



**UNIVERSITAS INDONESIA**

**PREPARASI, KARAKTERISASI, DAN UJI REAKSI KATALIS  
NANO NiO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> UNTUK SINTESIS BAHAN BAKAR BIO  
NON ESTER DARI MINYAK JARAK MELALUI PIROLISIS  
BERKATALIS**

**SKRIPSI**

**AYUKO CHEERYO SINAGA**

**0706166850**

**FAKULTAS TEKNIK  
PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA  
DEPOK  
JUNI 2011**



**UNIVERSITAS INDONESIA**

**PREPARASI, KARAKTERISASI, DAN UJI REAKSI KATALIS  
NANO NiO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> UNTUK SINTESIS BAHAN BAKAR BIO  
NON ESTER DARI MINYAK JARAK MELALUI PIROLISIS  
BERKATALIS**

**SKRIPSI**

**Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik**

**AYUKO CHEERYO SINAGA**

**0706166850**

**FAKULTAS TEKNIK  
PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA  
KEKHUSUSAN TEKNIK KIMIA  
DEPOK  
JUNI 2011**

## HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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

**Nama : Ayuko Cheeryo Sinaga**

**NPM : 0706166850**

**Tanda tangan : **

**Tanggal : 28 Juni 2011**

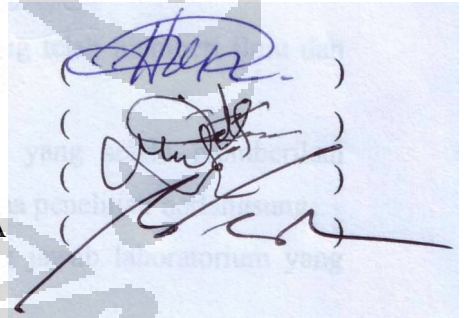
## HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :  
Nama : Ayuko Cheeryo Sinaga  
NPM : 0706166850  
Program Studi : Teknik Kimia  
Judul Skripsi : Preparasi, Karakterisasi, dan Uji Reaksi Katalis  
Nano NiO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> untuk Sintesis Bahan Bakar Bio  
Non Ester Dari Minyak Jarak Melalui Pirolisis  
Berkatalis

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

### DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Bambang Heru Susanto, ST., MT  
Penguji : Prof. Dr. Ir. Slamet, MT  
Penguji : Dr. Ir. Sukirno, M.Eng  
Penguji : Prof. Dr. Widodo W. Purwanto., DEA



( )  
( )  
( )  
( )

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : 28 Juni 2011

## KATA PENGANTAR

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

- (1) Bapak Bambang Heru Susanto, ST, MT selaku pembimbing yang telah menyediakan waktu, tenaga, dan pikiran untuk mengarahkan saya dalam penyusunan skripsi ini.
- (2) Orang tua dan keluarga saya yang telah membantu bantuan dukungan material dan moral.
- (3) Ir. Yuliusman, M.Eng, selaku dosen pembimbing akademis yang telah menyediakan waktu dan membantu kehidupan akademik perkuliahan selama ini.
- (4) Para dosen Departemen Teknik Kimia FTUI yang telah memberi ilmu dan membagi wawasannya.
- (5) Teman-teman satu riset grup : Adit dan Ani yang selalu memberikan dukungan dan semangat serta kerja samanya selama penelitian berlangsung.
- (6) Kang Djajat dan Mang Ijal sebagai penanggung jawab laboratorium yang selalu mendampingi selama saya penelitian.
- (7) Gondang yang telah membantu saya dalam karakterisasi BET di laboratorium.
- (8) Bu Nita, Pak Manto, Mbak Fitri yang selalu bersedia dan sabar membantu saya dalam hal karakterisasi.
- (9) Pak Arman yang baik hati dalam hal membantu uji sampel.
- (10) Muthia sebagai teman seperjuangan dan senasib penelitian.
- (11) Ikha, Winda, Fitri, Dhinda, dan Edi yang telah memberikan semangat dan diskusi-diskusi yang sangat membantu dalam penyusunan skripsi ini.

- (12) Denni Novitasari, Aditya Zulfa, Irfan, Eliana, dan Zay yang telah banyak membantu menyegarkan pikiran di sela-sela kesibukan menyusun skripsi.
- (13) Eka, Wilda, Eileen, Mila, Mayang, Rere, dan Fri yang juga menyusun skripsi serta banyak membantu memberikan informasi dan semangat.
- (14) Teman-teman Teknik Kimia UI 2007 atas dorongan semangat dan bantuan informasinya
- (15) Pihak-pihak lain yang tidak dapat disebutkan satu persatu yang telah ikhlas membantu penulis selama penyusunan proposal ini.

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

Depok, Juni 2011

Penulis

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

---

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

Nama : Ayuko Cheeryo Sinaga  
NPM : 0706166850  
Program Studi : Teknik Kimia  
Departemen : Teknik Kimia  
Fakultas : Fakultas Teknik  
Jenis Karya : Skripsi

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

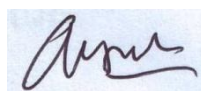
**Preparasi, Karakterisasi, dan Uji Reaksi Katalis Nano NiO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> untuk Sintesis Bahan Bakar Bio Non Ester Dari Minyak Jarak Melalui Pirolisis Berkatalis**

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

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya,

Dibuat di : Depok  
Pada tanggal : 28 Juni 2011

Yang menyatakan



(Ayuko Cheeryo Sinaga)

## ABSTRAK

Nama : Ayuko Cheeryo Sinaga  
Program Studi : 0706166850  
Judul Penelitian : Preparasi, Karakterisasi, dan Uji Reaksi Katalis Nano NiO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> untuk Sintesis Bahan Bakar Bio Non Ester Dari Minyak Jarak Melalui Pirolisis Berkatalis

Kandungan minyak nabati sebagian besar terdiri dari trigliserida sangat memungkinkan untuk direngkah menjadi hidrokarbon setara bahan bakar. Perengkahan ini akan mencapai hasil yang baik jika menggunakan katalis dalam prosesnya. Penelitian ini mempersiapkan katalis nano NiO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang memiliki ukuran kristal dari 153 hingga 191 nm menggunakan metode *simple heating* dalam larutan polimer. Sintesis bahan bakar dilakukan melalui proses pirolisis pada fasa cair, bertekanan atmosferik dalam reaktor tunak dengan suhu sebesar 475°C. *Loading* katalis sebesar 2% massa minyak jarak. Hasil menunjukkan bahwa katalis menurunkan densitas dan viskositas *bio-oil*. Hasil analisis kuantitatif menunjukkan bahwa minyak jarak terengkah ke arah fraksi solar sebanyak 54.16%.

Kata kunci:

Katalis, nanokristal, *simple heating*, katalitik pirolisis.

## ABSTRACT

Name : Ayuko Cheeryo Sinaga  
Study Program : Chemical Engineering  
Title : Preparation, Characterization, and Reaction Test of Nano-NiO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Catalysts for Non-Ester Biofuel Synthesis Through Catalytic Pyrolysis

Vegetable oil arranged by triglyceride is very feasible to be cracked into hydrocarbon equivalent with fuel. Cracking will reach the better result with catalyst using in its process. The nanocrystalline NiO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> catalysts were prepared using simple heating method resulted 153 until 191 nm of crystal size. Biofuel was synthesized through pyrolysis in liquid phase at atmospheric pressure inside batch reactor. The reaction temperature was held at 475°C and catalyst loading is 2% of SJO mass. The result shows that catalysts reduce density and viscosity of bio-oils. Quantitative analysis result shows that SJO cracked into diesel carbon range reach 54.16%.

Keyword :

Catalyst, nanocrystalline, simple heating, catalytic pyrolysis.



## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL .....	i
HALAMAN PENGESAHAN .....	ii
KATA PENGANTAR .....	iii
HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI .....	v
ABSTRAK .....	vi
DAFTAR ISI .....	vii
DAFTAR TABEL .....	ix
DAFTAR GAMBAR .....	x
DAFTAR LAMPIRAN .....	xi
<b>BAB 1 PENDAHULUAN.....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang Masalah.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	3
1.3 Tujuan Penelitian .....	3
1.4 Manfaat Penelitian .....	3
1.5 Batasan Masalah .....	4
1.6 Sistematika Penulisan.....	4
<b>BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA .....</b>	<b>5</b>
2.1 <i>Biofuel</i> .....	5
2.2 Minyak Jarak .....	5
2.3 <i>Bio-Oil</i> .....	7
2.4 Proses Konversi Trigliserida Menjadi <i>Biofuel</i> .....	7
2.5 Perengkahan Katalitik .....	8
2.6 Katalis .....	9
2.6.1 Katalis Homogen .....	9
2.6.2 Katalis Heterogen.....	10
2.6.3 Klasifikasi Karakteristik Katalis .....	10
2.6.4 Komponen Katalis.....	12
2.7 Metode Sintesis Katalis .....	16
2.7.1 Pemanasan Sederhana Dalam Larutan Polimer .....	16
2.8 Nanomaterial .....	18
2.8.1 Nanokatalis Nikel.....	19
2.9 Metode Karakterisasi Katalis.....	21
2.9.1 SEM ( <i>Scanning Electron Microscopy</i> ) .....	21
2.9.2 XRD ( <i>X-Ray Diffraction</i> ) .....	22
2.9.3 BET ( <i>Brunauer-Emmett-Teller</i> ) .....	24
2.10 Analisis Produk <i>Bio-oil</i> .....	26
2.10.1 FT-IR ( <i>Fourier-Transform Infra Red</i> ) .....	26
2.10.2 GC ( <i>Gas Chromatography</i> ) .....	27
<b>BAB 3 RANCANGAN PENELITIAN .....</b>	<b>28</b>
3.1 Diagram Alir Penelitian .....	28
3.2 Variabel Penelitian.....	29
3.3 Alat dan Bahan .....	29
3.4 Prosedur Penelitian .....	30
3.4.1 Preparasi Katalis NiO/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	30

3.4.2 Tahap Perengkahan Minyak Jarak .....	32
3.5 Tahap Analisis Produk .....	32
3.5.1 SEM.....	32
3.5.2 XRD .....	34
3.5.3 BET (Adsorpsi N <sub>2</sub> ).....	34
3.5.4 Penentuan Densitas (ASTM D 928).....	34
3.5.5 Penentuan Viskositas (ASTM D 445).....	35
3.5.6 Analisis FT-IR .....	35
3.5.7 Analisis GC-FID ( <i>Gas Chromatography Flame Ionization Detector</i> ) .	36
<b>BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN.....</b>	<b>37</b>
4.1 Hasil Preparasi Sampel.....	37
4.2 Identifikasi Fasa Kristal Katalis.....	39
4.3 Hasil Karakterisasi SEM .....	41
4.4 Pengaruh Temperatur .....	41
4.4.1 Kristalinitas.....	41
4.4.2 Luas Permukaan Katalis .....	44
4.5 Efek Waktu Pemanasan.....	45
4.5.1 Kristalinitas.....	45
4.5.2 Luas Permukaan Katalis .....	46
4.6 Hasil Uji Reaksi Perengkahan Minyak Jarak .....	46
4.6.1 Hasil Sifat Fisik Produk <i>Bio-Oil</i> .....	48
4.6.1.1 Densitas <i>Bio-Oil</i> .....	48
4.6.1.2 Viskositas <i>Bio-Oil</i> .....	49
4.6.2 Hasil Analisis Sifat Kimia Produk <i>Bio-Oil</i> .....	50
4.6.2.1 Analisis FT-IR .....	50
4.6.2.2 Analisis GC.....	53
<b>BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN.....</b>	<b>55</b>
5.1 Kesimpulan.....	55
5.2 Saran.....	55
<b>DAFTAR REFERENSI .....</b>	<b>56</b>

