeolit jenis ini sangat higroskopis dan menyerap molekul non polar sehingga baik untuk digunakan sebagai katalisator asam untuk hidrokarbon. Zeolit jenis ini misalnya zeolit ZSM-5, ZSM-11, ZSM-21, ZSM-24.

(4) Zeolit Si (tanpa Al)

Zeolit Si tidak mengandung Al sama sekali atau tidak mempunyai sisi kation sama sekali.

Zeolit sintetis memiliki sifat yang lebih baik dibanding dengan zeolit alam.

Perbedaan terbesar antara zeolit sintetis dengan zeolit alam adalah:

- (1) Zeolit sintetis dibuat dari bahan kimia dan bahan-bahan alam yang kemudian diproses dari tubuh bijih alam.
- (2) Zeolit sintetis memiliki perbandingan silika dan alumina yaitu 1:1 dan sedangkan pada zeolit alam hingga 5:1.
- (3) Zeolit alam tidak terpisah dalam lingkungan asam seperti halnya zeolit sintetis.

**Tabel 3.2** Beberapa jenis Zeolit sintetis dengan Rumus Molekulnya  
(Riberio1984)<sup>18</sup>

Nama	Rumus Molekul
A	$\text{Na}_{12}[(\text{AlO}_2)_{12} (\text{SiO}_2)_{12}].27\text{H}_2\text{O}$
X	$\text{Na}_{86}[(\text{AlO}_2)_{86} (\text{SiO}_2)_{106}].264\text{H}_2\text{O}$
Y	$\text{Na}_{56}[(\text{AlO}_2)_{56} (\text{SiO}_2)_{136}].250\text{H}_2\text{O}$
L	$\text{K}_9[(\text{AlO}_2)_9 (\text{SiO}_2)_{27}]. 22\text{H}_2\text{O}$
Omega	$\text{Na}_{6.8} \text{TMA}^*1.6[(\text{AlO}_2)_8 (\text{SiO}_2)_{28}].16\text{H}_2\text{O}$

\*TMA : Tetramethylamonium

**Tabel 3.3** Contoh penggunaan zeolit sintetis<sup>19</sup>

Jenis zeolit	Kegunaan
Zeolit X	<i>catalytic cracking</i> (FCC) dan <i>hidrocracking</i> , mereduksi NO, NO <sub>2</sub> dan CO <sub>2</sub>
Zeolit Y	removal, pemisah fruktosa-glukosa, pemisah N <sub>2</sub> di udara, bahan pendingin kering
Zeolit US-Y	memisahkan monosakarida
Zeolit A	pengkonsentrasi alkohol, pengering oli_n, bahan gas alam padat, pembersih CO <sub>2</sub> dari udara
Zeolit ZSM-5	dewaxing, produksi synfuel, mensintesis <i>ethylbenzene</i>
Linde Zeolite-A	bubuk pembersih untuk memindahkan ion Ca dan Mg

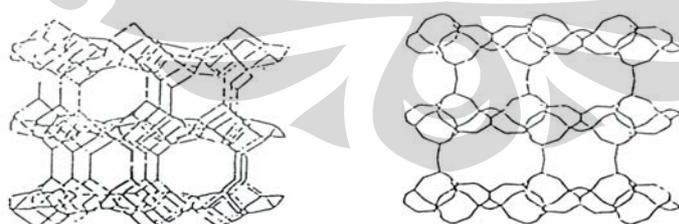
### III.2.2.3. Karakterisasi Jenis Zeolit Terpenting

Dari sekian banyak jenis zeolit yang tersebar di alam, ada beberapa jenis zeolit yang terdistribusi relatif lebih luas dibanding jenis yang lain, antara lain jenis klinoptilolit dan mordenit.

#### 1. Klinoptilolit{(NaK)<sub>6</sub>Al<sub>6</sub>Si<sub>30</sub>O<sub>72</sub>}. 20 H<sub>2</sub>O}

Klinoptilolit merupakan jenis zeolit alam yang mengandung banyak silika dengan perbandingan Si/Al antara 7 sampai 18. Struktur kristalnya berbentuk monoklinik yang terdiri dari cincin-8, cincin-10, dan bentuk 4-4-1 (**Gambar 3.8**).

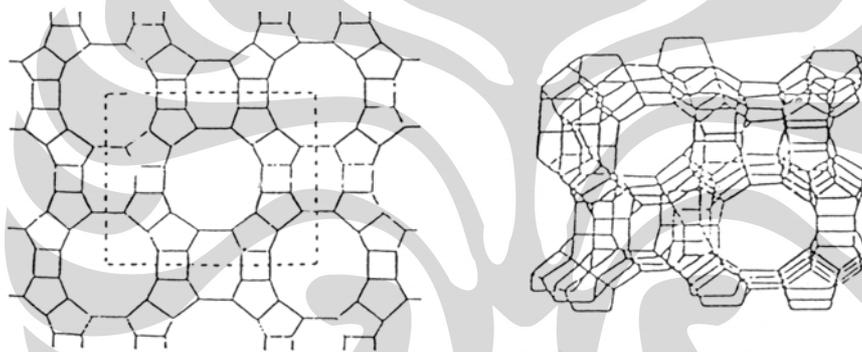
Pada cincin-8 dan cincin-10 terletak sejajar dalam satu bidang membentuk saluran-saluran dengan ukuran bukaan masing-masing 3,3 x 4,6 Å dan 3,0 x 7,6 Å, sedangkan pada arah bidang lainnya terdapat cincin-8 membentuk saluran dengan ukuran 2,6 x 4,7 Å. Zeolit klinoptilolit alam pada suhu 25 °C dan tekanan 2,666 kPa, kapasitas adsorpsinya terhadap H<sub>2</sub>O dapat mencapai 16 gram H<sub>2</sub>O/100 gram.



**Gambar 3.8** Struktur rangka zeolit alam jenis klinoptilolit dengan saluran-saluran yang berbentuk dari cincin-8 dan cincin-10

## 2. Mordenit $\{Na_8(Al_8Si_{40}O_{96}) \cdot 24H_2O\}$

Mordenit termasuk jenis zeolit alam yang banyak di jumpai di alam dengan perbandingan Si/Al antara 4,5 sampai 5,6. Struktur kristalnya berbentuk orthorombik yang terdiri dari cincin-8 dan cincin-12 (**Gambar 3.9**). Cincin-8 dan cincin-12 terletak dalam dua bidang yang saling tegak lurus yang berbentuk saluran-saluran dengan ukuran masing-masing  $2,6 \times 5,7 \text{ \AA}$  dan  $6,5 \times 7,0 \text{ \AA}$ . Zeolit mordenit alam pada suhu  $25 \text{ }^\circ\text{C}$  dan tekanan  $2,666 \text{ kPa}$ , kapasitas adsorpsinya terhadap  $H_2O$  dapat mencapai  $15 \text{ gram } H_2O/100 \text{ gram}^{11}$ .



**Gambar 3.9** Struktur rangka zeolit alam jenis mordenit<sup>11</sup>

### III.2.3. Sifat-Sifat Zeolit

Struktur dari komposisi zeolit dijadikannya sebagai padatan yang mempunyai sifat-sifat sangat unik, diantaranya adalah:

1. Sangat berpori dan pori-porinya berukuran molekul, karena pori zeolit terbentuk dari tumpukan cincin beranggotakan 6, 8, 10, atau 12 tetrahedral.
2. Dapat dibentuk menjadi padatan bersifat asam, karena penggantian kation penetral dengan proton menjadikan zeolit bersifat asam bronsted.

3. Dapat mempertukarkan kation, karena adanya substitusi parsial antara  $\text{Si}^{4+}$  dan  $\text{Al}^{3+}$  yang menyebabkan kerangka zeolit bermuatan negatif dan membutuhkan kation penetral. Kation penetral yang bukan menjadi bagian kerangka ini mudah digantikan dengan kation lain.
4. Mudah dimodifikasi, karena setiap tetrahedral dapat dikontraskan dengan bahan-bahan pemodifikasi. Modifikasi yang dapat dikenalkan pada zeolit antara lain:
  - Pertukaran ion
  - Pengendalian keasaman, baik dalam jumlah maupun kekuatan<sup>11</sup>

#### **III.2.3.1. Zeolit sebagai Dehidrator**

Sifat dehidrasi dari zeolit akan mempengaruhi sifat adsorpsinya. Zeolit dapat melepaskan molekul air dari dalam rongga permukaan yang menyebabkan medan listrik masuk kerongga utama dan berinteraksi secara efektif dengan molekul yang akan diadsorpsi. Jumlah molekul air yang dilepas sesuai dengan pori-pori atau volume ruang hampa yang akan terbentuk bila unit sel kristal zeolit dipanaskan<sup>19</sup>.

#### **III.2.3.2. Zeolit sebagai adsorban**

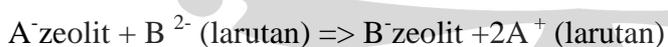
Rongga zeolit terisi oleh molekul air bebas yang berada disekitar kation pada suhu ruang. Bila dilakukan proses kalsinasi dengan suhu 250-500 °C, maka akan terjadi dehidrasi atau penguapan air. Hal ini akan menyebabkan zeolit mempunyai luas permukaan kontak yang besar, sehingga zeolit berfungsi sebagai penyerap gas atau cairan<sup>20</sup>.

Kemampuannya untuk menyerap air dimanfaatkan sebagai zat pengering untuk gas alam dan gas propana cair (Chelischev & Mishin, 1994).

### III.2.3.3. Zeolit sebagai penukar ion

Kation yang terdapat pada zeolit umumnya berasal dari golongan alkali dan alkali tanah. Kation tersebut mempunyai posisi yang tidak stabil dan tidak terikat kuat dalam rongga zeolit, sehingga memungkinkan kation tersebut dipertukarkan dengan kation lain. Pertukaran ion dapat terjadi dalam suatu cairan yang mengandung anion, kation, dan molekul air, dimana ion akan terikat pada matriks mikropori bersama ion (kation, anion) dengan muatan berlawanan dengan ion matriks sehingga akan terjadi keseimbangan muatan untuk mencapai keadaan netral. Ion yang berada dalam cairan dapat bergerak bebas di dalam matriks mikropori zeolit sehingga zeolit dapat disebut sebagai penukar kation atau anion tergantung pada jenis ion yang akan ditukar<sup>21</sup>.

Proses pertukaran kation antara larutan garam suatu logam tertentu dengan kation pada zeolit adalah sebagai berikut:



Kemampuan pertukaran ion biasanya dinamakan dengan nilai kapasitas penukar kation (KTK) yaitu miliekivalen kation yang terserap oleh satu gram zeolit. KTK zeolit dapat bervariasi dari 1,5 sampai 6 meq/g. KTK tergantung pada komposisi kimia dan perbandingan Si/Al. Pada umumnya zeolit dengan perbandingan Si/Al rendah kurang baik digunakan untuk penukar ion, karena kurang stabil dalam suasana asam.

Setiap jenis zeolit mempunyai urutan selektivitas pertukaran kation yang berlainan. Selektivitas kation dipengaruhi oleh beberapa faktor, antara lain:

- 1) Struktur pembentukan zeolit alam oleh besarnya rongga.
- 2) Mobilitas kation yang diperlukan.
- 3) Pengaruh difusi kation ke dalam larutan dan energi hidrasi.

Kapasitas penukar ion merupakan fungsi dari perbandingan oksida dan silikon dan oksida alumunium, karena pertukaran ion terjadi pada satu kerangka tetrahedral  $AlO_4^{5-}$ . Zeolit selain sebagai penukar kation dapat juga sebagai penukar anion, seperti jenis monmorilonit, atau dapat menggunakan jenis zeolit lain yang dimodifikasi dengan polimer organik<sup>22</sup>.

#### **III.2.3.4. Zeolit sebagai penyaring molekul**

Zeolit dapat menyaring molekul, karena mempunyai saluran dan rongga yang berukuran molekul. Proses penyaringan molekul ini berdasarkan perbedaan ukuran, bentuk, dan polaritas molekul yang akan disaring<sup>8</sup>.

#### **III.2.4. Adsorpsi**

Adsorpsi merupakan peristiwa penyerapan molekul-molekul larutan atau gas pada permukaan suatu zat padat yang berpori. Beberapa teori mengenai adsorpsi zat padat dalam larutan telah dikemukakan oleh beberapa peneliti antara lain Gurtwich yang menerangkan peristiwa adsorpsi berdasarkan gaya tarik antar molekul dari molekul-molekul zat terlarut, pelarut dan adsorben. Bila gaya tarik adsorben antar molekul dan pelarut, maka zat terlarut akan teradsorpsi pada permukaan adsorben membentuk lapisan tipis.

Gibb menerangkan terjadinya adsorpsi zat padat dalam larutan berdasarkan penurunan tegangan permukaan. Molekul-molekul dalam larutan berada dalam keseimbangan karena adanya gaya tarik yang merata ke segala arah dalam larutan. Dengan penambahan adsorben yang berpori, keseimbangan akan terganggu sehingga terjadi penurunan tegangan permukaan larutan dan zat terlarut teradsorpsi di permukaan adsorben. Ditinjau dari jenis ikatan, proses adsorpsi dapat dibagi menjadi dua golongan, yaitu:

1. Adsorpsi kimia

Adsorpsi kimia terjadi karena adanya reaksi antara molekul-molekul adsorbat dengan molekul adsorben. Jenis ini tidak *reversible* dan hanya membentuk lapisan tunggal. Adsorpsi kimia umumnya terjadi pada suhu tinggi dan kalor adsorpsinya juga tinggi.

2. Adsorpsi fisika

Adsorpsi fisika terjadi bila molekul-molekul adsorbat bergabung atau terikat tanpa disertai reaksi pada permukaan adsorben. Molekul-molekul adsorbat terikat karena adanya gaya tarik-menarik yang relatif lemah dengan permukaan adsorben. Gaya ini adalah gaya Van der Waals. Adsorpsi berlangsung cepat, *reversibel*, dan kalor adsorpsinya rendah. Adsorbat pada adsorpsi fisika tidak terikat secara kuat pada permukaan adsorben, sehingga adsorbat dapat bergerak dari suatu bagian permukaan ke bagian permukaan lain.

Pada adsorpsi gas oleh zat padat, jumlah gas yang diadsorpsi oleh permukaan adsorben pada suhu tertentu tergantung pada tekanan. Sedangkan pada adsorpsi larutan oleh suatu adsorben zat padat, seperti Langmuir dan Freundlich,

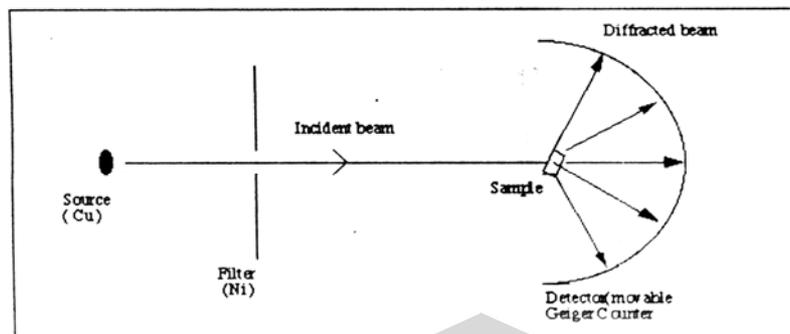
isoterm adsorpsi Freundlich cukup baik dipakai dalam adsorpsi senyawa-senyawa hidrokarbon dalam produk minyak dan gas bumi yang sangat kompleks<sup>25</sup>.

### III.2.5. Difraksi Sinar - X

Sinar-X pertama kali ditemukan oleh seorang fisikawan berkebangsaan Jerman bernama Rontgen pada tahun 1895. Sinar-X merupakan suatu spektrum elektromagnetik yang memiliki panjang gelombang  $10^{-10}$ - $10^{-8}$  (1-100Å). Panjang gelombang sinar-X sama dengan ukuran sebuah atom. Spektrum sinar-X terletak antara sinar- $\gamma$  dengan ultraviolet.

