



UNIVERSITAS INDONESIA

**PREPARASI DAN KARAKTERISASI KATALIS $\text{NiMo}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ UNTUK
SINTESIS BAHAN BAKAR BIO DARI MINYAK JARAK MELALUI
PIROLISIS BERKATALIS**

SKRIPSI

FATIMATUTS TSANI

0806367903

FAKULTAS TEKNIK UNIVERSITAS INDONESIA

PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA

DEPOK

JUNI 2011



UNIVERSITAS INDONESIA

**PREPARASI DAN KARAKTERISASI KATALIS $\text{NiMo}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ UNTUK
SINTESIS BAHAN BAKAR BIO DARI MINYAK JARAK MELALUI
PIROLISIS BERKATALIS**

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana

FATIMATUTS TSANI

0806367903

FAKULTAS TEKNIK UNIVERSITAS INDONESIA

PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA

DEPOK

JUNI 2011

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

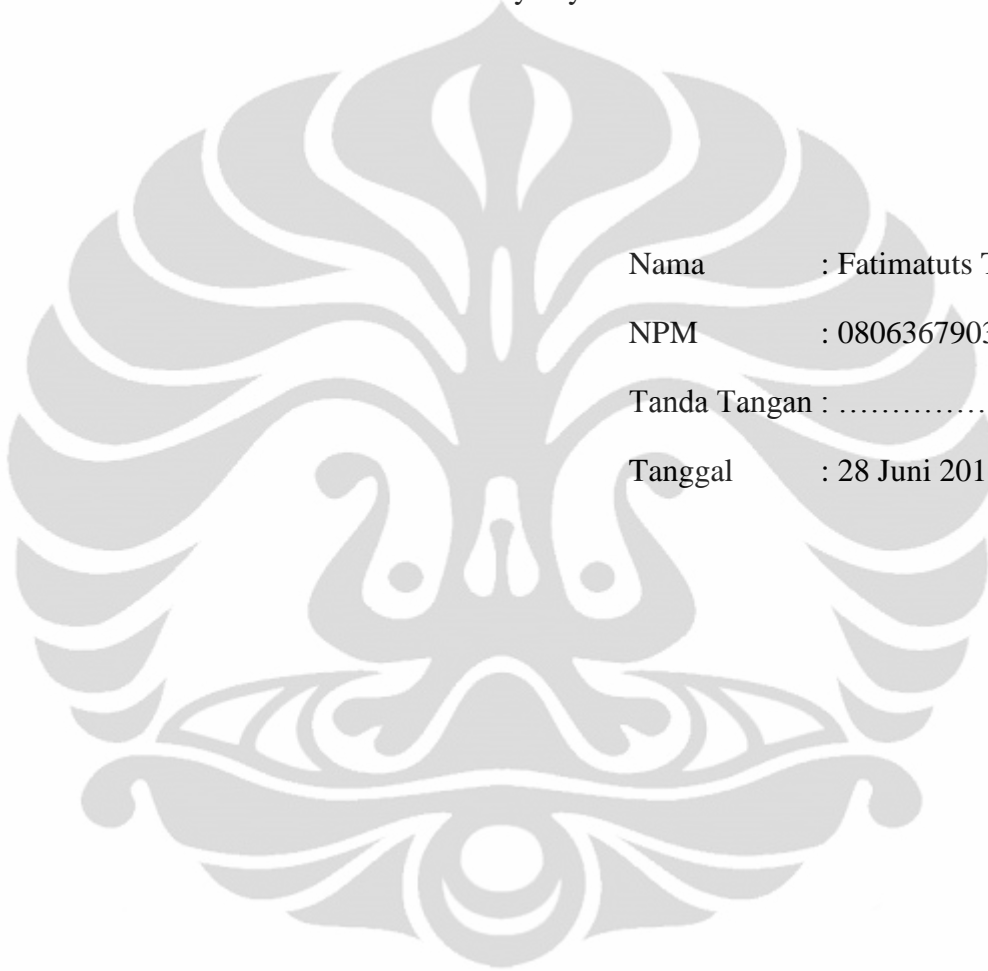
Skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri,
dan semua sumber yang dikutip maupun dirujuk
telah saya nyatakan benar

Nama : Fatimatuts Tsani

NPM : 0806367903

Tanda Tangan :

Tanggal : 28 Juni 2011



HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :
Nama : Fatimatuts Tsani
NPM : 0806367903
Program Studi : Teknik Kimia
Judul Skripsi : Preparasi dan Karakterisasi Katalis NiMo/ γ -Al₂O₃
Untuk Sintesis Bahan Bakar Bio dari Minyak Jarak
Melalui Pirolisis Berkatalis

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

DEWAN PENGUJI

Pembimbing	: Bambang Heru Susanto, ST., MT	(.....)
Penguji 1	: Prof. Dr. Ir. Slamet, MT	(.....)
Penguji 2	: Dr. Ir. Sukirno, M.Eng	(.....)
Penguji 3	: Ir. Praswasti PDK Wulan, MT	(.....)

Ditetapkan di : Depok
Tanggal : 28 Juni 2011

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur kehadirat Allah SWT yang selalu memberikan rahmat dan hidayah-Nya kepada penulis sehingga penulis dapat menyelesaikan makalah skripsi dengan judul **“Preparasi dan Karakterisasi Katalis NiMo/ γ -Al₂O₃ untuk sintesis Bahan Bakar Bio dari Minyak Jarak melalui Pirolisis Berkatalis”**. Makalah skripsi ini disusun untuk memenuhi sebagian persyaratan menjadi Sarjana Teknik di Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia.

Dalam penyusunan makalah skripsi ini, penulis banyak mendapat bantuan, bimbingan dan dorongan serta doa dari berbagai pihak. Untuk itu penulis ingin mengucapkan rasa terima kasih kepada:

1. ALLAH SWT atas seluruh bantuan yang telah penulis dapatkan selama ini
2. Orang tua, kakak dan keluarga yang selalu memberikan dukungan moral, material serta doa
3. Bapak Bambang Heru Susanto, ST. MT, selaku dosen pembimbing skripsi, yang telah meluangkan waktunya untuk memberikan bimbingan dalam penyusunan skripsi ini.
4. Prof. Dr. Ir. Widodo Wahyu purwanto, DEA selaku ketua Departemen Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Indonesia.
5. Bapak Dr. Ir. Sukirno, M.Eng sebagai pembimbing akademis penulis
6. Dosen Departemen Teknik Kimia UI yang telah memberikan ilmu.
7. Anak-anak Teknik kimia Ekstensi UI angkatan 2008 yang telah melewati hari-hari kuliah bersama.
8. Teman satu grup riset ayuko dan adit.

Penulis menyadari sepenuhnya bahwa dalam penyusunan skripsi ini masih jauh dari sempurna, penulis mengharapkan saran dan kritik yang membangun demi tercapainya kesempurnaan dari makalah ini. Semoga laporan ini dapat memberikan manfaat bagi rekan-rekan mahasiswa dan bagi mereka yang membutuhkannya.

Depok, Juni 2011

Penulis

HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI
TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS

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

Nama : Fatimatuts Tsani

NPM : 0806367903

Program Studi : Teknik Kimia

Departemen : Teknik Kimia

Fakultas : Teknik

Jenis Karya : Skripsi

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

PREPARASI DAN KARAKTERISASI KATALIS $\text{NiMo}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ UNTUK SINTESIS BAHAN BAKAR BIO DARI MINYAK JARAK MELALUI PIROLISIS BERKATALIS

Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (database), merawat, dan mempublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis.pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada Tanggal : 28 Juni 2011

Yang Menyatakan

(Fatimatuts Tsani)

ABSTRAK

Nama : Fatimatuts Tsani

Program Studi : Teknik Kimia

Judul :

PREPARASI DAN KARAKTERISASI KATALIS NiMo/ γ -Al₂O₃ UNTUK SINTESIS BAHAN BAKAR BIO DARI MINYAK JARAK MELALUI PIROLISIS BERKATALIS

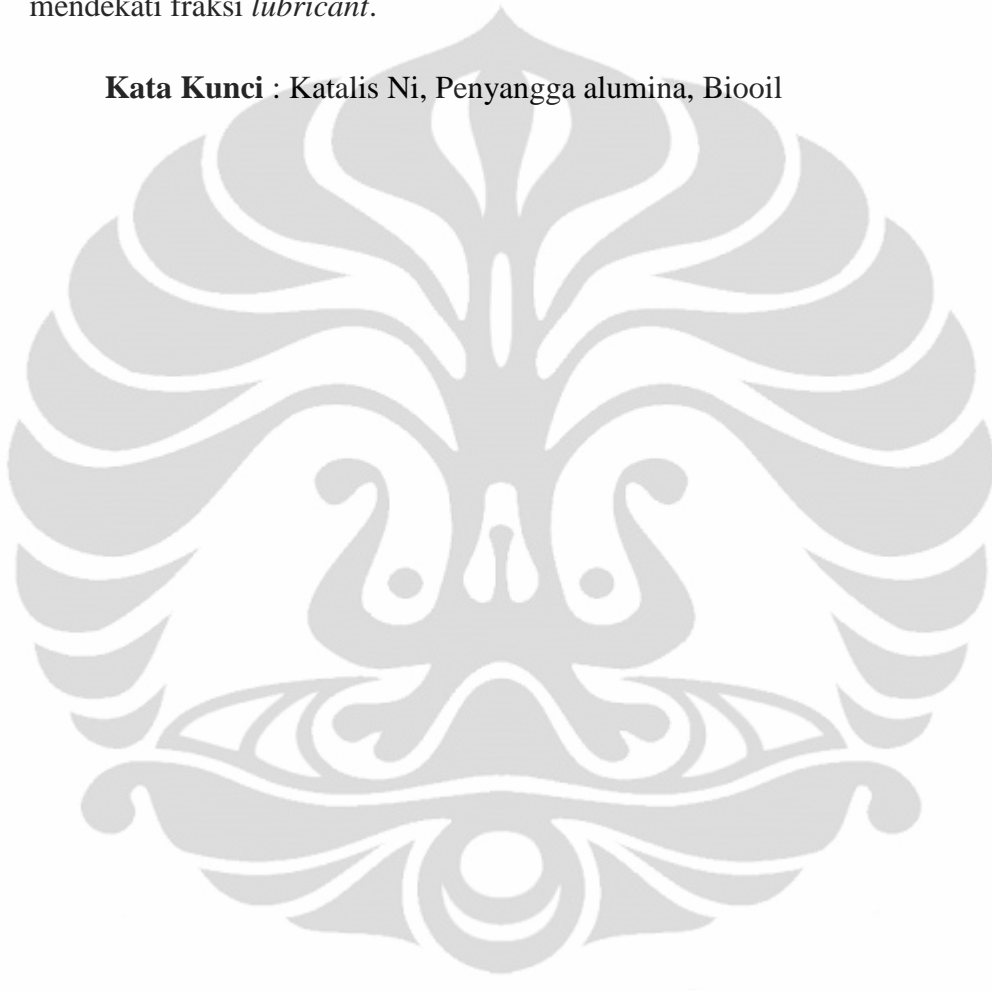
Dalam penelitian ini telah dilakukan preparasi katalis NiMo/ γ -Al₂O₃ dengan metode impregnasi. Pemilihan katalis berbasis nikel ini karena nikel termasuk oksida logam transisi yang memiliki karakter yang dapat diaplikasikan sebagai katalis dan memiliki energi permukaan yang rendah dibandingkan logam transisi. Selain itu, oksida logam lebih banyak digunakan sebagai bahan katalis karena ketersediannya besar di alam, murah serta waktu hidupnya lama. Sebagai penyangga digunakan alumina. Alumina merupakan salah satu katalis penyangga yang terbaik karena mempunyai surface area yang besar untuk logam dengan disperse tinggi dan sifat mekanik yang kuat sehingga dapat digunakan pada reaktor.

Data XRD menunjukkan ukuran kristal dalam katalis NiMo/ γ -Al₂O₃ pada suhu kalsinasi 480 °C adalah 252,006 nm dan pada suhu kalsinasi 600 °C adalah 84,155 nm. Sementara data BET menunjukkan luas permukaan katalis pada suhu kalsinasi 480 °C sebesar 82,11 m²/g dan 110,84 m²/g pada suhu kalsinasi 600 °C. Luas permukaan pada alumina sebelum diimpregnasi adalah 255 m²/g. Penurunan luas permukaan katalis ini dikarenakan terbentuknya oksida- oksida Mo, Ni dan P selama proses kalsinasi.

Analisis SEM menunjukkan bahwa katalis yang diperoleh memiliki diameter agregat sebesar 0,5 μ m untuk katalis NiMo/ γ -Al₂O₃ dengan suhu kalsinasi 480 °C dan 0,4375 μ m untuk katalis NiMo/ γ -Al₂O₃ dengan suhu kalsinasi 600 °C.

Pengukuran densitas dan viskositas dilakukan pada produk pirolisis untuk dibandingkan dengan *lubricant*. Pada penelitian ini didapatkan densitas sebesar 0,8821 g/mL dan viskositas sebesar 9,812. Dari data ini, diketahui bahwa dengan menggunakan katalis NiMo/ γ -Al₂O₃ bisa didapatkan produk pirolisis yang hampir mendekati fraksi *lubricant*.

Kata Kunci : Katalis Ni, Penyangga alumina, Biooil



ABSTRACT

Name : Fatimatuts Tsani

Major : Chemical Engineering

Title :

PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF CATALYST NiMo/ γ -Al₂O₃ FOR SYNTHESIS BIOFUEL FROM JATROPHA CURCAS OIL BY CATALYTIC PYROLYSIS

In this research has been done a preparation of NiMo/ γ -Al₂O₃ catalyst by impregnation method. The selection of catalyst is based on the nickel because it's included in transition metal oxides that possess applicable character as a catalyst and lower surface energy compared with transition metal. Besides that, metal oxides is more applied as catalyst material supported by its abundant availability in nature, easy and longer life time. This research used Alumina as the support. Alumina is one the best support catalyst because it has a large surface area for metals with high dispersion and strong mechanical properties that can be used in reactors.

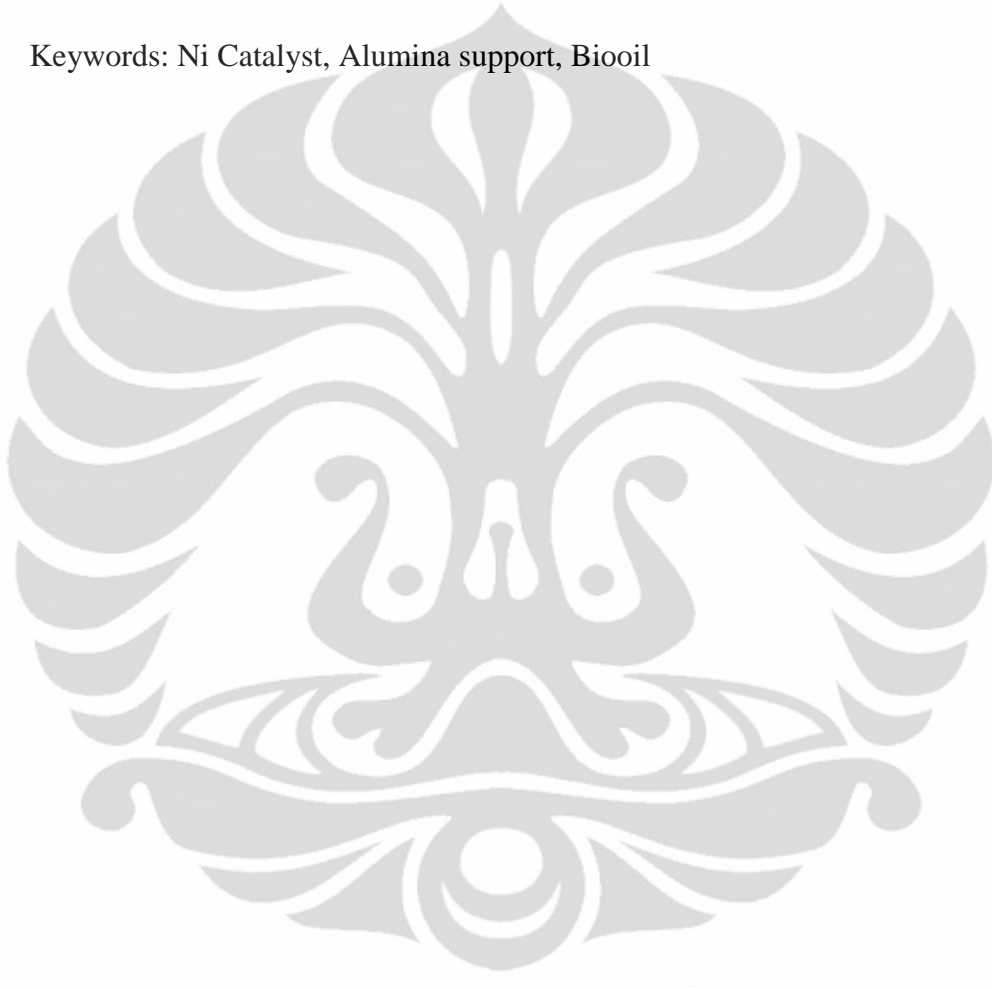
The XRD data shown that the crystal size in NiMo/ γ -Al₂O₃ catalyst at the calcination temperature 480°C is 252.006 nm and at the calcination temperature 600°C is 84.115 nm. Meanwhile, the BET data shown that the catalyst surface area at calcination temperature 480°C and 600°C sequentially is 82.11 m²/g and 110.84 m²/g at 600°C. The surface area before impregnation is 255 m²/g. The reduction of this catalyst surface area is due to the formation of oxides Mo, Ni and P during the process of calcination.

SEM analysis shown that catalyst obtained possess a diameter of 0.5 μ m and 0.43 μ m for NiMo/ γ -Al₂O₃ catalyst at calcination temperature 480°C and 600°C, in sequence.

The measurement of density and viscosity has been done for pyrolysis product to be compared with diesel fuel. In this study, earned that the density of 0.88219

g/mL and viscosity of 9.812 cP. From this data, it is known that by using the catalyst can be obtained NiMo/ γ -Al₂O₃ pyrolysis products with density and viscosity close to lubricant.

Keywords: Ni Catalyst, Alumina support, Biooil



DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
KATAPENGANTAR	iv
HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS	v
ABSTRAK	vi
ABSTRACT	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
BAB 1 : PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Tujuan Penelitian	2
1.4 Batasan Masalah	3
1.5 Sistematika Penelitian	3
BAB 2 : TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 Nikel	4
2.2 Molybdenum	7
2.3 γ -Al ₂ O ₃	9
2.3.1 Alumina sebagai Katalis	9
2.3.2 Alumina sebagai Penyangga Katalis	9

2.4 Katalis	11
2.4.1 Deskripsi Umum	11
2.4.2 Penggolongan Katalis	15
2.5 Logam Transisi sebagai Katalis	18
2.6 Preparasi Katalis	20
2.6.1 Impregnasi Logam ke dalam Alumina	20
2.7 Karakterisasi Katalis	22
2.7.1 Karakterisasi Metode Autosorb – BET	23
2.7.2 Karakterisasi Metode XRD	25
2.7.3 Karakterisasi Metode Scanning Electron Microscopy	27
2.7.4 FTIR	28
2.8 Minyak Jarak	29
2.9 Biooil	30
BAB 3 : METODE PENELITIAN.....	32
3.1 Alat dan Bahan	33
3.1.1 Alat	33
3.1.2 Bahan	33
3.2 Prosedur Penelitian	33
3.2.1 Pengukuran Volum Pori	33
3.2.2 Aktivasi Penyangga	34
3.2.3 Tahap Impregnasi	34
3.2.4 Tahap Kalsinasi	34
3.3 Tahap Perengkahan Minyak jarak	35
3.4 Tahap Analisis	35
3.4.1 Penentuan Densitas	35
3.4.2 Penentuan Viskositas	36
3.5 Pengolahan Data	37
BAB 4 : HASIL DAN PEMBAHASAN.....	39

4.1 Pembuatan Katalis	39
4.1.1 Aktivasi Penyangga γ -Al ₂ O ₃	39
4.1.2 Pembuatan Larutan Impregnan	39
4.1.3 Impregnasi dan Kalsinasi	40
4.2 Karakterisasi Katalis NiMo/ γ -Al ₂ O ₃	41
4.2.1 Karakterisasi Katalis NiMo/ γ -Al ₂ O ₃ dengan XRD	41
4.2.2 Karakterisasi Katalis NiMo/ γ -Al ₂ O ₃ dengan BET	45
4.2.3 Karakterisasi Katalis NiMo/ γ -Al ₂ O ₃ dengan SEM	46
4.3 Uji Aktivitas Katalis NiMo/ γ -Al ₂ O ₃	46
4.3.1 Analisa Viskositas dan Densitas	47
4.3.2 Analisa FTIR	48
4.3.3 Analisa GC-FID	51
BAB 5 : KESIMPULAN	52
DAFTAR REFERENSI	53
LAMPIRAN	54