## DAFTAR TABEL

Tabel 2. 1 Jenis Material Katalitik.....	11
Tabel 2. 2 Klasifikasi Komponen Aktif.....	12
Tabel 2. 3 Perbandingan ukuran kristal terhadap profil suhu pada waktu pemanasan selama 30 menit .....	18
Tabel 4. 1 Deskripsi sampel .....	39
Tabel 4. 2 Data FWHM terhadap ukuran kristal produk katalis .....	42
Tabel 4. 3 Luas permukaan dan ukuran pori masing-masing sampel katalis.....	44
Tabel 4. 4 Perbandingan ukuran kristal antara sampel 2 dan 4.....	45
Tabel 4. 5 Luas permukaan dan ukuran pori masing-masing sampel katalis.....	46
Tabel 4. 6 Rangkuman hasil sifat fisik <i>bio-oil</i> .....	47
Tabel 4. 7 Perbandingan densitas <i>bio-oil</i> , solar, dan minyak jarak. ....	48
Tabel 4. 8 Perbandingan viskositas <i>bio-oil</i> , solar, dan minyak jarak. ....	49
Tabel 4. 9 Perbandingan identifikasi keberadaan gugus fungsi .....	51
Tabel 4. 10 Hasil uji GC .....	53
Tabel 4. 11 Komposisi <i>Jatropha Oil</i> menggunakan GC.....	54
Tabel 4. 12 Senyawa-senyawa penyusun solar .....	54

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. 1 Produksi BBM per Produk per Tahun (Barel).....	1
Gambar 2. 1 Struktur minyak jarak .....	6
Gambar 2. 2 Proses konversi trigliserida menjadi bahan bakar bio .....	8
Gambar 2. 3 Komponen katalis .....	13
Gambar 2. 4 Sampel katalis CuO/ZnO/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> menggunakan metode <i>Simple Heating</i> dalam larutan polimer.....	17
Gambar 2. 5 Berkas Elektron SEM .....	21
Gambar 2. 6 Permukaan isolator dilapisi logam.....	22
Gambar 2. 7 Perbandingan difraksi sinar-X.....	23
Gambar 2. 8 Tipikal kurva BET .....	25
Gambar 2. 9 Spektra FT-IR dalam persen transmisi dan persen absorbansi .....	26
Gambar 2. 10 Skematik diagram <i>Gas Chromatography</i> .....	27
Gambar 3. 1 Diagram alir penelitian .....	28
Gambar 3. 2 Diagram alir preparasi katalis.....	31
Gambar 3. 3 Skema rangkaian eksperimen perengkahan .....	32
Gambar 3. 4 Contoh gambar hasil potret SEM .....	33
Gambar 4. 1 (A) Nikel Nitrat Heksahidrat (B) Aluminium Nitrat Nonahidrat.....	37
Gambar 4. 2 Larutan logam nitrat (a) sebelum dicampur PEG (b) sesudah dicampur PEG .....	37
Gambar 4. 3 <i>Programmable electric furnace</i> .....	38
Gambar 4. 4 Padatan NiO/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	38
Gambar 4. 5 Difraktogram XRD sampel katalis .....	39
Gambar 4. 6 Difraktogram NiO/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	40
Gambar 4. 7 Morfologi katalis NiO/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	41
Gambar 4. 8 Pola XRD yang menunjukkan efek temperatur untuk kristalinitas sampel.....	42
Gambar 4. 9 Profil temperatur untuk preprasi katalis.....	43
Gambar 4. 10 Pola XRD yang menunjukkan efek waktu pemanasan untuk kristalinitas sampel.....	45
Gambar 4. 11 Hasil <i>bio-oil</i> .....	48
Gambar 4. 12 Spektrum FT-IR minyak jarak.....	52
Gambar 4. 13 Spektrum FT-IR <i>bio-oil</i> hasil perengkahan.....	52
Gambar 4. 14 FT-IR solar komersial .....	52

## DAFTAR LAMPIRAN

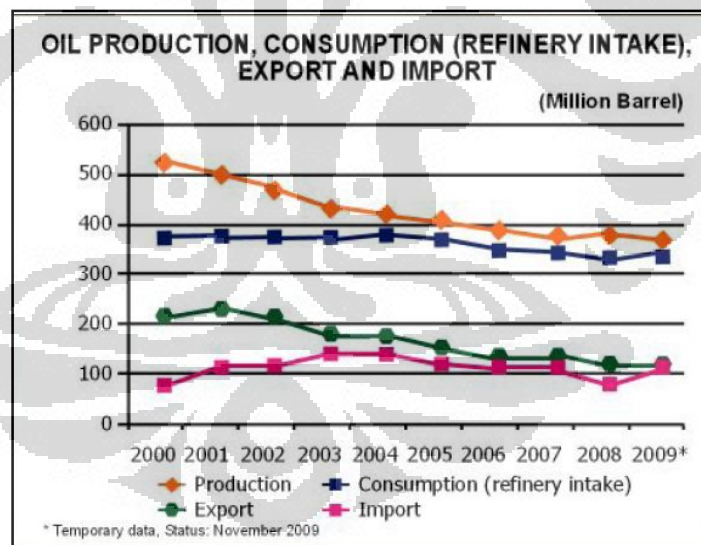
Lampiran 1 Data hasil XRD.....	60
Lampiran 2 Data hasil BET.....	64
Lampiran 3 Data hasil GC.....	68



# BAB 1 PENDAHULUAN

## 1.1 Latar Belakang Masalah

Telah kita ketahui bersama bahwa kebutuhan energi sangat besar. Saat ini, energi dihasilkan berasal dari bermacam-macam sumber yang diklasifikasikan menjadi energi terbarukan (cahaya matahari, angin, air, geotermal, dan biomassa) dan tidak terbarukan (sebagian besar dipenuhi oleh bahan bakar fosil yang termasuk : petroleum, batu bara, dan gas bumi) (Olusola, dkk., 2010). Bahan bakar fosil dan produknya merupakan sumber yang sangat komersial secara global, khususnya minyak bumi sehingga konsumsinya mengalami peningkatan dari waktu ke waktu. Namun , eksplorasi minyak bumi menghadapi kenyataan bahwa suatu saat persediaan sumber energi ini akan habis. Produksi nasional mengalami penurunan selama beberapa tahun terakhir yang ditunjukkan dalam grafik dibawah :



Gambar 1. 1 Produksi BBM per Produk per Tahun (Barel)

Sumber : Indonesia Energy Statistic

Sumur minyak yang semakin tidak produktif menjadi salah satu penyebabnya. Tentunya hal ini akan memberikan dampak yang besar bagi pembangunan Indonesia dan sektor lainnya. Naiknya harga minyak dari tahun-tahun yang lalu tidak dapat dihindari. Krisis minyak bumi sedang terjadi di depan mata sehingga sangat perlu untuk segera ditemukan jalan keluarnya.

Telah banyak solusi untuk mengatasi permasalahan keterbatasan cadangan minyak ini. Salah satunya adalah perengkahan bahan alam seperti minyak nabati menggunakan katalis. Katalis yang cenderung digunakan adalah katalis heterogen dibandingkan katalis homogen. Hal ini berhubungan dengan tahap pemisahan katalis pada akhir proses. Oleh sebab itu, katalis homogen tidak lagi populer. Katalis heterogen lebih disukai karena perbedaan fasanya dengan reaktan sehingga lebih mudah diaplikasikan secara komersial.

Kinerja katalis heterogen telah ditunjukkan berdasarkan penelitian terdahulu. Penelitian yang dilakukan oleh Wijanarko, dkk menggunakan katalis  $\gamma$ -alumina yang menghasilkan fraksi *bio-fuel* seperti gasolin, diesel, dan kerosin (Wijanarko, 2006). Selain itu, studi pengaruh penambahan  $B_2O_3$  pada zeolit dengan umpan POME (Palm Oil Methyl Ester) yang menghasilkan produk dengan range C setara gasoline (Setiadi, dkk.). Namun, material katalis dalam bentuk konvensional tidak cukup efektif. Salah satunya disebabkan oleh aktivitas katalis yang rendah sehingga tidak mampu merengkah reaktan menjadi fraksi-fraksi bakar konvensional. Selain itu, aktifitas katalis dibatasi oleh pembentukan kokas dan pori-pori katalis tertutup oleh kokas (Setiadi dkk., 2006). Oleh karena itu, perlu dikembangkan suatu usaha untuk menambah kinerja katalis.

Salah satu peningkatan kinerja katalis adalah membuat ukuran kristalnya dalam ukuran nanometer. Penggunaan katalis nanokristalin telah diteliti oleh Serrano, dkk menggunakan katalis ZSM-5 dalam perengkahan LDPE (*Low Density Polyethylene*). Hasil yang didapat menunjukkan bahwa nano kristalin ZSM-5 menunjukkan aktivitas katalis yang lebih tinggi daripada mikrokristalin.

Penggunaan katalis nanokristal, yaitu NiO telah diteliti oleh Li, dkk (2008) yang melakukan pirolisis komponen biomassa. Hasil menunjukkan bahwa nanopartikel NiO memiliki aktifitas yang lebih baik. Hal ini dapat dilihat dari perolehan arang dimana penggunaan nano NiO dapat menurunkan berat perolehan arang dibandingkan mikro NiO. Selain itu, proses pirolisis terjadi pada suhu yang lebih rendah sebanyak  $20^\circ C$  jika dibandingkan dengan penggunaan mikro NiO.

Penggunaan penyangga (*support*) juga merupakan salah satu peningkatan kinerja katalis yang dimaksudkan untuk meningkatkan luas permukaan inti aktif dan untuk menambah fungsi katalis itu sendiri. Telah diketahui bahwa

penggunaan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  sebagai penyangga dapat meningkatkan kinerja katalis. Oleh karena itu, dalam penelitian ini, akan disintesis katalis nanokristalin  $\text{NiO}/\text{Al}_2\text{O}_3$  menggunakan metode *simple heating*. Metode ini telah terbukti mampu mensintesis nanokristalin dengan proses yang sederhana. Penggunaan nanokatalis ini akan diaplikasikan dalam perengkahan dengan fasa reaktan yang berupa cairan. Maka, dalam penelitian ini, akan disintesis nanokatalis  $\text{NiO}/\text{Al}_2\text{O}_3$  untuk keperluan perengkahan minyak nabati, yaitu minyak jarak melalui proses *simple heating*. Kinerja nanokatalis  $\text{NiO}/\text{Al}_2\text{O}_3$  yang dihasilkan akan dilihat melalui karakteristik *bio-oil* yang dihasilkan.