Metode serbuk difraksi sinar-X (XRD) merupakan salah satu teknik primer yang dipakai ahli kimia zat padat untuk mempelajari sifat fisika dan kimia material yang belum dikenal<sup>27</sup>. Teknik ini dilakukan dengan menempatkan sampel materi yang ingin dipelajari dalam wadah sampel. Radiasi sinar-X pada panjang gelombang tertentu ditembakkan pada sampel. Intensitas radiasi hasil difraksi dicatat oleh goniometer. Data yang diperoleh adalah intensitas ( $I$ ) terhadap sudut difraksi ( $2\theta$ ). Analisis difraktogram dilakukan untuk menentukan interatom spacing ( $d$ ) melalui pencocokkan dengan database. Perubahan pada lebar puncak atau posisi puncak menentukan ukuran, kemurnian, serta tekstur kristal<sup>28</sup>.

Instrumen XRD (**Gambar 3.10**) yang terdiri dari sumber sinar-X, sampel yang akan diuji, serta detektor untuk menangkap sinar-X yang didifraksikan. Sumber radiasi sinar-X yang dipakai berasal dari hasil emisi logam Cu yang khas pada panjang gelombang 1,5418 Å. Saat sinar datang menembak sampel, difraksi akan muncul kesegala arah ( $2\theta$ ). Hasil difraksi tersebut akan dideteksi oleh detektor<sup>29</sup>.

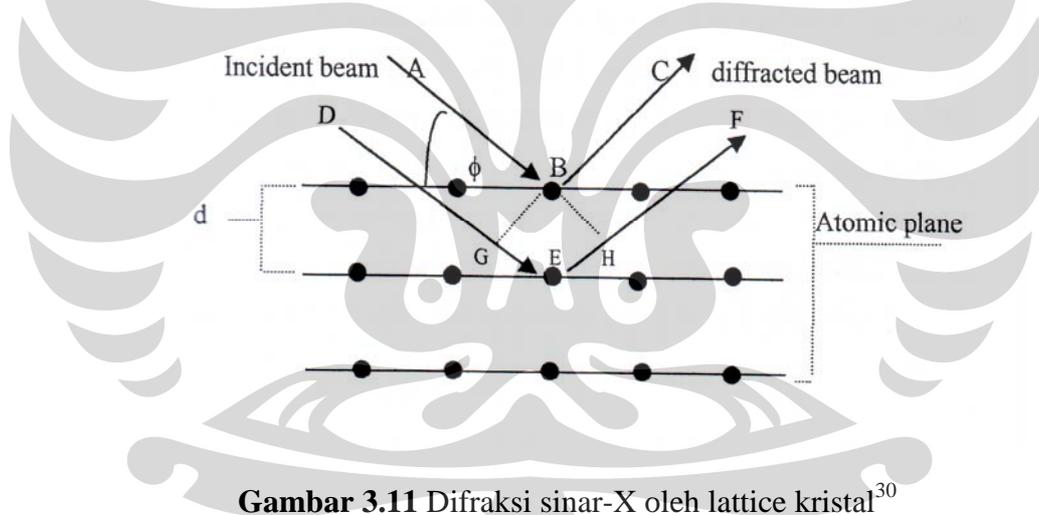


**Gambar 3.10** Skema difraktometer serbuk sinar-X<sup>28</sup>

Sinar-X tersebut dapat didifraksikan melalui sebuah kristal, karena panjang gelombangnya hampir sama dengan pemisahan bidang kisi (Loue/1913)<sup>27</sup>. Prinsip difraksi sinar-X terjadi apabila berkas sinar datang berupa sinar-X dijatuhkan pada suatu bahan maka sinar-X tersebut akan mengalami hamburan yang diakibatkan oleh suatu elektron dalam suatu atom atau kumpulan atom dalam bahan tersebut. Jika hamburan ini dihasilkan oleh elektron yang terikat erat pada atom, maka hamburan jenis ini dinamakan hamburan Thompson yang memiliki riak gelombang pada frekuensi yang sama dengan sinar datang dan beda fasanya memenuhi suatu hubungan yang tetap (koheren). Sedangkan hamburan Compton, riak gelombang sinar-X yang dihasilkan tidak selalu sama dengan sinar datang dan beda fasanya tidak selalu tetap (inkoheren). Dengan perkataan lain hamburan Thompson akan menghasilkan peristiwa difraksi sedangkan hamburan Compton akan memberikan latar belakang (background).

Pada saat sinar-X dengan panjang gelombang  $\lambda$  mengenai atom pada suatu material atau padatan kristalin, gelombang tersebut akan dihamburkan ke segala arah. Hamburan ini merupakan penggabungan kembali dari beberapa cahaya yang terefleksi dengan intensitas yang berbeda-beda.

Jika mengasumsikan bahwa atom-atom dalam suatu kristal tersusun secara teratur, maka akan memberikan efek hamburan yang teratur pula, jika kepadanya diberikan suatu gelombang. Begitu pula jika kita menggunakan gelombang sinar-X. pada saat gelombang sinar-X kita berikan, maka akan terjadi suatu perbedaan. Lintasan yang diakibatkan perbedaan bidang dan nomor atom. Perbedaan lintasan ini akan mengakibatkan efek refleksi yang kuat (saling menguatkan). Salah satu kondisi dimana refleksi yang kuat terjadi, dapat terlihat pada gambar berikut dimana cahaya insiden dan yang direfleksikan memiliki panjang gelombang ( $\lambda$ ) dan membuat sudut ( $\theta$ ) dengan bidang difraksi.



**Gambar 3.11** Difraksi sinar-X oleh lattice kristal<sup>30</sup>

Bidang dengan nomor atom yang relative besar pada umumnya memberikan refleksi yang kuat. Dari gambar diatas perbedaan jarak lintasan untuk sinar DEF dan ABC, sebesar GEH, dimana nilai GEH ini sebanding dengan dua kali panjang GE. Akan tetapi GE sebanding dengan nilai EH,  $d \sin \theta$ . Sehingga dihasilkan hukum tentang difraksi sinar-X, yaitu:

$$n\lambda = 2 d \sin \theta$$

Persamaan diatas dikenal dengan hukum Bragg, dengan  $n$  merupakan nilai 1,2,3,4,... yang menunjukkan jumlah kelipatan dari panjang gelombang  $\lambda$ . pada difraksi sinar-X yang kita gunakan, kemudian dalam pengujian difraksikannya kita mengukur sudut refleksikannya,  $\theta$  untuk menghitung jarak antara bidang lattice,  $d$ .

Mekanisme sinar-X berasal dari eksitasi elektron yang tergantung dari energi levelnya. Dan energi yang dipergunakan untuk eksitasi tersebut diperoleh dari penyerapan energi luar seperti pancaran elektron, pancaran partikel atau pancaran sinar-X. Sinar-X yang dihasilkan dari elektron yang berkecepatan tinggi menabrak target. Elektron yang dipercepat dengan tegangan tinggi akan menghasilkan sinar-X pada saat menubruk anoda dan sebagian dari energinya akan diubah menjadi bentuk foton sinar-X.

### **III.2.6. Analisa Luas Permukaan dengan Metode BET**

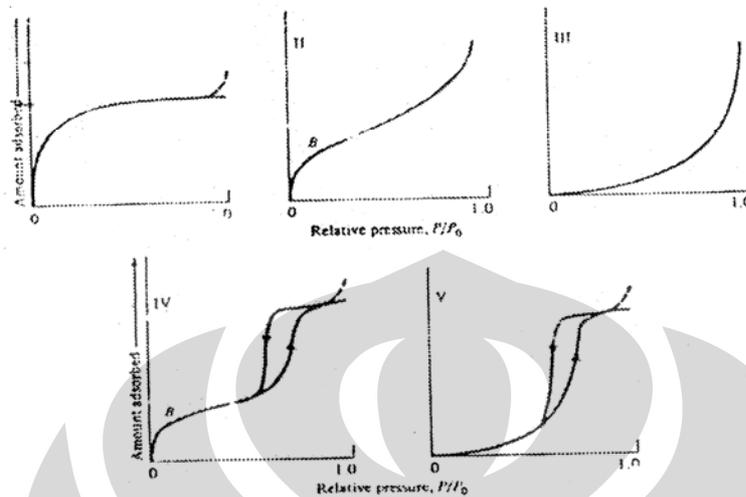
Teori BET diperkenalkan pada tahun 1938 oleh Stephen Brunauer, Paul Hugh Emmett, dan Edward Teller. BET adalah singkatan dari nama ketiga ilmuwan tersebut. Teori ini menjelaskan fenomena adsorpsi molekul gas di permukaan zat padat (melekatnya molekul gas di permukaan zat padat). Kuantitas molekul gas yang diadsorpsi sangat bergantung pada luas permukaan yang dimiliki zat padat tersebut. Dengan demikian, secara tidak langsung teori ini dapat dipergunakan untuk menentukan luas permukaan zat padat.

Jika zat padat berupa partikel-partikel maka luas permukaan untuk zat padat dengan massa tertentu makin besar jika ukuran partikel makin kecil. Dengan

mendefinisikan luas permukaan spesifik sebagai perbandingan luas total permukaan zat padat terhadap massanya maka luas permukaan spesifik makin besar jika ukuran partikel makin kecil. Metode BET memberikan informasi tentang luas permukaan spesifik zat padat. Dengan demikian metode ini dapat digunakan untuk memperkirakan ukuran rata-rata partikel zat padat. Untuk material berpori, luas permukaan spesifik ditentukan oleh porositas zat padat. Dengan demikian metode BET juga dapat digunakan untuk menentukan porositas zat padat.

Prinsip pengukuran luas permukaan padatan dilakukan dengan cara adsorpsi fisik (physisorption) gas yaitu menentukan jumlah molekul gas yang dibutuhkan untuk menutupi permukaan padatan dengan satu lapisan zat (monolayer) yang diserap (adsorbat). Jika luas permukaan yang ditempati oleh satu molekul adsorbat diketahui, maka luas permukaan padatan dapat dihitung dari jumlah molekul adsorbat. Penyerapan gas ini biasanya dilakukan pada kondisi isothermis.

Penggambaran keadaan isothermis dilakukan dengan membuat kurva antara jumlah gas yang diserap dengan tekanan relatif. Tekanan relatif adalah perbandingan tekanan pengujian ( $P$ ) dengan tekanan jenuh ( $P_0$ ) adsorbat. Dari hasil penelitian yang dilakukan oleh Brunauer, Emmet dan Teller, terdapat kurva isotherm adsorpsi, seperti pada gambar berikut:



**Gambar 3.12** Klasifikasi isoterm adsorpsi oleh Brunauer dkk

Pada semua tipe kurva, tampak bahwa jumlah volume gas yang diadsorpsi ( $V_{ads}$ ) akan meningkat dengan meningkatnya tekanan relatif. Pada beberapa titik akan menunjukkan lapisan tunggal (monolayer) adsorbat yaitu pada daerah yang ditunjukkan dengan garis linier. Dengan bertambahnya adsorbat maka akan terbentuk lapisan berlapis (multilayer) adsorbat dipermukaan padatan.

Persamaan adsorpsi BET yang digunakan untuk menghitung luas permukaan suatu padatan, yaitu:

$$\frac{1}{V_{ads}(p_0/p - 1)} = \frac{(C-1)}{VmC} (p/p_0) \times \frac{1}{VmC}$$

Dimana: P : tekanan

$V_{ads}$ : volume gas yang teradsorpsi pada tetapan tetap

$P_0$  : tekanan jenuh

$V_m$  : volume gas yang diadsorpsi pada lapisan monolayer

C : konstanta BET

Kemudian nilai  $V_m$  digunakan dalam persamaan berikut:

$$A_m = V_m \times N_A \times a_m$$

Dimana:  $A_m$  = luas permukaan

$N_A$  = Bilangan Avogadro

$a_m$  = area rata-rata

### III.2.7. Metode Lampu Sulfur ASTM D 1266-mod

Metode pengujian ini mencakup penentuan dari total sulfur di dalam mencairkan produk minyak dalam konsentrasi dari 0,01 sampai 0,4 massa %. Prosedur pembakaran langsung dapat digunakan untuk analisa dari beberapa bahan seperti bensin, kerosin (minyak tanah murni), minyak nafta, dan cairan lain yang dapat menyala atau terbakar sempurna dalam sumbu lampu.

Prosedur campuran dapat digunakan untuk analisa minyak gas dan minyak bakar hasil penyulingan, asam naptetik, zat asam karbol alkil, produk minyak isi belerang tinggi, dan banyak bahan lain yang tidak bisa terbakar atau menyala memuaskan oleh prosedur pembakaran langsung.

Prinsip dari metoda 1266, yaitu pembakaran dengan cara sampel terbakar dalam satu sistem tertutup, menggunakan satu lampu dan satu atmosfer tiruan terdiri atas 70% karbon dioksida dan 30% oksigen untuk mencegah pembentukan oksida zat lemas. Oksida dari sulfur akan terserap oleh larutan peroksida hidrogen, lalu membilas dengan etanol absolut p.a untuk menghilangkan, menghancurkan karbon dioksida dan sebagai pelarut. Sulfur sebagai sulfat yang terserap oleh peroksida hidrogen ditentukan keasamannya oleh titrasi dengan  $Ba(ClO_4)_2$  menggunakan indikator torin dan dihitung kadar sulfurnya.

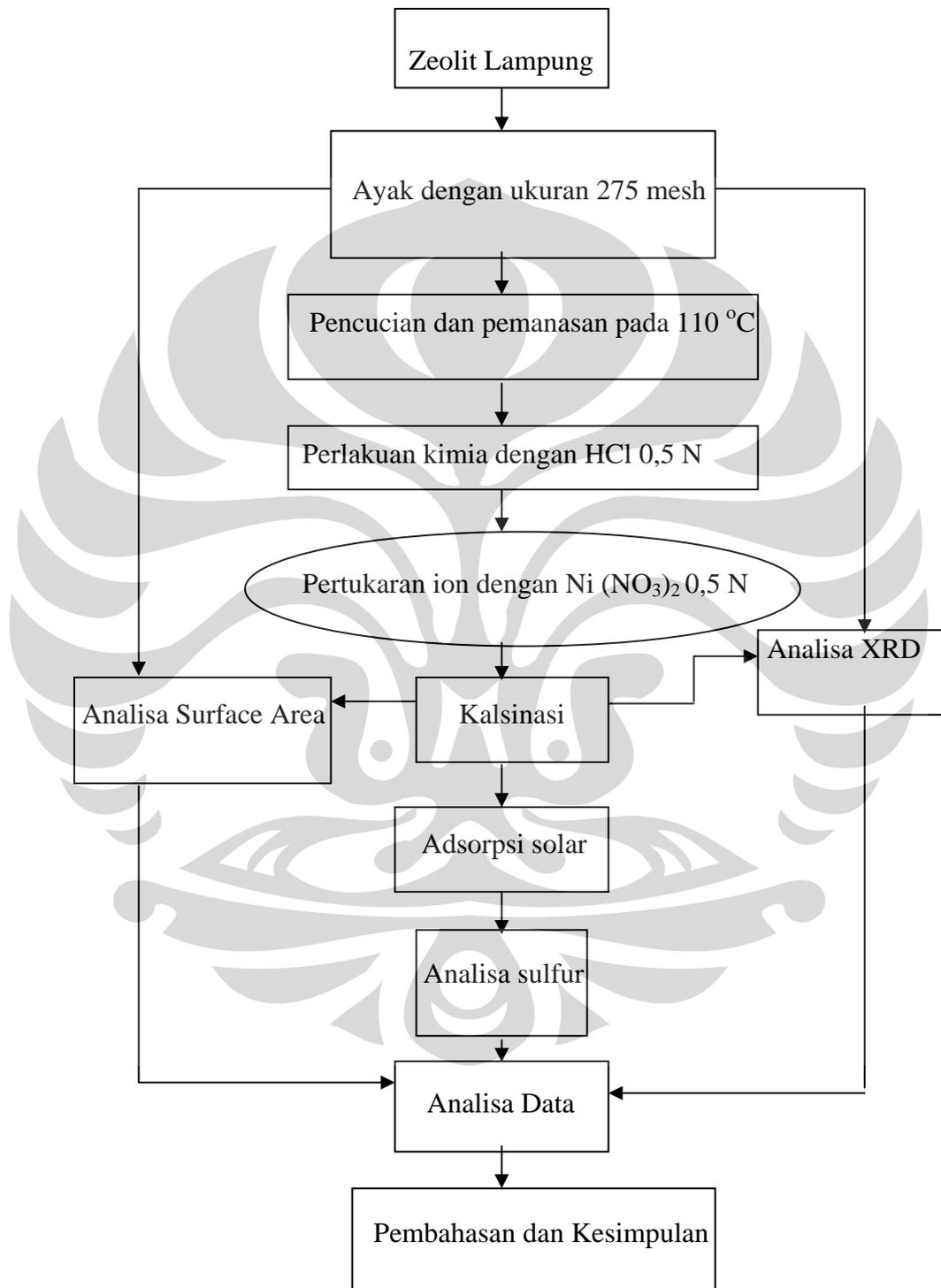
$$\text{Kadar Sulfur} = \frac{A \times N \times 16,03}{W} \times 100\%$$