DAFTAR GAMBAR

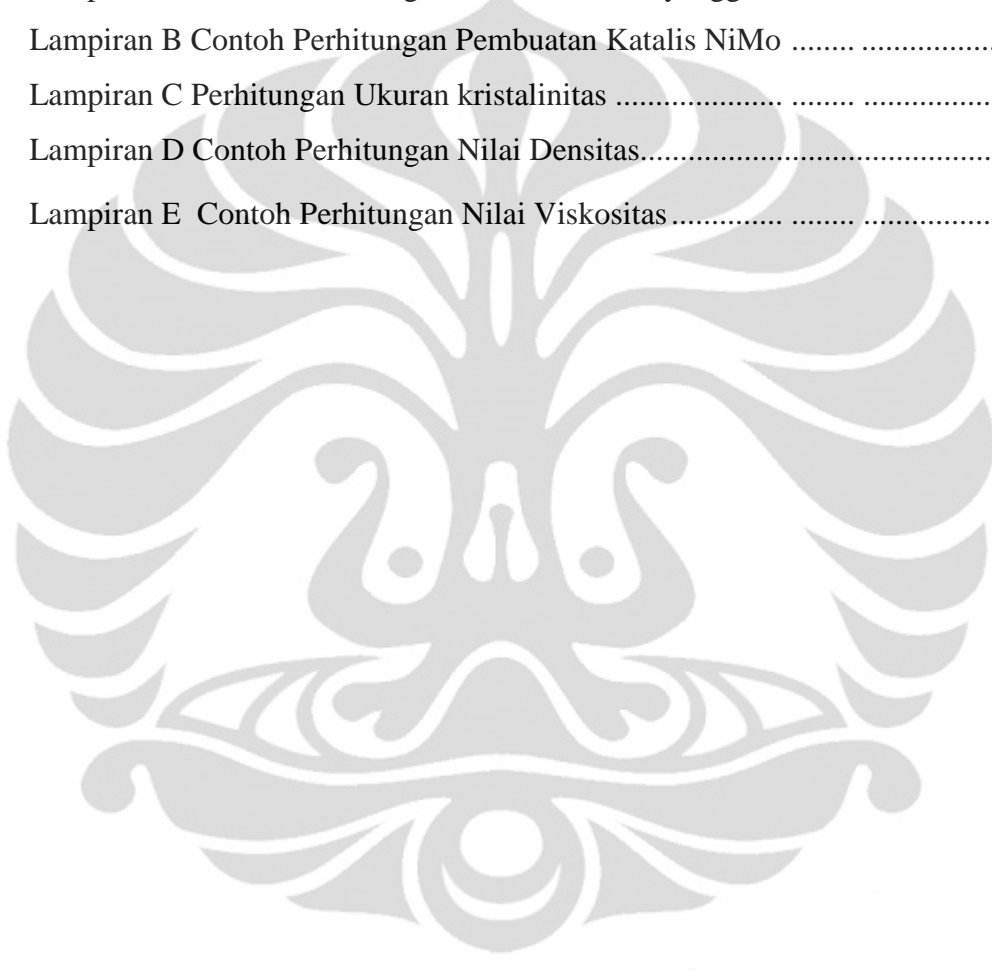
Gambar 1.1 Perbandingan data produksi dan konsumsi minyak di Indonesia.....	1
Gambar 2.1 Molybdenum	7
Gambar 2.2 <i>Spinel Structure</i>	10
Gambar 2.3 Proses konversi trigliserida menjadi bahan bakar bio.....	30
Gambar 3.1 Diagram Penelitian.....	32
Gambar 3.2 Skema Reaktor Eksperimen Perengkahan.....	35
Gambar 4.1 Katalis NiMo/ γ -Al ₂ O ₃ pada suhu kalsinasi 480 °C ...	41
Gambar 4.2 Katalis NiMo/ γ -Al ₂ O ₃ pada suhu kalsinasi 600 °C ...	41
Gambar 4.3 Difraktogram Katalis γ -Al ₂ O ₃	42
Gambar 4.4 Difraktogram Molibdenum	42
Gambar 4.5 Difraktogram katalis NiMo/ γ -Al ₂ O ₃ pada suhu kalsinasi 480°C	43
Gambar 4.6 Difraktogram katalis NiMo/ γ -Al ₂ O ₃ pada suhu kalsinasi 600°C	43
Gambar 4.7 SEM Katalis NiMo/ γ -Al ₂ O ₃ Sintesis dengan Suhu Kalsinasi (a) 480°C dan (b) 600.....	46
Gambar 4.8 Biooil dengan Katalis NiMo/ γ -Al ₂ O ₃	47
Gambar 4.9 Spektrum FTIR Minyak Jarak.....	49
Gambar 4.10 Spektrum FTIR Bio Oil dengan katalis NiMo/ γ -Al ₂ O ₃	49
Gambar 4.11 Spektrum FTIR Solar Komersial.....	50

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Sifat-sifat fisik nikel.....	4
Tabel 2.2 Aplikasi Katalis Molybdenum	8
Tabel 2.3 Klasifikasi Komponen Aktif	13
Tabel 2.4 Perbandingan karakteristik katalis heterogen dengan homogen.....	17
Tabel 2.5 Kandungan asam lemak minyak biji jarak.....	29
Tabel.4.1 Ukuran butir kristal yang terbentuk pada NiMo/ γ -Al ₂ O ₃	44
Tabel 4.2 Hasil Karakterisasi dengan BET.....	45
Tabel 4.3 Perbandingan uji fisik antara minyak jarak, solar komersial, dan biooil....	47
Tabel 4.4 Spektrum FTIR ikatan antar atom dalam Minyak Jarak, solar komersial dan Biooil.....	50
Tabel 4.5 Komposisi BioOil	51

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A Contoh Perhitungan Volum Pori Penyangga	55
Lampiran B Contoh Perhitungan Pembuatan Katalis NiMo	56
Lampiran C Perhitungan Ukuran kristalinitas	58
Lampiran D Contoh Perhitungan Nilai Densitas.....	59
Lampiran E Contoh Perhitungan Nilai Viskositas	60



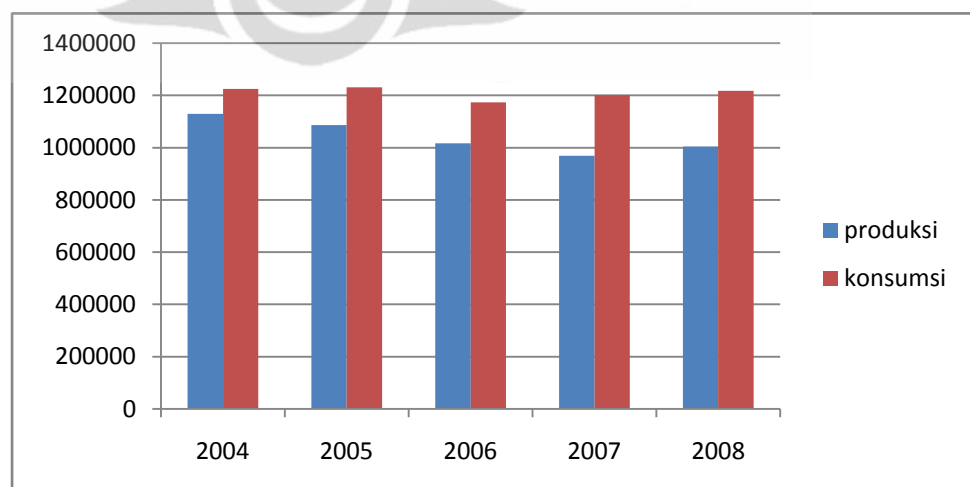
BAB 1

PENDAHULUAN

1. 1 Latar Belakang

Seiring dengan meningkatnya populasi penduduk, berkembangnya industri baru, dan teknologi otomotif maka kebutuhan akan pemakaian minyak sebagai sumber energi juga semakin meningkat. Minyak yang dipakai secara terus menerus sebagai sumber energi secara besar- besaran dapat menyebabkan menipisnya cadangan minyak.

Menurut data BP Statistical Review of World Energy 2008, jumlah produksi minyak Indonesia dari tahun 2004 hingga 2008 semakin menurun. Perbandingan produksi minyak dan konsumsi minyak di Indonesia berdasarkan BP Statistical Review of World Energy Mei 2010 dapat dilihat pada gambar 1.1. Gambar ini menunjukkan bahwa konsumsi minyak lebih besar dibandingkan dengan produksi minyak yang dihasilkan sehingga telah menyebabkan terjadinya krisis energi.



Gambar 1.1 Perbandingan data produksi dan konsumsi minyak di Indonesia (dalam satuan = barrel)

Kondisi ini telah mendorong pemerintah untuk mengupayakan penghematan energi nasional dengan menggunakan bahan baku yang bersifat *renewable*, seperti bahan bakar bio. Untuk mendapatkan bahan bakar bio ini salah satu caranya adalah melalui proses perengkahan bahan alam seperti minyak nabati dengan menggunakan katalis. Katalis yang biasa digunakan adalah H_2SO_4 , enzim, ataupun katalis heterogen seperti $\gamma-Al_2O_3$ menghasilkan fraksi *bio-fuel* seperti gasolin, diesel, dan kerosin (Wijanarko, 2006).

Pada penelitian ini akan dilakukan preparasi katalis mesoporus NiMo/ $\gamma-Al_2O_3$ untuk proses pirolisis dengan cara mengimpregnasikan NiMo ke dalam $\gamma-Al_2O_3$ dan selanjutnya katalis tersebut dikarakterisasi untuk mengetahui sifat-sifatnya. Katalis yang digunakan adalah katalis berbasis nikel karena nikel termasuk oksida logam transisi yang memiliki karakter yang dapat diaplikasikan sebagai katalis dan memiliki energi permukaan yang rendah dibandingkan logam transisi itu sendiri selain itu, oksida logam lebih banyak digunakan sebagai bahan katalis karena ketersediannya besar di alam, murah serta waktu hidupnya lama walaupun aktivitasnya lebih rendah dibandingkan bahan logam mulia (Rosyidah, 1998).

1. 2 Rumusan Masalah

Preparasi katalis NiMo/ $\gamma-Al_2O_3$ dengan metode impregnasi yang selanjutnya dilakukan uji reaksi pirolisis terhadap minyak jarak untuk mengetahui pengaruh katalis NiMo/ $\gamma-Al_2O_3$ terhadap hasil produk pirolisis.

1. 3 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Memperoleh katalis NiMo/ $\gamma-Al_2O_3$ dengan metode impregnasi
2. Mengetahui hasil karakterisasi dari katalis NiMo/ $\gamma-Al_2O_3$

3. Mengetahui hasil uji aktivitas katalis NiMo/ γ -Al₂O₃ untuk mendapatkan bahan bakar bio dari minyak jarak melalui pirolisis

1. 4 Batasan masalah

1. Menggunakan metode impregnasi dan kalsinasi
2. Zat aditif yang ditambahkan adalah H₃PO₄
3. Karakterisasi katalis NiMo/ γ -Al₂O₃ dengan BET, XRD dan SEM.
4. Uji aktivitas katalis NiMo/ γ -Al₂O₃ pada proses pirolisis minyak jarak dengan FTIR dan GC-FID

1. 5 Sistematika Masalah

Sistematika penulisan terdiri atas :

BAB 1 PENDAHULUAN

Bagian ini berisi pendahuluan yang terdiri atas latar belakang, rumusan masalah, tujuan penelitian, batasan masalah dan sistematika penulisan.

BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

Bagian ini berisi tentang informasi dan teori- teori tentang katalis, katalis logam Ni dan Mo serta γ -Al₂O₃, karakterisasi katalis dengan XRD, BET, dan SEM serta uji reaksi produk pirolisis dengan FTIR dan GC-FID, minyak jarak dan biooil.

BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN

Bagian ini berisi mengenai tahap dan langkah kerja yang dilakukan selama penelitian.

BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN

Bagian ini berisi tentang hasil penelitian dan analisis terhadap hasil penelitian tersebut.

BAB 5 KESIMPULAN

Bagian ini berisi tentang kesimpulan penelitian

Daftar Referensi



BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

Untuk proses konversi fraksi hidrokarbon rantai panjang, poliaromatik maupun polimer, dibutuhkan katalis perengkah (pirolisis) yang merupakan katalis heterogen (padatan). Salah satu jenis katalis untuk proses tersebut adalah *metal supported catalyst* yang terdiri dari logam yang diembankan pada pengemban padat seperti silika-alumina, alumina dan zeolit [Trisunaryanti, Wega. et.al., 2005].

Pada penelitian ini dipreparasikan katalis NiMo dengan γ -Al₂O₃ sebagai penyangganya, dimana nikel dan molybdenum merupakan oksida logam transisi. Oksida logam transisi memiliki karakter sebagai katalis karena memiliki orbital d pada ion logamnya yang masih terisi sebagian. Adanya orbital d yang masih kekurangan elektron tersebut dapat menangkap elektron dari reaktan dan membentuk ikatan yang kuat, sehingga dapat mengaktifkan spesies yang bereaksi [Prakash's, 1997]. γ -Al₂O₃ dipilih sebagai katalis penyangga karena memiliki luas permukaan yang besar dan mampu mengikat fasa aktif katalis dengan kuat [Cynthia Dewi, 2007].

2. 1 Nikel (Ni)

Nikel adalah logam putih perak yang keras. Nikel bersifat liat, dapat ditempa dan sangat kukuh. Logam ini melebur pada 1455°C dan bersifat sedikit magnetik [Vogel, 1985]. Sifat- sifat fisik nikel ditunjukkan pada tabel 2.1.

Tabel 2.1 Sifat-sifat fisik nikel

Karakteristik	Nilai
Fasa	Padat
Massa jenis (pada sekitar suhu kamar)	8,908 g/cm ³
Massa jenis cair pada titik lebur	7,81 g/cm ³
Titik lebur (K)	1728

Karakteristik	Nilai
Titik didih (K)	3186
Kalor penguapan	377,5 kJ/mol
Kalor peleburan	17,48 kJ/mol
Kapasitas kalor (pada 25 °C)	26,07 J/(mol·K)
Sifat magnetic	feromagnetik

Sumber : www.id.wikipedia.org

Nikel sangat dikenal fungsinya sebagai katalis dalam proses industri. Nikel telah banyak digunakan dalam reaksi hidrogenasi, alkilasi, hidroalkilasi, dan *cracking*. Selain itu, katalis nikel juga memiliki aktifitas yang tinggi [Mat, 1999 dalam Hasrul Abdi H, 2009].

Nikel banyak dimanfaatkan dalam berbagai bentuk baik sebagai unsur tunggal maupun dalam bentuk senyawa, berikut ini adalah bentuk senyawa nikel yang dapat digunakan sebagai katalis :

- Nikel oksida (Ni_3O_4)

Senyawa nikel oksida digunakan sebagai katalis pada proses hidrogenasi dengan tekanan dan temperatur yang lebih tinggi bila dibandingkan dengan katalis Ni. Selain itu, katalis oksida juga lebih sensitif terhadap racun katalis seperti S, Cl, dan CO. Namun, nikel oksida ini mempunyai sifat *pyrophoric* saat nikel oksida direduksi dengan hydrogen, sehingga biasanya nikel oksida ini direduksi dengan CO_2 dan N_2 untuk menghilangkan sifat *pyrophoric* yang terbentuk [Boswell and Iler, 1936].

- Nikel nitrat ($\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)

Nikel nitrat mengandung 20% nikel dan merupakan sumber yang ideal sebagai katalis nikel dengan aktifitas katalis yang tinggi.

Untuk mendapatkan katalis hidrogenasi yang baik, nitrat dikalsinasi hingga menjadi nikel oksida dan kemudian dilakukan reduksi dengan hidrogen saat terbentuk *metallic nickel* [Henry Wiggins, 1939]. Selain sebagai katalis, Senyawa ini juga digunakan dalam industri keramik sebagai pewarna coklat dan bahan baku pada proses elektroplating [Hasrul Adi H, 2009].

- Nikel sulfat ($\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)

Nikel sulfat mengandung 20% nikel dan saat digunakan untuk membuat katalis hidrogenasi, nikel sulfat dipresipitasi dengan *soda ash*, *sodium bicarbonate*, atau *ammonium carbonate*, kemudian *precipitate* dicuci hingga bebas dari sulfat. Saat karbonat kering tereduksi secara langsung, nikel sulfat direaksikan dengan *kieselguhr* dan nikel karbonat yang terbentuk terpresipitasi dalam partikel *kieselguhr*. Endapan nikel karbonat ini yang digunakan sebagai katalis. Proses ini harus terkontrol untuk dapat menghasilkan kandungan nikel sebesar 12-15% pada produk akhir [Henry Wiggins, 1939].

Kegunaan senyawa ini selain sebagai katalis hidrogenasi juga sebagai bahan baku elektroplating untuk menghasilkan nikel dan digunakan dalam pembuatan *stainless steel* [Hasrul Hadi H, 2009].

- Nikel karbonat (NiCO_3)

Senyawa ini mengandung 49% nikel, yang didapatkan dengan menambahkan sodium bicarbonate dengan larutan nikel nitrat dingin dan dijenuhkan dengan karbon dioksida. *Precipitate* terbentuk saat *alkali carbonate* ditambahkan pada larutan garam nikel yang mengandung karbonat dengan berbagai komposisi seperti $2\text{NiCO}_3 \cdot 3\text{Ni}(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (mengandung 50% nikel) [Henry Wiggins, 1939].

- **Nikel Format**

Nikel format telah banyak digunakan sebagai katalis hidrogenasi komersial untuk *vegetable* dan *animal oil* [Henry Wiggins, 1939].

- **Nikel klorida**

Senyawa ini sering digunakan sebagai bahan untuk sintesis organik, diantaranya, yaitu [Hasrul Hadi H, 2009] :

- a. Bila dikombinasikan dengan CrCl_2 untuk mereaksikan aldehid dan vinilik iodida menghasilkan alilik alkohol.
- b. Bersama LiAlH_4 sebagai bahan untuk mengubah alkena menjadi alkana
- c. Sebagai precursor bagi nikel boride dengan cara reaksi *in situ* nikel klorida dan NaBH_4
- d. Sebagai prekursor untuk mereduksi aldehid. Alkena dan senyawa aromatik nitro
- e. Sebagai katalis untuk pembuatan dialkil arilfosfonat dari fosfit dan aril iodide (ArI)



2. 2 Molybdenum (Mo)

Molybdenum dalam tabel periodik termasuk dalam golongan VIB dengan nomor atom 42. Molybdenum (Mo) berwarna putih silver dengan titik leleh tinggi. Molybdenum merupakan salah satu dari logam refraktori, yaitu logam dengan ketahanan terhadap panas yang tinggi dan juga tahan lama. Logam refraktori lainnya adalah tungsten, tantalum, rhenium, dan niobium. Molybdenum tidak bereaksi dengan oksigen ataupun air pada temperature ruang dan juga tahan terhadap korosi pada temperature normal [www.chemicool.com].



Gambar 2.1 Molybdenum

Sumber : www.wikipedia.org

Di alam molybdenum tidak berada sebagai unsur bebas melainkan berada dalam keadaan berbagai macam oksida dalam mineral. Dalam industri, molybdenum digunakan pada temperatur dan tekanan tinggi, biasanya diaplikasikan sebagai katalis dan juga sebagai pigment. Salah satu jenis oksida yang digunakan adalah molybdenum oksida (MoO_3) yang banyak digunakan sebagai katalis hidrosulfurisasi dalam industri petroleum karena sebagai katalis molybdenum resistan terhadap racun katalis S [www.imoa.info, www.wikipedia.org]. Molybdat oksida larut dalam air dan membentuk garam molybdate [www.wikipedia.org]. Berikut ini adalah data komponen katalis molybdat serta aplikasinya :

Tabel 2.2 Aplikasi Katalis Molybdenum

Katalis	Aplikasi	Kegunaan
Co-Mo atau Ni-Mo alumina	Sulfida Hidrosulfurisasi	Oil dan petroleum refining
Bi-Mo Oxide	Propane selektif oksidasi, ammoksidasi	Membuat polimer dan plastik
Mo-V oxide	Oksidasi	Membuat polimer dan

	akrolein	plastik
Fe-Mo oxide	Oksidasi methanol	Membuat formalin, polimer, resin
Mo oksida dengan alumina	Metathesis olefin	Sintesis olefin
Mo kompleks	Epoksidasi	Sintesis polyether
Heteropolyacid phosphomolibdate	Hidrasi propena	Sintesis alkohol

Sumber : www.imoa.info

2.3 γ -Al₂O₃

Alumina adalah nama umum untuk aluminium oksida, Al₂O₃. Alumina dapat diperoleh di alam sebagai bentuk hidroksida yang tidak murni pada mineral bauksit.

γ - Al₂O₃ merupakan kelompok alumina transisi. γ - Al₂O₃ dapat bertindak sebagai katalis, penyangga katalis maupun adsorben [Sabatier and Reid. 1923. Yusmita Siti H.F., 2004]. Hal ini dikarenakan γ -Al₂O₃ mempunyai *surface area* yang luas yaitu antara 150- 300 m²/g, volume pori-pori yang besar (0,5 -1 cm³/g), jumlah pori yang banyak pada rentang 3-12 m, stabil pada berbagai rentang temperatur proses reaksi katalisis dan sifat mekanik yang kuat sehingga dapat digunakan pada reaktor [Kinya Sakanishi, 1992. Yusmita Siti H.F, 2004]. Selain itu, alumina mempunyai sifat selektifitas yang tinggi pada reaksi dehidrasi, mekanisme elusidasi, dan juga karakterisasi *active site* pada permukaan secara katalitik [Kemball, 1977].

2.3.1 Alumina sebagai katalis

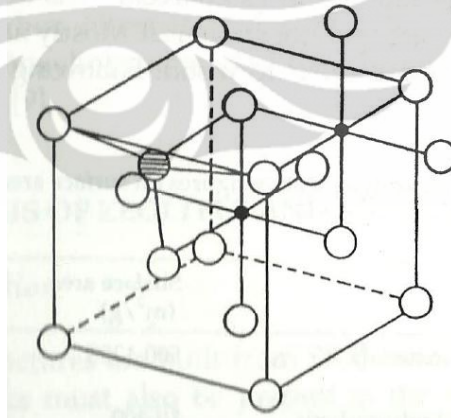
Alumina aktif yang digunakan sebagai katalis harus dilarutkan dalam *hot mineral acid* dan diubah menjadi *aluminate* dalam larutan sodium hidroksida terkonsentrasi. Untuk mendapatkan alumina sebagai katalis, maka alumina tidak boleh dipanaskan secara berlebihan selama preparasi katalis. Presipitasi alumina, tidak boleh dilakukan diatas suhu

400 °C. Jika dipanaskan lebih dari itu, sifat katalis untuk proses dehidrogenasi akan hancur [Sabatier and Reid, 1923].