### 1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana pengaruh waktu preparasi terhadap nanokatalis yang dihasilkan?
2. Bagaimanakah pengaruh suhu preparasi terhadap ukuran kristal yang dihasilkan?
3. Bagaimana kinerja katalis terhadap hasil perengkahan?

### 1.3 Tujuan Penelitian

1. Memperoleh katalis yang memenuhi kriteria nanomaterial.
2. Mengetahui karakteristik nanokristal yang dihasilkan.
3. Mengetahui kinerja katalis melalui proses pirolisis minyak jarak menjadi bahan bakar bio.

### 1.4 Manfaat Penelitian

Dengan penulisan ini diharapkan dapat mengembangkan metode preparasi nanomaterial, khususnya metode yang tergolong baru, yaitu metode *simple heating* dalam larutan polimer serta uji reaksinya terhadap reaksi perengkahan minyak jarak menjadi *bio-oil* setara solar. Dengan adanya pengembangan metode sintesis ini beserta hasil uji reaksinya, diharapkan dapat memberikan salah satu informasi dan referensi mengenai ilmu material yang bergerak dalam pengetahuan katalis beserta aktivitasnya.



### 1.5 Batasan Masalah

Pada penelitian ini, penulis membatasi pembahasan sebagai berikut :

1. Metode sintesis katalis nano yang digunakan adalah *Simple Heating* dalam larutan polimer.
2. Minyak jarak yang digunakan adalah minyak Jarak Pagar (*Jatropha curcas L.*)

### 1.6 Sistematika Penulisan

Sistematika penulisan dilakukan dengan membagi tulisan menjadi 5 bab, yaitu :

#### 1. BAB I PENDAHULUAN

Berisi latar belakang, rumusan masalah, tujuan penelitian, manfaat penelitian, batasan masalah, dan sistematika penulisan

#### 2. BAB II TINJAUAN PUSTAKA

Berisi dasar teori yang berkaitan dengan penelitian, yaitu : informasi tentang biofuel, proses konversi trigliserida menjadi *biofuel*, katalis, nanomaterial dan metode preparasi nanokatalis.

#### 3. BAB III METODE PENELITIAN

Berisi diagram alir penelitian, peralatan, bahan, prosedur penelitian, dan metode yang digunakan dalam menganalisis produk.

#### 4. BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

Berisi analisis hasil eksperimen yang dilakukan.

#### 5. BAB V KESIMPULAN

Berisi kesimpulan-kesimpulan dari hasil maupun analisis penelitian.

## **BAB 2**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 Biofuel**

*Biofuel* atau bahan bakar hayati adalah setiap bahan bakar baik padatan, cairan, ataupun gas yang dihasilkan dari bahan-bahan organik. Sumber biofuel dapat berasal dari tanaman dan limbah industri, komersial, domestik, atau pertanian. Pengembangan produksi biofuel dapat mengurangi ketergantungan terhadap bahan bakar fosil. Selain itu, biofuel dikenal dengan bahan bakar yang ramah lingkungan jika dibandingkan dengan bahan bakar fosil.

Bahan bakar hayati diperoleh dengan sumber yang beragam, seperti biomassa, minyak nabati, dan lemak hewan. Proses konversi dari bahan baku menjadi *biofuel* telah banyak ditemukan. Salah satunya adalah proses konversi trigliserida yang terkandung dalam minyak nabati sebagai bahan bakunya.

Sekarang, penggunaan bahan baku *biofuel* lebih diarahkan agar tidak menggunakan bahan baku yang merupakan komoditi pangan sehingga penggunaannya tidak saling berseberangan. Produk yang telah dihasilkan berupa bahan bakar hayati untuk kepentingan transportasi, bioalkohol, biogas, bahan bakar hayati padat (arang), dan syngas.

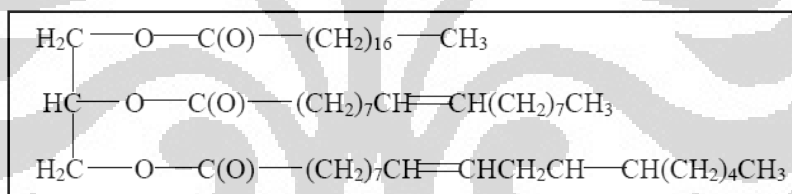
#### **2.2 Minyak Jarak**

Minyak jarak adalah minyak hasil ekstraksi biji tanaman jarak pagar (*Jatropha curcas Linn*) dengan menggunakan mesin pengepres minyak. Tanaman jarak sudah dikenal di kalangan masyarakat luas di Indonesia karena telah banyak ditanam pada saat zaman penjajahan Jepang. Saat itu, tanaman jarak digunakan untuk menyalakan obor dan sebagai bahan bakar pesawat terbang. Bahkan, pada saat Perang Dunia II telah direncanakan akan digunakan sebagai bahan bakar alternatif untuk tank. Kegunaan lainnya adalah untuk bahan pengobatan racun dan sebagai tanaman pagar.

Tanaman jarak dikenal sebagai jarak pagar dan merupakan tanaman semak yang tumbuh dengan cepat hingga mencapai ketinggian 3-5 meter. Tanaman ini mulai berbuah pada umur 5 bulan dan mencapai keadaan produksinya ketika berumur 5 tahun. Tanaman ini ditemukan pada daerah tropis karena sifatnya yang

tahan kekeringan dan dapat tumbuh pada tanah berpasir, berbatu, dan tidak tahan terhadap genangan air sehingga jarak pagar dapat dikembangkan pada lahan kritis. Selain itu, tumbuhan ini dilaporkan mempunyai sedikit hama dan penyakit. Hal ini dikarenakan sebagian besar tubuhnya mengandung racun. Sekarang, tumbuhan ini mendapat perhatian untuk digunakan sebagai salah satu sumber bahan bakar yang terbarukan. Selain itu, salah satu sifat minyak jarak yang menguntungkan adalah tidak dapat dimakan sehingga penggunaannya tidak bersaing dengan kebutuhan pangan. Minyak jarak yang dimanfaatkan terkandung dalam inti biji baik cangkang maupun buah berkisar 25-35 % berat kering biji. Minyak yang dihasilkan oleh tanaman ini dapat dengan mudah dikonversi menjadi cairan biofuel.

Struktur kimia minyak jarak pagar sebagian besar terdiri dari trigliserida dengan rantai asam lemak yang lurus (tidak bercabang), dengan atau tanpa rantai karbon tak jenuh. Struktur minyak pagar dapat dilihat dari gambar berikut :



Gambar 2. 1 Struktur minyak jarak

Trigliserida yang terkandung dalam minyak jarak cukup tinggi, yaitu mencapai 88 hingga 97,3 persen. Sisanya terdiri dari digliserida, monogliserida, sulfur, dan residu karbon. Telah diketahui bahwa 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. Seperti pada proses perengkahan (*cracking*) minyak bumi, hal yang sama dilakukan terhadap minyak jarak. Pada proses perengkahan, ikatan pada asam lemak inilah yang akan direngkah sehingga menghasilkan bio-oil yang terdiri dari fraksi-fraksi bahan bakar.

### 2.3 Bio-Oil

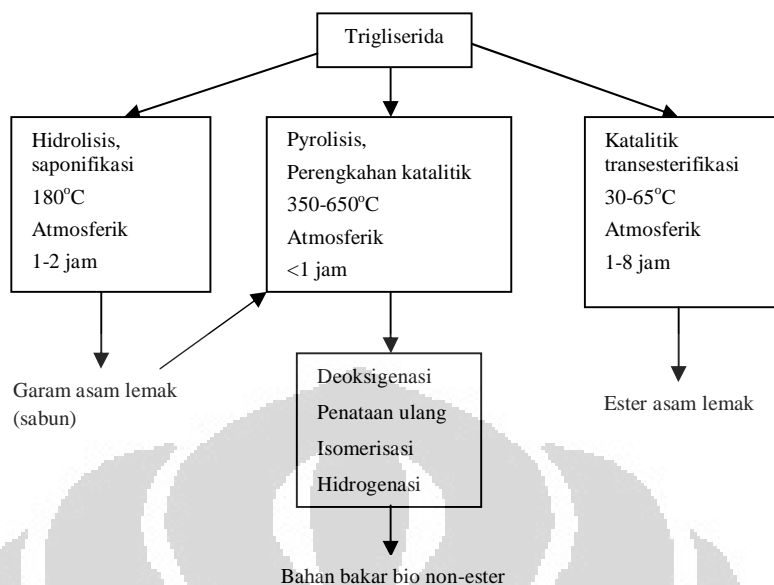
Bio-oil adalah istilah untuk minyak nabati, biomassa, dan lemak yang diaplikasikan secara spesifik untuk produksi energi yang terbarui. Struktur kimia bio oil adalah campuran dari trigliserida minyak nabati. Bio-oil dapat digunakan pada mesin dan turbin (Demirbas, 2008).

Telah banyak melakukan studi pirolisis minyak nabati, tetapi sedikit yang mengkaraterisasi produk bio-oil (Bressler, 2007). Penelitian terdahulu dilakukan oleh Lima dkk. menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu reaksi akan menghasilkan yield (senyawa organik) yang semakin tinggi (Lima dkk., 2004) untuk tiga jenis minyak nabati (minyak kacang kedelai, kelapa sawit, dan jarak). Penelitian lainnya seperti yang dipaparkan dalam jurnal Bressler dkk. mengenai konversi dan yield senyawa dalam bio-oil. Lebih lanjut, *range* produk yang dihasilkan dipertimbangkan bergantung pada kondisi reaksi dan adanya kehadiran katalis atau tidak.

### 2.4 Proses Konversi Trigliserida Menjadi *Biofuel*

Berdasarkan laporan Hanna, dkk dalam jurnal Li, dkk., (2009) berbagai proses konversi trigliserida dapat dibagi menjadi tiga kategori yang dapat dilihat pada Gambar 2.2.

Gambar 2.2 menunjukkan diantara proses konvensional yang berlangsung pada tekanan atmosfer, pirolisis atau perengkahan katalitik adalah pendekatan yang paling banyak digunakan. Proses perengkahan berkatalis adalah faktor yang mengarahkan produk *bio-oil* selain perannya yang dapat meningkatkan selektifitas produk. Katalis dapat mengubah kualitas dan *yield* bio-oil yang diproduksi dari proses katalitik pirolisis (Lappas, dkk., 2008). Semakin baik kinerja katalis maka perolehan bio oil juga akan semakin berkualitas. Selain itu, pirolisis menjadi alternatif yang menarik karena kemudahan operasinya dan menghasilkan bahan bakar non-ester. Bahan bakar non-ester memiliki kelebihan yang diantaranya : mengandung energi yang lebih tinggi daripada alkohol atau bahan bakar berbasis ester, kualitas pembakaran yang baik, karakteristik yang baik pada temperatur yang rendah, stabilitas termal yang baik, stabilitas pada penyimpanan, dan kesesuaian material (Li, dkk., 2009).