Dimana:     A     = jumlah mL  $\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2$  yang dibutuhkan untuk titrasi  
              N     = normalitas larutan  $\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2$   
              W     = berat sampel (mg)



### III.3 Percobaan

#### III.3.1. Alur percobaan



**Gambar 3.13** Bagan Alur Percobaan

### III.3.2. Alat-alat

- Beaker glass ukuran 100, 500, 1000 mL
- Labu ukur ukuran 100, 1000 mL
- Gelas ukur ukuran 100 mL
- Botol sampel dan botol aquades
- Kertas saring Whatman no.40
- Oven pemanas
- Pemanas udara digital (furnace)
- Pengaduk magnetik
- Alat timbang elektronik
- Tissue
- Aluminium foil
- Buchner
- Kaca arloji
- Cawan porselen
- Hot plate
- Desikator
- X-Ray Difraktometer
- Molekul shiver 275 mesh
- Mortar agate
- Alat Nova 1200e dengan metode BET
- Alat untuk pengukuran sulfur dengan Metode Lampu ASTM D1266-mod

### III.3.3. Bahan-bahan

- Zeolit alam Lampung
- HCl 0,5 N
- $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$  0,5 N
- Aquades
- Minyak solar

### III.3.4. Prosedur Percobaan

#### III.3.4.1. Tahap preparasi dan pengaktifan adsorben

Tahap preparasi dan pengaktifan adsorben dilakukan untuk memodifikasi zeolit alam dan sintetis agar sifatnya sebagai adsorben dapat lebih baik dari kondisi aslinya.

Langkah-langkah yang dilakukan dalam pengaktifan tersebut adalah:

- Penghalusan dan pengayakan zeolit

Sejumlah 200 gram zeolit alam Lampung ditumbuk dengan mortar dalam cawan porselen hingga halus kemudian diayak dengan ukuran 275 mesh. Zeolit yang lolos ayakan 275 mesh diambil untuk percobaan selanjutnya dan yang tidak lolos dihaluskan kembali.

- Pretreatment dengan pencucian dan pemanasan

Zeolit selanjutnya dilakukan pretreatment dengan pencucian dan pemanasan. Bertujuan untuk membersihkan pengotor yang larut dalam air, cara kerjanya yaitu masing-masing zeolit dengan ukuran -275+325 mesh ditimbang sebanyak 50 gram, kemudian melarutkan zeolit dalam air dengan pengaduk

magnetik, kemudian larutan zeolit dipisahkan dari air dengan saringan penyedot vakum dan dipanaskan zeolit pada suhu 110 °C dalam oven selama 2 jam.

- Perlakuan kimia dengan HCl

Bertujuan untuk melarutkan pengotor yang larut dalam asam. Cara kerjanya yaitu dengan membuat HCl 0,5 N dan mencampurkannya dengan zeolit pada perbandingan cair dan padat yaitu air dengan massa zeolit 10:1, kemudian larutan tersebut diaduk dengan pengaduk magnetik selama 1 jam dan dibiarkan mengendap. Endapan yang diperoleh disaring dengan kertas saring whatman no.40 dibantu pompa penghisap. Setelah dicuci, endapan dikeringkan dalam oven pada suhu 110 °C selama 2 jam.

- Pertukaran ion

Pertukaran ion dilakukan terhadap sampel zeolit yang mengalami perlakuan sebelumnya. Cara kerjanya yaitu dengan membuat larutan  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$  0,5 N dan mencampurkannya dengan zeolit pada perbandingan cair dan padat yaitu Larutan  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$  dengan massa zeolit 25:1 disertai pengadukan selama 4 jam. Setelah mengendap padatan dipisahkan dari larutan dengan kertas saring whatman no.40 dibantu pompa penghisap.

- Kalsinasi

Zeolit hasil pertukaran ion dikalsinasi pada suhu 500 °C selama 2 jam didalam pemanas digital (furnace).

Tabel 3.4. Sampel-sampel dalam percobaan

Kode sampel	Perlakuan
ZA	Zeolit alam asli
ZAP	Zeolit alam yang diberi pretreatment pencucian dan pemanasan
ZAP + H	Zeolit alam yang diberi perlakuan asam
ZAH + IE	Zeolit alam yang diberi perlakuan asam, pertukaran ion dan kalsinasi
MS	Minyak Solar
MS+ Ad (ZALP+H+IE)	Minyak Solar setelah di adsorpsi dengan zeolit alam Lampung yang diberi pretreatment pencucian + pemanasan, asam, penukar ion dan kalsinasi
MS+ Ad (ZALP+H+IE – 1,5)	Minyak Solar setelah di adsorpsi dengan zeolit alam Lampung 1,5 gram yang diberi pretreatment pencucian + pemanasan, asam, penukar ion dan kalsinasi
MS+ Ad (ZALP+H+IE – 1)	Minyak Solar setelah di adsorpsi dengan zeolit alam Lampung 1 gram yang diberi pretreatment pencucian + pemanasan, asam, penukar ion dan kalsinasi
MS+ Ad (ZALP+H+IE – 0,5)	Minyak Solar setelah di adsorpsi dengan zeolit alam Lampung 0,5 gram yang diberi pretreatment pencucian + pemanasan, asam, penukar ion dan kalsinasi

Tabel 3.5. Penamaan zeolit sesuai dengan treatment yang dilakukan

No	Zeolit	Perlakuan	Nama
1	Lampung	Tanpa perlakuan	ZAL
2	Lampung	Pencucian dan pemanasan	ZALP
3	Lampung	Pencucian, pemanasan, dan pretreatment asam (HCl 0,5 N)	ZALP+H
4	Lampung	Pencucian, pemanasan, asam dan pertukaran ion	ZALP+H+IE
5	Lampung	Pencucian, pemanasan, asam dan pertukaran ion dengan 0,5 gram zeolit	ZALP+H+IE-0,5
6	Lampung	Pencucian, pemanasan, asam dan pertukaran ion dengan 1 gram zeolit	ZALP+H+IE-1
7	Lampung	Pencucian, pemanasan, asam dan pertukaran ion dengan 1,5 gram zeolit	ZALP+H+IE-1,5

#### III.3.4.2. Tahap Karakterisasi Zeolit

##### Identifikasi struktur dan komposisi mineral

Analisis dilakukan dengan menggunakan alat Powder X-ray diffraction (XRD), Philips) yang ada di Jurusan Metalurgi FTUI, Depok. Hasil analisa berupa laporan intensitas dan kurva puncak-puncak respon partikel sampel setelah disinari dengan sinar-X pada pengukuran. Setelah dicocokkan dengan referensi standar, hasil akhirnya berupa komposisi struktur kristal sampel. Analisa dilakukan terhadap sampel hasil preparasi (ZALP dan ZALP+H+IE).

### Sifat khusus”Luas Permukaan”

Analisa dilakukan dengan menggunakan alat Nova 1200e dengan metode BET yang ada di Laboratorium katalis PPPTMGB “LEMIGAS”. Hasil analisa berupa laporan data luas permukaan dan total volume pori dari zeolit.

#### **III.3.4.3. Tahap adsorpsi**

Adsorpsi dilakukan secara batch disertai dengan pengadukan, dengan variasi berat dari zeolit sebanyak 0,5 gram, 1 gram, dan 1,5 gram. Masing-masing zeolit dimasukkan ke dalam 100 mL solar dan diaduk selama 2 jam. Selanjutnya kandungan sulfur dalam solar di uji dengan metode Lampu ASTM D 1266-mod.

#### **III.3.5. Metode pengolahan data**

##### **III.3.5.1. Analisa data XRD**

Data yang diperoleh adalah pola difraksi XRD dari sampel-sampel zeolit beserta intensitas relatifnya. Dari berbagai difraksi dapat diidentifikasi struktur kristalnya, sehingga komposisi struktur kristal zeolit dapat dihitung. Membandingkan nilai  $d$  dari hasil XRD yang diperoleh dengan  $d$  standar dari JCPDS card (Joint Committee on Powder Diffraction Standard).

##### **III.3.5.2. Analisa data BET**

Data yang didapat berupa Luas permukaan dari zeolit dan total volume pori.

##### **III.3.5.3. Analisa data Sulfur**

Data yang diperoleh adalah persen berat dari masing–masing sampel baik minyak solar yang belum mengalami perlakuan maupun minyak solar yang telah diadsorpsi dengan zeolit. Persen berat yang diperoleh diubah menjadi ppm.

### **III.4. Hasil dan Pembahasan**

#### **III.4.1 Preparasi zeolit alam lampung**

Zeolit alam yang digunakan adalah Zeolit Lampung. Ukuran zeolit alam Lampung yang digunakan adalah -275+325 mesh ( lolos pada 275 mesh dan tidak lolos pada 325 mesh), karena semakin kecil ukuran partikel maka semakin luas permukaan dari zeolit.

Untuk mengoptimalkan penggunaan zeolit alam Lampung dalam proses adsorpsi sulfur dalam solar, maka zeolit harus dimodifikasi dengan pencucian pemanasan, asam pemanasan, pertukaran ion, dan kalsinasi. Karena zeolit yang dipergunakan ini diperoleh dari alam, maka rongga–rongga di dalam zeolit ini masih terdapat ion–ion logam, molekul air dan pengotor. Untuk menghilangkan pengotor tersebut langkah awal adalah dengan pencucian yang berfungsi melarutkan pengotor dalam aquades, dan pemanasan juga berperan untuk menghilangkan kadar air dan menguraikan senyawa–senyawa organik dalam zeolit alam Lampung.

Pengotor yang hanya larut dalam asam dihilangkan dengan perlakuan asam dan aktivasi pemanasan. Asam yang digunakan adalah HCl 0,5 N. Aktivasi asam ini berfungsi selain untuk menghilangkan pengotor juga untuk meningkatkan rasio Si/Al. Hal ini terjadi karena adanya proses dealuminasi kristal

tetrahedral (sebagai penyusun utama zeolit) dimana terdapat aluminium oksida ( $\text{AlO}_4^-$ ), sebagai senyawa amfoter Al dapat larut pada kondisi asam maupun basa pekat. Dengan perlakuan asam dapat pula melarutkan kandungan logam-logam yang menempel dan menutupi permukaan pori dari zeolit. Zeolit yang digunakan adalah klinoptilolit dan mordenit yang kaya akan Na dan K, pada saat perlakuan dengan asam terjadi pertukaran kation  $\text{Na}^+$  dan  $\text{K}^+$  dengan ion  $\text{H}^+$  yang akan menyerap ke dalam struktur zeolit sehingga terbentuk H-zeolit.



Pertukaran ion dilakukan dengan melarutkan zeolit ke dalam  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$  0,5 N. Pertukaran ion disebabkan adanya kation logam alkali dan alkali tanah. Kation tersebut dapat bergerak bebas di dalam rongga dan dapat dipertukarkan dengan kation logam lain dengan jumlah yang sama. Akibat struktur zeolit berongga, anion atau molekul berukuran lebih kecil atau sama dengan rongga dapat masuk dan terjebak. Fungsi dari pertukaran ion dengan menggunakan  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$  adalah sebagai pengaktif dari zeolit, karena dengan menggunakan Ni zeolit mempunyai kemampuan yang tinggi dalam mengadsorpsi sulfur dalam minyak solar.

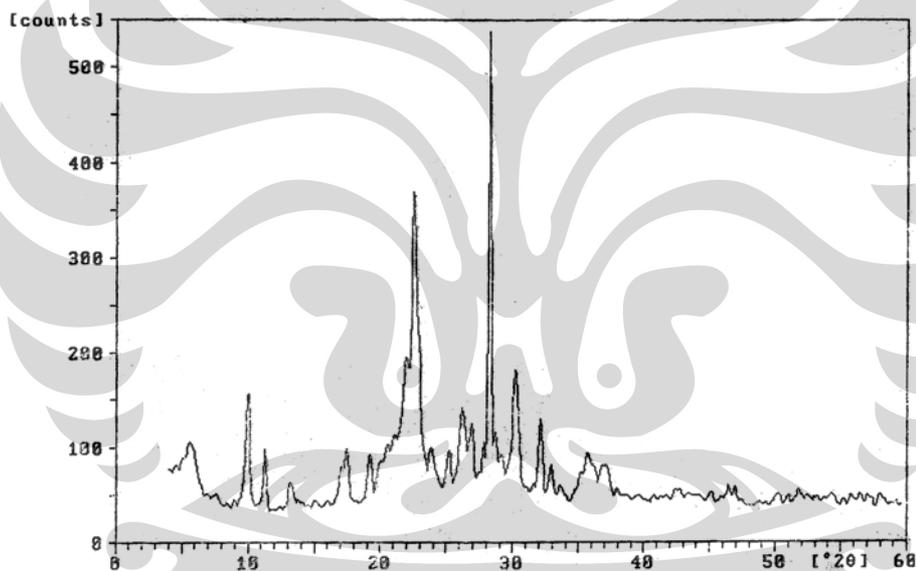
### III.4.2. Karakterisasi Zeolit Alam Lampung

#### III.4.2.1. Analisa Difraktometer Sinar-X (XRD)

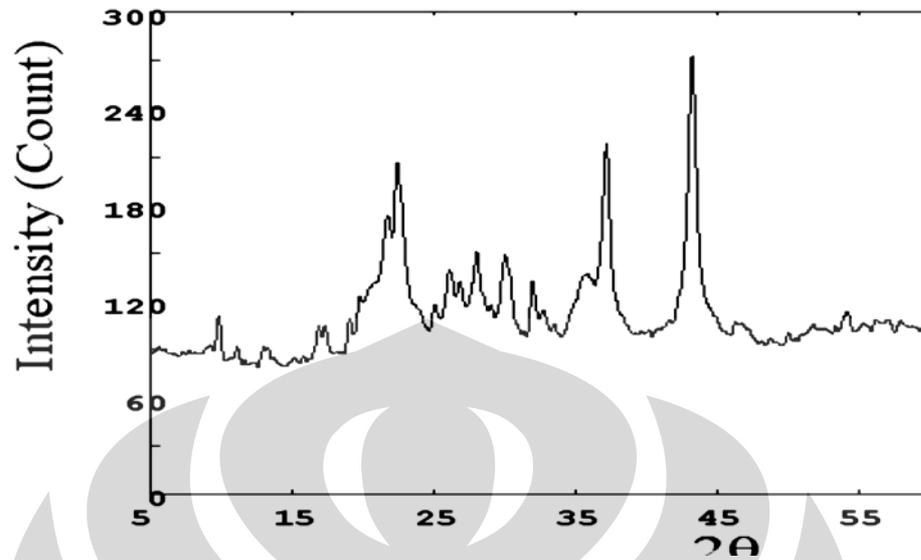
Jenis struktur kristal Zeolit Alam Lampung diidentifikasi dengan menggunakan XRD secara kualitatif. Identifikasi dilakukan di Laboratorium CMFA Metalurgi FTUI. Analisa scanning sinar-X dilakukan pada sudut  $2\theta$  antara

5° sampai 60°. Identifikasi zeolit didasarkan pada kemiripan pola difraksi yang terdapat dalam buku JCPDS dengan metode Hanawalt.