2.3.2 Alumina sebagai penyangga katalis

Alumina yang banyak digunakan sebagai penyangga katalis diantaranya yaitu, α - dan γ - Al_2O_3 . Komponen – komponen ini mempunyai *surface acidity* yang dapat dikontrol sehingga menyebabkan kestabilan thermal dan luas permukaan yang tinggi (15-300 m^2/g) [Santen et al., 2000].

Pada kristal α - Al_2O_3 (struktur corundum), ion oksida membentuk h.c.p yang luas dan ion aluminium yang terdistribusi secara simetri didalam bagian *octahedral interstice* [Kemball, 1977]. Sementara γ - Al_2O_3 termasuk kelas *binary oxides* dimana *oxygen packing*-nya termasuk type *cubic closed packing* (c.c.p) dengan posisi kation sebagian pada posisi tetrahedral dan sebagian pada posisi octahedral. Komponen- komponen ini disebut *spinel* setelah *mineral spinel* mempunyai komposisi MgAl_2O_4 . Spinel Mg^{2+} mengisi posisi tetrahedral dan Al^{3+} mengisi posisi oktahedral [Santen et al., 2000].



Gambar 2.2 *Spinel Structure*

Sumber : Santen et al., *Catalysis : An Integrated Approach*. Elsevier : 2000

Ion- ion O^{2-} membentuk *face centre cube* (fcc) dengan 4 ion O^{2-} . Setiap *cube* mengandung empat posisi oktahedral dimana dua diantaranya diisi oleh Al^{3+} , dan delapan posisi tetrahedral, dimana satu diantaranya diisi oleh Mg^{2+} [Santen *et al.*, 2000].

Untuk mendapatkan bentuk kristal Al_2O_3 yang baik, dapat dilakukan dengan memanaskan *trihydroxide* [$Al(OH)_3$ -*gybsite*, *bayerite*, atau *nordstrandite*] atau *oxide hydroxide* [$AlO(OH)$ -*diaspore* atau *boehmite*] pada berbagai temperature, dimana temperature ini merupakan fungsi laju pemanasan dan *physical state* spesi hidroksida [Kemball, 1977].

Kompleksitas struktur *bulk* kristalin tergantung pada preparasinya. Al_2O_3 dibentuk pada keadaan *atmospheric water vapour*, yaitu temperatur dehidrasi untuk menghilangkan *surface water* saat melakukan aktivasi. Sehingga bukan hanya pembentukan katalis Al_2O_3 saja yang penting tapi juga penting untuk mengetahui apakah katalisis terjadi pada permukaan hidroksilasi sempurna, sebagian ataukah hampir sempurna [Kemball, 1977].

2.4 Katalis

2.4.1 Deskripsi Umum

Katalis adalah substansi yang dapat mempercepat reaksi tetapi tidak dikonsumsi pada reaksi tersebut [C.N. Satterfield.1991 dalam Budi Cahyadi, 2000]. Pada umumnya katalis berfungsi untuk mempercepat reaksi kimia yang dapat berlangsung dengan menurunkan energi aktivasi. Dengan penurunan aktivasi ini maka energi minimum yang dibutuhkan untuk terjadinya tumbukkan berkurang sehingga reaksi terjadi lebih cepat [Cotton *et al.*, 1999]. Energi aktivasi yang lebih rendah dengan pemakaian katalis dibandingkan energi aktivasi tanpa pemakaian katalis

disebabkan oleh terjadinya adsorpsi dan desorpsi reaktan serta pelepasan panas akibat peristiwa tersebut digunakan untuk energi aktivasi katalis [Budi Cahyadi, 2000]. Umumnya, fungsi katalis sangat dipengaruhi oleh morfologi, komposisi, distribusi ukuran pori, volume pori, struktur dan luas permukaannya [Vino Hasyim, 2010].

Katalis bersifat spesifik, artinya katalis tertentu mempercepat reaksi tertentu. Katalis dibentuk dari komponen- komponen yang menunjang sifat katalis yang diharapkan. Pada dasarnya sifat katalis yang diharapkan adalah sebagai berikut [Leach, 1983 dalam Vino Hasyim, 2010]:

1. Aktifitas

Keaktifan katalis didefinisikan sebagai kemampuan dari katalis untuk dapat mengubah bahan baku menjadi produk yang dikehendaki. Keaktifan katalis didapat dari kombinasi bahan kimia dan bahan mineralogi, sehingga dapat diketahui katalis tersebut aktif dalam melakukan proses katalis yang dibuktikan dengan dihasilkannya produk baru yang dikehendaki.

2. Stabilitas

Stabil dalam arti mempunyai kemampuan menghadapi racun- racun yang mungkindapat merusak kinerja dan penampakan dari katalis itu sendiri.

3. Selektifitas

Selektifitas didefinisikan sebagai kemampuan katalis dalam menghasilkan produk yang sesuai dengan yang dikehendaki. Hal ini karena satu zat yang berperan dalam salah satu proses dapat juga menjadi penghambat pada proses lainnya, sehingga perlu diteliti setiap material yang akan digunakan sebagai katalis.

4. Umur Katalis

Umur katalis mempunyai pengertian rentang waktu bagi katalis untuk bertahan pada level yang mencukupi sesuai kinerja katalis yang diinginkan.

5. Regenerasi

Sifat mudah diregenerasi harus dimiliki oleh katalis sehingga pada saat katalis dioperasikan gangguan yang terjadi dapat diminimumkan.

6. Kekuatan mekanik

Kekuatan mekanik merupakan kondisi yang harus dimiliki katalis sehingga bila proses menghendaki tekanan dan temperatur tinggi, katalis itu dapat digunakan.

Untuk memenuhi sifat-sifat tersebut maka umumnya katalis- katalis padat dibentuk dari komponen – komponen berikut ini [Budi Cahyadi, 2000] :

- Inti Aktif Katalis

Fasa aktif merupakan inti katalis yang bertugas mempercepat dan mengarahkan reaksi. Oleh karena itu, komponen ini harus aktif mengkonversikan reaktan dan selektif dalam pembentukan produk.

Tabel 2.3 Klasifikasi Komponen Aktif

Jenis Katalis	Reaksi	Contoh katalis yang aktif
Logam	Hidrogenasi hidrogenolisis dehidrogenasi (oksidasi)	Fe,Ni,Pt Pd,Cu, Ag
Oksida dan sulfida logam	(Hidrogenasi selektif) Hidrogenolisis dehidrogenasi desulfurisasi oksidasi	NiO, ZnO, CuO Cr ₂ O ₃ , MoS ₂
Insulator oksida asam	Polimerisasi Isomerisasi Perengkahan Dehidrasi Alkilasi	Al ₂ O ₃ , SiO ₂ , MgO, SiO ₂ -Al ₂ O ₃ Zeolit

Sumber : Katalisis Heterogen, 2010

- **Penyangga**

Penyangga berfungsi sebagai tempat penebaran fasa aktif dengan tujuan memperluas permukaan kontak antara fasa aktif dengan reaktan, tanpa mengurangi aktivitas fasa itu sendiri. Selain itu, fungsi lainnya adalah sebagai permukaan yang stabil dimana inti aktif terdispersi sedemikian rupa sehingga sintering dapat dikurangi. Dengan demikian penyangga harus tahan terhadap pertumbuhan kristal dikarenakan panas, yang artinya harus memiliki titik lebur yang tinggi atau minimal lebih tinggi daripada titik lebur senyawa aktif [Nasikin,M dan Susanto, Bambang Heru. 2010].

Hal penting lainnya yang berkaitan dengan penyangga adalah jumlah inti aktif yang terdispersi pada permukaan katalis. Hal ini, dikarenakan, walaupun inti aktif terpisah satu sama lain pada permukaan penyangga, namun *sintering* masih tetap mungkin terjadi [Nasikin, M dan Susanto, Bambang Heru. 2010].

Pada kristal yang sangat kecil, *sintering* terjadi melalui perpindahan inti aktif yang saling mendekat dan kemudian bersatu. Faktor yang mempengaruhinya adalah suhu, konsentrasi inti aktif (loading), interaksi dengan penyangga, dan mobilitas atom. Untuk mendapatkan katalis logam dengan loading yang tinggi ataupun rendah tergantung pada proses preparasinya [Nasikin, M dan Susanto, Bambang Heru. 2010].

- Promotor

Promotor ditambahkan untuk meningkatkan kinerja katalis dalam jumlah kecil pada saat pembuatan katalis, untuk menghasilkan aktivitas, selektivitas, dan stabilitas yang diinginkan dari katalis yang dibuat. Dalam katalis, promotor ditujukan untuk membantu penyangga dan inti aktif seperti mengontrol stabilitas katalis [Nasikin, M dan Susanto, Bambang Heru. 2010].

Biasanya penggunaan promotor dilakukan pada penyangga yang berbentuk senyawa oksida. Penyangga oksida terdapat dalam beberapa fasa yang berbeda, yang mungkin tidak diinginkan. Sebagai contoh adalah fasa $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, dimana fasa yang lebih diinginkan adalah $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. Fasa ini memiliki luas permukaan yang besar, keasaman yang tinggi dan membentuk larutan solid dengan oksida logam transisi seperti NiO dan CoO. Penambahan promotor dalam jumlah kecil (1-2%) seperti SiO₂ atau ZrO₂ pada $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ akan menyebabkan transformasi menjadi $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ terjadi

pada suhu yang lebih tinggi. Dengan penambahan promotor ini akan menyebabkan katalis kemudian dapat cukup terlindungi dari kerusakan dan perubahan jangka panjang [Nasikin,M dan Susanto, Bambang Heru. 2010].

Penambahan promotor ini juga bertujuan untuk mencegah aktivitas yang tidak diinginkan seperti pembentukan deposit karbon. Deposit karbon ini dapat dihilangkan dengan pemanasan yang memungkinkan terjadinya penurunan aktivitas akibat *sintering* [Nasikin,M dan Susanto, Bambang Heru. 2010].

Pemberian promotor pada inti aktif dapat dilakukan dengan cara perubahan struktur atau secara elektronik. Contohnya katalis pada sintesis ammonia terdiri atas besi dengan dua promotor yaitu alumina dan kalium. Pada proses ini alumina berfungsi mencegah besi mengalami *sintering* pada saat reduksi dan kalium berfungsi mencegah sisi asam mengalami keracunan. Pemberian promotor dengan cara elektronik dapat dicontohkan pada kalium yang dimodifikasi secara elektronik dengan memberikan electron dari kondisi terionisasi [Nasikin,M dan Susanto, Bambang Heru. 2010].

2.4.2 Penggolongan Katalis

Katalis dapat digolongkan berdasarkan fasa katalis, reaktan, dan produk hasil reaksi, contohnya katalis homogen dan katalis heterogen. Penggolongan katalis berdasarkan fasa katalis adalah :

a. Katalis homogen

Katalis homogen yaitu katalis yang berfasa sama dengan reaktannya yang pada umumnya berada pada fase cair. Katalis ini memiliki aktivitas dan selektivitas yang tinggi karena setiap molekul

katalis bersifat aktif sebagai katalis yang tidak mudah teracuni oleh adanya sedikit kotoran.

Katalisis terjadi melalui pembentukan kompleks dan pembentukan kembali antara molekul- molekul dan ligan- ligan katalis. Reaksi katalisis jenis ini terjadi sangat spesifik dan dapat menghasilkan selektivitas yang tinggidan biasanya dapat dilakukan pada kondisi operasi yang tidak terlalu sulit. Walaupun secara operasional reaksi katalisis homogen ini lebeh mudah dan lebih tidak membutuhkan energi, namun katalis homogeny ini jarang digunakan dalam industry karena diperlukannya peralatan tambahan untuk memurnikan produk dari proses dari katalis homogeny, sehingga seringkali peralatan keseluruhan proses yang diperlukan menjadi cukup kompleks.

Keuntungan dari katalis homogen adalah kespesifikannya dan tidak dibutuhkannya suhu dan tekanan yang tinggi dalam reaksi, sementara kelemahan dari katalis ini adalah sulitnya katalis ini untuk dipisahkan dari produknya [Nasikin,M dan Susanto, Bambang Heru. 2010].

b. Katalis Heterogen

Katalis heterogen yaitu katalis yang berbeda fasa reaktan dan produk reaksinya.. Katalis heterogen kurang efektif dibandingkan dengan katalis homogeny karena heterogenitas permukaannya, namun system katalisis ini paling luas digunakan dalam bidang industry, hal ini disebabkan system katalis heterogen memiliki beberapa keuntungan, misalnya :

a. Selektivitas terhadap prosuk yang diinginkan dapat diperoleh menggunakan sifat selektivitas bentuknya.

- b. Aktivitas intrinsik dari inti aktif dapat dimodifikasi oleh struktur padatnya
- c. Komposisi permukaan dapat digunakan untuk meminimalisasi atau meningkatkan adsorpsi dari senyawa tertentu
- d. Katalis mudah dipisahkan dari produk dengan filtrasi dan digunakan kembali tanpa/dengan regenerasi
- e. Mengurangi limbah (biasanya garam) yang biasa dihasilkan dari netralisasi katalis homogen asam Bronsted atau Lewis [Nasikin, M dan Susanto, Bambang Heru. 2010].

Persyaratan utama dalam katalisis heterogen adalah bahwa pereaksi fase gas atau larutan diadsorpsi ke permukaan katalis. Tidak semua permukaan atom memiliki tingkat efektifitas yang sama sebagai katalis, bagian yang efektif tersebut disebut sebagai sisi aktif katalis.

Pada dasarnya, katalis heterogen mencakup :

- Reaktan akan teradsorpsi pada permukaan aktif katalis.
- Terjadi interaksi pada sepanjang permukaan katalis atau terjadi pelemahan ikatan dari molekul yang teradsorpsi.
- Setelah reaksi terjadi molekul hasil reaksi (produk) dilepas dari permukaan katalis.

Tabel 2.4 Perbandingan karakteristik katalis heterogen dengan homogen.

Karakteristik	Katalis Heterogen	Katalis Homogen
Pusat reaktif	Hanya pada permukaan	Semua atom logam
Bentuk	Padat, seringkali logam atau oksida logam	Kompleks logam
Jumlah	Banyak	Kecil
Sensitivitas terhadap racun	Tinggi	Rendah

Karakteristik	Katalis Heterogen	Katalis Homogen
Masalah difusi	Terjadi	Tidak terjadi
Spesifik/Selektivitas	Variable (rendah)	Tinggi
Stoikiometri	Lebih sulit diketahui	Dapat diketahui
Modifikasi	Sukar	Mudah
Kondisi Reaksi	Tinggi	Rendah
Pemisahan katalis	Mudah	Sulit
Daur Ulang	Mudah	Sukar
Rata- rata waktu pakai	Variable	Lama

Sumber : Katalisis Heterogen. 2010

Berdasarkan tipe reaksi, katalis digolongkan menjadi :

a. Katalis oksidasi- reduksi

Katalis oksidasi- reduksi, yaitu katalis yang membentuk “senyawa antara” dengan reaktan melalui proses pemutusan ikatan dua electron reaktan dan penggabungan electron yang tidak berpasangan di dalam katalis. Contoh katalis logam dan oksida.

b. Katalis asam- basa

Katalis asam- basa yaitu katalis yang senyawa antaranya terjadi akibat terbentuknya ikatan kovalen antara katalis dan reaktan. Contohnya adalah silika alumina dan zeolit. katalis ini tidak mempunyai kemampuan memindahkan electron karena itu tidak aktif secara redoks.

2.5 Logam Transisi sebagai Katalis

Logam transisi sering digunakan sebagai katalis heterogen. Logam transisi tersebut bersifat asam dan berperan dalam reaksi perpindahan electron. Logam transisi yang digunakan sebagian besar adalah logam golongan VIII B.

Sifat- sifat kimia dan fisika unsur golongan transisi sangat ditentukan oleh orbital d. Fungsi logam transisi dalam suatu reaksi katalitik adalah

untuk mengatomisasi molekul- molekul diatomic dan kemudian memberikan atom tersebut kepada reaktan lainnya atau intermediet reaksi.

Kemampuan logam transisi dalam mengkatalisis reaksi sangat berkaitan dengan keadaan elektronik pada orbital s dan p yang tersekat. Akibatnya akan timbul keadaan elektronik berenergi rendah dalam jumlah besar dan orbital kosong yang sangat ideal untuk reaksi katalisis. Sifat-sifat yang memiliki keadaan elektronik *degenerate* dalam jumlah besar adalah sifat-sifat paling aktif dalam pemutusan dan pembentukan ikatan. Keadaan elektronik seperti ini mempunyai muatan, konfigurasi, dan spin yang fluktuatif dan hal ini terjadi pada sifat-sifat logam dengan bilangan koordinasi yang besar [Hegedus, 1987 dalam Siswodiharjo, 2006].

Salah satu logam transisi golongan VIII B yang biasa digunakan adalah nikel. Nikel mempunyai bilangan oksidasi yang bervariasi, tetapi yang paling umum adalah 2+. Nikel dalam sistem periodik unsur memiliki nomor atom 28 dan mempunyai elektron terluar pada orbital d dengan konfigurasi elektron $[\text{Ar}]3d^84s^2$.



Logam nikel mempunyai orbital 3d yang belum penuh maka, sesuai aturan Hund, terdapat elektron- elektron yang tidak berpasangan pada orbital d. Keadaan ini menentukan sifat- sifat nikel yaitu sifat magnetik, struktur padatnya dan kemampuan logam nikel membentuk senyawa kompleks. Fenomena ini menjadikan logam nikel mudah membentuk ikatan kovalen koordinat sehingga pembentukan senyawa antara pada permukaan katalis menjadi lebih mudah.

Berdasarkan sifat- sifat logam nikel, maka sebagai komponen aktif system katalis nikel- penyangga. Nikel sangat efektif dalam menjamin keberhasilan reaksi katalitik.

Logam transisi lain yang juga bisa digunakan adalah molibdenum. Molibdenum mempunyai bilangan oksidasi -2, -1, 0, 1, 2, 3, 4, 5, dan 6. Molybdenum merupakan unsure transisi golongan VI dengan memiliki konfigurasi electron $[\text{Kr}] 4d^5 5s^1$.



Berdasarkan konfigurasi ini molibdenum dapat diketahui juga memiliki orbital 4d setengah penuh sehingga terdapat elektron- elektron yang tidak berpasangan. Penemparan kmpinen aktif logam molibdenum ke dalam sistem pori pengemban biasanya menggunakan garam amoniumnya yaitu $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot \text{H}_2\text{O}$ [Lee, 1984 dalam Siswodiharjo, 2006].

2.6 Preparasi Katalis

Preparasi katalis bertujuan untuk mewujudkan katalis yang secara teoritis telah sesuai dengan reaksi yang dikehendaki. Pada beberapa kondisi, aktivitas suatu katalis bergantung pada jenis material yang digunakan. Di sisi lain, aktivitas dari suatu katalis juga ditentukan oleh metode preparasi yang digunakan karena metode preparasi mempengaruhi karakteristik katalis yang terbentuk seperti luas permukaan, dispersi, ukuran pori, loading inti aktif dan lainnya [Nasikin, M dan Susanto, Bambang Heru. 2010].

Pada penelitian ini, preparasi katalis dilakukan dengan metode impregnasi.

2.6.1 Impregnasi Logam ke dalam Alumina

Impregnasi merupakan metode yang paling mudah dan paling umum digunakan untuk menyiapkan katalis. Tujuan dari metode ini adalah untuk memenuhi pori dengan larutan garam logam dengan konsentrasi yang cukup untuk memberikan loading yang tepat. Larutan dibuat dalam jumlah yang cukup untuk mengisi pori dan harus oksida tunggal, hanya saja larutan garam logam tidak mengalami pemanasan. Partikel penyangga dimasukkan dalam larutan garam logam

Impregnasi dapat dilangsungkan dengan beberapa cara, antara lain dengan cara *pore filling* (pengisian pori penyangga dengan fasa aktif dan promotor), adsorpsi logam dengan penyerapan oleh penyangga dalam larutan yang mengandung satu atau lebih logam aktif, atau dengan keduanya. Secara garis besar, pembuatan katalis dilakukan dengan tahapan impregnasi, pengeringan (*drying*), dan kalsinasi.

a. Impregnasi

Pada impregnasi dengan cara *pore filling*, penyangga dipanaskan terlebih dahulu untuk menghilangkan kandungan air pada pori, kemudian larutan garam logam diisikan pada pori tersebut. Ketika $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dikontakkan dengan larutan *ammonium heptamolybdate* (AHM), larutan masuk ke dalam pori penyangga akibat gaya kapilaritas, dan secara simultan, difusi dan adsorpsi mulai terjadi [Fierro, 1987 dalam Cynthia Dewi, 2007].

Impregnasi dipengaruhi oleh beberapa parameter, diantaranya yaitu :

1. Jumlah Logam (Metal Loading)
2. Volum Larutan Impregnasi
3. Periode Impregnasi
4. Urutan Impregnasi

b. Pengeringan (*Drying*)

Setelah diimpregnasi, katalis tersebut dikeringkan. Pengeringan dilakukan untuk menguapkan air dan membentuk kristal garam pada permukaan pori. Pembentukan kristal garam dipengaruhi oleh laju pengeringan. Jika laju pengeringan terlalu rendah, maka Kristal garam yang terbentuk berada pada dasar pori atau pada pusat partikel penyangga. Laju pengeringan yang cukup akan menyebabkan kristal garam berada pada dinding pori penyangga. Laju pengeringan yang tinggi akan menyebabkan gradien temperature meningkat dan kristal garam terbawa keluar pori [Kotter dkk, 1979 dalam Chyntia Dewi, 2007]. Proses pengeringan yang dilakukan setelah impregnasi sangat mempengaruhi distribusi spesi Mo-oksida pada katalis [Topsoe, 1996 dalam Cynthia Dewi, 2007].

c. Kalsinasi

Proses kalsinasi dilakukan setelah tahap pengeringan. Selama proses kalsinasi, kristal garam dikeringkan sampai kondisi optimum dan garam tersebut dikonversi menjadi oksidanya supaya beku.