**Gambar 2. 2** Proses konversi trigliserida menjadi bahan bakar bio

Sumber : Li, dkk., 2009

Dari gambar tersebut dapat dilihat bahwa dalam perengkahan trigliserida, katalis dibutuhkan dalam tiap prosesnya. Proses pirolisis, yaitu proses pembakaran tanpa menggunakan oksigen menggunakan katalis dalam perengkahan ikatan C antar senyawanya, begitu pula dengan reaksi lanjutannya seperti deoksigenasi, isomerisasi, dan hidrogenasi. Kedua reaksi lainnya yaitu hidrolisis dan transesterifikasi juga menggunakan katalis untuk memudahkan berlangsungnya reaksi. Oleh karena itu, dapat disimpulkan katalis mempunyai peran yang penting dalam menjalankan suatu reaksi dan menjadi bidang ilmu yang menarik.

## 2.5 Perengkahan Katalitik

Menurut Avidan et al dalam buku *The Chemistry and Technology of Petroleum* (Speight,1991) perengkahan katalitik pada dasarnya sama dengan perengkahan termal, namun hal ini dibedakan dengan penggunaan katalis yang tidak digunakan dalam prosesnya, yang mengarahkan jalan reaksi perengkahan untuk memproduksi produk nilai oktan yang lebih tinggi sesuai dengan harapan. Hal ini akan mempermudah menentukan kondisi operasi dan mengarahkan produk perengkahan dengan kualitas produk yang lebih baik. Dengan kehadiran katalis, suhu operasi akan menjadi lebih rendah yang akan berakibat proses akan

berlangsung lebih selektif. Konversi dan distribusi produk trigliserida merupakan fungsi dari tipe katalis dan temperatur.

Pada jurnalnya, Zhang mengungkapkan hasil penelitian Guo bahwa banyak katalis yang digunakan pada *upgrading* bio-oil dan dipercaya walaupun perengkahan katalitik adalah teknik yang utama. Katalis dengan kinerja yang baik dengan konversi yang tinggi dan sedikit kecenderungan *coking* menuntut banyak usaha (Zhang dkk., 2007).

## 2.6 Katalis

Katalis merupakan suatu bahan yang dapat meningkatkan laju suatu reaksi kimia dalam mencapai keadaan kesetimbangan tanpa terlibat secara permanen di dalam suatu reaksi. Kondisi kimia katalis ditujukan untuk semua aturan kimia pada interaksinya dengan reaktan namun tetap tidak berubah pada akhir reaksi. Katalis memungkinkan reaksi berlangsung lebih cepat atau memungkinkan reaksi pada suhu lebih rendah akibat perubahan yang dipicunya terhadap pereaksi. Katalis menyediakan suatu jalur pilihan dengan energi aktivasi yang lebih rendah. Katalis mengurangi energi yang dibutuhkan untuk berlangsungnya reaksi.

Secara khusus, untuk kelangsungan reaksi, katalis harus memiliki aktivitas kimia. Dibalik itu, peningkatan aktivitas memiliki beberapa keuntungan :

- Laju yang lebih tinggi untuk kondisi yang sama.
- Laju yang sama dengan hasil yang lebih banyak.
- Laju yang sama pada temperatur atau tekanan yang lebih rendah dimana operasi menjadi lebih mudah, deaktivasi berkurang, atau peningkatan selektivitas.

### 2.6.1 Katalis Homogen

Katalis dikatakan homogen ketika katalis dapat terlarut dalam reaktannya, dengan kata lain katalis homogen mempunyai fasa yang sama seperti reaktan dan produk. Biasanya, fasa cair adalah yang paling sering ditemukan, dengan katalis dan reaktan berupa larutan. Katalisis terjadi melalui reaksi yang kompleks dan penataan ulang antara molekul. Namun, katalis jenis ini sukar untuk dioperasikan secara komersial.

Dalam proses penggunaan katalis homogen tidak ada petunjuk awal apakah proses katalitik berfasa homogen cair ini lebih ekonomis atau kurang

ekonomis daripada proses heterogen. Operasi berfasa cair dalam bejana aduk, baik dengan katalis homogen dan katalis heterogen, menghasilkan kapasitas panas yang besar, yang membuat pengontrolan suhu menjadi lebih mudah, namun masalah korosi lebih sering terjadi pada fasa cair. Operasi dalam fasa cair menyebabkan pembatas pada suhu dan tekanan, sehingga peralatan menjadi rumit. Katalis homogen memiliki kemungkinan beracun dan katalis harus dipisahkan dari produk menjadi beban tambahan. Untuk alasan ini, katalis homogen ditemukan hanya pada penggunaan industri yang terbatas.

### **2.6.2 Katalis Heterogen**

Pada sistem katalis heterogen, melibatkan lebih dari satu fasa, biasanya katalis berupa padatan dan reaktan serta produk adalah pada bentuk cairan atau gas. Fenomena antar permukaan menjadi penting. Difusi, absorpsi dan adsorpsi memainkan peranan dalam menentukan laju.

Secara komersial, penggunaan katalis heterogen sangat sesuai. Hal ini membuat penggunaannya berkembang pesat dan banyak digunakan dalam banyak bidang. Preparasi yang mudah membuat katalis dalam bentuk pelet, membuat kebutuhan proses menjadi lebih sederhana untuk konstruksi dan operasi. Pengontrolan yang baik, dan kualitas produk yang tinggi. Tidak mengejutkan bahwa proses katalitik dalam industri secara mayoritas mengadopsi pendekatan ini.

Bahan katalis bentuk padatan digunakan secara luas karena lebih murah, mudah dipisahkan dari reaktan serta sangat mudah beradaptasi dengan berbagai reaktor. Umumnya katalis padat digunakan dalam bentuk berpori dalam suatu cetakan. Beberapa jenis katalis padatan antara lain adalah katalis oksida logam, katalis logam dan alloy, katalis organologam serta katalis asam atau basa. Jenis katalis yang banyak dimanfaatkan pada sejumlah reaksi kimia adalah katalis hidrogenasi. Katalis hidrogenasi adalah katalis yang digunakan untuk reaksi hidrogenasi, yang pada umumnya berupa logam, seperti; nikel, palladium, platina, molibdenum, dan sebagainya.

### **2.6.3 Klasifikasi Karakteristik Katalis**

Katalisis adalah karakteristik umum dari suatu zat, dan selalu ada jenis mineral yang akan mengatalisasi reaksi. Kebanyakan katalis adalah spesifik, dan

untuk setiap reaksi yang diberikan atau grup reaksi hanya ada sebagian jenis grup mineral yang cocok dengan karakteristik katalis yang spesifik. Reaksi dikategorikan menurut suatu standard dan jenis mineral berdasarkan yang lainnya; untuk setiap jenis reaksi ada satu atau lebih grup mineral yang menyediakan aktivitas katalis yang sangat baik. Umumnya, reaksi digolongkan menurut penggunaan reaktan, atau mekanisme reaksinya. Jenis mineral pada umumnya diklasifikasikan menurut karakteristik fisika dan kimianya atau menurut posisinya dalam tabel periodik.

Tabel 2.1 memberikan contoh hubungan umum yang menetapkan hubungan antara 3 kelas besar dari katalis padat, metal, oksida semi-konduktor dan oksida isolator, serta jenis reaksi dimana katalis-katalis ini diaplikasikan.

**Tabel 2. 1** Jenis Material Katalitik

Kelas Padatan	Grup reaksi	Contoh
1. Metal (konduktor)	Hidrogenasi Dehidrogenasi Hidrogenolisis Oksidasi (sintesis NH <sub>3</sub> )	Fe, Co, Ni Ru, Rh, Pd Ir, Pt Ag, Cu
2. Metal oksida dan sulfida (semi-konduktor)	Oksidasi Reduksi Dehidrogenasi Siklisasi Hidrogenasi Desulfurisasi Denitrogenasi	NiO, CuO, ZnO CoO, Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> V <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , MoO <sub>3</sub> , dll ... WS, MoS <sub>2</sub> Ni <sub>3</sub> S <sub>2</sub> , Co <sub>9</sub> S <sub>8</sub> ...
3. Oksida isolator	Hidratasi Dehidratasi Isomerisasi Polimerisasi Alkilasi Perengkahan dll.	Zeolit SiO <sub>2</sub> —Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> SiO <sub>2</sub> —MgO Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + (Cl atau F) Asam yang disanggakan dll.

Sumber : Satterfield, 1991

Pada penelitian ini, katalis yang dieksperimenkan adalah logam oksida, yaitu nikel oksida yang disanggakan pada alumina. Telah diketahui bahwa logam nikel oksida berperan dalam membantu menjalankan banyak proses. Selama periode perkembangannya teori dan praktik dari katalis heterogen memberikan banyak contoh katalis nikel oksida untuk proses oksidasi bahkan perengkahan.



### 2.6.4 Komponen Katalis

Walaupun beberapa material katalitik terdiri dari satu senyawa, banyak dari katalis memiliki tiga jenis komponen yang dibedakan, yaitu : komponen aktif, penyangga, dan promotor. Pada Gambar 2.3 diilustrasikan sebuah segitiga untuk menunjukkan kebergantungan masing-masing komponen.

#### ✓ Komponen aktif

Komponen aktif merupakan komponen inti terhadap reaksi kimia. Pemilihan komponen aktif adalah langkah pertama dalam desain katalis. Secara turun temurun, telah dilakukan penggolongan komponen aktif yang ditabelkan dibawah ini.

**Tabel 2. 2** Klasifikasi Komponen Aktif

Kelas	Reaksi	Contoh
Logam	Hidrogenasi Hidrogenolisis Oksidasi	Fe, Ni, Pt Pd, Cu, Ag
Oksida dan sulfida	Hidrogenasi selektif Hidrogenolisis Oksidasi	NiO, ZnO, CuO Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , MoS <sub>2</sub>
Oksida	Polimerisasi Isomerisasi Perengkahan Dehidrasi	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Si O <sub>2</sub> , MgO Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , SiO <sub>2</sub> Zeolit

Sumber : Richardson, 1989

#### ✓ Penyangga (*Support*)

Konsep awal penyangga adalah senyawa inert yang menyediakan tempat penyebaran katalis yang mahal seperti platina untuk penggunaan efektifnya, atau untuk meningkatkan kekuatan mekanis katalis yang melekat. Penyangga memiliki banyak fungsi, namun yang menjadi fungsi utamanya adalah menyediakan area permukaan untuk komponen aktif. Support digunakan sebagai penyedia luas permukaan yang besar bagi komponen aktif yang bertujuan untuk memperluas kontak antara inti aktif dan reaktan, tanpa mengurangi aktivitas intrinsik fasa aktif (Liherlinah, 2009).

Kemampuan *loading* adalah penting untuk mendukung peran penyangga dalam pengaturan dispersi komponen aktif. Porositas sangat diperlukan untuk area permukaan yang tinggi, bentuk pori dan distribusi ukuran juga menjadi

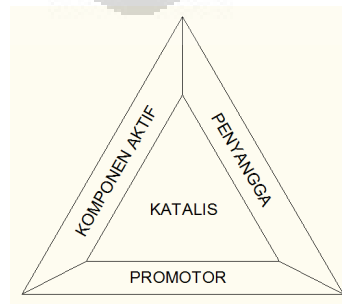
faktor yang penting. Alumina dan silika merupakan material yang baik dalam hal ini.