Difraktogram yang diperoleh kemudian dibandingkan dengan difraktogram standar. Difraktogram XRD akan memberikan data harga  $d$ ,  $2\theta$ , dan intensitas. Difraktogram ZAL dan ZALP+H+IE dapat dilihat pada **Gambar 3.14** dan **Gambar 3.15**. Pola difraksi XRD dari ZAL menunjukkan pola yang hampir sama dengan ZALP+H+IE hanya terdapat perbedaan intensitas peaknya.



**Gambar 3.14** Kurva XRD ZAL



**Gambar 3.15** Kurva XRD ZALP+H+IE

Pemurnian zeolit dengan aktivasi asam, pertukaran ion dan pemanasan pada percobaan ini tidak merusak struktur zeolit. Hal ini terlihat dengan membandingkan besarnya sudut kristal ( $2\theta$ ), dan jarak antar kisi ( $d$ ) yang diperoleh dari difraktogram XRD, antara ZAL dan ZALP+H+IE tidak terdapat perbedaan yang signifikan antara harga-harga tersebut. Perbandingan nilai  $d$  dan  $2\theta$  terdapat pada Tabel dibawah ini:

Tabel 3.6. Data  $d(\text{\AA})$ ,  $2\theta$  untuk ZAL dan ZALP+H+IE

ZAL		ZALP+H+IE	
$2\theta$	D	$2\theta$	D
28,195	3,1624	22,410	3,9640
28,290	3,1520	43,215	2,0918
22,252	3,9440	22,725	3,9097

Nilai  $d$  untuk ZAL pada peak terkuat adalah 3,1624 Å, 3,1520 Å, dan 3,9440 Å. Dapat diasumsikan bahwa peak pertama dan ketiga menunjukkan adanya klinoptilolit (3,165 Å dan 3,955 Å) dan peak kedua adalah mordenit (3,10 Å).

Dari difraktogram ZALP+H+IE diperoleh 3 peak terkuat yaitu 3,9640 Å, 2,0918 Å, dan 3,9097 Å. Pada peak pertama dan ketiga termasuk klinoptilolit (3,971 Å dan 3,905 Å), sedangkan peak yang kedua menunjukkan adanya NiO (Å). Karena, pada ZALP+H+IE terdapat pergeseran peak jika dibandingkan dengan ZAL terutama terlihat pada peak kedua ZALP+H+IE yaitu terdapat NiO. Difraktogram pada peak kedua diasumsikan sebagai hasil impregnasi logam nikel dalam bentuk NiO yang telah berikatan dengan zeolit. Sehingga difraktogram tersebut dapat dibandingkan dengan standar NiO. Harga  $d$  (2,0918 Å) yang mirip dengan standar NiO (2,088 Å). Standar NiO dapat dilihat pada Lampiran 7. Berarti zeolit alam lampung ini memiliki kapasitas ion yang cukup tinggi.

Selain nilai  $d$  (Å) yang didapat dari hasil data difraksi sinar-X juga terdapat harga *integrated intensity/counts* dari setiap peak yang dihasilkan. Dari data JCPDS terdapat nilai-nilai  $d$  (Å) untuk mordenit dan klinoptilolit. Dengan membandingkan nilai  $d$  didapat dari hasil XRD zeolit dengan data JCPDS maka akan diperoleh nilai-nilai  $d$  yang mana saja dapat diidentifikasi sebagai mordenit, klinoptilolit dan NiO. Kemudian nilai counts (luas area peak) untuk tiap nilai  $d$  yang diidentifikasi sebagai mordenit, klinoptilolit dan NiO dihitung totalnya dan dilihat perbandingannya dengan total counts dari seluruh peak yang ada. Hasilnya akan memperlihatkan presentase kandungan zeolit dalam sampel.

Dari hasil perhitungan *counts* mordenit dan klinoptilolit didapatkan bahwa ZAL terdapat zeolit klinoptilolit sebesar 68,9% dan mordenit sebesar 24,7%. Dan untuk ZALP+H+IE terdapat zeolit klinoptilolit sebesar 60,19%, mordenit sebesar 12,28% dan NiO sebesar 19,72%. Penurunan banyaknya zeolit klinoptilolit dan mordenit pada ZALP+H+IE, disebabkan Na, Ca, dan K (*Exchangeable cations*) yang terdapat pada klinoptilolit dan mordenit telah mengalami pertukaran ion dengan Ni sebagai pengaktif dalam zeolit, terbukti dengan adanya peak kedua terkuat pada ZALP+H+IE yang diidentifikasi adanya NiO. Kemungkinan juga terdapat sejumlah jenis zeolit mengingat adanya nilai *d* yang bervariasi pada peak yang lain, seperti analcime, smactite, dan haulandite karena mempunyai struktur yang mirip. Dari data XRD, dapat diasumsikan karakter struktur kristal zeolit alam Lampung memiliki kandungan klinoptilolit paling banyak, mordenit dan berbagai jenis zeolit alam lain seperti analcime, smactite, dan haulandite

#### III.4.2.2. Analisa Luas Permukaan dengan BET

Analisa luas permukaan dilakukan dengan metode BET. Uji BET dilakukan untuk sampel ZAL dan ZALP+H+IE. Data BET disusun sebagai berikut:

**Tabel 3.7.** Data BET

No	Luas permukaan dan karakterisasi pori:	ZALP	ZALP+H+IE
1	Luas permukaan	48,64 m <sup>2</sup> /g	46,08 m <sup>2</sup> /g
2	Total volume pori (radius < 948,6 Å)	1,173e-01 cc/g	1,179e-01 cc/g

Dari Tabel 3.7 dapat diketahui bahwa luas permukaan ZAL (zeolit alam Lampung murni) lebih besar dari pada ZALP+H+IE (zeolit alam Lampung yang telah dilakukan pretreatment dengan pencucian pemanasan, asam pemanasan, penukar ion dan kalsinasi), sedangkan total volume pori pada ZAL lebih kecil dibandingkan dengan ZALP+H+IE. Hal ini disebabkan ZAL pori-porinya tertutup pengotor, karena pada ZAL tidak dilakukan pencucian dan aktivasi pemanasan, sehingga zeolit masih terdapat pengotor. Akibatnya gas nitrogen akan menyelimuti pengotor yang berada di permukaan zeolit sehingga yang terukur adalah luas permukaan pengotor. Dan pada ZALP+H+IE memiliki luas permukaan yang lebih kecil dibandingkan dengan ZAL disebabkan Karena sebagian pengotor yang terdapat pada zeolit telah hilang selama pencucian dan pemanasan, aktivasi asam dengan pemanasan, pertukaran ion dan kalsinasi.

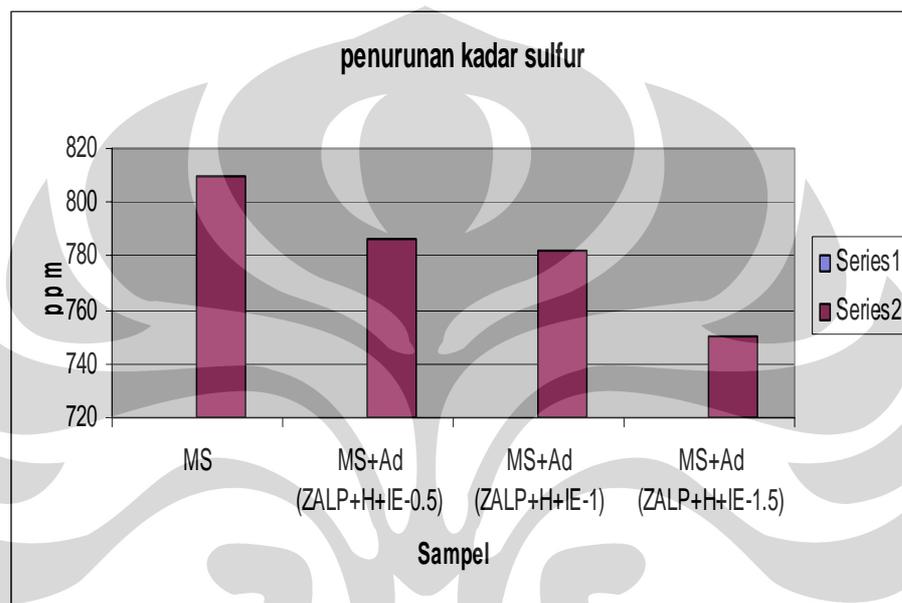
Akibat terjadinya pertukaran ion, ukuran rongga semakin besar, karena jari-jari ion  $H^+$  lebih kecil dibandingkan dengan jari-jari ion  $Na^+$  dan  $K^+$ . Dengan semakin besar ukuran rongga dari ZALP+H+IE diharapkan akan mempunyai daya adsorpsi yang besar.

#### **III.4.3. Analisa total sulfur dalam minyak solar**

Zeolit Alam Lampung dapat menurunkan kadar sulfur pada minyak solar. Hal ini terbukti bahwa kadar sulfur berkurang setelah dilakukan adsorpsi dengan zeolit secara pengadukan selama 4 jam, dengan variasi massa zeolit yang dimasukkan akan memberi nilai penurunan kadar sulfur yang berbeda.

Total sulfur pada minyak solar, setelah dilakukan pengukuran dengan metode lampu ASTM D 1266-mod bahwa MS (minyak solar tanpa di adsorpsi

dengan zeolit) mempunyai kadar sulfur paling tinggi dibandingkan dengan minyak solar setelah diadsorpsi dengan zeolit (MS+Ad(ZALP+H+IE)). Semakin banyak massa zeolit yang ditambahkan kedalam minyak solar maka kadar sulfur akan semakin rendah. Hal ini disebabkan karena zeolit akan mengadsorpsi sulfur.



**Gambar 3.16** Diagram Penurunan kadar sulfur pada solar

Dari kurva diatas terlihat bahwa kecenderungan kadar sulfur semakin kecil dengan kenaikan massa zeolit alam Lampung yang telah dimodifikasi. Hal ini terjadi, karena zeolit yang telah dimodifikasi mempunyai keaktifan adsorpsi yang sangat baik. Dapat disimpulkan bahwa kenaikan 1 gram zeolit alam Lampung yang telah dimodifikasi dapat menurunkan kadar sulfur sampai 28 ppm.

### III.5. Kesimpulan

Berdasarkan percobaan yang telah dilakukan dapat disimpulkan:

1. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa Zeolit Alam Lampung yang digunakan dalam percobaan ini didominasi oleh struktur mineral jenis klinoptilolit dan mordenit. Dari hasil XRD terjadi pergeseran peak pada saat proses pengaktifan zeolit namun relatif kecil. Pada ZAL (zeolit alam Lampung tanpa perlakuan) mengandung mineral jenis klinoptilolit sebesar 68,9%, mordenit sebesar 24,7%, sedangkan pada ZALP+H+IE terdapat zeolit klinoptilolit sebesar 60,9%, mordenit sebesar 12,28% dan terdapat NiO sebesar 19,72%.
2. Hasil karakterisasi dengan luas permukaan menunjukkan bahwa zeolit yang tidak dilakukan proses modifikasi (ZAL) memiliki luas permukaan yang lebih besar dibandingkan dengan zeolit yang modifikasi (ZALP+H+IE), tetapi total volume pori ZAL lebih kecil dibandingkan dengan ZALP+H+IE.
3. Hasil adsorpsi pada solar oleh zeolit menunjukkan terjadinya penurunan kandungan sulfur pada solar. Kadar sulfur semakin kecil dengan kenaikan massa zeolit alam Lampung yang telah dimodifikasi ditambahkan pada waktu adsorpsi selama 2 jam. Kapasitas adsorpsi terus meningkat dengan semakin banyaknya massa zeolit yang ditambahkan ke dalam solar. Semakin banyak massa zeolit maka hasil adsorpsi akan semakin baik.

## **BAB IV**

### **PENUTUP**

#### IV.1. Hasil Praktik Kerja Lapangan

Hasil yang diperoleh penulis setelah melaksanakan Praktik Kerja Lapangan ini, yaitu:

1. Dapat mempelajari ilmu mineral, khususnya zeolit yang mempunyai banyak fungsi, yaitu sebagai adsorben, penyaring molekul, penukar ion, dll.
2. Dapat mengetahui bahwa zeolit yang dapat diaplikasikan sebagai adsorben untuk pengurangan sulfur dalam solar dengan adsorpsi disertai dengan pengadukan.
3. Mendapatkan solusi untuk mengurangi pencemaran udara khususnya yang diakibatkan adanya sulfur dalam solar.
4. Dapat mempelajari cara mengkarakterisasikan zeolit dengan menggunakan XRD, dan luas permukaan.
5. Memperoleh kesempatan belajar dan mengoperasikan alat-alat yang berhubungan dengan percobaan ini.
6. Meningkatkan wawasan pada penulis tentang profesionalisme dalam dunia kerja antara lain struktur organisasi, disiplin, lingkungan, dan sistem kerja.

#### IV.2. Manfaat Praktik Kerja Lapangan

Manfaat yang diperoleh selama melaksanakan Praktik Kerja Lapangan di Laboratorium Uji Sifat Fisika, Kelompok Proses Separasi KPRT Proses, PPPTMGB”LEMIGAS”, yaitu:

1. Mendapatkan bekal berupa pengalaman kerja, sehingga lebih memahami dunia kerja secara umum.
2. Memperoleh ilmu berupa keuletan, kedisiplinan, melatih kesabaran dan ketelitian yang dibutuhkan dalam bekerja.
3. Dapat menerapkan ilmu dan pengetahuan yang didapat pada masa perkuliahan ke dalam dunia kerja dengan baik.
4. Dengan Kegiatan Praktik Kerja Lapangan ini memperoleh ilmu pengetahuan dan pengalaman diluar ilmu yang didapat pada masa perkuliahan.
5. Memperoleh pelajaran dalam bekerja untuk meningkatkan sikap mandiri, kreatif, dan inovatif dalam menyikapi masalah khususnya dalam menjalani PKL.
6. Dapat menjalin kerjasama yang baik dengan instansi/lembaga/industri dengan lembaga pendidikan yang berguna untuk menghasilkan lulusan yang terampil.