2.7 Karakterisasi Katalis

Katalis yang telah dibuat perlu diuji apakah struktur katalis tersebut sudah sesuai dengan struktur yang diinginkan atau tidak. Struktur katalis didesain berdasarkan kinerja yang diharapkan pada saat

penggunaan katalis. Pengujian katalis ini biasa disebut karakterisasi. Bagian yang paling penting dalam karakterisasi katalis adalah pemilihan metode karakterisasi katalis yang tepat.

Teknik pemilihan metode katalis sangat bergantung pada keperluan atau kepentingannya secara ilmiah dan teknik, biaya karakterisasi, dan kemudahan akses peralatan. Secara garis besar, teknik karakterisasi katalis dapat dibagi menjadi beberapa macam berdasarkan sifat-sifat yang akan diteliti, antara lain [Istadi, 2004] :

1. Sifat-sifat partikel, meliputi : luas permukaan (*surface area*), porositas atau distribusi ukuran pori (adsorpsi uap pada suhu rendah, Hg *porosity*, dan *incipient wetness*), densitas, ukuran partikel, sifat-sifat mekanis dan difusifitas.
2. Sifat-sifat permukaan (*surface*), meliputi: struktur dan morfologi (SEM, TEM, XRD, EXAFS, XPS, IR, Raman, UV-Vis), dispersi (*chemisorptions*), dan keasaman (TPD).
3. Sifat-sifat bulk, meliputi : komposisi elemental (XRF, AAS), sifat-sifat senyawa atau struktur fasa (XRD, Raman, IR, DTA, TPR, TPO, TEM), struktur molekul (IR, Raman, UV_Vis, XAFS, NMR, dan EPR), serta reaktifitas bulk (XRD, UV-Vis, TGA, DTA, TPR, dan TPO).

2.7.1 Karakterisasi Metode Autosorb- BET

Autosorb adalah peralatan yang dapat digunakan untuk mencari luas permukaan BET, luas permukaan Langmuir, adsorpsi dan desorpsi isothermal, ukuran pori, dan distribusi luas permukaan, volume dan luas permukaan micropore menggunakan t-plots, volume total dan radius rata-rata pori. Pengambilan dan pengolahan data pada peralatan Autosorb dilakukan secara komputerisasi.

- Luas Permukaan Katalis

Metode yang sering digunakan untuk mengukur luas permukaan katalis adalah metode yang dikembangkan oleh Brunauer-Emmet-Teller (metode BET). Prinsip pengukuran luas permukaan katalis dengan metode BET adalah dengan cara adsorpsi fisika gas, yaitu menentukan jumlah molekul yang dibutuhkan untuk menutupi permukaan katalis dengan monolayer zat yang diserap (adsorbat), dan dengan mengetahui luas permukaan yang ditempati oleh satu molekul adsorbat, maka luas permukaan katalis dapat diketahui [S, Lowell dan Jhon E, Shield. 1984 dalam Hasanudin.1998].

Metode BET dalam mengukur luas permukaan material padatan dengan menggunakan persamaan BET :

$$\frac{1}{W\left(\left(\frac{P_0}{P}\right)-1\right)} = \frac{1}{Wm.C} + \frac{C-1}{Wm.C} \left(\frac{P}{P_0}\right)$$

Dengan W adalah berat gas yang diadsorb pada tekana P/P₀ dan W_m adalah beratt gas teradsorb yang membentuk monolayer. C adalah konstanta BET, yang berhubungan dengan energy adsorpsi pada lapisan teradsorb pertama, sehingga dapat menunjukkan besarnya interaksi antara adsorbent dan adsorbat [S, Lowell dan Jhon E, Shield. 1984 dalam Hasanudin.1998].

- Porositas

Terdapat berbagai ukuran pori, seperti botol tinta (yang mengecil pada salah satu bukaannya), pori dengan bentuk pipa yang terbuka di dua muka atau terbuka di satu sisi dan tertutup di sisi lain, pori dengan celah antara dua bidang, bentuk V, pori- pori meruncing dan bentuk-bentuk lainnya [Hasanuddin, 1998].

Dubin mengklasifikasikan ukuran pori menjadi 3 kelompok, yaitu :

- a. Mikropori, memiliki jari- jari yang tidak lebih dari 20 Å dan memiliki luas permukaan yang besarnya dapat mencapai 100 m²/g.
- b. Mesopori, memiliki jari- jari berkisar antara 20Å- 500 Å.
- c. Macropori, memiliki jari- jari lebih besar dari 500 Å.

- Volume Pori Total dan Radius Pori Rata- rata

Volume pori total ditentukan dari jumlah uap yang teradsorb pada tekanan relative yang mendekati satu, dengan asumsi bahwa pori-pori tersebut kemudian diisi dengan adsorbat cair.

Untuk analisis

- Distribusi Ukuran Pori

Penyebaran volume pori yang mengacu pada ukuran pori disebut distribusi ukuran pori. Hal ini secara umum diterima bahwa isotherm desorpsi lebih cocok dari isotherm adsorpsi untuk menghitung distribusi ukuran pori dari adsorben. Cabang desorpsi dari isotherm, untuk volume gas yang sama, menunjukkan tekanan relative yang lebih rendah dihasilkan dari kondisi energi bebas yang lebih rendah. Dengan demikian desorpsi isotherm lebih mendekati keadaan termodinamika yang sebenarnya [Hasanuddin, 1998].

Autosorb memiliki kemampuan menggunakan percabangan dari isotherm untuk perhitungan. Karena nitrogen banyak digunakan dalam mempelajari adsorpsi gas, maka dapat digunakan sebagai adsorbat untuk distribusi ukuran pori [Hasanuddin, 1998].

- Analisis Mikropori

Pada autosorb terdapat empat pendekatan yang berbeda dalam analisis mikropori. Jika tidak ada single treatment tersedia dalam berbagai situasi, maka user bebas untuk analisis yang paling sesuai dengan situasi material yang diberikan. [Hasanuddin, 1998]

Autosorb menggunakan metode-*t Halsey* atau *de Boer* untuk menentukan volume mikropori didalam keberadaan mesopori. Teknik tersebut melibatkan pengukuran nitrogen yang teradsorb oleh sampel pada berbagai variasi harga tekanan rendah. Plot-*t* adalah sebuah plot volume gas teradsorb terhadap *t*, ketebalan statistik dari lapisan teradsorb. Di dalam Autosorb, harga *t* dihitung sebagai fungsi dari tekanan relatif dengan menggunakan persamaan *de Boer* berikut ini [Hasanuddin, 1998]:

$$t (\text{\AA}) = \left[\frac{13.99}{\log\left(\frac{P_0}{P}\right) + 0.034} \right]^{1/2}$$

atau dengan menggunakan persamaan *Halsey*, berikut ini :

$$t (\text{\AA}) = 3.54 \left[\frac{5}{2.03 \log\left(\frac{P_0}{P}\right)} \right]^{1/3}$$

Jenis plot-*t* dapat dilihat pada gambar berikut ini :

2.7.2 Karakterisasi Metode XRD

X-Ray diffraction adalah suatu metode karakterisasi yang menggunakan sinar X dalam pengoperasiannya. Prinsip dari karakterisasi dengan sinar X adalah dengan adanya refleksi terhadap bidang kristal tertentu, dan didasari bahwa setiap bahan selalu menghasilkan pola difraksi yang tertentu, baik ketika masih berupa bahan murni ataupun ketika sudah berada dalam suatu campuran.

Keuntungan dari metode karakterisasi XRD ini adalah identifikasi terhadap suatu bahan akan memberikan hasil analisis terhadap kehadiran bahan tertentu sebagaimana yang terdapat dalam sampel, bukan hanya elemen konstituen kimianya saja. Namun demikian, metode ini tidak mampu menampilkan sifat- sifat katalis yang diperlukan untuk katalis- katalis yang bersifat bukan kristal.

Metode yang paling banyak digunakan untuk mengidentifikasi dan karakterisasi suatu bahan adalah Powder Method, alatnya sendiri telah banyak digunakan dengan nama Powder X-Ray Diffraction. Alasan yang mendasari banyaknya karakterisasi dengan menggunakan metode ini adalah kemudahan dalam melakukannya. Langkah- langkah yang dilakukan untuk karakterisasi dengan powder XRD adalah sebagai berikut :

1. Sampel yang akan diamati disiapkan dalam bentuk serbuk, agar dapat dianalisa dengan menggunakan Powder XRD
2. Serbuk tersebut ditembak dengan sinar X, dimana selama penembakan serbuk kristal mikroskopik akan dikoreksi dengan setiap refleksi yang mungkin.
3. Untuk sinar terefleksi tunggal yang berasal dari sinar X dipantulkan pada bidang dengan sudut 2θ yang akan memberikan lokasi sinar terefleksi untuk semua orientasi kristal yang mungkin, dan direkam pada *flat plate*.
4. Hasil rekaman akan dikarakterisasi secara komplit

Metode XRD akan menghasilkan suatu bentuk kurva yang didapat dari hasil identifikasi terhadap bahan- bahan yang terkandung dalam sampel katalis, sehingga bahan- bahan apa saja yang terdapat dalam sampel akan dapat diketahui, dengan melihat puncak- puncak

yang terdapat pada hasil spectrum XRD-nya [Jenkins, R. 1988. Philips Co dalam Hasanuddin. 1998].

Kristalinitas dapat juga ditentukan dengan XRD melalui perbandingan intensitas atau luasan peak sampel dengan intensitas atau luasan peak standar yang ditunjukkan pada persamaan berikut ini:

$$\text{Kristalinitas} = \frac{\text{intensitas peak hkl sampel}}{\text{intensitas peak hkl standar}} \times 100\%$$

Lebar peak XRD adalah merupakan fungsi dari ukuran partikel, maka ukuran kristal (*crystallite size*) dinyatakan dalam persamaan Scherrer berikut :

$$\text{Ukuran kristalinitas} = \frac{K\lambda}{B \cos \Theta}$$

Dimana K= 1.000, B adalah FWHM sudut puncak yang dipilih, λ adalah panjang gelombang pada 0.154 nm. Teknologi XRD ini juga mempunyai kemampuan untuk mengidentifikasi dan menentukan besarnya bagian fasa dalam padatan, film tipis, dan sampel multi fasa [Nasikin, M dan Susanto, Bambang Heru, 2010].

Karakteristik yang paling penting dari katalis logam berpenyangga adalah :

1. Ukuran dan dispersi kristal, yang merupakan fraksi atau jumlah bagian atom logam yang berhubungan dengan jumlah situs aktif.
2. Distribusi didalam granul penyangga, yang menentukan akses ke situs- situs aktif.
3. Rasio antar permukaan kristal, yang mempunyai peran penting dalam reaksi sebagai struktur yang sensitif.

2.7.3 Karakterisasi Metode *Scanning Electron Microscopy*

SEM membaca suatu permukaan sampel dengan suatu alat pembaca electron (5-50 kV). Elektron didevisiasikan atau diemisikan, menghasilkan gambar pada tabung sinar katoda, di- *scan* secara menyeluruh dengan sinar. Pembesaran 20 – 50,000 kali mungkin dilakukan dengan resolusi sebesar 5 nm. Suatu area dengan kedalaman yang besar dan struktur yang sangat tidak teratur dapat diketahui dengan efek tiga dimensi.

SEM merupakan alat yang baik digunakan untuk mempelajari topografi secara keseluruhan. Keterbatasan resolusi membuat teknik terbatas bagi kristal yang lebih besar daripada 5 nm. Diatas level ini, bentuk, ukuran, dan distribusi ukuran mudah untuk dilakukan . Investigasi SEM telah dibuat pada banyak system dan berguna juga untuk studi struktur pori [Nasikin. M dan Susanto.B.Heru, 2010].

2.7.4 FT-IR

FT-IR memberikan informasi karakteristik katalis di permukaan dalam hal struktur oksida logam. Posisi *bands* atau *peak* menunjukkan ikatan logam- oksigen yang sebenarnya. Metode karakterisasi ini dapat juga memberikan sifat- sifat suatu situs permukaan terhadap molekul probe tertentu, sehingga interaksi antar molekul dan reaktifitas permukaan dapat dipelajari. Bahkan mekanisme reaksi dapat diperoleh dari metode ini dengan melakukan karakterisasi di tempat (*in situ*) [Istadi, 2004].

Prinsip kerja FTIR ini adalah : energi inframerah diemisikan dari sumber dan berjalan melalui bagian optik dari spektrometer. Gelombang sinar kemudian berjalan melewati interferometer dimana sinar tersebut dipisahkan dan digabungkan lagi untuk menghasilkan

suatu pola interferensi. Setelah itu gelombang sinar ditransmisikan dan diukur oleh detektor. Detektor kemudian menghasilkan suatu interferogram, suatu daerah yang menggambarkan pola interferensi. *Analog Digital Converter* (ADC) kemudian mengubah pengukuran tersebut menjadi suatu format digital yang dapat digunakan oleh komputer. Suatu *Fast Fourier Transform* (FFT) mengubah interferogram menjadi suatu pita spektrum tunggal (*single-beam spectrum*) [Budi Cahyadi, 2000].

Untuk analisis FT-IR dapat menggunakan teknik film KBr dimana sampel katalis dicampur dengan KBr dengan perbandingan tertentu kemudian dibuat film tipis. Spectrum IR dilakukan dengan mode absorbansi pada 298 K dengan panjang gelombang 4000- 400 cm^{-1} dengan resolusi 2 cm^{-1} . Tenaga eksitasi dapat divariasikan (25-599 mw) tergantung pada sampel [Istadi, 2004].

2.8 Minyak Jarak

Minyak jarak adalah minyak hasil ekstraksi biji tanaman jarak pagar (*Jatropha curcas* Linn) dengan menggunakan mesin pengepres minyak. Tanaman ini termasuk famili *Cuphorbiaceae*, genus *Jatropha*, dan spesies *Jatropha curcas*. Tanaman ini dapat tumbuh dengan cepat hingga mencapai ketinggian 3-5 meter dan tahan terhadap kekeringan.

Saat ini, minyak jarak mulai diperhatikan sebagai bahan baku pembuatan bahan bakar bio. Minyak jarak ini dipilih sebagai bahan baku pembuatan bahan bakar bio karena tidak dapat dimakan sehingga penggunaannya tidak bersaing dengan kebutuhan pangan.

Struktur kimia dari minyak jarak pagar terdiri dari trigliserida dengan rantai asam lemak yang lurus (tidak bercabang), dengan atau tanpa rantai karbon tak jenuh, mirip dengan CPO. Berikut adalah kandungan asam lemak dalam minyak jarak (Akintayo, E.T. 2004)

Tabel 2.5 Kandungan asam lemak minyak biji jarak

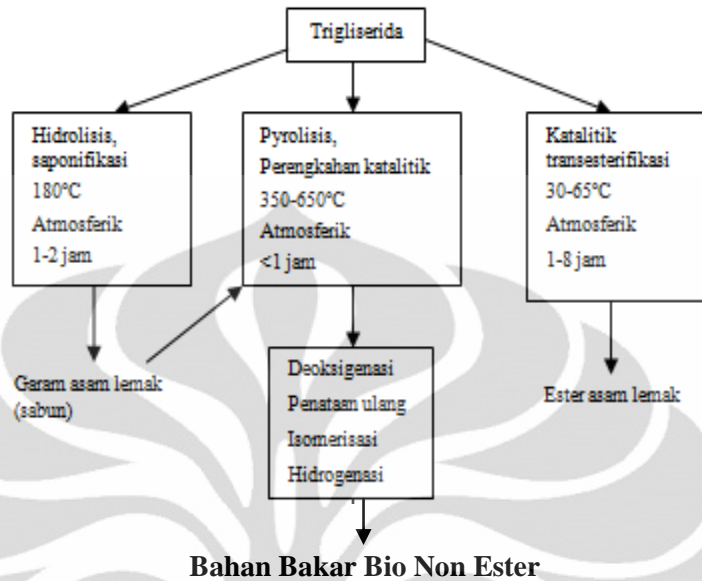
Asam Lemak	Komposisi (%)
Asam Palmitat	19,5 ± 0,8
Asam Stearat	6,8 ± 0,6
Asam Oleat	41,3 ± 1,5
Asam Linoleat	31,4 ± 1,2

Sumber :Akintayo, E.T. 2004. Charateristic and composition of Parkia biglobbossa and Jatropha oils and cake. *Bioresource technology*, p. 307-310

Trigliserida pada minyak nabati berpotensi menjadi sumber bahan bakar atau hidrokarbon dibawah kondisi proses yang tepat (Bressler et.al, 2006). Hal ini dikarenakan trigliserida mempunyai rantai hidrokarbon panjang seperti yang terkandung dalam minyak bumi. Hidrokarbon inilah yang ingin didapat dari pemrosesan senyawa trigliserida. Pada proses perengkahan, ikatan pada asam lemak inilah yang akan direngkash sehingga menghasilkan biooil.

2.9 BioOil

BioOil merupakan bahan bakar bio yang mempunyai potensi untuk menggantikan bahan bakar fossil dan juga berkontribusi dalam mengurangi emisi gas CO₂ [Kubicka. D., et.al., 2008]. Terdapat beberapa cara yang dapat digunakan untuk mendapatkan bahan bakar bio ini. Salah satu cara untuk memproduksi biooil adalah melalui proses termokimia. Aplikasi panas terhadap biomass akan menghasilkan produk pirolisis dengan fraksi gas, liquid, dan juga solid tergantung dari kondisi pirolisisnya. Liquid atau fraksi oil biasanya disebut *pyrolytic oil* atau *bio-oil*. [Maher and Bressler, 2006].



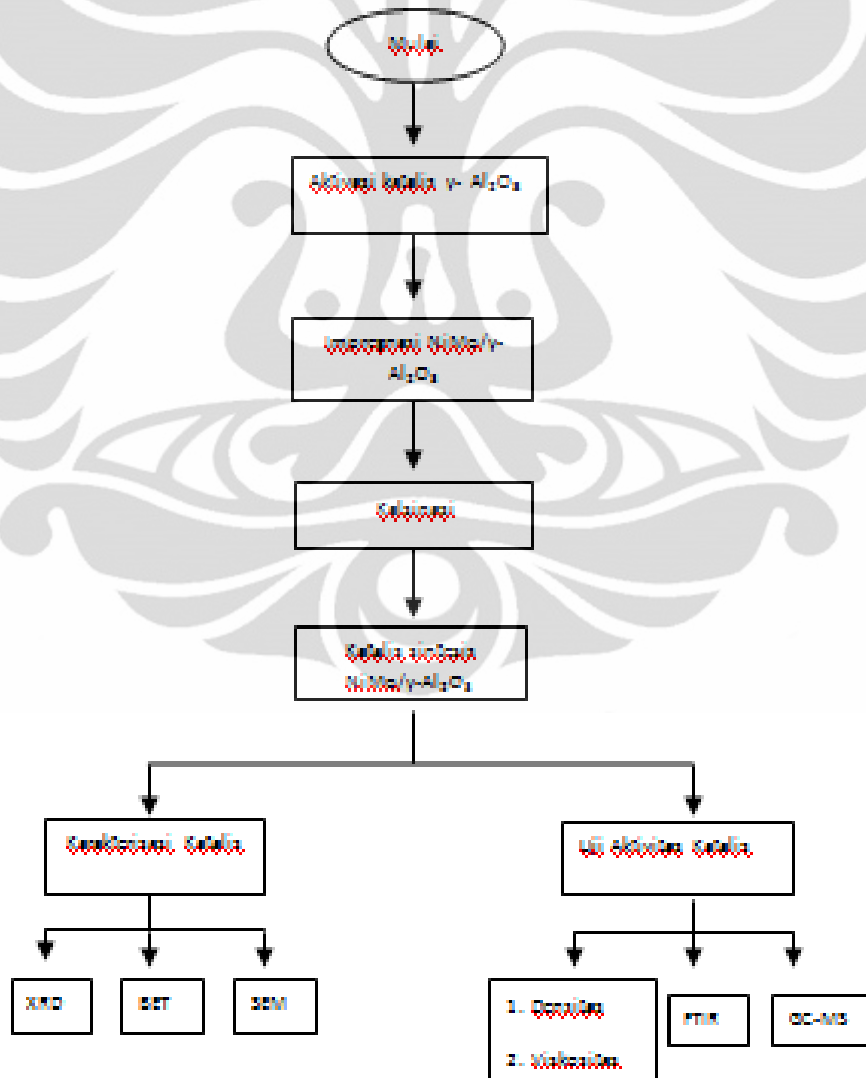
Gambar 2.3 Proses Konversi Trigliserida menjadi Bahan Bakar Bio

Pyrolysis oil mengandung campuran kompleks komponen organik dan air. Produk ini memiliki sifat asam, viskositas yang tinggi, korosif, panas yang tidak stabil, oksigenasi yang tinggi sehingga dapat menimbulkan masalah pada kendaraan bila langsung digunakan. Untuk mengatasinya diperlukan proses *up-grading pyrolysis oil* seperti menghilangkan oksigen pada oil sebelum produk ini digunakan sebagai bahan bakar [Katikaneni et al., 1995c dalam Maher and Bressler, 2006 ; Putun. E., et.al 2005].