Para peneliti katalis telah lama menduga bahwa komponen aktif dapat dipengaruhi oleh kontak dengan penyangga. Ada situasi dimana keasaman penyangga mempunyai pengaruh positif, yaitu dalam reaksi utamanya. Penyangga menambah fungsi pada katalis secara keseluruhan. Bagaimanapun, penyangga dapat berkontribusi dalam aktivitas katalitik, bergantung pada reaksi dan kondisinya pada proses produksi. Hal ini dapat membantu stabilitas katalis dari inti aktif.

Seleksi penyangga didasarkan pada karakteristik yang diinginkan. Pada penambahan efek kimia, terdapat sifat fisika tertentu yang cukup penting, yaitu:

- a. Inert terhadap reaksi yang tidak diinginkan
- b. Sifat mekanis yang diinginkan
- c. Stabilitas dibawah kondisi reaksi dan regenerasi
- d. Luas permukaan (biasanya luas permukaan yang tinggi, namun tidak selalu diinginkan)
- e. Porositas, termasuk ukuran pori rata-rata dan distribusi ukuran pori
- f. Ekonomis

Dari kemungkinan material yang banyak, hanya tiga material yang memiliki kombinasi dari kriteria tersebut, oleh karena itu material ini yang sering digunakan. Material-material ini adalah alumina, silika, dan karbon aktif. Dari ketiga material tersebut, alumina adalah yang paling sering digunakan dalam skala industri.



**Gambar 2. 3** Komponen katalis

Sumber : Richardson, 1989

- Alumina

Alumina adalah penyangga yang paling banyak digunakan karena harganya yang tidak mahal, stabil secara struktur dan dapat dipreparasi dengan ukuran pori dan distribusi pori yang bervariasi. Katalis komersial yang tersedia dengan luas permukaan dari 100 hingga 600 m<sup>2</sup>/g adalah alumina nonporos. Beberapa kristal yang berbeda terdapat dalam material ini. Disamping itu, alumina mempunyai sifat yang relatif yang relatif stabil pada suhu tinggi, mudah dibentuk, memiliki titik leleh yang tinggi, struktur porinya yang besar dan relatif kuat secara fisik. Karakteristik ini menyebabkan alumina digunakan sebagai adsorben, katalis, dan pendukung katalis.

Biasanya alumina dipreparasi melalui dehidrasi berbagai aluminium hidroksida, bahkan jika bentuk dari hidroksidanya merupakan gel, sudah dapat dikonversi menjadi bentuk kristalin dengan cara *heating*. Bentuk kristalin khusus yang diperoleh bergantung pada cara yang kompleks pada waktu-temperatur-lingkungan dimana hidroksida diletakkan, dan hal ini cukup susah untuk dikontrol, khususnya pada skala besar.

Alumina untuk penggunaan sebagai penyangga adalah alumina transisi.  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> adalah material yang paling diminati karena memiliki luas area yang besar dan relatif stabil pada interval temperatur pada sebagian besar reaksi katalitik. Dahulu,  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> juga diminati karena memiliki keasaman yang lebih tinggi daripada  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sehingga dapat menjadi support yang sangat berguna untuk reaksi *catalytic reforming*.

- Silika

Material komersial mempunyai luas permukaan yang besar, yaitu sekitar 700 m<sup>2</sup>/g. Diameter pori sangat rendah, sekitar 2,5 nm hingga 7 nm. Namun, ukuran pori ini dianggap besar daripada zeolit dan lebih besar daripada kebanyakan molekul reaktan. Biasanya, tidak ada pori yang berukuran makro pada material ini.

Dengan memvariasikan prosedur pembuatan, silika gel dapat dibuat dengan mempertimbangkan diameter pori yang besar dan memiliki luas permukaan yang kecil, yaitu sekitar 100 m<sup>2</sup>/g. Biasanya, silika gel lebih susah terbentuk daripada alumina. Produk komersial mengandung jumlah kecil zat pengotor

seperti natrium, kalsium, besi, dan alumina pada jangkauan konsentrasi ratusan ppm.

Produk akhir yang kering harus mengarah pada poros silika, namun istilah silica gel adalah penggunaan yang biasa. Pada temperatur lingkungan, permukaan terdiri dari sebuah lapisan grup sianol (SiOH) dan air yang terdsorb. Sebagian besar air dihilangkan dengan cara pengeringan dengan udara pada 150 hingga 200°C. Grup sianol tertinggal pada permukaan dan hilang jika temperatur dinaikkan.

- Karbon Aktif

Karbon aktif mengandung 10% berat oksigen, yang dapat menutupi sebagian besar permukaan sebagai hasil adsorpsi kimia oksigen dari keton, hidroksil, atau asam karboksilat. Hal ini dapat mengakibatkan sifat adsorptif yang dipertimbangkan secara berbeda daripada karbon yang dipanaskan dengan gas inert atau dibawah kondisi reduksi. Permukaan area dapat berkisar hingga 1200 m<sup>2</sup>/g, namun banyak dari material ini yang dapat tersumbat oleh endapan.

Penyangga karbon dapat digunakan untuk reaksi katalitik hanya dibawah kondisi bahwa penyangga tidak terserang. Biasanya, katalis tidak dapat diregenerasi kecuali dengan pencucian, namun, komposisi aktif dapat dipulihkan dengan cara membakar penyangga. Sebagai support, karbon dapat digunakan untuk menyangga logam berharga dan untuk reaksi-reaksi adsorpsi yang kuat oleh karbon untuk molekul organik yang memiliki nilai jual. Karbon aktif mengandung abu (dari bahan mineral pada material awal) dan bermacam-macam logam dan senyawa sulfur. Hal ini dapat memiliki efek katalitik yang penting dan harus dipertimbangkan, namun dapat dihilangkan melalui pencucian oleh asam.

Sebagai penyangga dalam reaksi katalitik, sebuah bentuk dari karbon harus bebas dari garam logam, rendah sulfur, dan memiliki luas area permukaan yang diinginkan. Material seperti ini dapat beberapa kali lebih mahal daripada karbon aktif biasa yang digunakan pada proses penghilangan pengotor (adsorpsi). *Coke* yang berasal dari petroleum biasanya lebih kuat daripada karbon aktif dari batu bara, hal ini yang membuatnya tidak dapat digunakan

sebagai penyangga katalis untuk beberapa aplikasi. Arang kayu juga dapat digunakan. Karbon dari tempurung kelapa, sudah tersedia sebagai produk buangan, sifatnya relatif keras dan digunakan untuk penggunaan tertentu.

✓ Promotor

Promotor adalah material ketiga yang ketika ditambahkan, seringkali dalam jumlah yang sedikit, menghasilkan aktivitas yang diinginkan, efek selektifitas atau stabilitas. Promotor dapat dimisalkan sebagai bumbu dalam masakan. Promoter didesain untuk membantu komponen aktif dan penyangga. Salah satu contoh peran yang penting dari promotor adalah pengontrol stabilitas. Lebih lanjut, promotor ditambahkan pada penyangga untuk menghambat aktifitas yang tidak diinginkan, seperti pembentukan *coke*.

## 2.7 Metode Sintesis Katalis

Metode yang biasa digunakan untuk mensintesis katalis adalah impregnasi dan ko-presipitasi. Sedangkan metode yang digunakan dalam tulisan ini adalah *simple heating* (pemanasan sederhana).

### 2.7.1 Pemanasan Sederhana Dalam Larutan Polimer

Metode ini juga dikenal dengan nama metode *simple heating*. Metode ini adalah metode sintesis nanopartikel menggunakan media kontinu (Abdullah dkk., 2009). Pada metode ini, larutan polimer dengan berat molekul tinggi digunakan sebagai media kontinu. Dalam sintesis katalis, prekursor nitrat dicampur dan direaksikan secara merata dengan media kontinu tersebut disertai pemanasan. Di dalam larutan tersebut, diperkirakan ion-ion logam menempel secara merata pada rantai polimer. Kehadiran media kontinu ini dijaga hingga pada akhir proses. Tujuannya adalah menghindari penggumpalan sehingga media kontinu ini harus dipertahankan hingga akhir proses. Setelah reaksi selesai, maka media kontinu ini akan dihilangkan untuk mendapatkan suatu nanopartikel.

Metode ini termasuk metode yang sangat sederhana dan menghasilkan ukuran partikel yang cukup kecil, yaitu dari puluhan hingga beberapa ratus nanometer (Abdullah dkk., 2009). Selain itu, metode ini tidak membutuhkan waktu yang sangat lama seperti pada metode sintesis nanopartikel lainnya. Metode ini hanya membutuhkan waktu selama beberapa puluh menit dan tidak diperlukan

peralatan yang terlalu mahal (Abdullah dkk., 2009). Selain itu, metode ini dapat dikembangkan dalam skala besar untuk aplikasinya dalam industri.

Beberapa penelitian telah menggunakan metode ini untuk mensintesis nanokatalis  $\text{CuO/ZnO/Al}_2\text{O}_3$  seperti yang dilakukan oleh Lihertinah. Begitu juga sintesis nanopartikel lainnya seperti cerium dioksida yang didop dengan neodimium ( $\text{CeO}_2\text{:Nd}$ ), seng oksida,  $\text{Cu/ZnO/Al}_2\text{O}_3$ , yttria yang didop dengan europium, dan lain sebagainya. Pada prinsipnya, hampir semua oksida logam dengan ukuran dibawah mikrometer dapat dibuat dengan menggunakan prekursor nitrat dari logam yang bersangkutan (Abdullah dkk., 2009).



**Gambar 2. 4** Sampel katalis  $\text{CuO/ZnO/Al}_2\text{O}_3$  menggunakan metode *Simple Heating* dalam larutan polimer (Sumber : Lihertinah, 2009)

Pengaruh pertumbuhan kristal pada metode ini adalah terletak pada profil pemanasan yang dilakukan. Profil pemanasan meliputi waktu dan suhu pemanasan. Penelitian yang dilakukan telah berhasil menghasilkan katalis dengan ukuran partikel berukuran nanometer yang terlihat dalam Tabel 2.3.

**Tabel 2. 3** Perbandingan ukuran kristal terhadap profil suhu pada waktu pemanasan selama 30 menit

	Ukuran (nm)	Profil suhu
Liherlinah, 2009	48	
Vioktalamo, 2007	95.54	

Berdasarkan kedua penelitian tersebut telah diamati bahwa dengan kenaikan suhu akan semakin besar partikel dan kristal yang terbentuk. Hal ini disebabkan *sintering* yang terjadi selama proses. Semakin tinggi suhu pemanasan, maka PEG akan semakin cepat teruapkan sehingga media kontinu yang berfungsi sebagai *growth inhibitor* tidak berfungsi lagi. Pengaruh waktu juga mempunyai efek yang sama dengan waktu, yaitu semakin lama waktu pemanasan, maka akan semakin besar ukuran partikel dan kristal yang terbentuk.