### IV.3 Saran

#### IV.3.1. Bagi PPPTMGB”LEMIGAS”

1. Harus dilakukan uji lanjutan mengenai desulfurisasi solar dengan memanfaatkan zeolit alam lainnya (Bandung, Malang dan sintetik), karena zeolit merupakan potensi yang tersebar di alam. Dan dilakukan juga terhadap zeolit yang belum dilakukan modifikasi dengan zeolit yang telah dilakukan modifikasi, sehingga dapat dilihat perbandingannya zeolit mana yang dapat menurunkan kadar sulfur sangat efisien dalam solar, serta dilakukan juga peningkatan konsentrasi zeolit sampai jenuh dalam mengadsorpsi sulfur. Pengkarakterisasian zeolit dapat diperbanyak yaitu dengan XRD, Luas Permukaan, SEM dan FTIR, sebaiknya dilakukan juga analisa komponen sulfur dengan menggunakan GC FPD. Hasil penelitian tersebut sebaiknya dapat diaplikasikan dalam solar komersil sehingga dapat menurunkan pencemaran udara yang diakibatkan oleh sulfur.
2. Untuk Karyawan dan staf Laboratorium Uji Sifat Fisika, Kelompok Proses Separasi KPRT Proses, PPPTMGB”LEMIGAS tetap mempertahankan suasana kerja yang sangat kekeluargaan dan kekompakkannya, serta memberikan bimbingan yang terbaik bagi mahasiswa yang melakukan Praktik Kerja Lapangan

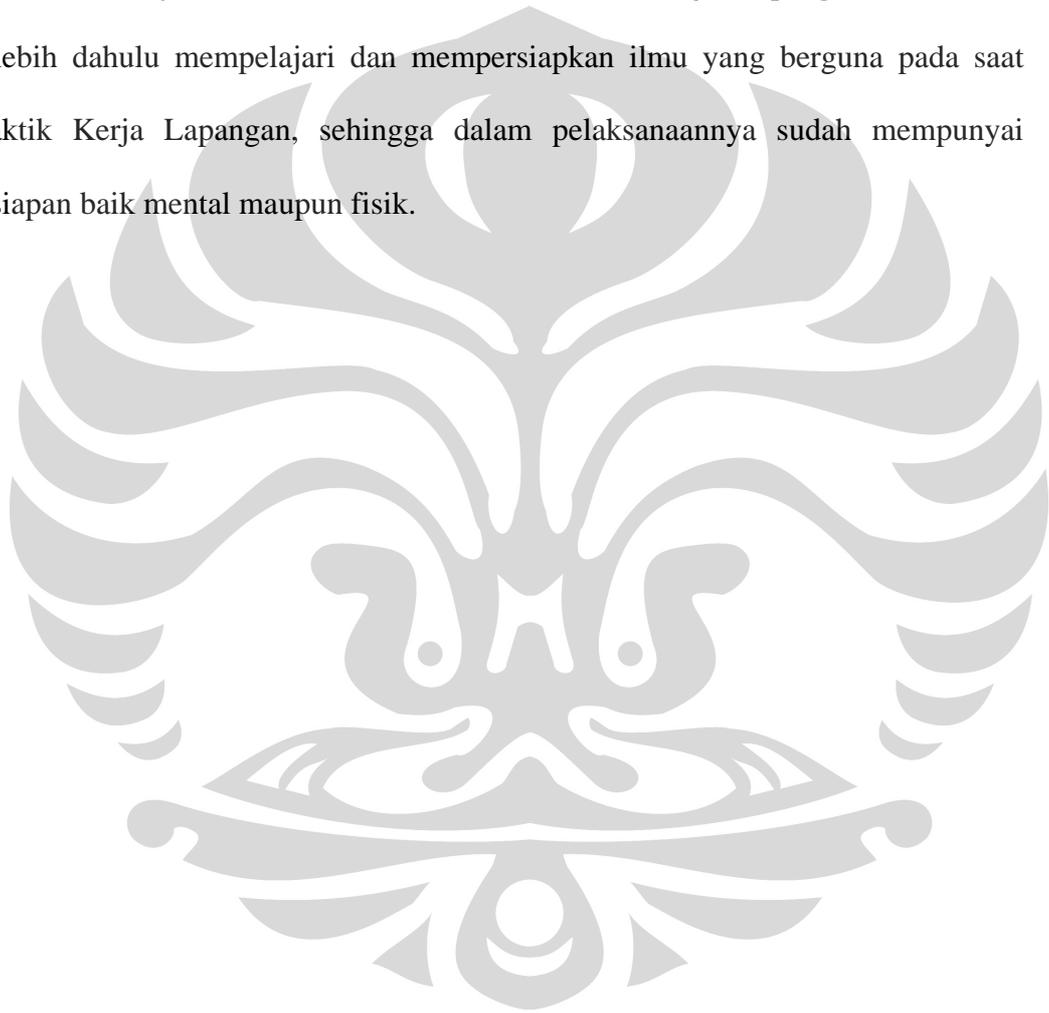
#### IV.3.2 Bagi D3 Kimia Terapan FMIPA UI

Dengan berakhirnya Praktik Kerja Lapangan Ini, mudah-mudahan dapat menghasilkan hubungan yang baik antara program D3 Kimia Terapan FMIPA UI

dengan pihak PPPTMGB”LEMIGAS”, sehingga terbuka kesempatan bagi mahasiswa lain yang ingin melaksanakan Praktik Kerja Lapangan.

#### IV.3.3 Bagi Mahasiswa

Sebaiknya sebelum melaksanakan Praktik Kerja Lapangan mahasiswa terlebih dahulu mempelajari dan mempersiapkan ilmu yang berguna pada saat Praktik Kerja Lapangan, sehingga dalam pelaksanaannya sudah mempunyai kesiapan baik mental maupun fisik.



## DAFTAR PUSTAKA

1. Achmad, Rukaesih. 2004. *Kimia Lingkungan*. Yogyakarta: ANDI Yogyakarta.
2. Mardiansyah, Dizi. 2001. *Analisis Kualitas Minyak Solar*. Skripsi Sarjana Kimia FMIPA UI. Depok.
3. Semar, Djainuddin. 2007. *Pengaruh viskositas & kandungan solar*. Lembaran Publikasi vol 41, No 1, April 2007. Jakarta: PPPMGB” LEMIGAS”.
4. <http://www.chem-is-try.org/?sect=tanyapakar&ext=23>. 3 April 2008. Pukul 10.00.
5. Nasution, A.S dan E. Jasjfi. 1998. *Pembuatan Komponen Solar Lembar* Publikasi Lemigas vol.31. No 3. Jakarta: LEMIGAS.
6. Hardjono, A. 2001. *Teknologi Minyak Bumi*. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.
7. Setiawan, Eko Parikesit. 2003. *Karakteristik Zeolit Alam Yogya dan Lampung*. Skripsi Sarjana Kimia FMIPA UI. Depok.
8. Bailey, R. A. et.al. 1978. *Chemistry of the Environment*. New York: Academic Press.
9. Crosby, Donad G. 1998. *Environmental Toxicology and Chemistry*. New York: Oxford University Press.
10. Tim Desulfurisasi BBM. 2007. *Proposal Dessulfurisasi BBM dengan Metode Membran dan Adsorpsi*. Jakarta: PPPPTMGB”LEMIGAS”.

11. Nugroho, Ade. 1998. *Modifikasi Zeolit Alam Malang Sebagai Adsorben Kandungan Sulfur dan Benzen pada Kerosin*. Skripsi Sarjana Gas & Petrokimia FT UI. Depok.
12. Saputra, Aries. 1995. *Analisa Produksi Korosi dari Pipa Api 5L X42 ERW (Aplikasi Onshore dan Offshore) dengan menggunakan metode Difraksi Sinar-X (XRD)*. Skripsi Sarjana Metalurgi FT. Depok.
13. <http://warmada.staff.ugm.ac.id/Articles/rodhie-zeolit.pdf>. 18 April. Pukul 12.00.
14. <http://warmada.staff.ugm.ac.id/Articles/rodhie-zeolit.pdf>. 3 April 2008. Pukul 09.00.
15. <http://institut.fs.ucm.my/Ramli.2> April 2008. Pukul 10.00.
16. Sutarti, Mursi, Rachmawati, Minta. 1994. *Zeolit Tinjauan Literatur*. Jakarta: Pusat dokumentasi dan informasi ilmiah LIPI.
17. Krisnandi, Yuni K. 2005. *Hand Out Mata Kuliah: Senyawa-senyawa Aluminosilikat*. Depok: FMIPA UI.
18. <http://www.chem-is-try.org/?sect=artikel&ext=127>. 1 April 2008. Pukul 14.00.
19. <http://digilib.unila.ac.id/go.php?id=laptunilapp-gdl-res-2007-ziporasdra1132&node=3692&start=9>. 1 April 2008. Pukul 11.30.
20. <http://id.wikipedia.org/wiki/Zeolit>. 8 April 2008. pukul 13.00.
21. <http://www.cianalytics.com/Evaluation%20of%20Sulphur%20Measurement%20Analytical%20Techniques%20in%20Gases%20and%20Fuel%20%20Petr>

- [o%20Industry%20News.pdf\(SULFUR in gases and fuel\)](#). 10 April 2008. Pukul 13.00.
22. <http://pdm-mipa.ugm.ac.id/ojs/index.php/bimipa/article/view/31/45>. 1 April 2008. Pukul 11.00.
23. <http://www.ftspi.uui.ac.id/twiki/bin/viewfile/Main/was>. 7 April 2008. Pukul 09.30.
24. <http://publications.environment-agency.gov.uk/pdf/GEHO1105BJXV-e-e.pdf>. 10 April 2008. Pukul 15.00.
25. Bird, Tony. 1993. *Kimia Fisik untuk Universitas*. Jakarta: PT Gramedia.
26. Suryanarana. 1998. *X-ray Diffraction A Practical Approach*. New York: Plenum Press.
27. [www.reseach.philips.com](http://www.reseach.philips.com). 25 April 2008. Pukul 13.00.
28. Mulja, Muhammad dan Suharman. 1995. *Analisis Intrumental*. Surabaya: Air Langga University Press.
29. Irwansyah. 2007. *Modifikasi Bentonit menjadi Organoclay dengan Surfaktan Heksadesiltrimetilamonium Bromimia melalui Interkalasi metode Ultrasonik*. Skripsi Sarjana Kimia FMIPA UI. Depok.



## Lampiran 1. Data Zeolit Alam Lampung

### IDENTIFIKASI SAMPEL DAN PERUSAHAAN

---

Nama produk : Z-Minatania

Jenis produk : Zeolit Lampung

Perusahaan : PT. MINATAMA MINERAL PERDANA.  
 Produsen Zeolite ZKK  
 Jl. Terusan Slamet Riyadi no.3 Kel. Pecoh  
 Raya Garuntang Bandar Lampung  
 Telp/Fax: (0721) 488976

---

### SPESIFIKASI TEKNIK

- Luas Permukaan: 49,18 m<sup>2</sup>/gram
- Gravity: 2,4
- Pore volume: 86,26 x 10<sup>-3</sup>
- Ph stability: 3-7
- Alkali stability: 7 -10
- Temp stability: 650 °C
- Hardness: 3 – 5 Mohll
- Compressive Strength: 53,23 MPa
- Tensile Strength: 7,37 MPa

**Lampiran 2.** Spesifikasi bahan bakar minyak solar 48<sup>5</sup>

Keputusan Direktur Jenderal Minyak dan Gas Bumi

Nomor : 3675 K/24/DJM/2006 tanggal : 17 Maret 2006

**SPESIFIKASI BAHAN BAKAR MINYAK JENIS MINYAK SOLAR 48**

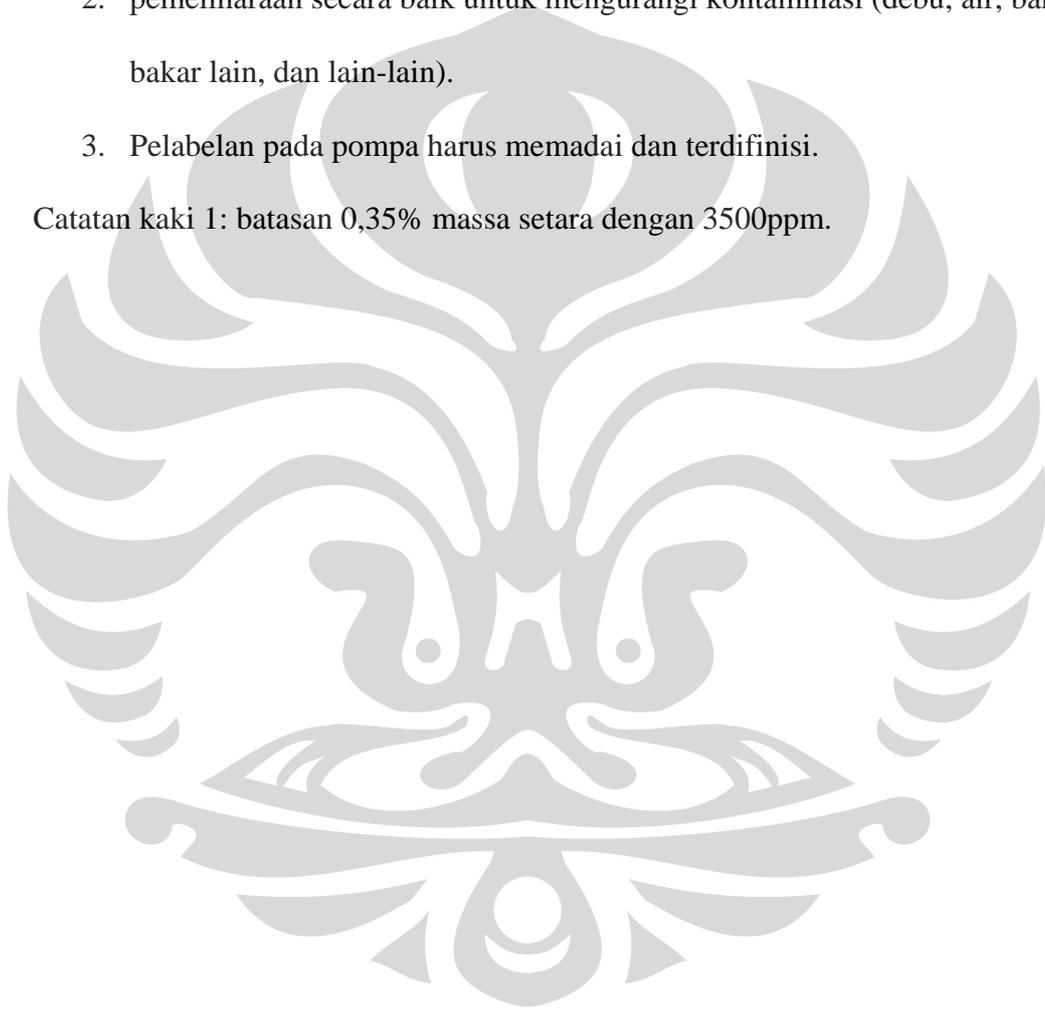
No	Karakteristik	Satuan	Batasan		Metode uji ASTM
			Min	Maks	
1	Bilangan Setana				
	Angka setana	-	48	-	D 613- 95
	Indeks Setana	-	45	-	D 4737- 96a
2	Berat jenis(T = 15 °C)	kg/m <sup>3</sup>	815	870	D 4052-96 atau D 1298
3	Viskositas	mm <sup>2</sup> /s	2,0	5,0	D 445- 97
4	Kandungan sulfur	% m/m	-	0.35	D 2622- 98
5	Distilasi				D 86-99a
	T 95	°C	-	370	
6	Titik nyala	°C	60	-	D 93-99
7	Titik tuang	°C	-	18	D 97
8	Residu karbon	%massa	-	0,1	D 4530-93
9	Biological growth *)	-	Nihil		
10	Kandungan fame *)	% volume	-	10	
11	Kandungan etanol dan methanol	% volume	Tak terdeteksi		D 4815
12	Korosi buih tembaga	menit	-	Kelas 1	D 130-94
13	Kandungan abu	%massa	-	0,01	D 482-95
14	Kandungan sediment	%massa	-	0,01	D 473
15	Bilangan asam kuat	mg KOH/g	-	0	D 664
16	Bilangan asam total	mg KOH/g	-	0,6	D 664
17	Partikulat	mg/l	-	10	D 2276-99
18	Penampilan isual	-	Jernih dan terang		
19	Kandungan air	Mg/kg	-	500	D 1744-92
20	Warna	No. ASTM	-	3	D 1500

\*) Khusus untuk minyak solar yang mengandung biodisel, jenis dan spesifikasi biodieselnnya mengacu ketetapan pemerintah.

Catatan umum :

1. aditif harus kompatibel dengan minyak mesin (tidak menambah kotoran mesin/kerak). Aditif yang mengandung komponen pembentuk abu (ash forming) tidak diperbolehkan.
2. pemeliharaan secara baik untuk mengurangi kontaminasi (debu, air, bahan bakar lain, dan lain-lain).
3. Pelabelan pada pompa harus memadai dan terdefinisi.