BAB 3

METODE PENELITIAN

Dalam bab ini, akan disajikan prosedur penelitian yang dilakukan untuk mendapatkan katalis NiMo/ γ -Al₂O₃ melalui metode impregnasi dan kalsinasi. Diagram alir penelitian ini dapat digambarkan sebagai berikut:



Gambar 3.1 Diagram Penelitian

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

- Beaker glass
- Magnetic stirrer
- Pipet tetes
- Gelas Ukur
- Analytical balance
- Hotplate stirrer
- Furnace
- Oven
- XRD
- BET
- SEM

3.1.2 Bahan

- γ -Al₂O₃
- *Ammonium Heptamolybdate Tetrahydrate*
- Ni(NO₃)₂·6H₂O
- H₃PO₄ 85%
- Aqua Demin

3.2 PROSEDUR PENELITIAN

3.2.1 Pengukuran Volum Pori

Pengukuran volum pori penyangga diukur berdasarkan jumlah air yang dapat diserap oleh penyangga. Pengukuran volum pori penyangga dilakukan dengan prosedur sebagai berikut :

- Merendam $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan aqua demin hingga gelembung- gelembung udara yang ada hilang.
- Meniriskan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang telah direndam kemudian mengeringkan permukaan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$
- Menimbang berat basah $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ setelah permukaannya dikeringkan
- Melakukan pengeringan kembali di dalam oven dengan temperature 120°C hingga didapatkan berat kering yang konstan. Penimbangan dilakukan tiap 1 jam.

$$\text{Volume pori} = \frac{[\text{Berat } \gamma\text{Al}_2\text{O}_3 \text{ basah}] - [\text{Berat } \gamma\text{Al}_2\text{O}_3 \text{ kering}]}{\text{Densitas air pada saat perendaman}}$$

3.2.2 Aktivasi Penyangga

- Memanaskan katalis penyangga $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ di dalam oven hingga temperature 120°C selama 2 jam
- Mengeluarkan katalis penyangga $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dari oven dan didinginkan pada suhu ruang

3.2.3 Tahap Impregnasi

1. Membuat larutan impregnan :

- Melarutkan 2 g *Ammonium Heptamolybdate Tetrahydrate* dalam 4,61 ml aquademin dengan bantuan pengadukan (terbentuk larutan 1).
- Larutan 1 kemudian ditambahkan 0,86 g H_3PO_4 sambil diaduk (terbentuk larutan 2).
- 1,25 g $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ kemudian ditambahkan kedalam larutan 2 kemudian diaduk.

2. Larutan impregnan yang telah terbentuk kemudian diteteskan pada $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ aktif, sambil diaduk.

3. Padatan yang diperoleh dikeringkan menggunakan oven pada temperature 120°C selama 16 jam, diperoleh sampel NiMo/ γ -Al₂O₃.

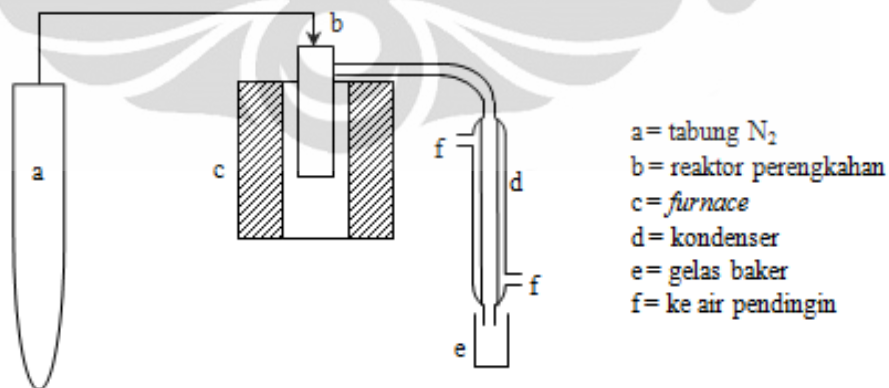
3.2.4 Tahap Kalsinasi

Pada tahap ini dilakukan kalsinasi dengan dua suhu yang berbeda, yaitu :

1. Pada padatan sampel NiMo/ γ -Al₂O₃ yang telah dikeringkan, kemudian dikalsinasi pada temperatur 460 °C selama 4 jam.
2. Pada padatan sampel NiMo/ γ -Al₂O₃ yang telah dikeringkan, kemudian dikalsinasi pada temperatur 600 °C selama 5 jam

3.3 Tahap Perengkahan Minyak Jarak

1. Menyusun rangkaian reaktor seperti gambar 3.2 dengan katalis dan minyak jarak sudah berada dalam tabung reaktor
2. Mengalirkan gas N₂ ke dalam reaktor untuk mengeluarkan gas-gas yang tersisa di rangkaian
3. Memanaskan reaktor hingga suhu yang diinginkan
4. Menampung produk *bio-oil* yang telah terkondensasi dalam gelas ukur
5. Mengukur waktu hingga reaksi selesai dalam waktu yang telah ditentukan



Gambar 3.2 Skema Reaktor Eksperimen Perengkahan

3.4 Tahap Analisis

Sampel- sampel katalis yang telah terbentuk diujikan pada tahap analisis ini dengan menggunakan instrument XRD, SEM dan BET kemudian dilakukan uji aktivasi pada katalis sintesis ini melalui reaksi pirolisis minyak jarak.

3.4.1 Penentuan Densitas

Pengukuran densitas dilakukan untuk menganalisis perubahan densitas yang terjadi pada produk hasil pirolisis dengan menggunakan katalis NiMo/ γ -Al₂O₃ sintesis, produk hasil pirolisi tanpa katalis dan juga membandingkannya dengan minyak jarak. Prosedur pengukuran densitas adalah sebagai berikut :

1. Melakukan kalibrasi volume piknometer dengan cara :
 - Menimbang piknometer kosong dan mencatat beratnya
 - Memasukkan air kedalam piknometer sampai batas sampel
 - Menutup piknometer dan pastikan tidak ada gelembung udara
 - Menimbang dan mencatat piknometer yang telah berisi air
 - Menghitung volume piknometer dengan cara :

$$V_{\text{piknometer}} = \frac{(\text{massa piknometer + air}) - (\text{massa piknometer kosong})}{\rho \text{ air pada } 27 \text{ } ^\circ\text{C}}$$

2. Membersihkan piknometer dan pastikan piknometer kering
3. Memasukkan sampel ke dalam piknometer sampai batas sampel
4. Menutup piknometer dan pastikan tidak ada gelembung udara
5. Menimbang dan mencatat berat piknometer yang telah berisi sampel.

3.4.2 Penentuan Viskositas (ASTM D 445)

Penentuan viskositas dilakukan dengan menggunakan viscometer Ostwald 500 dan mencatat waktu yang diperlukan suatu fluida untuk mencapai batasan tertentu. Prosedur yang dilakukan dalam penentuan viskositas adalah sebagai berikut :

1. Memasukkan sampel hingga tiga perempat bagian reservoir besar terisi

2. Menghisap sampel kedalam reservoir kecil hingga melewati tanda batas atas.
3. Mengukur waktu yang dibutuhkan oleh sampel untu mengalir dalam reservoir kecil dari batas atas hingga batas bawah, dengan cara melonggarkan penghisap karet secara pelan- pelan agar permukaan sampel turun. Pengukuran waktu dimulai ketika permukaan sampel mulai menyentuh batas atas dan dihentikan ketika permukaan sampel menyentuh batas bawah

3.5 Pengolahan Data

1. Hasil uji XRD dapat menentukan ukuran kristalinitas dari sampel yang diujikan. Ukuran kristalinitas dapat dihitung dengan menggunakan rumus berikut ini :

$$D = \frac{K\lambda}{B \cos \Theta}$$

Dimana : D = ukuran kristalinitas,

K = 1.5,

λ = panjang gelombang sinar-X yang digunakan,

Θ = sudut Bragg

B = FWHM satu puncak yang dipilih.

2. Sampel katalis dikarakterisasi dengan menggunakan BET untuk mengetahui luas permukaan, ukuran pori dan volume pori.
3. Sampel katalis dikarakterisasi dengan menggunakan SEM
4. Uji aktivitas katalis dengan uji Densitas, Viskositas, FTIR, dan GC-MS

4.1 Penentuan Densitas

Densitas dapat dihitung dengan menggunakan persamaan sebagai berikut :

$$\rho = \frac{m_1 - m_0}{V_{\text{piknometer}}}$$

Dengan : ρ = densitas (g/cm^3)

m_1 = massa piknometer + sampel

m_2 = massa piknometer kosong

V_{pikno} = volume piknometer

4.2 Penentuan Viskositas

Viskositas dapat dihitung dengan menggunakan persamaan sebagai berikut :

$$\frac{\mu_1}{\mu_2} = \frac{\rho_1 t_1}{\rho_2 t_2}$$

Dengan : ρ_1 = densitas senyawa referensi

ρ_2 = densitas sampel

μ_1 = viskositas senyawa referensi

μ_2 = viskositas sampel

t_1 = waktu senyawa referensi melewati viscometer

t_2 = waktu sampel melewati viscometer

4.3 Analisis FTIR

Analisis FTIR dilakukan untuk mengetahui jenis ikatan kimia yang terdapat pada produk pirolisis. Hasil yang diperoleh dari analisis FTIR ini adalah berupa grafik yang terdiri dari berbagai macam peak dengan

panjang gelombang dan nilai absorbansi yang berbeda. Nilai absorbansi ini menunjukkan jenis ikatan kimia yang terdapat pada produk pirolisis.

4.4 Analisis GC-FID

Hasil yang diperoleh dari analisis GC-FID adalah berupa puncak yang dapat diidentifikasi secara kuantitatif dan kualitatif untuk menentukan senyawa apa saja yang terkandung dalam sampel tersebut.



BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Pembuatan Katalis

Pembuatan katalis ini dilakukan dengan metode impregnasi karena merupakan metode yang paling mudah dan paling umum digunakan dalam pembuatan katalis.

4.1.1 Aktivasi Penyangga $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$

Penyangga alumina yang digunakan pada penelitian ini merupakan penyangga komersial. Sebelum penyangga ini diimpregnasi, terlebih dahulu dilakukan aktivasi penyangga dengan cara dilakukan pengeringan di dalam *furnace* pada suhu 120 °C selama 2 jam. Pengeringan ini bertujuan untuk menghilangkan air yang terperangkap dalam pori-pori penyangga sehingga proses difusi larutan impregnan dapat berlangsung dengan efektif.

4.1.2 Pembuatan Larutan Impregnan

Pada penelitian ini dilakukan pembuatan larutan impregnan dengan basis *ammonium heptamolybdate* sebagai sumber molybdenum. Larutan impregnan yang dibuat harus stabil agar fasa aktif dapat masuk ke dalam katalis penyangga dengan baik. Kestabilan larutan impregnan ini dapat diketahui dengan tidak terjadi endapan molybdenum pada larutan impregnan tersebut. Molybdenum memiliki kelarutan yang cukup rendah, sehingga diperlukan perlakuan khusus untuk menjaga agar larutan yang mengandung molybdenum tidak mengendap selama waktu tertentu. Begitu juga dengan *ammonium heptamolybdate tetrahydrate* yang memiliki kelarutan yang rendah dan relatif tidak stabil sehingga dibutuhkan suatu zat tambahan yang dapat meningkatkan kelarutan *ammonium heptamolybdate tetrahydrate* dalam air.

Untuk meningkatkan kelarutan *ammonium heptamolybdate tetrahydrate* dalam air, pada penelitian ini ditambahkan aditif . penambahan aditif ini sangat mempengaruhi beberapa hal seperti sifat permukaan penyangga dan kestabilan penyangga. Pada penelitian ini ditambahkan asam fosfat sebagai aditifnya. Semakin tinggi jumlah asam fosfat dalam larutan impregnasi, maka kekuatan fisik katalis akan semakin tinggi, namun molekul- molekul asam fosfat ini akan menutupi molekul promotor sehingga dapat menurunkan aktivitas katalis. Berdasarkan literatur, diketahui jumlah fosfat yang ditambahkan pada katalis maksimum adalah sebanyak 0,5%-wt [Sun, 2003] sehingga pada penelitian ini digunakan asam fosfat sebesar 0,86 g.

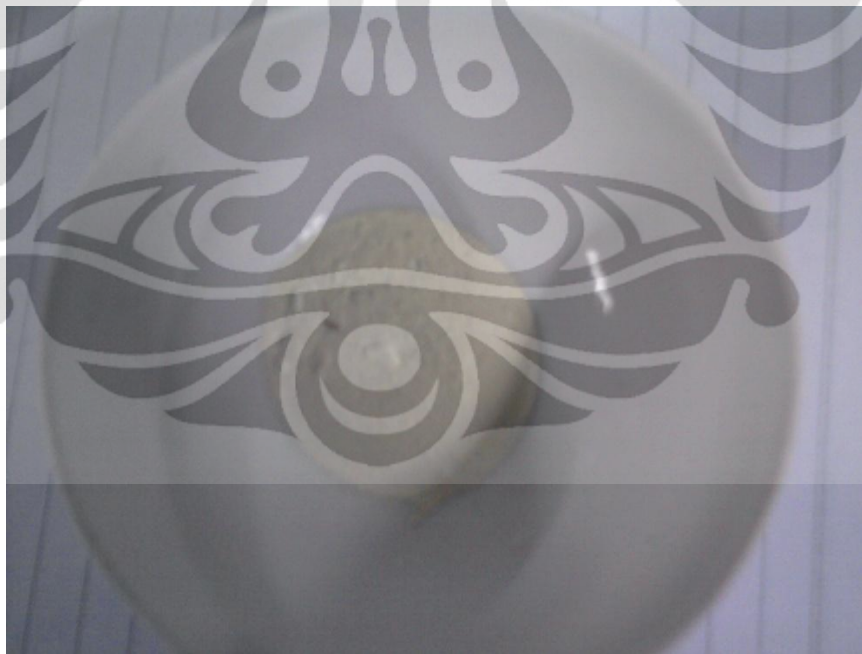
Pada penelitian ini digunakan volum larutan impregnan sebesar 1,3 kali volum pori penyangga. Hal ini dilakukan berdasarkan literatur yang menyebutkan bahwa dengan volum larutan impregnan sebesar 1,3 kali volum pori penyangga maka penyangga akan terbasahi secara merata, begitu pula dengan warna katalis yang dihasilkan. Bila digunakan volum larutan impregnan sebesar 1,5 kali maka warna katalis yang dihasilkan kurang merata, sementara bila dilakukan volum larutan impregnan sebesar 1,1 kali volum pori penyangga, terdapat beberapa bagian penyangga yang belum terbasahi.

4.1.3 Impregnasi dan Kalsinasi

Setelah dihasilkan larutan impregnan maka ditambahkan 4,22 g γ -Al₂O₃ aktif yang kemudian diaduk dan dipanaskan pada temperatur 80° C hingga kering kemudian dilakukan proses kalsinasi pada suhu 480° C selama 4 jam dan 600° C selama 5 jam. Sebelumnya dipanaskan terlebih dahulu pada temperatur 120° C selama 16 jam. Gambar 4.1 dan 4.2 menunjukkan katalis NiMo/ γ -Al₂O₃ sintesis yang dihasilkan.



Gambar 4.1 Katalis NiMo/ γ -Al₂O₃ pada suhu kalsinasi 480 °C

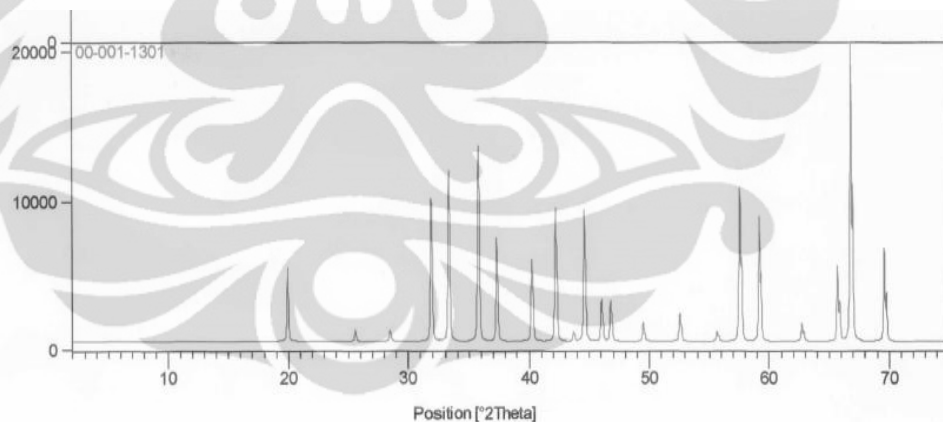


Gambar 4.2 Katalis NiMo/ γ -Al₂O₃ pada suhu kalsinasi 600 °C

4.2 Karakterisasi Katalis NiMo/ γ -Al₂O₃

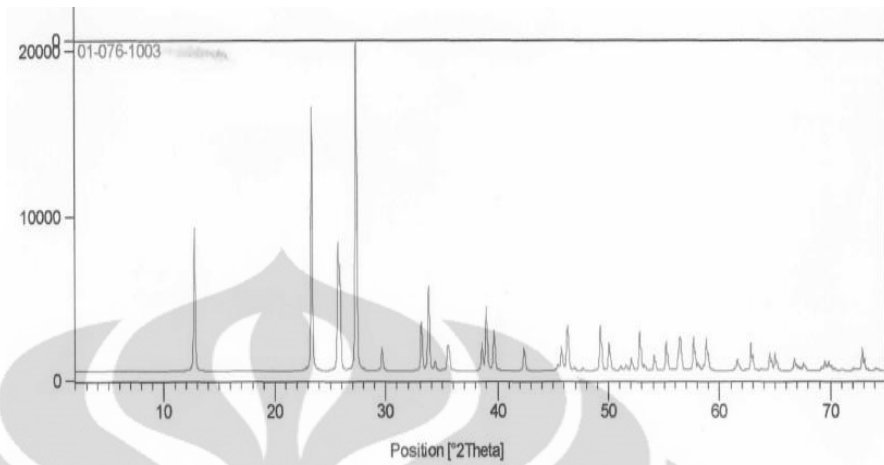
4.2.1 Karakterisasi Katalis NiMo/ γ -Al₂O₃ dengan XRD

Struktur kristal katalis diuji dengan menggunakan X-Ray Diffraction (XRD). Penggunaan sinar-X untuk analisis struktur padatan didasarkan atas fakta bahwa gelombang dapat mengalami fenomena difraksi pada saat berinteraksi dengan sistem (pusat difraksi) yang memiliki jarak celah (kisi) sesuai dengan panjang gelombang sinar pendifraksi. Sinar-X monokromatik direfleksikan sesuai dengan panjang gelombang sinar pendifraksi. Sinar-X monokromatik direfleksikan oleh sampel dengan garis difraksi yang dihasilkan dari dimensi bidang kristal yang berulang. Tiap-tiap kristal memberikan pola khusus, sehingga posisi puncak dalam difraktogram merupakan petunjuk akan kehadiran senyawa tertentu. Berikut ini adalah difraktogram dari katalis NiMo/ γ -Al₂O₃ sintesis.



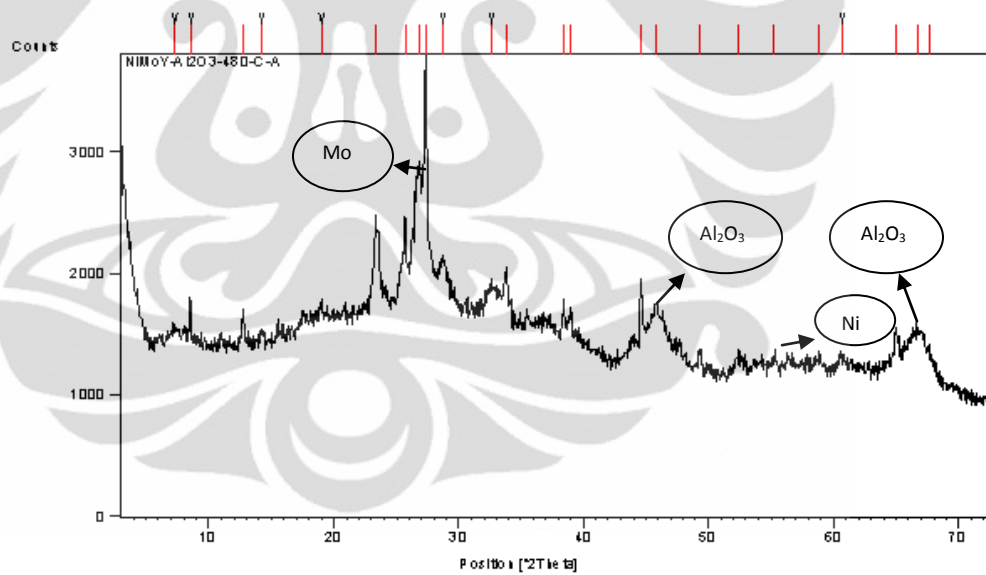
Gambar 4.3 Difraktogram katalis γ -Al₂O₃

Sumber : Lemigas. 2004

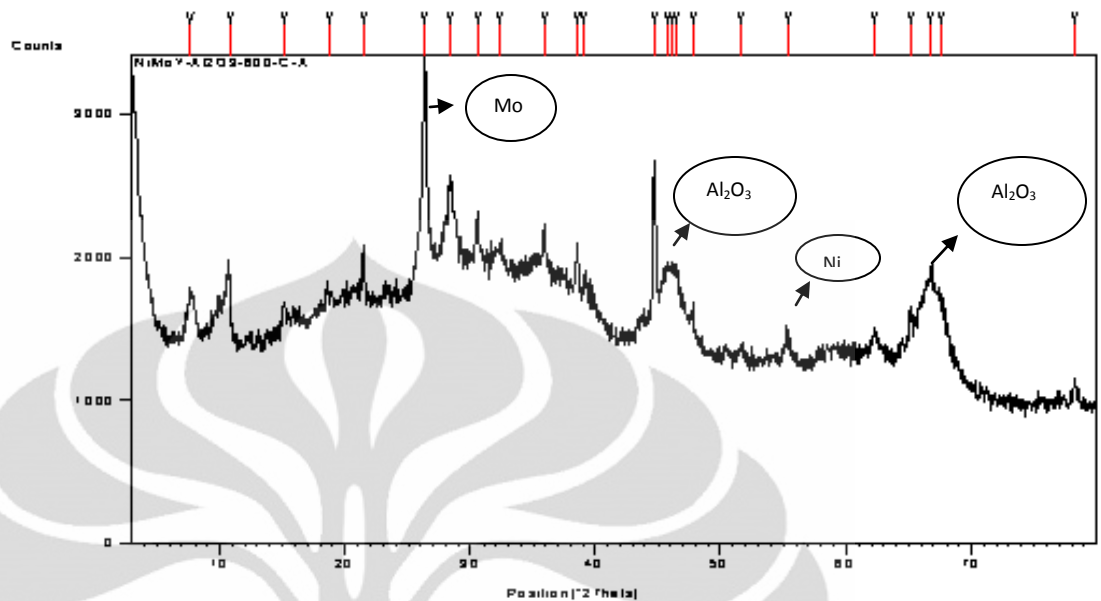


Gambar 4.4 Difraktogram Molybdenum

Sumber : Lemigas. 2011



Gambar 4.5 Difraktogram katalis NiMo/ γ - Al_2O_3 pada suhu kalsinasi 480 °C



Gambar 4.6 Difraktogram katalis NiMo/ γ -Al₂O₃ pada suhu kalsinasi 600 °C

Gambar 4.3 menunjukkan difraktogram yang dihasilkan oleh penyangga alumina komersial. Gambar tersebut menunjukkan beberapa puncak γ -Al₂O₃ pada $2\Theta = 37^\circ$, 46° , dan 67° . Berdasarkan difraktogram yang ditunjukkan pada gambar 4.2 pada $2\Theta = 37^\circ$, 46° , dan 67° terlihat peak-peak rapat yang menunjukkan katalis γ -Al₂O₃ yang mengalami impregnasi dengan NiMo pada suhu kalsinasi 480 °C ini membentuk amorf.. Sementara, untuk molybdenum pada gambar 4.4 beberapa peak ditunjukkan pada posisi $2\Theta = 23,3^\circ$; $25,7^\circ$, dan $27,3^\circ$ dengan pemisahan puncak-puncak yang jelas dan intensitas ketajaman puncak yang tinggi. Peak-peak ini sesuai dengan literatur yang ditunjukkan pada gambar 4.4. Nikel ditunjukkan pada peak di sekitar 46° dan 52° . Dari difraktogram yang ditunjukkan pada gambar 4.3 dan 4.4 terdapat perbedaan intensitas. Intensitas katalis dengan suhu kalsinasi 600° C lebih tinggi dari pada katalis dengan suhu kalsinasi 480° C. Berdasarkan literatur, intensitas relatif merupakan parameter yang menunjukkan jumlah atau banyaknya bidang kristal yang terukur. Jadi pada

katalis NiMo/ γ -Al₂O₃ dengan suhu kalsinasi 600° C memiliki jumlah kristal yang lebih banyak dari katalis NiMo/ γ -Al₂O₃ dengan suhu kalsinasi 480° C.