## 2.8 Nanomaterial

Sejak tahun 2000, riset material skala nanometer memasuki babak yang paling progresif (Liherlinah, 2009). Hasil dari perkembangan tersebut adalah teknologi material berskala mikrometer menjadi material berskala nanometer. Material yang berskala nano seringkali disebut nanomaterial. Istilah ini meliputi material yang berukuran nano seperti nanokomposit, nanopartikel, nanotube, dan sebagainya.

Nanomaterial merupakan material yang berukuran dalam skala nanometer, yaitu berkisar antara 1-100 nanometer. Dengan ukuran nano, sifat material lebih menguntungkan. Sifat dari nanomaterial berbeda dan jauh lebih baik jika dibandingkan dengan bentuknya yang lebih besar dan tersedia dalam bentuk polikristalin. Nanomaterial menunjukkan sifat mekanis, elektronik, magnetik, termal, dan sifat optis yang signifikan jika dibandingkan dengan skala yang lebih besar, dan secara luas menarik perhatian. Hal ini bergantung pada struktur mikro yang ditentukan oleh komposisi kimia, ukuran *grain*, struktur atom, orientasi kristalografi, nomor koordinat, dan dimensionalitas. Karena dimensi kristalnya, fraksi volum atom pada nanomaterial terletak pada batas *grain* yang memberikan sifat khusus.

Karakteristik material dapat menjadi berbeda setelah menjadi nanomaterial, yaitu :

1. Nanomaterial memiliki *surface area* yang besar daripada material awalnya. Hal ini dapat meningkatkan reaktivitas kimia. Reaktivitas material ditentukan oleh atom-atom di permukaan, karena hanya atom-atom tersebut yang bersentuhan langsung dengan material lain (Abdullah dkk., 2008).
2. Efek kuantum yang mendominasi bahan dari nanoscale terutama pada pengaruh optikal dan sifat magnetik material.

Nanokristalin adalah tipe kristal yang mempunyai ukuran tidak lebih dari 100 nm. Penurunan ukuran kristal menghasilkan perubahan pada sifat fisikokimia katalis dibandingkan dengan bentuknya yang mikrokristalin.

### **2.8.1 Nanokatalis Nikel**

Selama dekade terakhir ini, nanosains dan nanoteknologi menjadi bidang yang populer dalam penelitian dan pengembangan material. Sebagai contoh untuk menjelaskan potensinya, katalis heterogen disebut sebagai aplikasi sukses yang mempunyai keuntungan yang besar untuk masyarakat. Hubungan khusus skala ini berhubungan dengan katalis heterogen, dimana inti aktif adalah kristal atau daerah fasa aktif. Jenis reaksi ini melibatkan interaksi atom-molekul.

Material katalitik digunakan secara luas di industri proses kimia. Bagaimanapun, menurut Bell dalam jurnal Zhu dkk, tantangan untuk selalu ada



untuk memaksimalkan efisiensinya untuk menjaga stabilitas dan aktivitas setelah melalui periode operasi yang panjang. Beberapa tahun terakhir, ketertarikan terhadap sintesis nano metal oksida meningkat sehubungan dengan luas area yang besar, sifat adsorptif yang tidak biasa, dan difusitas yang cepat.

Berbagai material telah diuji sebagai katalis yang digunakan untuk memecah rantai hidrokarbon, termasuk katalis berbasis nikel, zeolit, katalis besi, dan lain-lain. Berdasarkan penelitian Furusawa dkk., dalam jurnal Jianfen, *dolomite* dan katalis berbasis nikel dipercaya efektif (Li dkk., 2007). Telah diketahui bahwa nikel adalah logam transisi. Logam transisi adalah logam yang dapat menunjukkan aktivitas katalitik karena aplikasi katalitik yang berhasil hanya ditemukan pada logam transisi elektron-d. Adanya orbital d yang masih kekurangan elektron tersebut dapat menangkap elektron dari reaktan dan membentuk ikatan yang kuat, sehingga dapat mengaktifkan spesies yang bereaksi.

Logam alkali dan alkalin dengan orbital s terlalu mudah untuk berubah ke dalam kondisi ion dibawah kondisi katalitik dan fungsi utamanya adalah sebagai promotor. Logam Lantanida (logam f) sukar untuk diproduksi dan terlalu reaktif untuk tetap berada dalam fasa logam. Walaupun secara luas ditemukan sebagai promotor oksida dan penyangga, tidak ada contoh katalisis yang sukses dengan logam Lantanida. Penggunaan nikel dalam bentuk oksida juga telah diteliti untuk reaksi pirolisis minyak nabati dan biomassa. Nikel oksida dapat berfungsi sebagai inti aktif tanpa mereduksinya terlebih dahulu menjadi nikel.

Namun, masih ada halangan teknis dalam pengaplikasian katalis berbasis Ni di aplikasi industri, yang sangat berhubungan dengan deaktivasi diakibatkan dengan deposisi karbon dan peracunan dengan adanya  $H_2S$ . Oleh karena itu, studi lebih lanjut diperlukan untuk mengembangkan katalis berbasis nikel dengan peningkatan kinerja (Li dkk., 2007), yaitu membuatnya dalam kriteria nanomaterial.

Berdasarkan pemelitan Li dkk., 2007 yang menggunakan katalis nanokristal NiO dengan cara membuat NiO menjadi nanopartikel. Telah disadari bahwa katalis dengan dasar elemen Ni berperan sebagai komponen aktif pada katalis berbasis Ni; dengan demikian katalis yang terdiri dari NiO biasanya teraktivasi melalui reduksi menjadi Ni sebelum digunakan. Melalui proses

pirolisis didapati bahwa nano NiO bekerja lebih efektif dibandingkan dengan mikro NiO. Dibandingkan dengan mikro partikel NiO, nano partikel NiO dapat menghasilkan proses terjadi dibawah temperatur yang lebih rendah dengan energi aktivasi yang lebih rendah (Li dkk., 2007).

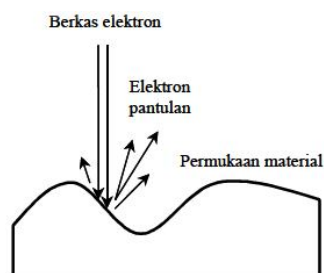
## 2.9 Metode Karakterisasi Katalis

Informasi yang dibutuhkan untuk mengetahui karakteristik dari produk yang dihasilkan adalah ukuran kristal/katalis, luas permukaan katalis, dan kristalinitasnya. Dengan karakterisasi bisa diyakinkan bahwa material yang disintesis sudah memenuhi kriteria nanostruktur.

### 2.9.1 SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

Scanning Electrone Microscope (SEM) adalah jenis mikroskop elektron yang menggambarkan permukaan sampel dengan *scan* menggunakan berkas energi tinggi elektron dengan pola raster. Elektron berinteraksi dengan atom yang membuat sampel menghasilkan sinyal yang mengandung informasi topografi permukaan sampel, komposisi dan sifat fisis lain seperti konduktifitas elektrik (Wikipedia, 2008).

Prinsip kerja SEM adalah menembakkan permukaan benda dengan berkas elektron berenergi tinggi seperti pada Gambar 2.8. Permukaan benda yang dikenai berkas akan memantulkan kembali berkas tersebut atau menghasilkan elektron sekunder ke segala arah. Tetapi ada satu arah dimana berkas dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Detektor di dalam SEM mendeteksi elektron yang dipantulkan dan menentukan lokasi berkas yang dipantulkan dengan instensitas tertinggi. Arah tersebut memberi informasi profil permukaan benda seberapa landai dan ke mana arah kemiringan (Abdullah, 2008).

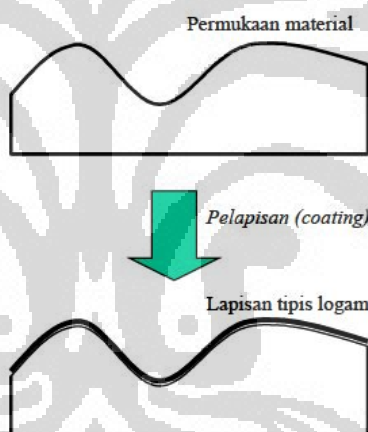


**Gambar 2. 5** Berkas Elektron SEM

Sumber : Abdullah, 2008

SEM adalah alat yang tepat untuk mempelajari keseluruhan topografi. Preparasi sampel tidak dibutuhkan, sehingga katalis dapat ditangani dengan baik. Ketebalan sampel tidak berpengaruh seperti pada *Transmission Electron Microscope* (TEM). Karena itu sampel yang tebal sekalipun (*bulk*) dapat dianalisis dengan SEM.

Syarat agar SEM menghasilkan citra permukaan yang tajam adalah permukaan benda harus bersifat sebagai pemantul elektron atau dapat melepaskan elektron sekunder ketika ditembak dengan berkas elektron. Material yang memiliki sifat demikian adalah logam. Jika permukaan logam diamati di bawah SEM maka profil permukaan akan tampak dengan jelas (Lihertinah, 2009). Namun, jika permukaannya bukan logam, maka jika diinginkan dikarakterisasi dengan SEM, maka permukaan material tersebut harus dilapisi dengan logam.



Gambar 2. 6 Permukaan isolator dilapisi logam

Sumber : Abdullah, 2008

### 2.9.2 XRD (*X-Ray Diffraction*)

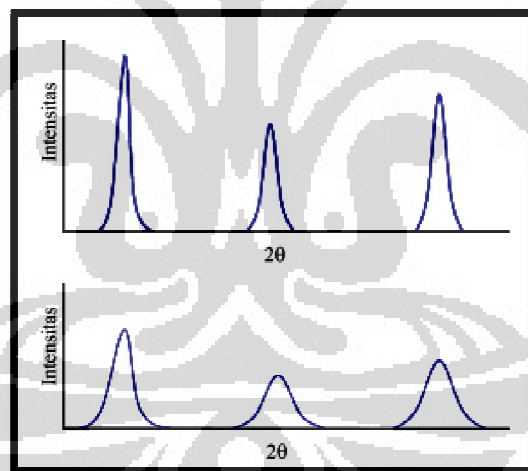
*X-rays* (sinar-X) adalah radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang yang sebanding dengan ukuran atom, sehingga dapat digunakan untuk menyelidiki susunan struktur dari atom dan molekul pada berbagai jenis material ([www.mrl.ucsb.edu](http://www.mrl.ucsb.edu)). Metode XRD banyak digunakan untuk mengidentifikasi dan mengkaraktrisasi material yang digunakan sebagai katalis, karena banyak katalis yang berwujud kristal.

XRD biasanya digunakan untuk analisis struktur keseluruhan, yaitu fasa bulk suatu katalis dan menentukan sifat kristal atau kristalinitas dari suatu katalis.

Kebanyakan dari katalis adalah berbentuk padatan kristal seperti oksida logam, zeolit, dan logam yang berpenyangga. XRD menjadi teknik yang cukup handal dan mendasar untuk mengevaluasi sifat-sifat kristal dan ukuran kristal (Leofanti, dkk., 1997).