Catatan kaki 1: batasan 0,35% massa setara dengan 3500ppm.



**Lampiran 3.** Data XRD Zeolit Alam Lampung (ZAL)

Lampung. DI

2-May-2008 12:30

Philips Analytical X- Ray B.V

Departement of Metalurgi UI

Sampel identification : 0371

Data measured at : 2- May-2008 09:27:00

Diffractometer type: PW1710 BASED

Tube anode: Cu

Generator tension [kV] : 40

Generator current [mA]: 30

Wavelength Alpha1 [Å] : 1.54056

Wavelength Alpha2 [Å] : 1.54439

Intensity ratio (alpha2/alpha1) : 0.500

Divergence slit : AUTOMATIC

Irradiated length [mm] : 12

Receiving slit: 0.2

Monochromator used : YES

Start angle [ $^{\circ}2\theta$ ] : 5.000End angle [ $^{\circ}2\theta$ ] : 80.000Step size [ $^{\circ}2\theta$ ] : 0.020

Maximum intensity : 566.4400

Time per step [s] : 1.000

Type of scan : CONTINUOUS

Intensities converted to : FIXED

Minimum peak tip width : 0.00

Maximum peak tip width : 1.00

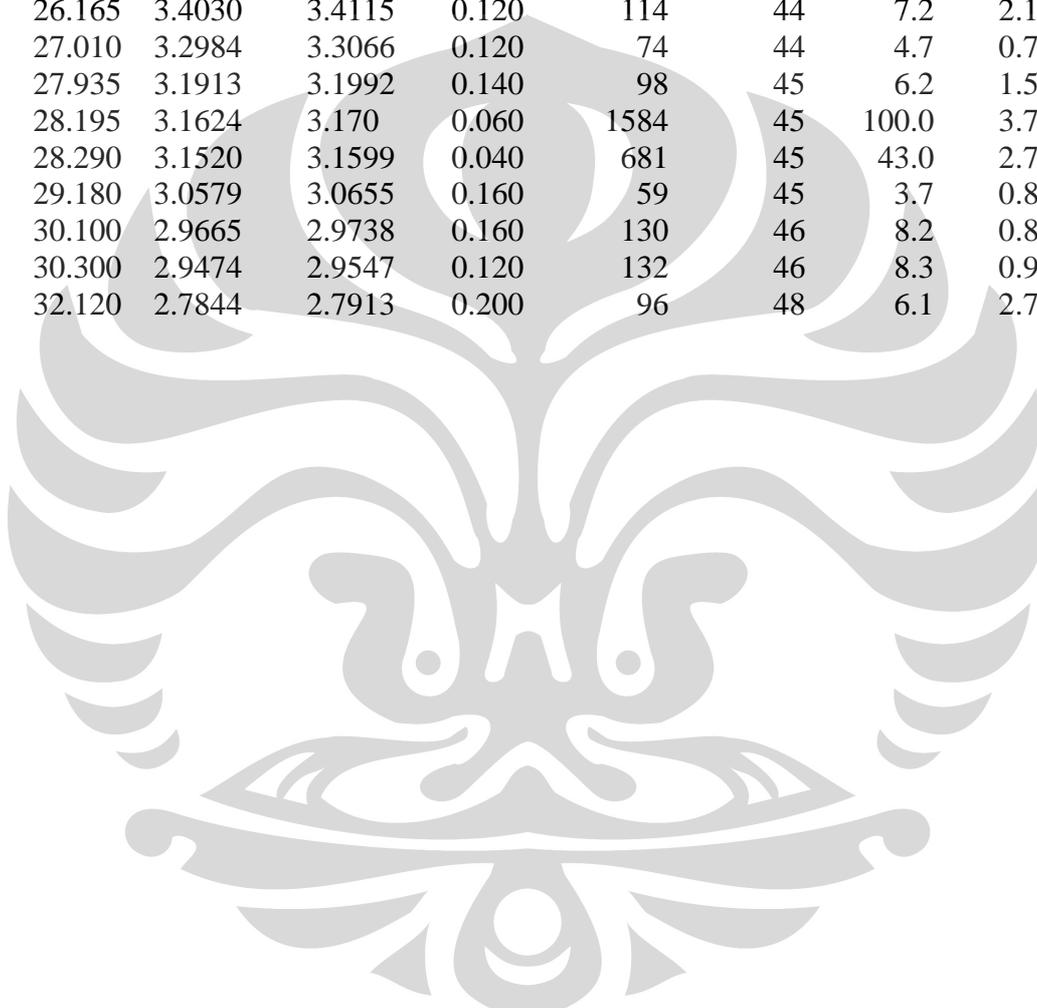
Peak base width : 2.00

Minimum significance : 0.75

Number of peaks : 30

Angle [ $^{\circ}2\theta$ ]	d-value $\alpha 1$ [Å]	d-value $\alpha 1$ [Å]	Peak width [ $^{\circ}2\theta$ ]	Peak int [Counts]	Back. Int [Counts]	Rel. int [%]	Signif
5.765	15.3174	15.3555	0.800	38	64	2.4	3.46
10.065	8.7811	8.8029	0.160	132	37	8.3	4.17
11.330	7.8033	7.8227	0.120	85	36	5.3	1.76
13.165	6.7195	6.7362	0.320	31	36	2.0	1.46
13.815	6.4048	6.4207	0.120	19	36	1.2	0.75
14.120	6.2671	6.2827	0.060	20	36	1.3	0.88
17.075	5.1886	5.2015	0.120	53	38	3.4	1.25

17.485	5.0678	5.0804	0.060	88	38	5.6	1.01
19.345	4.6082	4.6196	0.160	69	40	4.3	1.12
19.905	4.4568	4.4679	0.240	46	40	2.9	0.80
21.860	4.0625	4.0726	0.240	154	41	9.7	2.18
22.525	3.9440	3.9538	0.100	357	41	22.6	0.80
22.950	3.8719	3.8815	0.160	169	41	10.7	1.16
23.850	3.7278	3.7371	0.120	72	42	4.6	1.44
25.180	3.5338	3.5426	0.120	74	42	4.7	3.18
26.165	3.4030	3.4115	0.120	114	44	7.2	2.15
27.010	3.2984	3.3066	0.120	74	44	4.7	0.77
27.935	3.1913	3.1992	0.140	98	45	6.2	1.57
28.195	3.1624	3.170	0.060	1584	45	100.0	3.79
28.290	3.1520	3.1599	0.040	681	45	43.0	2.74
29.180	3.0579	3.0655	0.160	59	45	3.7	0.83
30.100	2.9665	2.9738	0.160	130	46	8.2	0.89
30.300	2.9474	2.9547	0.120	132	46	8.3	0.99
32.120	2.7844	2.7913	0.200	96	48	6.1	2.76



**Lampiran 4.** Data XRD Zeolit Alam Lampung setelah dimodifikasi (ZALP+H+IE)

Lampung. DI

2-May-2008 12:30

Philips Analytical X- Ray B.V

Departement of Metalurgi UI

Sampel identification : 0372

Data measured at : 2- May-2008 11:27:00

Diffractometer type: PW1710 BASED

Tube anode: Cu

Generator tension [kV] : 40

Generator current [mA]: 30

Wavelength Alpha1 [Å] : 1.54056

Wavelength Alpha2 [Å] : 1.54439

Intensity ratio (alpha2/alpha1) : 0.500

Divergence slit : AUTOMATIC

Irradiated length [mm] : 12

Receiving slit: 0.2

Monochromator used : YES

Start angle [ $^{\circ}2\theta$ ] : 5.000

End angle [ $^{\circ}2\theta$ ] : 80.000

Step size [ $^{\circ}2\theta$ ] : 0.020

Maximum intensity : 566.4400

Time per step [s] : 1.000

Type of scan : CONTINUOUS

Intensities converted to : FIXED

Minimum peak tip width : 0.00

Maximum peak tip width : 1.00

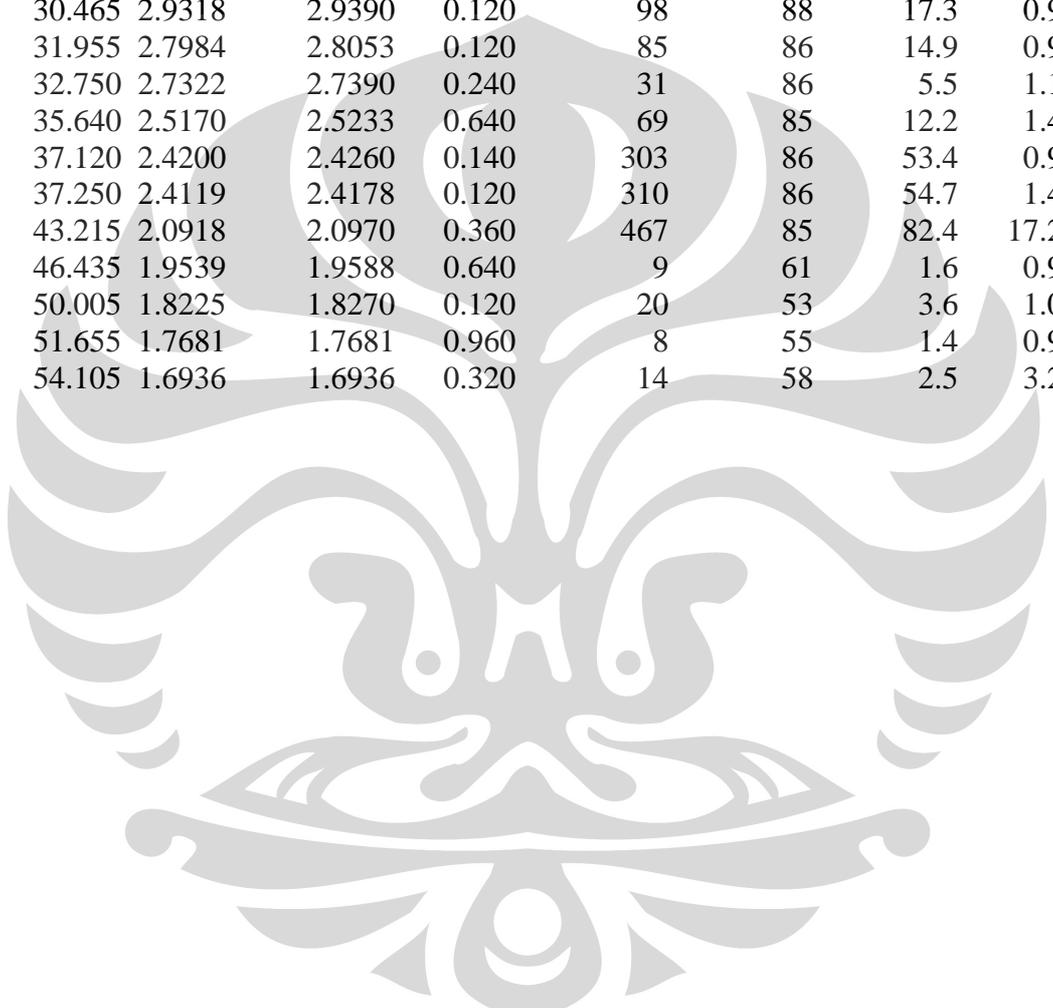
Peak base width : 2.00

Minimum significance : 0.75

Number of peaks : 30

Angle [ $^{\circ}2\theta$ ]	d-value $\alpha_1$ [Å]	d-value $\alpha_1$ [Å]	Peak width [ $^{\circ}2\theta$ ]	Peak int [Counts]	Back. Int [Counts]	Rel. int [%]	Signif
9.905	8.9225	8.9447	0.100	202	210	35.6	0.99
11.160	7.9218	7.9415	0.240	58	180	10.2	1.79
13.320	6.6417	6.6417	0.080	67	139	11.9	1.28
16.905	5.2404	5.2534	0.160	98	121	17.3	1.48
17.345	5.1084	5.1211	0.240	77	119	13.7	0.76
19.090	4.6452	4.6568	0.160	98	112	17.3	0.90
19.760	4.4892	4.5004	0.160	123	108	21.8	1.01

21.620	4.1070	4.1172	0.240	286	104	50.4	1.12
22.410	3.9640	3.9738	0.060	566	102	100.0	0.89
22.725	3.9097	3.9195	0.120	339	102	59.8	0.97
25.035	3.5540	3.5628	0.240	62	96	11.0	1.75
26.025	3.4210	3.4295	0.120	130	94	22.9	1.11
26.870	3.3153	3.3235	0.160	106	94	18.7	0.97
27.965	3.1879	3.1958	0.080	164	92	28.9	1.72
30.015	2.9747	2.9821	0.120	149	90	26.3	1.19
30.465	2.9318	2.9390	0.120	98	88	17.3	0.93
31.955	2.7984	2.8053	0.120	85	86	14.9	0.96
32.750	2.7322	2.7390	0.240	31	86	5.5	1.10
35.640	2.5170	2.5233	0.640	69	85	12.2	1.48
37.120	2.4200	2.4260	0.140	303	86	53.4	0.94
37.250	2.4119	2.4178	0.120	310	86	54.7	1.42
43.215	2.0918	2.0970	0.360	467	85	82.4	17.29
46.435	1.9539	1.9588	0.640	9	61	1.6	0.92
50.005	1.8225	1.8270	0.120	20	53	3.6	1.00
51.655	1.7681	1.7681	0.960	8	55	1.4	0.97
54.105	1.6936	1.6936	0.320	14	58	2.5	3.24



## Lampiran 5. JCPDS file untuk Mordenit

(CaNa <sub>2</sub> K <sub>2</sub> )Al <sub>2</sub> Si <sub>10024</sub> .7H <sub>2</sub> O	d Å	Int	h	k	l	d Å	Int	h	k	l
Potassium Calcium Aluminium Silicate Hydrate	13.60	18	1	1	0	2.588	1	5	1	2
Mordenit	10.30	5	0	2	0	2.565	10	4	6	1
<b>Red.</b> CuKα <sub>1</sub> λ 1.5405 Filter Ni Beta	9.06	100	2	0	0	2.521	7	4	4	2
<b>d-sp</b>	6.59	14	1	1	1	2.459	4	6	4	1
<b>Cut off</b> Int. Diffraktometer	6.40	17	1	3	0	2.436	2b	0	2	3
<b>I/I<sub>cor</sub></b>	6.07	4	0	2	1	2.294	1	1	7	2
<b>Ref. Passaglia, E. Contrib. Mineral. Petrol.50.65 (1975)</b>	5.80	18	3	1	0	2.279	1	5	7	0
<b>Sys. Orthorombic</b>	4.88	3	1	3	1	2.263	1	6	6	0
<b>S.G.Fm3m (36)</b>	4.60	2	3	1	1	2.232	2	4	8	0
<b>A:18.114 b:20.511 c: 7.527 A: 0.8830</b>	4.53	30	4	0	0	2.166	2b	1	9	1
<b>C: 0.3669</b>	4.46	2	2	4	0	2.117	1	0	8	2
<b>α β γ Z 4</b>	4.15	8	4	2	0	2.052	7	5	1	3
<b>mp</b>	4.00	70	1	5	0	2.035	2	7	3	2
<b>Reff. Ibid.</b>	3.84	7	2	4	1	2.019	2	4	4	3
<b>X<sub>s</sub> 2.090 Dm 2.100 SS/FOM</b>	3.77	4	0	0	2	1.997	2	8	4	1
<b>F<sub>30</sub>=31(0.020.47)</b>	3.63	3	4	2	1	1.974	<1	2	6	3
<b>X: 1.477513 nwβ 1.477 ey:1.4775</b>	3.57	4	5	1	0	1.954	5	6	8	0
<b>sign 2V 60(16)°</b>	3.53	2	0	2	2	1.935	3	9	1	1
<b>Reff. Winchell. Element of optical Mineralogy.339 (1951)</b>	3.48	45	2	0	2	1.932	3	9	3	0
<b>Color Colorless</b>	3.42	11	0	6	0	1.920	2	4	8	2
Pecciman from Filone della Speranza. Elba. Italy.	3.39	35	3	5	0	1.882	4	0	0	4
Molecular % exchange cations: Ca 40, Na 48, K 12. zeolit group.	3.29	3	2	2	2	1.878	2	7	7	1
Mordenite subgroup. Pb(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> used as internal stand. PSC:	3.22	40	5	1	1	1.864	<1	1	1	4
C 236 Volume [CD]: 2796.96.	3.20	35	5	3	0	1.851	<1	0	2	4
	3.16	2	3	1	2	1.811	10	10	0	0
	3.10	4	4	4	1	1.807	6	9	5	0
	3.03	1	0	4	2	1.795	3	7	1	3
	3.02	2	6	0	0	1.697	2	6	10	0
	2.942	5	2	6	1	1.667	2	0	12	1
	2.895	13	4	0	2	1.598	2	8	4	3
	2.741	2	1	5	2	1.547	2	6	10	2
	2.715	2	5	5	0	1.528	4	11	5	0
	2.701	5	4	7	1	1.479	2	9	9	1
	2.633	3	4	7	0	1.447	4	6	6	4