Ukuran butir kristal dihitung dengan menggunakan persamaan *Scherrer*, analisis lebar setengah puncak (FWHM) yang digunakan untuk menghitung ukuran kristal dilakukan dengan bantuan software.

Tabel.4.1 Ukuran butir kristal yang terbentuk pada NiMo/ γ -Al₂O₃

Temperature (° C)	Ukuran Butir kristal NiMo/ γ -Al ₂ O ₃
480	252,006 nm
600	84,155 nm

Dari tabel 4.1 diketahui bahwa ukuran butir kristal menurun dengan bertambahnya temperatur. Menurut teori semakin besar temperatur maka ukuran butir nya akan meningkat. Hal ini diperkuat dengan pola difraksi sinar-X dimana ketika temperature dinaikkan, puncak difraksi yang muncul semakin tinggi dan tajam. Semakin tinggi temperaturnya maka lebar setengah puncak (FWHM) semakin kecil. Karena ukuran kristal berbanding terbalik dengan nilai FWHM, maka semakin kecil FWHM-nya ukuran kristal yang terbentuk semakin besar. Ukuran butir kristal yang meningkat dengan peningkatan temperatur disebabkan oleh semakin besar energi termal yang diterima oleh paduan katalis. Namun, pada penelitian ini terjadi penurunan ukuran butir kristal dengan meningkatnya temperatur, kemungkinan terjadi transformasi dari fasa kristal yang satu ke fasa kristal yang lain.

4.2.2 Karakterisasi Katalis NiMo/ γ -Al₂O₃ dengan BET

Metode BET adalah suatu prosedur yang digunakan untuk menentukan luas permukaan suatu zat (padatan). Pada penelitian ini digunakan adsorpsi gas N₂ untuk menentukan ukuran pori, volume pori, dan luas permukaan NiMo/ γ -Al₂O₃ sintesis. Perbandingan hasil karakterisasi BET ditunjukkan pada tabel 4.2.

Tabel 4.2 Hasil Karakterisasi dengan BET

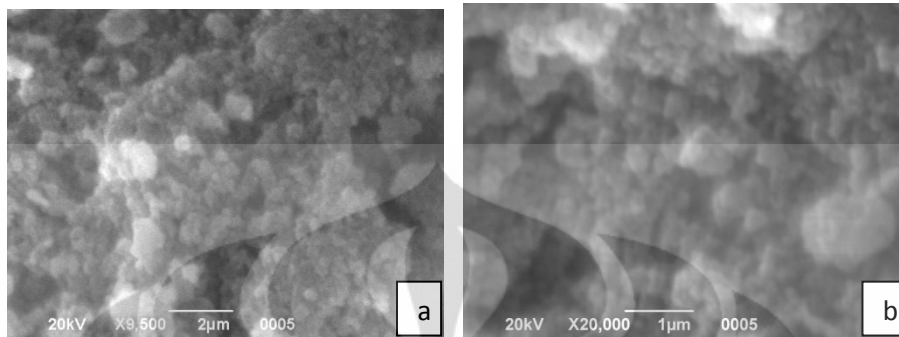
Katalis	Luas Permukaan (m²/g)	Volume Pori (cc/g)	Ukuran Pori (nm)
Al ₂ O ₃ komersial*	255	-	-
NiMo/Al ₂ O ₃ dengan suhu kalsinasi 480 °C	82,11	0,002413	10,67
NiMo/Al ₂ O ₃ dengan suhu kalsinasi 600 °C	110,84	0,0003041	10,97

Keterangan : * = diambil dari literatur

Dari tabel 4.2 dapat dikatakan bahwa ukuran pori NiMo/ γ -Al₂O₃ termasuk ukuran mesopori yaitu ukuran pori yang berkisar antara 2 nm – 50 nm. Bila dibandingkan dengan katalis γ -Al₂O₃ komersial maka katalis NiMo/ γ -Al₂O₃ sintesis mempunyai luas permukaan katalis yang jauh lebih kecil. Pada katalis NiMo/ γ -Al₂O₃ dengan suhu kalsinasi 480 °C terjadi penurunan 67,8% sementara pada katalis NiMo/ γ -Al₂O₃ dengan suhu kalsinasi 600 °C terjadi penurunan sebesar 56,53%. Hal ini dikarenakan terbentuknya oksida- oksida Mo, Ni, dan P selama proses kalsinasi. Oksida- oksida ini menempati ruang kosong pada permukaan Al₂O₃ sehingga luas permukaan katalis NiMo/ γ -Al₂O₃ akan lebih kecil.

Dari hasil karakterisasi BET ini diketahui bahwa dengan semakin besarnya suhu kalsinasi maka luas permukaan dan ukuran pori akan semakin besar, volume pori akan semakin kecil.

4.2.3 Karakterisasi Katalis NiMo/ γ -Al₂O₃ dengan SEM



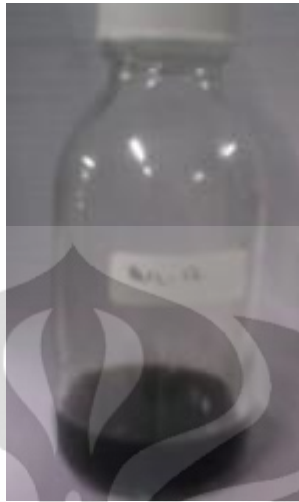
Gambar 4.7 SEM Katalis NiMo/ γ -Al₂O₃ Sintesis dengan Suhu Kalsinasi

(a) 480 °C (b) 600 °C

Berdasarkan foto SEM di atas diketahui bahwa agregat NiMo/ γ -Al₂O₃ sintesis dengan suhu kalsinasi 480 °C adalah sebesar 1 μ m dan 0,47 μ m untuk agregat katalis NiMo/ γ -Al₂O₃ dengan suhu kalsinasi 600 °C. Berdasarkan literatur, diketahui semakin kecil ukuran partikel maka akan semakin besar aktivitasnya, namun pada penelitian ini tidak didapatkan data ukuran partikel katalis sintesis melainkan ukuran agregat yang dimungkinkan karena perbesaran SEM yang dilakukan tidak cukup besar.

4.3 Uji Aktivitas Katalis NiMo/ γ -Al₂O₃

Untuk menguji aktivitas katalis NiMo/ γ -Al₂O₃ sintesis ini, katalis diujikan pada reaksi pirolisis minyak jarak. Hasil dari pirolisis ini diujikan dengan menggunakan FTIR dan GC. Selain itu, juga dilakukan uji viskositas dan juga uji densitas terhadap biooil produk pirolisis dengan menggunakan katalis NiMo/ γ -Al₂O₃. Biooil yang terbentuk dengan menggunakan katalis sintesis ini berwarna hitam.



Gambar 4.8 Biooil dengan Katalis NiMo/ γ -Al₂O₃

4.3.1 Uji Viskositas dan Densitas

Pada penelitian ini dilakukan pengujian densitas dan viskositas terhadap biooil yang terbentuk. Data pengujian densitas dan viskositas biooil dapat dilihat pada tabel berikut ini:

Tabel 4.3 Perbandingan uji fisik antara minyak jarak, solar komersial, dan biooil.

	Densitas (g/cm ³)	Viskositas (cP)
Minyak jarak	0,911*	40,5*
Solar komersial	0,822*	3,5*
Biooil tanpa katalis	0,8990	14,0615
Biooil dengan 10% katalis NiMo/ γ -Al ₂ O ₃ dengan suhu kalsinasi 480 °C	0,8821	9,812
Biooil dengan 10% katalis NiMo/ γ -Al ₂ O ₃ dengan suhu kalsinasi 600 °C	0,8869	9,933

Keterangan : * = berdasarkan literatur

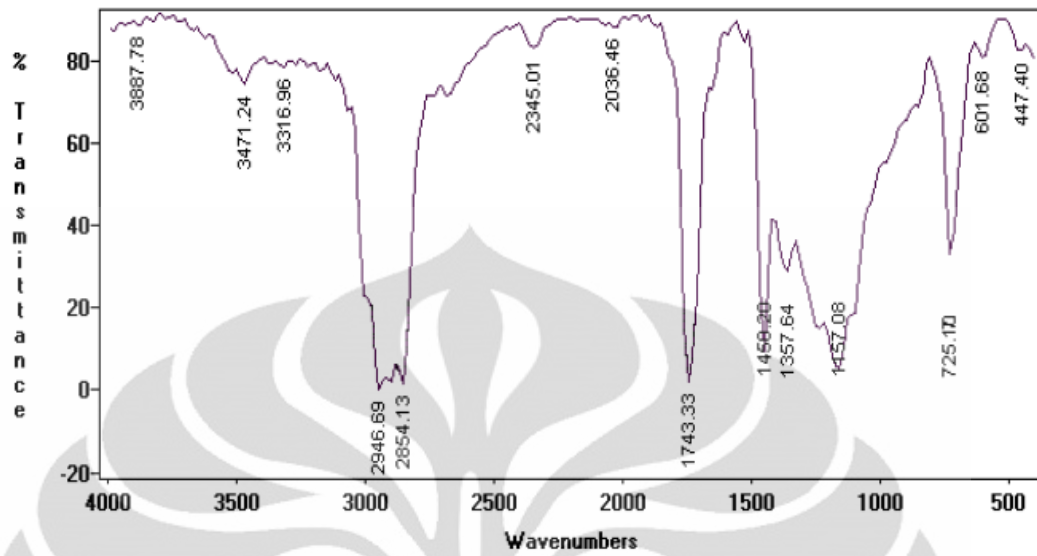
Dari tabel 4.3 diatas menunjukkan bahwa densitas dan viskositas biooil dengan menggunakan katalis NiMo/ γ -Al₂O₃ dengan suhu kalsinasi 480 °C lebih

kecil dibandingkan dengan densitas dan viskositas dengan katalis NiMo/ γ -Al₂O₃ dengan suhu kalsinasi 600 °C sehingga untuk uji FTIR dan GC digunakan produk ini.

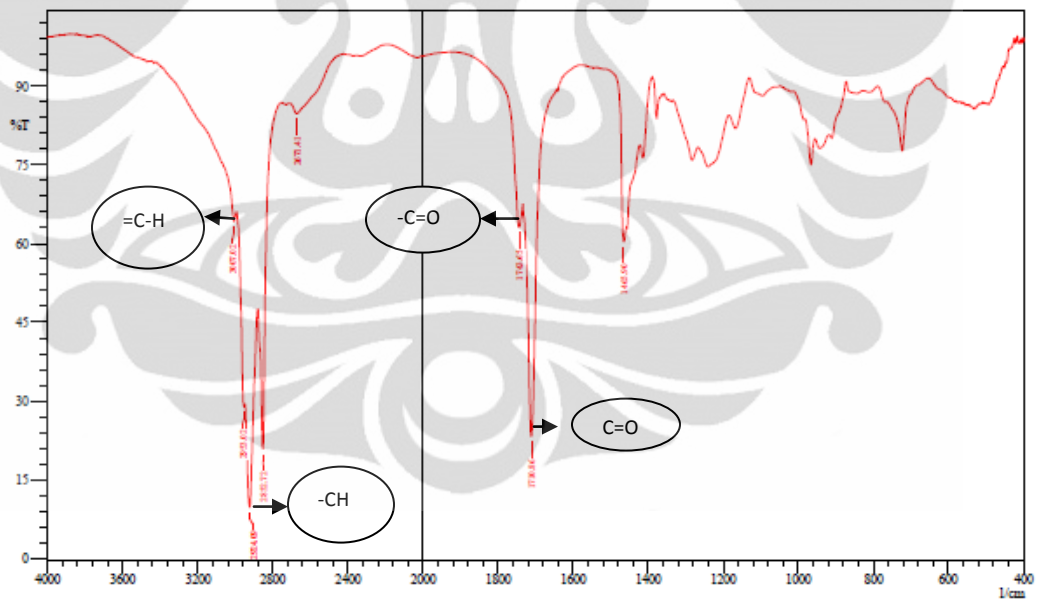
Berdasarkan tabel 4.3 dapat dilihat bahwa semakin ringan densitas minyak yang dihasilkan, maka viskositasnya akan semakin tinggi. Viskositas ini dipengaruhi oleh suhu, semakin tinggi suhu maka viskositas sampel akan semakin kecil. Selain itu juga dapat diketahui dari tabel 4.3 bahwa telah terjadi penurunan viskositas dan densitas biooil dibandingkan dengan minyak jarak. Hal ini membuktikan telah terjadi perengkahan, dimana molekul hidrokarbon dengan rantai yang lebih panjang terenkah menjadi molekul hidrokarbon dengan rantai yang lebih pendek. Selain itu, dengan menggunakan katalis densitas dan viskositas biooil dapat diturunkan lebih jauh lagi dibandingkan bila dilakukan pirolisis tanpa menggunakan katalis. Dari tabel 4.3 juga diketahui bahwa densitas dan viskositas biooil pada penelitian ini masih jauh dari fraksi solar, hal ini dimungkinkan pada produk biooil masih banyak terdapat kandungan hidrokarbon dengan ikatan jenuh. Hal ini dapat disimpulkan bahwa katalis yang disintesis memiliki aktivitas yang rendah sehingga belum dapat merengkah ikatan hidrokarbon secara maksimal.

4.3.2 Analisa FTIR

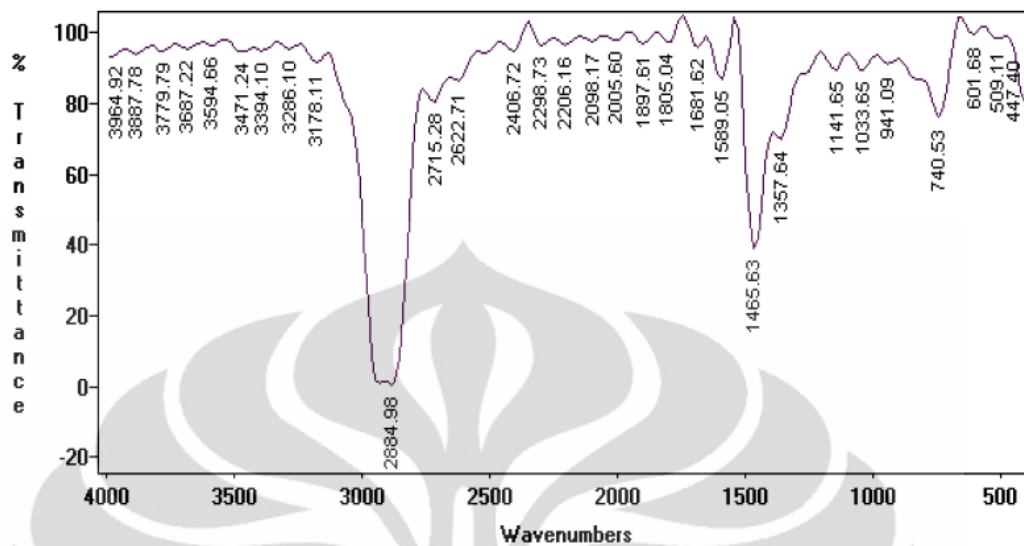
Untuk memastikan telah terjadi perengkahan minyak jarak maka dilakukan analisa kualitatif menggunakan FTIR, melalui metode ini dapat diperhatikan gugus-gugus apa saja yang terdapat pada sample biooil ini.



Gambar 4.9 Spektrum FTIR Minyak Jarak



Gambar 4.10 Spektrum FTIR Bio Oil dengan katalis NiMo/γ-Al₂O₃.



Gambar 4.11 Spektrum FTIR Solar Komersial

Perbandingan spektrum FTIR sebelum dan setelah terjadi reaksi, menunjukkan terjadinya reaksi perengkahan. Hal ini dapat dilihat dari perubahan intensitas persen transmisi di hampir semua ikatan antar atom. Selain terjadi perubahan persen transmittan, terdapat juga jenis ikatan yang muncul setelah dilakukan reaksi perengkahan. Berikut ini tabel spektrum FTIR sebelum dan setelah reaksi perengkahan, yaitu :

Tabel 4.4 Spektrum FTIR ikatan antar atom dalam Minyak Jarak, solar komersial dan Biooil.

Ikatan	Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm^{-1})	% Transmittan		
			Minyak Jarak	Solar Komersial	Produk BioOil berkatalis NiMo/Al ₂ O ₃
C-H	Alkana	2850-2960, 1350-1470	1,2	2,2	10
=C-H	Alkena	3000-3100	-	-	63,5
-C=O	Ester	1740-1750	2,2	-	61,4
C=O	Keton	1700-1720	-	-	22,5
C=C	Aromatik	1600-1700	-	95	-

Dari tabel 4.4 diatas dapat diketahui bahwa dengan menggunakan katalis NiMo/ γ -Al₂O₃ beberapa gugus fungsi mengalami kenaikan nilai % transmitten yaitu gugus alkana dan ester serta terdapat gugus fungsi yang muncul setelah dilakukan perengkahan yaitu gugus alkena dan keton. Namun, pada produk biooil berkatalis NiMo/ γ -Al₂O₃ masih mengandung gugus ester yang cukup tinggi. Hal ini dimungkinkan terjadi karena aktivitas katalis NiMo/ γ -Al₂O₃ yang rendah akibat kristalinitas katalis yang rendah. Berdasarkan difraktogram XRD dapat dilihat bahwa kristalinitas katalis sintesis ini sebagian besar amorf.

4.3.3 Analisa GC-FID

Untuk memastikan bahwa telah terjadi perubahan struktur dalam molekul hidrokarbon minyak jarak, dilakukan analisa kuantitatif dengan menggunakan GC. Pada penelitian ini didapatkan data sebagai berikut :

Tabel 4.5 Komposisi BioOil

Komponen	Produk BioOil (%)	Jenis Fraksi
C1-C5	0,21	<i>Gas</i>
C5-C11	6,58	<i>Gasoline</i>
C11-C12	4,02	<i>Kerosine</i>
C12-C18	26,23	<i>Solar</i>
C18-C25	68,06	<i>Lubricant</i>
C21-C27	52,64	<i>Fuel Oil</i>

Hasil GC-FID menunjukkan bahwa perengkahan cenderung selektif menuju rantai karbon C₁₈-C₂₅, yaitu fraksi *lubricant* dengan presentasi yang paling tinggi, yaitu sebanyak 68,06%.