Metode ini sebenarnya memprediksi ukuran kristal dalam material, bukan ukuran partikel. Jika satu partikel mengandung sejumlah kristal yang kecil-kecil maka informasi yang diberikan metode Scherrer adalah ukuran kristal tersebut, bukan ukuran partikel. Untuk ukuran partikel berukuran nanometer, biasanya satu partikel hanya mengandung satu kristal, maka ukuran kristal yang didapat juga merupakan ukuran partikel.

Berdasarkan metode ini, makin kecil ukuran kristal, maka makin lebar puncak difraksi yang dihasilkan, seperti pada Gambar 2.7. Kristal yang berukuran besar dengan satu orientasi menghasilkan puncak difraksi yang mendekati sebuah garis vertikal (Abdullah, 2009).



**Gambar 2. 7** Perbandingan difraksi sinar-X. Makin lebar puncak difraksi sinar-X maka makin kecil ukuran kristal

Sumber : Abdullah, 2009

Hubungan antara ukuran kristal dengan lebar puncak difraksi sinar-X dapat ditentukan dengan persamaan Scherrer :

$$D \approx K \frac{\lambda}{B \cos \theta_B} \dots\dots\dots (2. 1)$$

Dimana D : diameter (ukuran kristal)

$\lambda$  : panjang gelombang sinar-X yang digunakan, 0,154 nm

$\theta_B$  : sudut Bragg

B : FWHM satu puncak yang dipilih

Bentuk umum dari parameter B adalah :

$$B = \sqrt{B^2 - b^2} \dots\dots\dots(2.2)$$

B adalah  $FWHM_{sp}$  adalah puncak difraksi sampel pada setengah maksimum. b adalah lebar puncak difraksi kristal yang sangat besar lokasi puncaknya berada di sekitar lokasi puncak sampel yang akan kita hitung. Namun, umumnya,  $FWHM_{st}$  sangat kecil, yaitu 0,1 sehingga dapat diabaikan dan persamaan II.1 dapat dianggap sebagai aproksimasi yang cukup baik (Abdullah, 2009).

Kenyataan bahwa jarak antar atom berada pada rentang  $10 \text{ \AA}$  membuat kisi antar atom dapat mendifraksikan sinar-X yang memiliki panjang gelombang pada kisaran  $10 \text{ \AA}$ . Hubungan antara panjang gelombang, orde difraksi (n), jarak antar bidang kisi (d), dan sudut difraksi ( $\theta$ ) diungkapkan dalam persamaan Brag (Lihertlinah, 2009) :

$$n\lambda = 2d \sin \theta \dots\dots\dots(2.3)$$

### 2.9.3 BET (*Brunauer-Emmett-Teller*)

Metode yang paling sering digunakan untuk mengukur luas permukaan, dan yang biasa digunakan untuk studi katalis dikembangkan oleh Brunauer, Emmett, dan Teller. Teori ini menjelaskan fenomena adsorpsi molekul gas di permukaan zat padat. Kuantitas molekul gas yang diadsorpsi bergantung pada luas permukaan yang dimiliki zat padat tersebut. Dengan demikian, teori ini dapat dipergunakan untuk menentukan luas permukaan zat padat (Abdullah, 2008).

Bila adsorbat yang digunakan adalah gas nitrogen, maka nitrogen cair digunakan sebagai media pendinginnya. Selain itu, melalui karakterisasi BET kita juga dapat mengetahui volume pori-pori total dan diameter pori rata-rata.

Landasan utama teori BET adalah (Abdullah, 2008) :

- a. Molekul dapat teradsorpsi pada permukaan zat padat hingga beberapa lapis. Teori ini lebih umum dari teori adsorpsi satu lapis molekul Langmuir.

- b. Juga dianggap bahwa tidak ada interaksi antara molekul gas yang teradsorpsi pada permukaan zat padat.
- c. Teori Langmuir dapat diterapkan untuk masing-masing lapis gas.

Jumlah lapisan yang diadsorp ditunjukkan dengan persamaan (Satterfield, 1991):

$$\frac{P}{V(P_0-P)} = \frac{1}{V_m C} + \frac{(C-1)P}{V_m C P_0} \dots\dots\dots(2.4)$$

dengan :  $V$  = volume gas yang diadsorp pada tekanan  $P$

$V_m$  = volume gas yang diadsorp dalam lapisan tunggal

$P_0$  = tekanan saturasi gas yang diadsorp pada temperatur percobaan

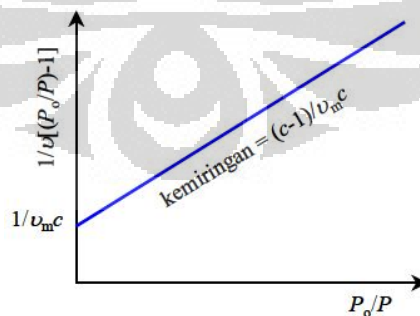
$C$  = konstanta yang dihubungkan secara eksponensial dengan panas adsorpsi dan pencairan gas, yaitu :

$$C = \exp\left[\frac{E_1 - E_L}{RT}\right] \dots\dots\dots(2.5)$$

Dengan  $E_1$  adalah kalor adsorpsi lapisan pertama dan  $E_L$  adalah kalor lebur

$P$  = tekanan keseimbangan

Persamaan di atas dapat dibuat satu grafik yang linear dengan mem-plot antara  $P/V(P_0-P)$  vs  $P/P_0$  sehingga didapat *slope* =  $(C-1)/V_m C$  dan *intercept* =  $1/V_m C$ . Dari hubungan di atas kita dapat menghitung harga  $V_m$  dan dengan diketahuinya  $V_m$  maka luas permukaan total katalis dapat dihitung. Tipikal kurva BET dapat dilihat dari Gambar 2.8.



**Gambar 2. 8** Tipikal kurva BET  
(Sumber : Abdullah, 2008)

## 2.10 Analisis Produk *Bio-oil*

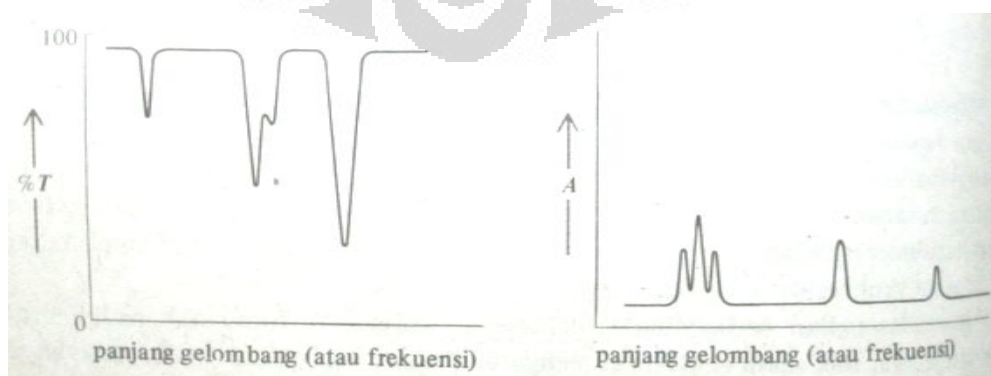
Analisis produk *bio-oil* dilakukan dengan menggunakan dua instrumen, yaitu FT-IR (Fourier Transform – Infra Red) dan GC (Gas Chromatography)

### 2.10.1 FT-IR (*Fourier-Transform Infra Red*)

FT-IR merupakan metode analisis yang didasarkan pada fakta bahwa setiap gas memiliki spektrum absorpsi inframerah unik yang dikenal dengan nama spektrum sidik jari (rentang 2,5-1,5  $\mu\text{m}$ ). Analisis kualitatif FT-IR dapat berupa analisis gugus fungsi ataupun analisis pola melalui perbandingan dengan spektrum standar. Puncak-puncak pada FT-IR menunjukkan gugus fungsi pada panjang gelombang tertentu.

Kebanyakan spektrum inframerah merekam panjang gelombang atau frekuensi versus %T. Tak adanya serapan oleh suatu senyawa pada suatu panjang gelombang tertentu direkam sebagai 100%T (dalam keadaan ideal). Bila suatu senyawa menyerap radiasi pada panjang gelombang tertentu, intensitas radiasi yang diteruskan oleh contoh akan berkurang. Ini mengakibatkan suatu penurunan dalam %T dan nampak di dalam spektru itu sebagai suatu sumur (*dip*), yaitu disebut puncak absorpsi atau pita absorpsi (*peak* atau *band*). Bagian spektrum dimana dimana %T menunjukkan angka 100 (atau hampir 100) disebut garis dasar (*base line*), yang di dalam spektrum inframerah direkam pada bagian atas.

Spektra nampak dan ultraviolet biasanya dipaparkan sebagai grafik A terhadap panjang gelombang. Dalam hal-hal ini, garis dasar (absorbansi nol) berada di dasar spektrum, dan absorpsi direkam sebagai signal. Penampilan umum yang menggunakan %T dan A ditunjukkan dalam Gambar 2.9 :



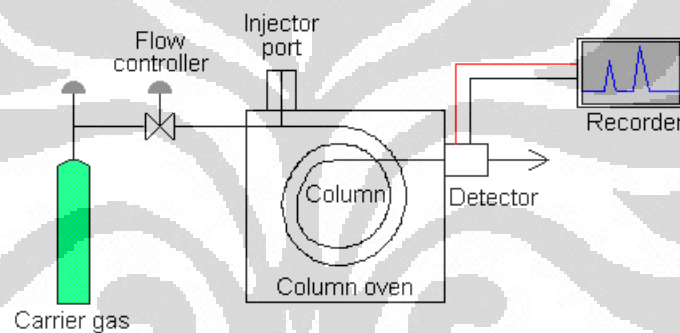
**Gambar 2. 9** Spektra FT-IR dalam persen tranmisi dan persen absorbansi

Sumber : Fessenden, 1986

### 2.10.2 GC (*Gas Chromatography*)

*Gas Chromatography* (GC), adalah jenis umum dari kromatografi yang digunakan dalam kimia analitik untuk memisahkan dan menganalisis senyawa yang dapat menguap tanpa dekomposisi. Penggunaan GC mencakup pengujian kemurnian suatu zat tertentu, atau memisahkan berbagai komponen dari campuran (jumlah relatif komponen tersebut juga dapat ditentukan). Dalam beberapa situasi, GC dapat membantu dalam mengidentifikasi suatu senyawa.

Kromatografi gas, melibatkan sampel yang diuapkan dan disuntikkan ke kepala kolom kromatografi. Sampel berpindah melalui kolom oleh aliran inert, yaitu fasa gerak gas. Kolom sendiri berisi fasa diam cair yang teradsorpsi pada permukaan padatan inert.