1998 JCPDS-International Center for Diffraction Data. All rights reserved  
PCPDFWIN v.2.01

(Na <sub>2</sub> CaK <sub>2</sub> )Al <sub>2</sub> Si <sub>10</sub> O <sub>24</sub> ·7H <sub>2</sub> O Potassium Calcium Alumium Silicate Hydrate Mordenite	d Å	Int	h	k	l	d Å	Int	h	k	l
	13.70	50	1	1	0	1.9.17	20	4	8	2
	9.10	90	2	0	0	1.883	40	0	0	2
	6.61	90	1	1	1	1.865	10	4	10	0
	6.38	40	1	3	0	1.850	10	1	11	0
<b>Red.</b> CuKα <sub>1</sub> λ 1.5405 Filter Ni Beta <b>d-sp</b> <b>Cut off</b> Int. Estimation I/I <sub>cor</sub>	6.10	50	0	2	1	1.813	30	4	10	1
	5.79	50	3	1	0	1.795	30	1	11	1
	5.03	10	2	2	1	1.765	10	2	10	2
	4.87	20	1	3	1	1.738	10	10	2	1
	4.53	80	3	3	0	1.720	20	9	3	2
<b>Ref. Harris, Brindley. Am. Mineral. 39. 819 (1954)</b>	4.14	30	4	2	0	1.698	10	8	8	0
	4.00	90	1	5	0	1.686	20	5	7	3
	3.84	60	2	4	1	1.665	20	4	8	3
	3.76	20	0	0	2	1.647	10	3	5	4
	3.62	10	1	1	2	1.622	20	9	7	1
<b>Sys. Orthorombic</b> <b>S.G.Fm3m (36)</b> <b>A:18.16 b:20.45 c: 7.54 A:</b> <b>0.8880 C: 0.3687</b> <b>α β γ Z</b> <b>4 mp</b> <b>Reff. Ibid.</b> <b>X<sub>x</sub> 2..125 Dm 2.135 SS/FOM</b> <b>F<sub>30</sub>=7(0.056.78)</b>	3.56	10	5	1	0	1.597	30	4	12	0
	3.48	100	2	0	2	1.546	20	6	10	2
	3.39	90	3	5	0	1.527	30	6	4	4
	3.31	10	2	2	2	1.508	10	11	1	2
	3.22	100	5	1	1	1.492	5	0	2	5
<b>α: 1.4773 nwβ 1.48 ey:1.482</b> <b>sign 2V 76(9)<sup>o</sup></b> <b>Reff. Deer. W. H owier. R..Zussman. J..</b> <b>Rock Forming Minerals. 905</b>	3.10	20	4	4	1	1.478	10	9	9	1
	2.946	20	5	3	1	1.445	30	1	9	4
	2.896	60	3	3	2	1.426	20	12	4	1
	2.743	10	1	5	2	1.412	30	11	7	1
	2.700	30	1	7	1	1.401	20	9	9	2
<b>Color White</b> Pecciman from Aros. Isle of Mull. Sctland. UK. Dx for (Na0.5 K0.5 Ca0.5) AL2 Si10 O24. 7H2O. Other data 29-1257. for single X-Ray data see Waymouthet al.. mineral. Mag..2512,1938). Zeolit sroup. Mordenit subgroup. PSC: Oc232. To eplace 22-1339 and 22-1340. volume [CD]: 2800.15	2.639	10	3	7	0	1.386	30	0	10	4
	2.560	40	4	6	1	1.375	30	9	1	4
	2.522	50	4	4	2	1.354	10	12	4	2
	2.465	20	6	4	1	1.334	10	8	6	4
	2.437	20	7	1	1	1.318	10	5	5	5
	2.343	20	2	8	1	1.300	20b	8	10	3
	2.299	10	6	2	0	1.278	10	0	16	0
	2.275	10	5	7	1	1.266	20	7	9	4
	2.228	20	4	8	1	1.245	20	2	0	6
	2.162	20	1	9	1	1.228	10	3	1	6
	2.123	10	7	1	1	1.217	10	4	14	3
	2.017	40	3	9	2	1.209	5	5	15	2
	2.019	40	3	5	1	1.196	5	1	15	3
	1.998	40	8	4	0	1.186	5	7	13	3
	1.953	40	6	8	0	1.173	5	11	11	2
1.936	10	1	9	2	1.156	5	12	8	3	

1998 JCPDS-International Center for Diffraction Data. All rights reserved  
PCPDFWIN v.2.01

### Lampiran 6. JCPDS file untuk klinoptilolit

	d Å	Int	h	k	L	d Å	Int	h	k	l
<b>KNa<sub>2</sub>Ca<sub>2</sub>(Si<sub>29</sub>Al<sub>7</sub>)O<sub>72</sub>.32H<sub>2</sub>O</b>	8.95	100	0	2	0	2.527	6	1	7	0
Potassium Sodium Calcium Aluminum Silicate Hydrate	7.93	13	2	0	0	2.485	3	3	5	1
Clinoptilolite	6.78	9	2	0	1	2.485	3	7	1	1
<b>Red. CuKα<sub>1</sub> λ 1.54051 Filter Ni</b>	5.94	3	2	2	0	2.458	3	6	4	1
Beta <b>d-sp</b>	5.59	5	1	3	0	2.437	8	2	6	1
<b>Cut off</b> Int. Estimation <b>I/I<sub>cor</sub></b>	5.24	10	3	1	1	2.437	8	5	1	1
<b>Ref. Gottardi. G., Galli. E.. Natural Zeolite.341 (1985)</b>	5.12	12	1	1	1	2422	5	4	4	1
	4.65	19	1	3	1	2.319	2	3	7	1
	4.35	5	4	0	1	2.089	3	3	7	2
<b>Sys. Monoclinic</b>	3.976	61	1	3	1	2.089	3	6	2	1
<b>S.G.Fm3m (12)</b>	3.955	63	4	0	0	2.056	2	1	1	3
<b>A:18.16 b:17.912 c: 7.410(3) A:</b>	3.955	63	3	3	0	2.056	2	3	7	1
<b>0.9865 C: 0.4137</b>	3.905	48	2	4	0	2.016	2	6	4	3
<b>α β γ Z 4</b>	3.835	7	2	2	1	2.016	2	7	5	2
<b>mp</b>	3.738	6	2	4	1	1.974	4	1	9	0
<b>Reff. Ibid.</b>	3.707	5	0	4	1					
<b>X<sub>s</sub> 2..125 Dm 2.135 SS/FOM</b>	3.554	9	3	1	2					
<b>F<sub>30</sub>=7(0.056.78)</b>	3.513	4	1	1	2					
<b>α: 1.478 nwβ 1.479 ey:1.481 sign</b>	3.424	18	2	2	2					
<b>2V 40(8)<sup>o</sup></b>	3.392	12	4	0	2					
<b>Reff. Wise. W.. Nokleberg. W.. Kokinos. M.. Am. Mineral..54.17(1969)</b>	3.316	6	0	0	2					
<b>Color Colories</b>	3.170	16	4	2	2					
Pecciman from Agoura. California. USA.	3.120	15	4	4	1					
Empirical formula:K1.05 1.76 Ca1.9 Mg0.17	3.074	9	1	3	2					
(Si29.2 Al6.72) O72 123.7 H2O. Zeolite	2.998	8	3	5	1					
Group.haulandite subgroup. C.D.Cell:	2.971	47	1	5	1					
a=15.838. b=17.912. c=7.410.β=91.59.	2.795	16	5	3	0					
a/b=0.8842. c/b=0.4137. S.G=12/m(12). (NO3)2	2.795	16	6	2	1					
used as an internal stand. PSC:Mc185. To	2.730	16	2	6	1					
replace 2.1236. 24-319 and 25-1349. Mwt:	2.667	4	2	0	2					
2752.91. Volume[CD]:01.38.	2.677	4	0	4	2					
	2.527	6	6	2	0					

1998 JCPDS-International Center for Diffraction Data. All rights reserved  
PCPDFWIN v.2.01

<b>KNa<sub>2</sub>Ca<sub>2</sub>(Si<sub>29</sub>Al<sub>7</sub>)O<sub>72</sub>.32H<sub>2</sub>O</b>	<b>d Å</b>	<b>Int</b>	<b>h</b>	<b>k</b>	<b>l</b>
Potassium Sodium Calcium Aluminum Silicate Hydrate	8.99	85	0	2	0
Clinoptilolite	7.91	40	2	0	0
<b>Red.</b> CuKα <sub>1</sub> λ 1.5118 Filter Ni Beta <b>d-sp</b>	6.76	15	2	0	1
<b>Cut off</b> Int. Estimation I <sub>I<sub>cor</sub></sub>	6.64	10	0	0	1
<b>Ref. Boles. Private Communication</b>	5.93	5	2	2	0
<b>Sys. Monoclinic</b> S.G.Fm3m (12)	5.23	15	3	1	1
<b>A:17.627 b:17.955 c: 7.399 A: 0.9817 C: 0.4121</b>	5.12	30	1	1	1
<b>α β γ Z 4 mp</b>	4.654	30	1	3	1
<b>Reff. Ibid.</b>	4.346	10	4	0	1
<b>X<sub>s</sub> 2..140 Dm 2.100 SS/FOM F<sub>21</sub> 13(0.026.63)</b>	3.971	100	4	0	0
<b>α: 1.478(1) nwβ 1.479(1) ey:1.481(1) sign 2V 32(4)<sup>o</sup></b>	3.910	70	4	2	1
<b>Reff. Wise.et.al., Am. Mineral..54.887(1969)</b>	3.835	10	2	2	1
<b>Color Colorles</b>	3.549	20	3	1	2
Pecciman from altered vtric tuff. San Bernandio Country. California.	3.418	45	2	2	2
USA(University of Otago Museum OU26052). Wet Chemical analysis from	3.383	25	4	0	2
Sheppard and Gude. USGS Prof. Pap..634 969. Na3.78 K1.31	3.165	40	4	2	2
Ca0.61Mg0.23 Fe0.15 Al6.61 Si29.19 O72 120 H2O. Zeolite Group.	3.122	25	4	4	1
Haulandite subgroup. CD. Cell. a=15.846. b=17.955. c=7.399. β=91.19.	3.074	20	1	3	2
a/b=0.8826. α=0.4121. S.G.=Im(8).	3.976	65	1	5	1
Spacing not used for cell refinements.	3.794	40	6	2	1
C174. to replace 22-1236 and 24-319. Deleted by 39-1383.	3.733	25	5	0	2
Volume[CD]:2104.73.					

1998 JCPDS-International Center for Diffraction Data. All rights reserved  
PCPDFWIN v.2.01

## Lampiran 7. JCPDS file untuk NiO

4-835

i

NiO Nikel Oxide		Bunsen, syn	d Å	Int	hkl
			2.41	91	111
			2.088	100	200
<b>Red.</b> CuK $\alpha_1$ $\lambda$ 1.5405 Filter Ni			1.476	57	220
<b>Cut off</b> Int. Diffraktometer $I/I_{cor}$ 3.30			1.259	16	311
<b>Ref. swanson.</b> Tatge . Natl. Bur. Stand. (U.S).Circ.539.1 47 (1953)			1.206	13	222
<b>Sys. Cubic</b> <b>S.G.Fm3m (225)</b>			1.0441	8	400
<b>A</b> 4.1769	<b>b</b>	<b>c</b>	<b>A</b>	<b>C</b>	
<b><math>\alpha</math></b>	<b><math>\beta</math></b>	<b><math>\gamma</math></b>	<b>Z 4</b>	<b>mp</b>	
<b>Reff. Ibid.</b>			0.9582	7	331
<b>D<sub>x</sub> 6.81</b> <b>Dm 6.90</b> <b>SS/FOM F<sub>10</sub>=36.8(0.0027.10)</b>			0.9338	21	420
<b>e <math>\alpha</math></b> <b>nw<math>\beta</math> 2.73</b> <b>ey</b> <b>sign</b> <b>2V</b>			0.8527	17	422
<b>Ref. Dana's System of Mineralogy, 7<sup>th</sup> Ed.1 500</b>			0.8040	7	511
<b>Color Green</b>					
Sample obtained from Johnson, Matthey and Company. Spectroscopic analysis shows faint traces of Mg, Si and Ca. Merk Index.					
8 <sup>th</sup> Ed..p.728. Known to be distorted to a rhombohedral cell.					
Haltie group. Periclase subgroup. PSC:Cf8. To replace 1-1239					
2-1216 and 3-1287					

1998 JCPDS-International Center for Diffraction Data. All rights reserved  
PCPDFWIN v.2.01

## Lampiran 8. Cara Kerja Alat NOVA 1200e

### A. Star Up alat

- Kabel alat, vakum dan komputer dihubungkan ke sumber listrik.
- Kran gas N<sub>2</sub> dibuka dari tabung kemudian atur bukaan regulator sehingga flownya sebesar 10 psi.
- Pompa vakum dihidupkan.
- Alat NOVA 1200e dihidupkan dengan menekan switch disebelah kiri alat dan tunggu beberapa saat sampai muncul menu utama pada display.
- Untuk menghubungkan komputer dengan alat NOVA 1200e, dibuka menu Operation dan dipilih “Instrument setting”.
- Pada menu select Communication pilih “COM 1” dan setelah itu akan muncul nama program “Nova Win – Connected to Nova 1200” yang menunjukkan proses koneksi telah terjadi.
- Menu “Operation” dibuka dan dipilih “Show Instrument Massage” untuk memonitor proses yang sedang berlangsung pada alat Nova 1200e. Kemudian klik kotak “Pop Up” yang ada disudut kiri bawah.

### B. Preparasi(DEGASSING) Sampel

- Berat sampel cell kosong ditimbang dan dicatat.

- Sampel yang akan dianalisa seberat  $\pm 0.4$  gram dimasukkan kedalam sampel cell yang sudah ditimbang.
- Berat sampel dicatat.
- Sampel cell tersebut dipasang pada port degassing (ruang sebelah kiri).
- Tahap degassing dilakukan sebagai berikut:
  1. Pada menu utama (3) control panel.
  2. Dipilih (2) Degas Stations.
  3. “Load The Degasser?”  $\rightarrow$  Yes
  4. Dipilih “(2) Flow”
  5. Tunggu sampai lampu indicator “ADS” yang ada disebelah kiri atas panel gambar aliran proses menyala yang berarti valve untuk mengalirkan gas adsorbate  $N_2$  dalam posisi terbuka.
  6. Flow gas  $N_2$  diukur untuk degassing sebesar 2-3 gelembung/detik untuk sampel serbuk, atau 4-5 gelembung/detik untuk sampel butiran atau messis, dengan cara mencelupkan pipa degassing kedalam air.
  7. Dimasukkan pipa degassing kedalam sampel cell kemudian atur ketinggian pipa terhadap permukaan sampel  $\pm 3$  cm.
  8. Sampel cell dimasukkan kedalam jaket pemanas (Heating mantel) yang ada diruang preparasi sampel.