BAB 5

KESIMPULAN

Dari penelitian tentang preparasi serta uji reaksi perengkahan dengan minyak jarak diperoleh kesimpulan sebagai berikut :

1. Preparasi katalis NiMo/ γ -Al₂O₃ diperoleh ukuran agregat sebesar 1 μ m untuk katalis NiMo/ γ -Al₂O₃ dengan suhu kalsinasi 480 °C dan 0.47 μ m dengan suhu kalsinasi 600 °C berdasarkan foto SEM
2. Dari data XRD diketahui ukuran kristal katalis NiMo/ γ -Al₂O₃ dengan suhu kalsinasi 480 °C adalah 252.006 nm dan 82.11 nm untuk katalis dengan suhu kalsinasi 600 °C
3. Terjadi penurunan luas permukaan sebesar 67.8% untuk katalis NiMo/ γ -Al₂O₃ dengan suhu kalsinasi 480 °C dan 56.53% untuk katalis dengan suhu kalsinasi 600 °C yang dikarenakan terbentuknya oksida- oksida Mo, Ni, dan P selama proses kalsinasi berlangsung.
4. Viskositas dan densitas produk pirolisis yang terbentuk adalah 0,8821 g/mL dan 9,812 cP.
5. Berdasarkan uji aktivitas, katalis NiMo/ γ -Al₂O₃ belum merengkah secara maksimal pada reaksi pirolisis minyak jarak,

DAFTAR PUSTAKA

- Al-Khowaiter, S.H., et al. (1996). *Studies on Nickel-Alumina Hydrogenation Catalyst Impregnation with Erophium Oxide: I-Surface Area and Pore Structure*. Journal King saud University Vol. 8 (63-78).
- Al-Mesfer, M.K., Al-Zahrani, S.M., and Abasaheed, A.E. *Oxidehydrogenation of Propane Over Ni-Mo supported Metal Oxides Catalysts*. Chemical Engineering Department.
- Carithers, Val G. (1972). Alumina Catalyst Support. US Patent
- Colgan, Joseph Dennis., Ostroff, Norman. (1968). *Preparation of An Alumina Catalyst Support*. US Patent
- De Araujo, Lucia Regina Raddi., et al. (2006). *H₃PO₄/Al₂O₃ Catalyst: Characterization and Catalytic Evaluation Oleic Acid Conversion to Biofuels and Biolubricant*. Material Research Vol.9, No.2 (181-184).
- Dewi, Cynthia. (2007). *Sintesis Katalis Ni/Mosebagai Katalis Hydrotreating*. Skripsi. Bandung: Institut Teknologi Bandung.
- Dobre, Tanase., et. al. (2010). *Catalytic Effects at Pyrolysis of Wheat Grains Impregnated With Nickel Salts*. International Journal of Chemical Reactor Engineering Vol.8.
- Fanani, Zainal.(2010). *Hydrocracking Tir Batubara Menggunakan Katalis Ni-Mo-S/ZAA untuk Menghasilkan Fraksi Bensin dan Fraksi Kerosin*. Jurnal Penelitian Sains Juni 2010 (C) 10:06-08.
- Fetchin, John A. (1983). *Preparation of CoMo and NiMo Catalyst Using Cobalt or Nickel Complexes that are Stable in Basic Solution*. US Patent.
- Hasanudin. (1998). *Preparasi Katalis CuO/ZnO/SiO₂ dan Interpretasinya terhadap Hasil Karakterisasi dengan Menggunakan Metode AAS, FTIR, XRD, dan AUTOSORB-BET*. Skripsi. Depok : Universitas Indonesia

- Hasibuan, Hasrul Abdi. (2009). *Perolehan Kembali Nikel dari Katalis Nikel Terpakai (Spent Catalyst) Pasca Proses Hidrogenasi minyak Sawit dengan Proses Pelindian (Leaching) Asam Sulfat*. Tesis. Medan: Universitas Sumatera Utara
- Hasbiyati, Haning, dan Triwikantoro.(2000). *Analisis Fasa Kristal Bahan Gelas metalik Berbasis Zirkonium antara Temperatur 410 °C – 430 °C*. Seminar Nasional Pascasarjana IX-ITB
- Hasyim, Vino. (2010). *Peningkatan Bilangan Oktana pada Gasoline Menggunakan Praseoditium (III)-Etilen Diamin Tetra Asetat/Zeolit Klinoptilolit Aktif*. Skripsi. Depok: Universitas Indonesia.
- Ikura, Michio.(2007). *Production of Biodiesel from Triglycerides Via A Thermal Route*. US Patent.
- Jun Chen, Li., Lan, Xiang., Feng, Xu., et al.(2006). *Effect of Hydrothermal treatment On The Acidity distribution of γ -Al₂O₃*. Elsevier.
- Kalnes, Tom., Marker, Terry. (2007). *Green Diesel: A Second Generation Biofuel*. International Journal of Chemical Reactor Engineering Vol 5.
- Kitamura, Kazuo. (1971). *Studies of The Pyrolysis of Triglycerides*. Bulletin of the Chemical Society of Japan Vol. 44 (1606-1609).
- Kiurski, J. et. al. (1998) *Structural and textural Changes of Hydrodesulfurization Catalyst In Condition of Accelerating Aging*. The Scientific Journal Facta Universitatis Series: Physics, Chemistry and technology Vol.1 (135-142).
- Kubicka, David. (2009). *Transformation of Vegetable Oils into Hydrocarbons over Mesoporus-Alumina-Supported CoMo Catalyst*. Springerlink
- Nasikin, M dan Susanto, Bambang Heru.(2010). *Katalisis Heterogen*. Depok : UI Press
- Nicolaides. C.P. (1999). *A Novel family of Solid Acid Catalysts: substantially Amorphous or Partially Crystalline Zeolitic Materials*. Applied catalysis A: general 185 (211-217).
- Priecel, Peter. et. al. (2010). *The Role of Alumina Support in The Deoxygenation of Rapeseed Oil Over NiMo-Alumina Catalyst*. Elsevier.

- Reddy, Mahipal B., Reddy, Padmanabha E., and Srinivas. S.T. (1992). *Dispersion and Activity of Molybdena-Alumina Catalysts Prepared By Impregnation and Solid/Solid Wetting Methods*. Journal of Catalysis 136 (50-58).
- Rodiansono., et. al. (2007). *Pembuatan, karakterisasi dan Uji Aktivitas Katalis NiMo/Z dan NiMo/Z-Nb2O5 pada Reaksi Hidrorengkah fraksi sampah Plastik menjadi Fraksi Bensin*. Berkala MIPA, 17 (2).
- Santen, et. al. (2000). *Catalysis : An Integrated Approach*. Elsevier
- Siswodiharjo. (2006). *Reaksi Hidrorengkah Katalis Ni/Zeolit, Mo/Zeolit, NiMo/Zeolit terhadap Parafin*. Skripsi. Surakarta : Universitas Sebelas Maret
- Trisunaryanti, Wega., Triwahyuni, Endang., dan Sudiono, Sri. (2005). *Preparasi, Modifikasi dan Karakterisasi Katalis Ni-Mo/Zeolit Alam dan Mo-Ni/Zeolit Alam*. Teknoin Vol.10 (269-282).
- Widiyarti, Galuh., Rahayu, Wuryaningsih Sri. (2009). *Preparasi dan Uji Aktivitas Katalis Ni/Kieselguhr pada Hidrogenasi Minyak Jarak*. Jurnal Sains Materi Indonesia Vol 3 (250-254).

www.chemicool.com

www.id.wikipedia.org

www.imoa.info

LAMPIRAN A

CONTOH PERHITUNGAN VOLUM PORI PENYANGGA

$$\text{Massa penyangga (Al}_2\text{O}_3\text{) basah (a) = 1,88 g}$$

$$\text{Massa penyangga (Al}_2\text{O}_3\text{) kering (b) = 1,02 g}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa Air yang terserap dalam pori penyangga (Al}_2\text{O}_3\text{)} &= 1,88 \text{ g} - 1,02 \text{ g} \\ &= 0,86 \text{ g}\end{aligned}$$

$$\text{Densitas air, } 22^\circ\text{C} = 0,997 \text{ g/mL}$$

$$\begin{aligned}\text{Volum air} &= \frac{\text{massa air}}{\text{densitas}} \\ &= \frac{0,86 \text{ g}}{0,997 \text{ g/mL}} \\ &= 0,862 \text{ mL}\end{aligned}$$

Dengan mengasumsikan seluruh pori penyangga (Al₂O₃) terisi oleh air, maka volum air sama dengan volum pori penyangga,

$$\begin{aligned}\text{Volum pori spesifik} &= \frac{\text{volume pori}}{\text{massa penyangga kering}} \\ &= \frac{0,86 \text{ mL}}{1,02 \text{ g}} \\ &= 0,84 \text{ mL/g}\end{aligned}$$

LAMPIRAN B

CONTOH PERHITUNGAN PEMBUATAN KATALIS NiMo

1. Pembuatan Larutan Impregnasi

$$\text{Misal : H}_3\text{PO}_4/\text{NiO} = 2,61 \text{ mol/mol}$$

$$\text{H}_3\text{PO}_4/\text{MoO}_3 = 0,758 \text{ mol/mol}$$

$$[\text{MoO}_3] = 0,35$$

$$\text{Basis perhitungan : AHM} = 2 \text{ g}$$

$$\text{Mol AHM} = \frac{\text{massa AHM}}{\text{BM AHM}} = \frac{2 \text{ g}}{1235,86 \text{ g/mol}} = 0,0016 \text{ mol}$$

1 mol AHM mengandung 7 mol MoO₃, sehingga :

$$\text{Mol MoO}_3 = 7 \times \text{mol AHM}$$

$$= 7 \times 0,0016 \text{ mol}$$

$$= 0,0112 \text{ mol}$$

Jumlah asam fosfat yang dibutuhkan :

$$\text{Mol H}_3\text{PO}_4 = (\text{H}_3\text{PO}_4/\text{MoO}_3) \times \text{mol MoO}_3$$

$$= 0,758 \times 0,0112 \text{ mol}$$

$$= 0,0085 \text{ mol}$$

Karena asam fosfat yang digunakan berupa larutan asam fosfat 85%, maka jumlah mol larutan asam fosfat yang dibutuhkan adalah sebagai berikut :

$$\text{Mol H}_3\text{PO}_4 \text{ 85\%} = \frac{100}{85} \times 0,0085 \text{ mol}$$

$$= 0,01 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa asam fosfat} &= 0,01 \text{ mol} \times 86 \text{ g/mol} \\ &= 0,86 \text{ g}\end{aligned}$$

Jumlah mol nikel nitrat yang dibutuhkan dalam pembuatan larutan impregnasi ini adalah sebagai berikut :

$$\begin{aligned}\text{Mol NiO} &= \frac{\text{mol } H_3PO_4}{2,61} = \frac{0,0085}{2,61} \\ &= 0,0043 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\text{Mol Ni(NO}_3)_2 = \text{mol NiO} = 0,0043 \text{ mol}$$

$$\text{BM Ni(NO}_3)_2 \cdot 6H_2O = 290,81 \text{ g/mol}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa Ni(NO}_3)_2 &= \text{mol Ni(NO}_3)_2 \times \text{BM Ni(NO}_3)_2 \\ &= 0,0043 \text{ mol} \times 290,81 \text{ g/mol} \\ &= 1,25 \text{ g}\end{aligned}$$

Volume air yang dibutuhkan :

$$[\text{MoO}_3] = 0,35$$

$$\text{BM MoO}_3 = 143,94 \text{ g/mol}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa MoO}_3 &= 0,0112 \text{ mol} \times 143,94 \text{ g/mol} \\ &= 1,612 \text{ g}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Volume air} &= 1,612 \text{ g} / 0,35 \text{ g/mL} \\ &= 4,61 \text{ mL}\end{aligned}$$

2. Perhitungan Jumlah Penyangga

$$\text{Volum pori penyangga} = 0,84 \text{ g/mL}$$

$$\text{Volum larutan total} = 4,61 \text{ mL}$$

$$\text{Volum larutan} = 1,3 \times \text{volum pori penyangga}$$

$$\text{Massa penyangga} = \frac{4,61 \text{ mL}}{1,3 \times 0,84 \text{ g/mL}} = 4,22 \text{ g}$$



LAMPIRAN C

PERHITUNGAN UKURAN KRISTALINITAS

1. Ukuran kristal katalis NiMo/Al₂O₃ sintesis dengan suhu kalsinasi 480 °C

Ukuran kristal dapat dihitung dengan persamaan sebagai berikut :

$$D = \frac{K\lambda}{B \cos \Theta}$$

Dari data XRD, diketahui :

$$K = 1,5$$

$$\lambda = 0,15406 \text{ nm}$$

$$B = \frac{FWHM}{2} \times \frac{\pi}{180} \text{ rad}$$

$$= \frac{0,1082}{2} \times \frac{\pi}{180} \text{ rad}$$

$$= 0,0009437$$

$$\Theta = 13,6592^\circ$$

$$\text{Maka, } D = \frac{1,5 \times 0,15406 \text{ nm}}{0,0009437 \cos 13,6592}$$

$$D = \frac{0,23109 \text{ nm}}{0,000917}$$

$$D = 252,0065 \text{ nm}$$

2. Ukuran kristal katalis NiMo/Al₂O₃ sintesis dengan suhu kalsinasi 600 °C

$$K = 1,5$$

$$\lambda = 0,15406 \text{ nm}$$

$$B = \frac{FWHM}{2} \times \frac{\pi}{180} \text{ rad}$$

$$= \frac{0,3247}{2} \times \frac{\pi}{180} \text{ rad}$$

$$= 0,00283$$

$$\Theta = 14,1497^\circ$$

$$\text{Maka, } D = \frac{1,5 \times 0,15406 \text{ nm}}{0,00283 \cos 13,6592} = 84,2164 \text{ nm}$$

LAMPIRAN D

CONTOH PERHITUNGAN NILAI DENSITAS

Nilai densitas dapat dihitung melalui persamaan berikut ini :

$$\rho = \frac{m_1 - m_0}{V_{\text{piknometer}}}$$

Dimana : ρ = densitas (g/cm^3)

m_1 = massa piknometer + sampel

m_0 = massa piknometer kosong

V pikno = volume piknometer

Contoh perhitungan :

$$\begin{aligned} \text{Densitas jatropha curcas oil} &= \frac{(24,6334 - 15,4205)\text{g}}{10 \text{ mL}} \\ &= 0,92129 \frac{\text{g}}{\text{mL}} \end{aligned}$$

Sampel	m_1 (g)	m_0 (g)	Vpikno (mL)	Densitas (g/mL)
Produk pirolisis dengan menggunakan 10% katalis NiMo/Al ₂ O ₃ dengan suhu kalsinasi 480 °C	24,2454	15,4235	10	0,88219
Produk pirolisis dengan 10% katalis NiMo/Al ₂ O ₃ dengan suhu kalsinasi 600 °C	24,2904	15,4213	10	0,88691

LAMPIRAN E

CONTOH PERHITUNGAN NILAI VISKOSITAS

Nilai viskositas dapat dihitung dengan menggunakan persamaan berikut ini :

$$\boxed{\frac{\mu_1}{\mu_2} = \frac{\rho_1 t_1}{\rho_2 t_2}} \quad \text{Atau} \quad \boxed{\mu_2 = \mu_1 \times \frac{\rho_2 t_2}{\rho_1 t_1}}$$

Dimana : μ_1 = viskositas senyawa referensi = 0,000891 kg/m.s

μ_2 = viskositas sampel

ρ_1 = densitas senyawa referensi (air) = 997,13 kg/m³

ρ_2 = densitas sampel

t_1 = waktu referensi = 3,71 s

t_2 = waktu sampel

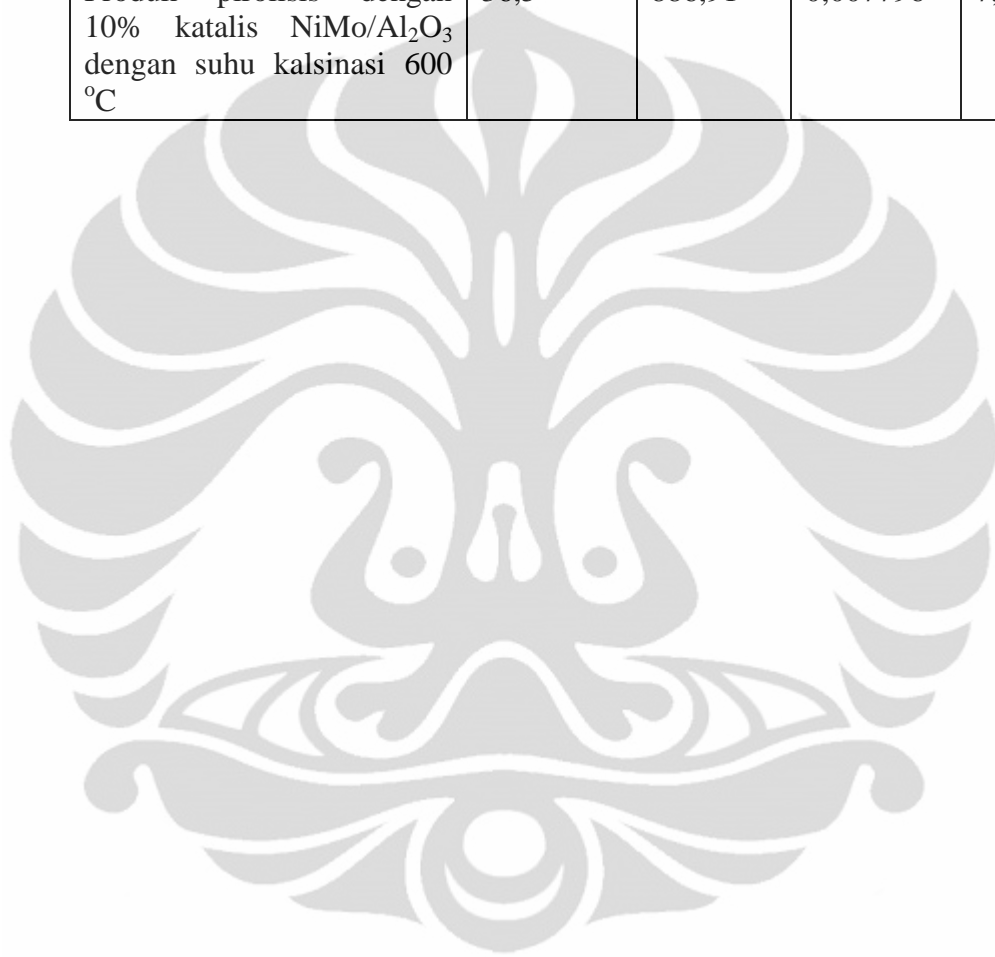
Produk pirolisis dengan menggunakan 10% katalis NiMo/Al₂O₃ dengan suhu kalsinasi 600 °C

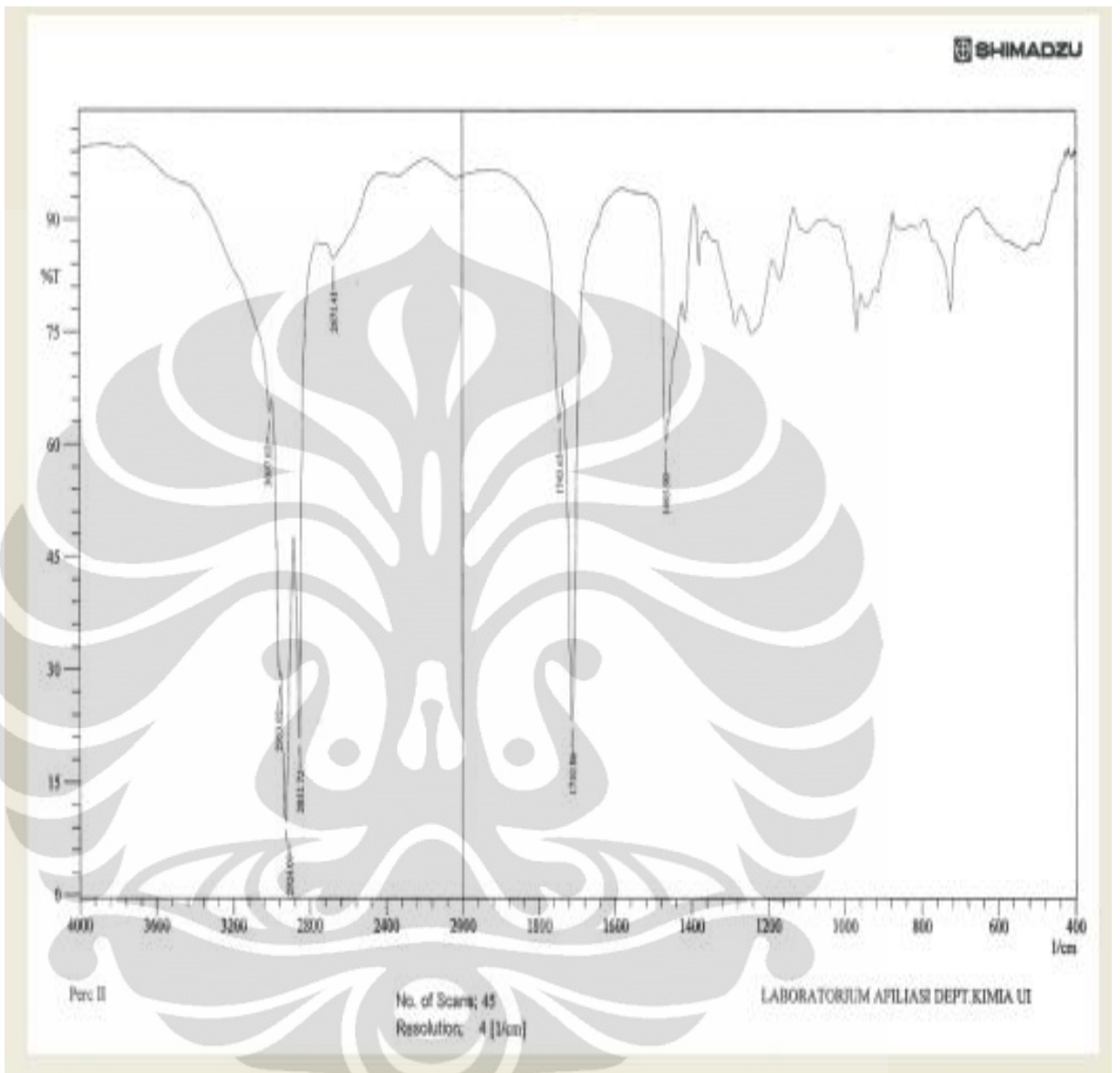
$$\mu_2 = 0,000891 \text{ kg/m.s} \times \frac{882,19 \frac{\text{Kg}}{\text{m}^3} \times 36,18 \text{ s}}{997,13 \frac{\text{Kg}}{\text{m}^3} \times 3,71 \text{ s}}$$

$$= 0,007687 \text{ Kg/m.s}$$

$$= 7,6874 \text{ Cp}$$

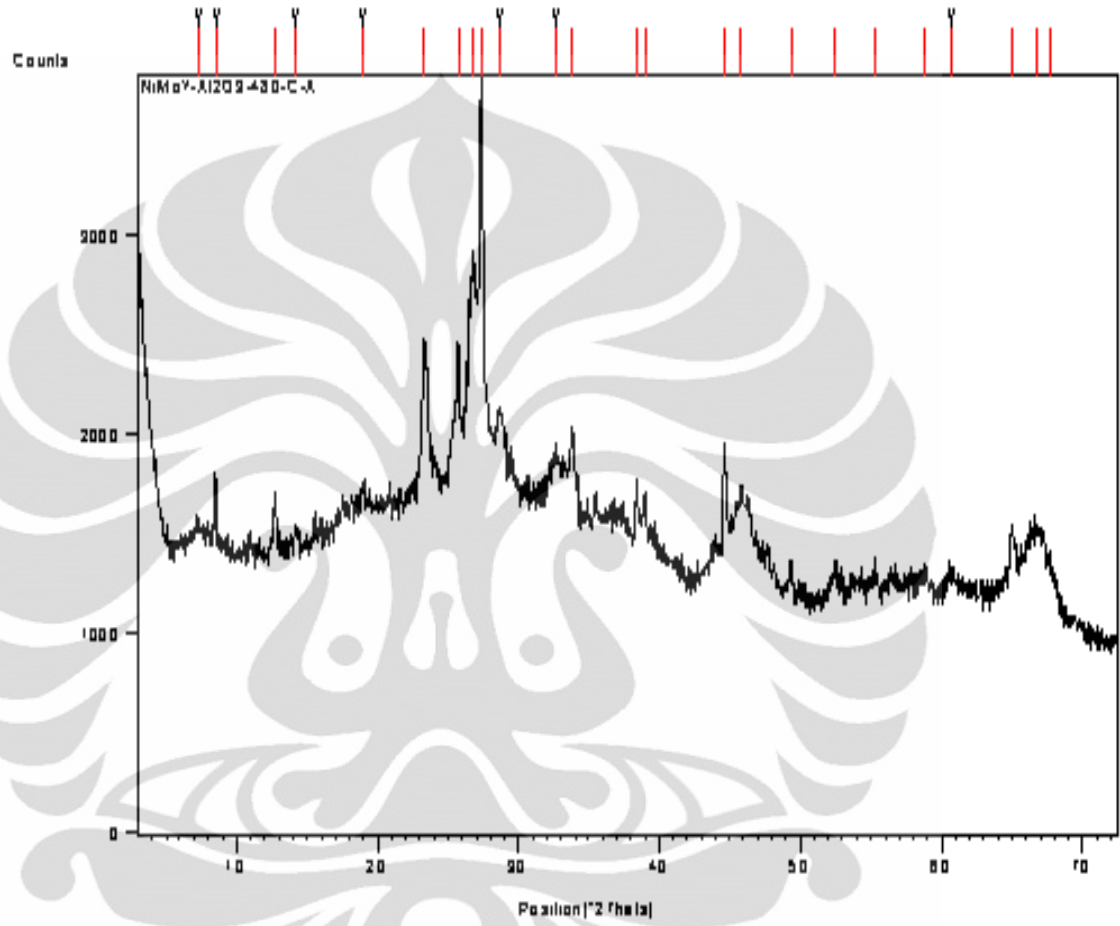
Sampel	t (s)	P(Kg/m ³)	μ (Kg/m,s)	μ (cP)
Produk pirolisis dengan menggunakan 10% katalis NiMo/Al ₂ O ₃ dengan suhu kalsinasi 480 °C	36,18	882,19	0,007687	7,687
Produk pirolisis dengan 10% katalis NiMo/Al ₂ O ₃ dengan suhu kalsinasi 600 °C	36,5	886,91	0,007796	7,796