9. Ditekan swith power pemanas untuk menghidupkan pemanas kemudian atur suhu pemanas dengan menekan swict setting suhu.
10. Posisi swict power & setting suhu disesuaikan dengan posisi sampel.
11. Tahap pemanasan adalah: 70, 100, 200 dan 250 °C dengan tenggang waktu 5 menit setiap kenaikan 5 menit kenaikan temperatur.
12. Setelah tercapai suhu 250 °C tahan selama  $\pm 3$  jam sampai sampel cell sudah terbebas dari uap air.
13. Untuk mempercepat pengeringan, gunakan hair dryer.
14. Setelah proses degassing selesai, suhu diturunkan secara bertahap ke 200, 150, 100, 30 °C kemudian matikan power suhu.
15. Aliran gas degassing dihentikan dengan kembali ke menu (3) control panel.
16. Dipilih (2) degas stations.
17. “Unload The Degasser” yes
18. Sampel cell dikeluarkan dari jaket pemanas lalu timbang dan catat berat sampel setelah degassing kemudian segera pasang kembali keruang analisa sampel bersama dengan filler roadnya pada sebelah kanan alat.

### Analisa sampel

1. Dibuka menu “Operation” pada NOVA 1200e

2. Star Analisis:

A. Pada Menu Common:

Semua data yang dianggap permanent (tidak perlu diubah)

B. Pada Menu Station:

Dimasukan atau input data mengenai sampel yang akan dianalisa.

Sampel:

- File Name :
- ID :
- Description :
- Weight :
- Sample Cell :
- Comment :

3. Nitrogen Cair dituang kedalam wadah “ Dewar flass” dan pasang pada ruang analisa sampel.

4. Dikembalikan ke layar monitor dan pastikan semua data sampel yang dimasukkan baik pada menu common maupun menu station sudah benar.

5. Kotak star diklik yang bertanda lingkaran hijau pada menu station ataupun common untuk memerintahkan alat NOVA 1200e memulai melakukan analisa.

6. Komputer akan mengkonfirmasi kesiapan peralatan dan tekan enter untuk melanjutkan analisa star.

7. Ditunggu beberapa saat sampai dewar flass  $N_2$  cair terangkat keatas untuk mengkoordinasikan sampel kemudian tutup sumbat dewar flass dengan sterofrom khusus.
8. Amati proses terjadi berupa pencapaian target setiap point Relatif Presure (P/Po) baik melalui display alat maupun layer computer.
9. Proses berakhir setelah semua targer point (43 buah) tercapai dan ditandai dengan munculnya suara beeb dari alat serta printer otomatis mencetak data hasil analisa.

#### Shut Down Alat (mematikan alat)

1. Sampel cell dikeluarkan dari port analisa dan timbang berat sampel.
2. Ditutup kembali port analisa dengan pipa penyumbat berbahan logam.
3. Sisa nitrogen cair dikembalikan kedalam tabung penyimpanan.
4. Dicek apakah alat masih melakukan proses degassing dengan melihat status degassing dari menu (2) Degas Station. Pastikan proses degassing sudah berhenti.
5. Pastikan tampilan display alat sudah kembali ke menu utama.
6. Alat dimatikan.
7. Pompa vakum dimatikan.
8. Kran regulator dan tabung gas  $N_2$  ditutup.
9. Komputer dimatikan.

Semua kabel power alat maupun computer dari sumber listrik dicabut.

**Lampiran 9.** Cara Kerja Sulfur Lamp ASTM D1266-mod

1. Disiapkan sumbu.
2. Scrubber diisi dengan  $\text{H}_2\text{O}_2$ .
3. Tabung  $\text{CO}_2$  dipanaskan.
4. Contoh ditimbang dalam botol dan ditambahkan 5 ml N-Heptana.
5. Sumbu dimasukkan ke dalam botol yang berisi contoh.
6. Pompa vakum dihidupkan.
7. Pressure control dicek sampai terjadi gelembung-gelembung pada scrubber.
8. Gas  $\text{O}_2$  dan  $\text{CO}_2$  dibuka.
9. Gas  $\text{O}_2$  dan  $\text{CO}_2$  dialirkan ke dalam alat dengan perbandingan 50:30.
10. Sumbu dari luar dinyalakan dan dimasukkan ke dalam saluran  $\text{H}_2\text{O}_2$ , bila contoh hamper habis ditambahkan lagi 2x5 ml N-Heptana sampai mati sendiri.
11. Gas  $\text{O}_2$  &  $\text{CO}_2$  dimatikan.
12.  $\text{H}_2\text{O}_2$  dalam scrubber diambil & dibilas dengan etanol absolute, lalu dimasukkan ke dalam Erlenmeyer.
13. Pompa vakum dimatikan.
14. Larutan dalam Erlenmeyer dititar dengan  $\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2$ , mempergunakan indikator torin, catat banyaknya ml  $\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2$ .

$$\text{Kadar Sulfur} = \frac{A \times N \times 16,03}{W} \times 100\%$$

Dimana: A = jumlah mL  $\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2$  yang dibutuhkan untuk titrasi  
N = normalitas larutan  $\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2$   
W = berat sampel minyak (mg)



### Lampiran 10. Cara Kerja XRD

- Sampel digerus dengan mortar sampai halus, kemudian ditekan dalam sample holder, dan dipasang pada tempat sampel.
- Dilakukan pengambilan data. Instrument disiapkan pada kondisi berikut:

#### Measurement Condition

X-ray tube		Slits	
Target	Cu	Divergence slits	1 (deg)
Voltage	40 (Kv)	Scatter slits	1 (deg)
Current	30 (mA)	Receiving slits	0.1 mm
Scanning			
Drive axis	Theta-2 Theta	Scan speed	2 (deg/min)
Scan range	05-60 (deg)	Sampling pitch	0.02 (Deg)
Scan mode	Countinuous scan	Preset time	0.06 (sec)

**Lampiran 11.** Perhitungan kadar sulfur

Total sulfur pada Minyak solar

No	Sampel	W (gram)	v (ml)	% w	Ppm
1	MS	3,1104	9,95	0,0801	810
2	MS+Ad (ZALP+H+IE-0,5)	3,3665	10,45	0,0786	786
3	MS+Ad (ZALP+H+IE-1)	3,4297	10,60	0,0782	782
4	MS+Ad (ZALP+H+IE-1,5)	3,4274	10,15	0,075	750

$$\text{Kadar Sulfur} = \frac{A \times N \times 16,03}{W} \times 100\%$$

$$\text{MS (Minyak Solar)} = \frac{9,95 \times 0,0158 \times 16,03}{3110,4} \times 100\%$$

$$= 0,081\%$$

$$= \frac{0,081 \times 1000 \text{ mL} \times 1000 \text{ mg}}{100 \text{ mL} \times \text{Lxg}}$$

$$= 810 \text{ ppm}$$

$$\text{MS+Ad (ZALP+H+IE-0.5)} = \frac{10,45 \times 0,0158 \times 16,03}{3366,5} \times 100\%$$

$$= 0,0786\%$$

$$= \frac{0,0786 \times 1000 \text{ mL} \times 1000 \text{ mg}}{100 \text{ mL} \times \text{Lxg}}$$

$$= 786 \text{ ppm}$$

$$\text{MS+Ad (ZALP+H+IE-1)} = \frac{10.60 \times 0.0158 \times 16.03}{3429.7} \times 100\%$$

$$= 0.0782\%$$

$$= \frac{0.0782 \text{ g} \times 1000 \text{ mL} \times 1000 \text{ mg}}{100 \text{ mL} \times \text{L} \times \text{g}}$$

$$= 782 \text{ ppm}$$

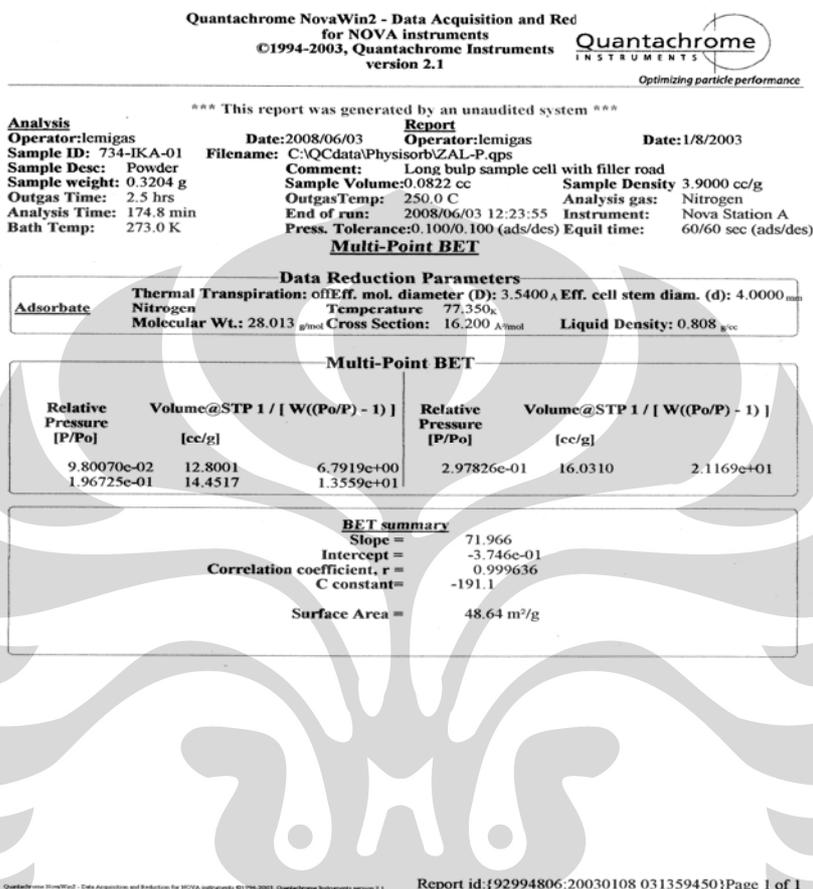
$$\text{MS+Ad (ZALP+H+IE-1.5)} = \frac{10.15 \times 0.0158 \times 16.03}{3427.4} \times 100\%$$

$$= 0.0750\%$$

$$= \frac{0.075 \text{ g} \times 1000 \text{ mL} \times 1000 \text{ mg}}{100 \text{ mL} \times \text{L} \times \text{g}}$$

$$= 750 \text{ ppm}$$

## Lampiran 12. Data luas permukaan ZAL



Quantachrome NovaWin2 - Data Acquisition and Red  
for NOVA instruments  
©1994-2003, Quantachrome Instruments  
version 2.1

**Quantachrome**  
INSTRUMENTS

Optimizing particle performance

\*\*\* This report was generated by an unaudited system \*\*\*

<u>Analysis</u>		<u>Report</u>	
Operator:lemigas	Date:2008/06/03	Operator:lemigas	Date:1/8/2003
Sample ID: 734-IKA-01	Filename: C:\QCdata\Physisorb\ZAL-P.qps	Comment: Long bulb sample cell with filler road	Sample Density 3.9000 cc/g
Sample Desc: Powder	Sample Volume:0.0822 cc	OutgasTemp: 250.0 C	Analysis gas: Nitrogen
Sample weight: 0.3204 g	End of run: 2008/06/03 12:23:55	Instrument: Nova Station A	Equil time: 60/60 sec (ads/des)
Outgas Time: 2.5 hrs	Press. Tolerance:0.100/0.100 (ads/des)		
Analysis Time: 174.8 min			
Bath Temp: 273.0 K			

**Data Reduction Parameters**

Thermal Transpiration: off Eff. mol. diameter (D): 3.5400 $\mu$  Eff. cell stem diam. (d): 4.0000 $\mu$ m

**Tptal Pore Volume data**

**Total Pore Volume**

Total pore volume = 1.173e-01 cc/g for  
pores smaller than 944.2  $\text{\AA}$  (Radius)  
at P/Po = 0.98994

## Lampiran 13. Luas permukaan ZALP+H+IE

Quantachrome NovaWin2 - Data Acquisition and Red  
for NOVA instruments  
©1994-2003, Quantachrome Instruments  
version 2.1

**Quantachrome**  
INSTRUMENTS

Optimizing particle performance

\*\*\* This report was generated by an unaudited system \*\*\*

<b>Analysis</b>		<b>Report</b>	
Operator: lemigas	Date: 2008/06/03	Operator: lemigas	Date: 1/8/2003
Sample ID: 732-IKA-01	Filename: C:\QCdata\Physisorb\ZAL-P+H+IE.qps	Comment: Long bulb sample cell with filler road	
Sample Desc: Powder	Sample Volume: 0.0780 cc	Sample Density: 3.9000 cc/g	
Sample weight: 0.3040 g	Outgas Temp: 250.0 C	Analysis gas: Nitrogen	
Outgas Time: 2.5 hrs	End of run: 2008/06/03 15:56:51	Instrument: Nova Station A	
Analysis Time: 184.0 min	Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des)	Equil time: 60/60 sec (ads/des)	
Bath Temp: 273.0 K			

**Multi-Point BET**

**Data Reduction Parameters**

<b>Adsorbate</b>	Thermal Transpiration: off	Eff. mol. diameter (D): 3.5400 Å	Eff. cell stem diam. (d): 4.0000 mm
Nitrogen	Temperature	77.350 K	
Molecular Wt.: 28.013 g/mol	Cross Section:	16.200 Å <sup>2</sup> /mol	Liquid Density: 0.808 g/cc

**Multi-Point BET**

Relative Pressure [P/P <sub>0</sub> ]	Volume@STP 1 / [ W((P <sub>0</sub> /P) - 1) ] [cc/g]	Relative Pressure [P/P <sub>0</sub> ]	Volume@STP 1 / [ W((P <sub>0</sub> /P) - 1) ] [cc/g]
9.57580e-02	11.7648	2.95969e-01	15.0368
1.98289e-01	13.5149		2.2369e+01

**BET summary**

Slope =	75.729
Intercept =	-1.559e-01
Correlation coefficient, r =	0.999691
C constant =	-484.8
Surface Area =	46.08 m <sup>2</sup> /g

Quantachrome NovaWin2 - Data Acquisition and Red  
for NOVA instruments  
©1994-2003, Quantachrome Instruments  
version 2.1

**Quantachrome**  
INSTRUMENTS

Optimizing particle performance

\*\*\* This report was generated by an unaudited system \*\*\*

**Analysis**

Operator:lemigas  
Sample ID: 732-IKA-01  
Sample Desc: Powder  
Sample weight: 0.3040 g  
Outgas Time: 2.5 hrs  
Analysis Time: 184.0 min  
Bath Temp: 273.0 K

**Report**

Date:2008/06/03  
Filename: C:\QCdata\Physisorb\ZAL-P+H+IE.qps  
Comment: Long bulb sample cell with filler road  
Sample Volume:0.0780 cc  
OutgasTemp: 250.0 C  
End of run: 2008/06/03 15:56:51  
Press. Tolerance:0.100/0.100 (ads/des)

Operator:lemigas

Date:1/8/2003

Sample Density 3.9000 cc/g

Analysis gas: Nitrogen

Instrument: Nova Station A

Equil time: 60/60 sec (ads/des)

**Data Reduction Parameters**

Thermal Transpiration: off Eff. mol. diameter (D): 3.5400 Å Eff. cell stem diam. (d): 4.0000 mm

**Tptal Pore Volume data**

**Total Pore Volume**

Total pore volume = 1.179e-01 cc/g for  
pores smaller than 948.6 Å (Radius)  
at P/Po = 0.98999

Lampiran 14. Alat pengukuran sulfur dengan metode Lampu ASTM D 1266



Lampiran 15. Nova 1200e



**LAMPIRAN 16.** Struktur Organisasi Pusat Penelitian Dan Pengembangan Teknologi Minyak Dan Gas Bumi PPPTMGB“ LEMIGAS”