Dataset Name

NiMoY-Al₂O₃-480-C-A

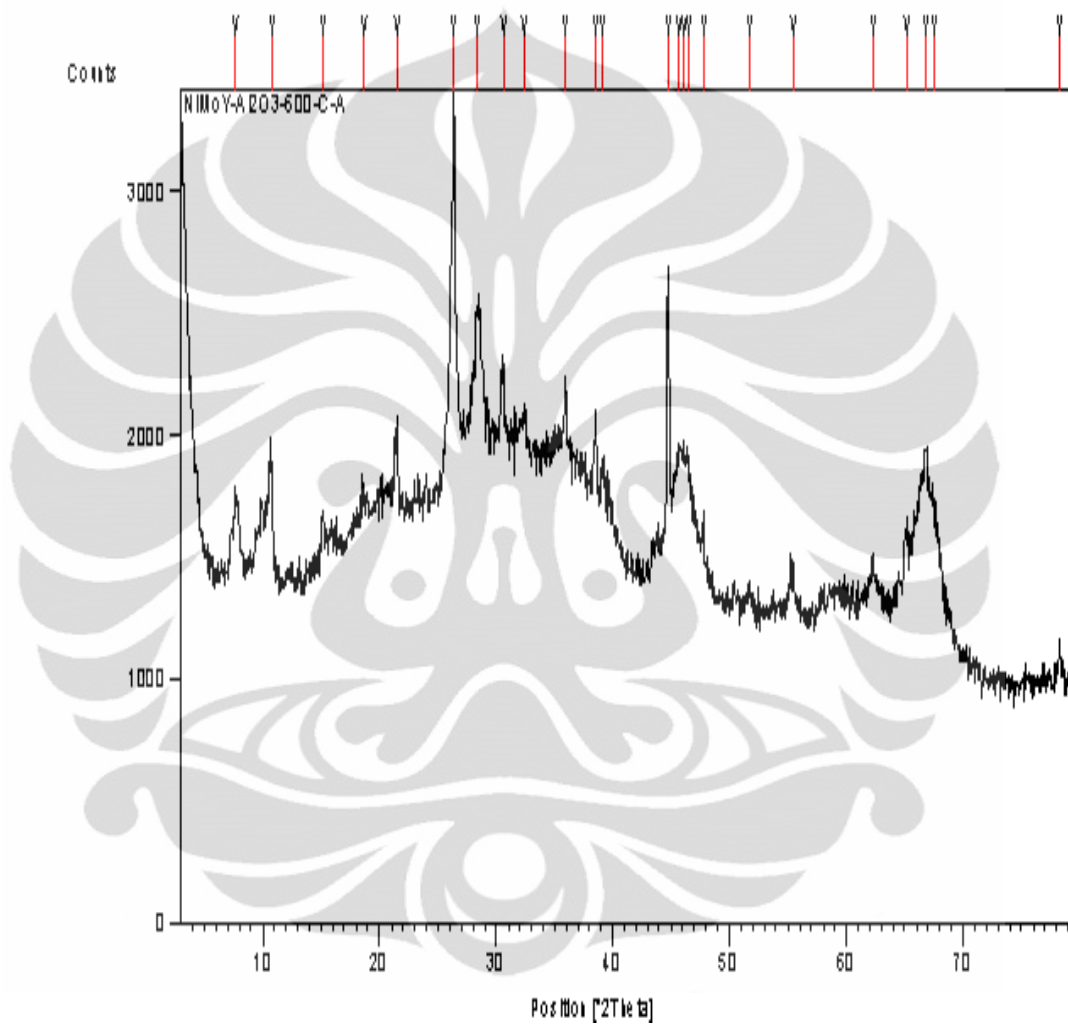


Peak List:

Pos. [$^{\circ}2\theta$.]	d-spacing [Å]	Height [cts]	Rel. Int. [%]	FWHM [$^{\circ}2\theta$.]	Area [cts $^{\circ}2\theta$.]
7.2692	12.15121	148.00	7.00	0.0900	17.76
8.5253	10.37196	369.32	17.47	0.0812	35.49
12.7334	6.95221	317.34	15.01	0.1082	40.66
14.2024	6.23623	96.18	4.55	0.3247	36.97
18.9787	4.67233	186.00	8.80	0.0900	22.32
23.3320	3.81262	778.67	36.84	0.0812	74.83
25.7108	3.46502	744.84	35.24	0.0812	71.58
26.7743	3.32975	1113.79	52.69	0.3247	428.12
27.3184	3.26466	2113.79	100.00	0.1082	270.84
28.7393	3.10641	404.34	19.13	0.2706	129.52
32.5568	2.75035	282.05	13.34	0.3247	108.41
33.7535	2.65553	452.73	21.42	0.1624	87.01
38.3987	2.34430	305.53	14.45	0.1624	58.72
38.9861	2.31032	317.71	15.03	0.1624	61.06
44.6173	2.03094	700.93	33.16	0.1624	134.71
45.8163	1.98054	501.40	23.72	0.1624	96.36
49.3336	1.84726	176.32	8.34	0.1624	33.89
52.4117	1.74579	146.98	6.95	0.5412	94.16
55.2513	1.66260	113.89	5.39	0.3247	43.78
58.7475	1.57172	120.41	5.70	0.4330	61.71
60.7315	1.52504	108.84	5.15	0.3247	41.84
64.9939	1.43377	393.08	18.60	0.1650	103.77
66.6835	1.40148	487.00	23.04	0.0900	58.44
67.6217	1.38430	355.00	16.79	0.0900	42.60

Dataset Name

NiMoY-Al₂O₃-600-C-A



Peak List:

Pos. [$^{\circ}2\theta$]	d-spacing[Å]	Height [cts]	Rel. Int. [%]	FWHM [$^{\circ}2\theta$]	Area [cts. $^{\circ}2\theta$]
7.6474	11.56063	326.92	19.99	0.3247	125.66
10.7363	8.22520	510.59	31.22	0.1894	114.49
15.1212	5.85931	205.56	12.57	0.1624	39.51
18.6538	4.75690	183.05	11.19	0.3247	70.36
21.4540	4.14194	323.78	19.80	0.2165	82.97
26.3537	3.38193	1635.29	100.00	0.1082	209.53
28.2994	3.15368	651.48	39.84	0.3247	250.42
30.5564	2.92569	411.99	25.19	0.1353	65.98
32.3407	2.76824	234.14	14.32	0.3247	90.00
35.9246	2.49987	440.47	26.94	0.1353	70.55
38.5596	2.33489	494.49	30.24	0.1353	79.20
39.1396	2.30161	305.16	18.66	0.2165	78.20
44.7415	2.02559	1282.09	78.40	0.1894	287.47
45.7278	1.98253	615.00	37.61	0.0900	73.80
46.1454	1.96555	634.00	38.77	0.0900	76.08
46.4725	1.95410	527.30	32.25	0.3788	236.47
47.7776	1.90372	350.00	21.40	0.0812	33.63
51.7120	1.76776	97.31	5.95	0.3247	37.40
55.3934	1.65867	193.61	11.84	0.3247	74.42
62.2756	1.49089	213.60	13.06	0.2706	68.42
65.1530	1.43184	386.34	23.62	0.1624	74.25
66.7997	1.40049	757.43	46.32	0.1624	145.57
67.4753	1.38810	564.63	34.53	0.6494	434.07
78.2486	1.22075	189.77	11.60	0.2310	70.14

LEMIGAS	PUSAT PENELITIAN DAN PENGEMBANGAN TEKNOLOGI	No. Formulir : F.10.P.02-B
	MINYAK DAN GAS BUMI	Revisi : 0
HASIL LAPORAN		Halaman : Lampiran

LAB UJI : Kromatografi
 KELOMPOK : Analitik dan Kimia Terapan
 LABORATORIUM : PROSES

RefNo. PP : /P/13.3-3/2011

JENIS CONTOH : Bio_Oil
 TGL TERIMA :

Nomor Contoh	Penetapan	Metode Teknik	Tgl. Analisis	Hasil Analisis	Satuan
971_Ani	Komposisi 40+	GC FID	10 - 6 - 2011		% Wt
	METANA			0.00	
	ETANA			0.00	
	PROPANA (C3)			0.00	
	BUTANA (C4)			0.02	
	PENTANA (C5)			0.21	
	HEKSANA (C6)			0.64	
	HEPTANA (C7)			0.86	
	OKTANA (C8)			0.95	
	NONANA (C9)			1.14	
	DEKANA (C10)			0.98	
	UNDEKANA (C11)			1.80	
	DODEKANA (C12)			2.22	
	TRIDEKANA (C13)			1.62	
	TETRADEKANA (C14)			2.47	
	PENTADEKANA (C15)			4.54	
	HEKSADEKANA (C16)			1.77	
	HEPTADEKANA (C17)			10.61	
	OKTADEKANA (C18)			3.00	
	NONADEKANA (C19)			1.50	
	EIKOSANA (C20)			13.03	
	HENEIKOSANA (C21)			2.97	
	DOKOSANA (C22)			38.36	
	TRIKOSANA (C23)			5.20	
	TETRAKOSANA (C24)			2.40	
	PENTAKOSANA (C25)			1.60	
	HEKSAKOSANA (C26)			2.11	
	HEPTAKOSANA (C27)			0.00	

Pa. Lab. Kromatografi	Nomor laporan /KRL/2011	Operator / Pelaksana
Dra. Yufinawati Away, M.Si NIP. 19801015 200901 1 009	Tanggal Laporan / / 2011	Arman Ibrahim, S.Si
Dit: 1. 05/11		
<small>Dokumen ini milik Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Minyak dan Gas Bumi "LEMIGAS" (s) dan dokumen ini tidak diperbolehkan untuk dipinjamkan atau disalin baik seluruh atau sebagian tanpa izin tertulis dari Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Minyak dan Gas Bumi "LEMIGAS"</small>		

Quantachrome Corporation
 Quantachrome Autosorb Automated Gas Sorption System Report
 Autosorb for Windows for AS-3 and AS-6 Version 1.23

Sample ID	NiMo/Al2O3 600 C				
Description	Ami				
Comments					
Sample Weight	0.4104 g	Outgas Temp	150.0 °C	Operator	Jajat
Adsorbate	NITROGEN	Outgas Time	2.0 hrs	Analysis Time	51.4 min
Cross-Sec Area	16.2 Å ² /molecule	F/Po Toler	1	End of Run	05/26/2011 12:1
Nonideality	6.500E-05	Equil Time	2	File Name	AS977730.RAW
Molecular Wt	28.0134 g/mol	Bath Temp.	77.40	PC SW Version	Pre-1.20
Station #	4				

AREA-VOLUME-PORE SIZE SUMMARY

SURFACE AREA DATA

Multipoint BET.....	1.108E+02	m ² /g
Single Point BET.....	1.087E+02	m ² /g
Langmuir Surface Area.....	1.755E+02	m ² /g
t-Method External Surface Area.....	1.089E+02	m ² /g
t-Method Micro Pore Surface Area.....	1.931E+00	m ² /g
DR Method Micro Pore Area.....	1.499E+02	m ² /g

PORE VOLUME DATA

t-Method Micro Pore Volume.....	3.041E-04	cc/g
DR Method Micro Pore Volume.....	5.328E-02	cc/g
HK Method Cumulative Pore Volume.....	4.841E-02	cc/g
SF Method Cumulative Pore Volume.....	4.548E-02	cc/g

PORE SIZE DATA

DR Method Micro Pore Width.....	1.097E+02	Å
DA Method Pore Diameter (Mode).....	1.900E+01	Å
NK Method Pore Width (Mode).....	1.412E+01	Å
SF Method Pore Diameter (Mode).....	2.648E+01	Å

DATA REDUCTION PARAMETERS

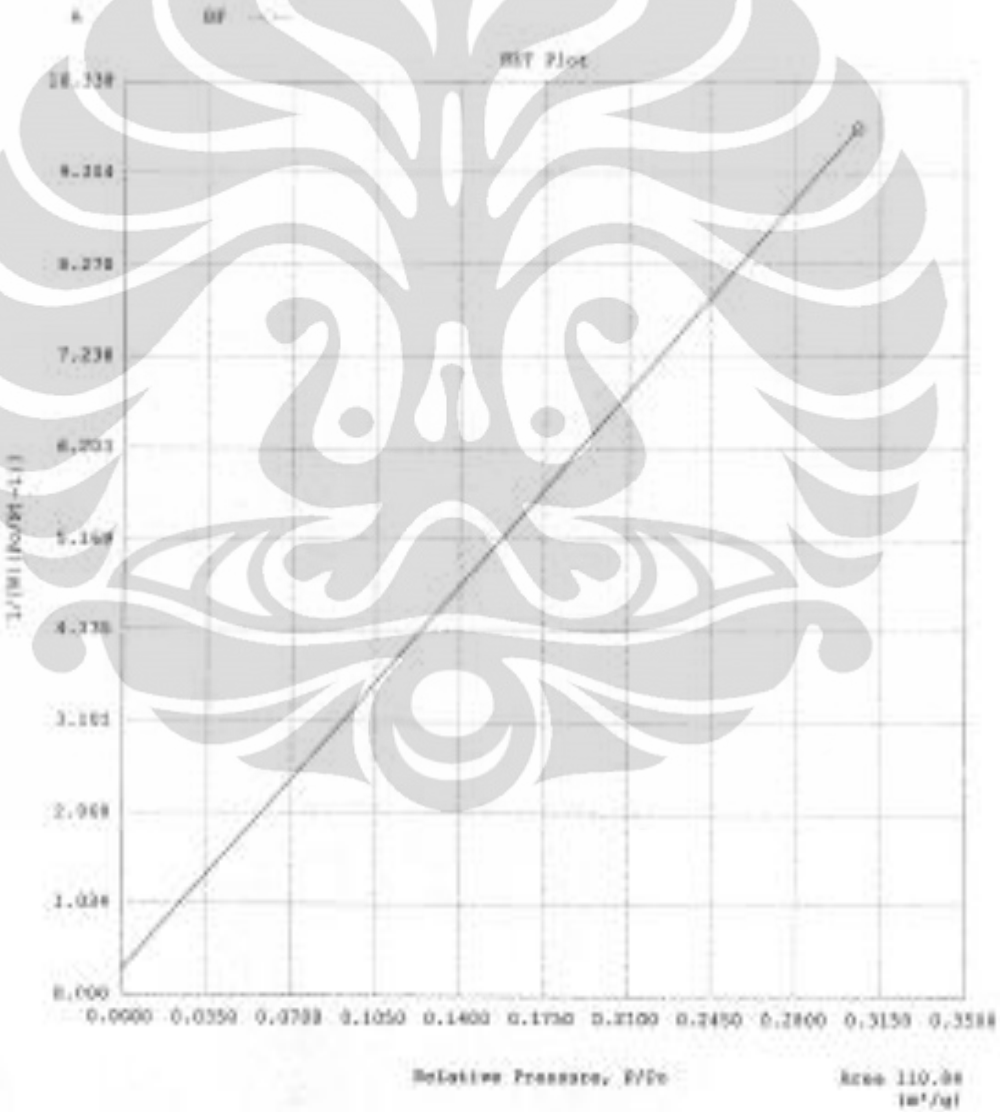
Thermal Transpiration : OFF
 Last Po Acquired 769.20 mm Hg
 Additional Initialization Information Not Recorded.

BJH/DR Moving Average Size : 1

Interaction Constant (K) 2.9600 mm³ x kJ/mol

Quantachrome Corporation
 Quantachrome Automated Gas Adsorption System Report
 Autosorb for Windows for AS-3 and AS-4 Version 1.33

Sample ID	SiKe/A1203 600 C				
Description	Si				
Comments					
Sample Weight	8.4164 g	Outgas Temp	158.3 °C	Operator	ajjal
Adsorbent	SiTP008	Outgas Time	2.8 hrs	Analysis Time	51.8 min
Crack-Size Area	16.3 m ² /mole	h/Po Yelar	3	End of Run	05/26/2011 12:17
Porosity	6.58E-05	Spill Time	2	File Name	AS97733.BHH
Molecular Wt	28.0134 g/mol	Boil Temp.	77.45	PC SW Version	Pro-1.20
Station #	4				



Quantachrome Corporation
 Quantachrome Autosorb Automated Gas Sorption System Report
 Autosorb for Windows® for AS-3 and AS-6 Version 1.23

Sample ID	NiMo/Al2O3 480 C				
Description	Ani				
Comments					
Sample Weight	0.4197 g				
Adsorbate	NITROGEN	Outgas Temp	150.0 °C	Operator	jajat
Cross-Sec Area	16.2 Å ² /molecule	Outgas Time	24.0 hrs	Analysis Time	51.0 min
Nonideality	6.580E-05	P/Po Toler	3	End of Run	06/07/2011 11:3
Molecular Wt	28.0134 g/mol	Equil time	2	File Name	AS977739.RAW
Station #	3	Bath Temp.	77.40	PC SW Version	Pre-1.20

AREA-VOLUME-PORE SIZE SUMMARY

SURFACE AREA DATA

Multipoint BET.....	8.211E+01	m ² /g
Langmuir Surface Area.....	1.290E+02	m ² /g
t-Method External Surface Area.....	7.661E+01	m ² /g
t-Method Micro Pore Surface Area.....	5.500E+00	m ² /g
DR Method Micro Pore Area.....	1.115E+02	m ² /g

PORE VOLUME DATA

t-Method Micro Pore Volume.....	2.613E-03	cc/g
DR Method Micro Pore Volume.....	3.963E-02	cc/g
HK Method Cumulative Pore Volume.....	3.349E-02	cc/g
SF Method Cumulative Pore Volume.....	3.424E-02	cc/g

PORE SIZE DATA

DR Method Micro-Pore Width.....	1.067E+02	Å
DA Method Pore Diameter (Model).....	1.820E+01	Å
HK Method Pore Width (Model).....	1.430E+01	Å
SF Method Pore Diameter (Model).....	2.704E+01	Å

DATA REDUCTION PARAMETERS

Thermal Transpiration : OFF
 Last Po Acquired 776.39 mm Hg
 Additional Initialization Information Not Recorded.

BJH/DR Moving Average Size : 1

Quantachrome Corporation
 Quantachrome Autosorb Automated Gas Sorption System Report
 Autosorb for Windows for AD-3 and AD-6 Version 1.23

Sample ID	W100/A1203 488 C				
Description	Asi				
Comments					
Sample Weight	0.8397 g	Outgas Temp	150.0 °C	Operator	jsjst
Adsorbate	NITROGEN	Outgas Time	24.0 hrs	Analysis Time	51.0 min
Crucible Area	16.3 Å ² /molewt	P/Pa Toler	5	End of Run	05/07/2011 11:21
Nonlinearity	4.5405-05	Temp. Rise	2	Title Name	A5077720.000
Molecular Wt.	28.0134 g/mol	Leak Temp	77.10	PC SW Version	V10-1.23
Station #	1				