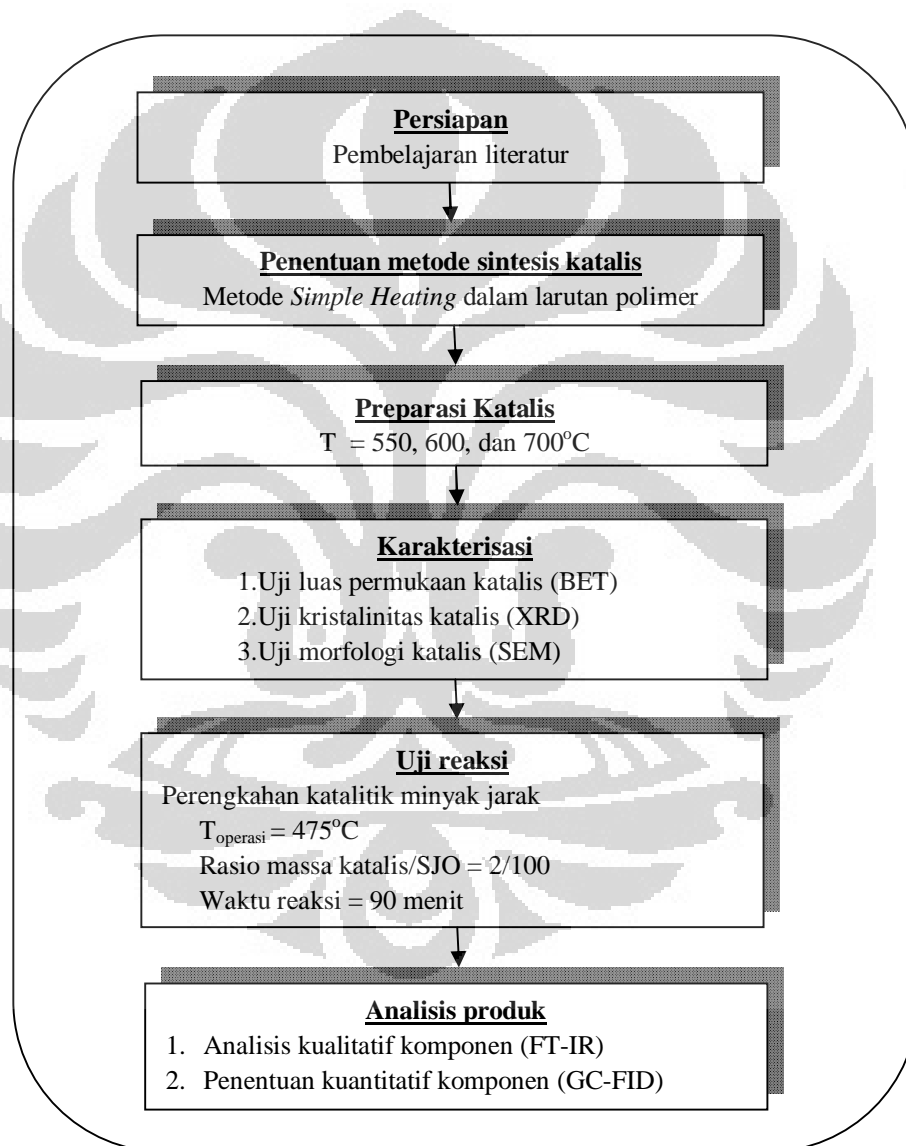
**Gambar 2.10** Skematik diagram *Gas Chromatography*



## BAB 3 RANCANGAN PENELITIAN

### 3.1 Diagram Alir Penelitian

Penelitian ini terdiri atas tahap sintesis, karakterisasi katalis, dan uji reaksi katalis yang telah disintesis. Alur penelitian ditunjukkan oleh bagan pada Gambar 3.1 :



Gambar 3. 1 Diagram alir penelitian

### 3.2 Variabel Penelitian

Variabel yang digunakan dalam percobaan ini terdiri dari variabel bebas dan variabel terikat. Variabel bebas dalam penelitian ini adalah kondisi operasi yang divariasikan, yaitu :

1. Temperatur

Variasi temperatur akan dilakukan di atas temperatur penguapan PEG (*Polyethylen Glycol*), yaitu pada suhu sebesar 550 °C, 600 °C, dan 700°C. Variasi temperatur ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh waktu terhadap ukuran katalis yang dihasilkan.

2. Waktu pemanasan

Waktu pemanasan akan dilakukan selama 30 dan 60 menit. Variasi waktu ini dilakukan berdasarkan penelitian terdahulu yang dilakukan oleh Lihertinah (2009). Variasi waktu ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh waktu terhadap ukuran kristal katalis yang dihasilkan.

Variabel kontrol dalam penelitian ini adalah :

1. Suhu operasi perengkahan minyak jarak

Suhu operasi yang digunakan adalah 475°C.

2. Rasio massa katalis/SJO

Rasio katalis yang digunakan dalam penelitian ini adalah 2:100.

3. Berat Molekul PEG

Berat Molekul PEG yang digunakan sebesar 20.000.

Variabel terikat yang ingin diketahui dengan variabel bebas yang divariasikan adalah:

- Ukuran kristal katalis
- Luas permukaan katalis
- Karakteristik produk *bio-oil*

### 3.3 Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah :

1. Gelas kimia 100 ml
2. Tabung reaksi
3. Batang pengaduk
4. Neraca digital

5. *Magnetic dan hotplate stirrer*
6. Spatula
7. Pipet
8. Cawan porselain
9. *Programmable electric furnace*
10. Reaktor pirolisis
11. Kondenser
12. Pompa air
13. Viskometer Ostwald
14. Piknometer
15. Botol sampel

Bahan yang digunakan :

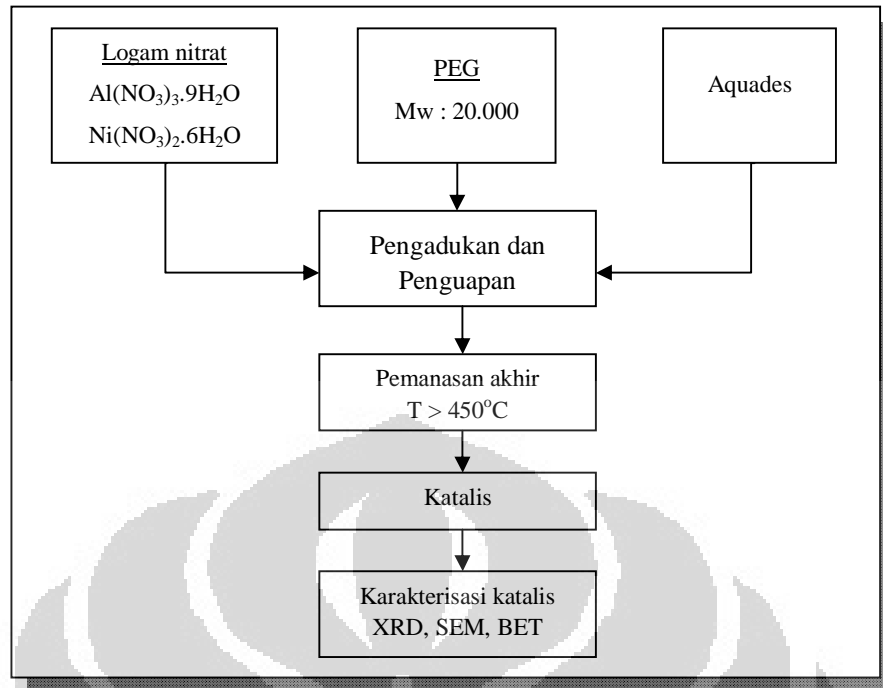
1.  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
2.  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$
3. Aquades
4. Polietilen glikol (PEG, BM = 20.000)
5. *Straight Jatropha Oil/SJO* atau Minyak Jarak Pagar

### **3.4 Prosedur Penelitian**

Prosedur penelitian dibagi menjadi dua bagian besar, yaitu sintesis katalis dan sintesis bahan bakar bio sebagai uji reaksi katalis.

#### **3.4.1 Preparasi Katalis $\text{NiO}/\text{Al}_2\text{O}_3$**

Pada penelitian ini, akan dibuat lima sampel katalis dengan perbandingan mol Ni : Al = 1,42 : 1. Perbandingan tersebut mengikuti penelitian terdahulu oleh Liherlinah, 2009. Berikut diagram alir pembuatan katalis :



Gambar 3. 2 Diagram alir preparasi katalis

Berikut adalah prosedur kerja untuk preparasi katalis Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> :

1. Mancampurkan ketiga bahan (aquades, Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O, dan Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>·9H<sub>2</sub>O) dengan berat masing-masing :

Ni(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O (gram)	Al(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ·9H <sub>2</sub> O (gram)	PEG (gram)
3,75	3,41	21,48

Campuran ini kemudian dipanaskan sambil diaduk sambil dipanaskan di atas *hotplate stirrer*. Pengadukan dilakukan hingga PEG terlarut dan terbentuk uap air.

2. Menuangkan campuran ke dalam cawan porselain.
3. Memanaskan campuran hingga temperatur yang diinginkan (550, 600, dan 700°C).

	Temperatur (°C)	Waktu (menit)
Sampel 1	550	30
Sampel 2	600	30
Sampel 3	700	30

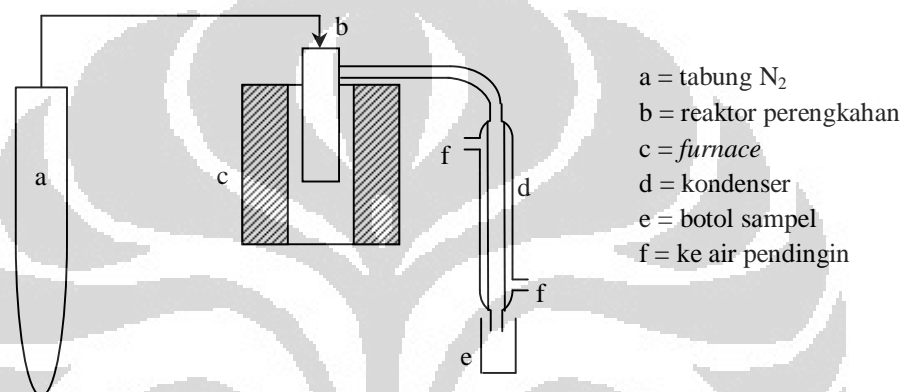
4. Mengulangi langkah pertama hingga ketiga dengan waktu yang berbeda yaitu 60 menit untuk suhu 600°C.

	Temperatur (°C)	Waktu (menit)
Sampel 4	600	60

Peningkatan suhu furnace diseragamkan dengan mengatur waktu selama 30 menit hingga ke temperatur reaksi yang diinginkan.

### 3.4.2 Tahap Perengkahan Minyak Jarak

1. Menyusun rangkaian reaktor seperti gambar III.3 dengan katalis dan minyak jarak sudah berada dalam tabung reaktor.



**Gambar 3. 3** Skema rangkaian eksperimen perengkahan

2. Mengalirkan gas N<sub>2</sub> ke dalam reaktor untuk mengeluarkan oksigen di dalam rangkaian reaktor.
3. Memanaskan reaktor hingga suhu yang perengkahan ( $T=475^{\circ}\text{C}$ ).
4. Menahan reaksi hingga selesai (90 menit)
5. Menampung produk *bio-oil* yang telah terkondensasi dalam botol sampel.

### 3.5 Tahap Analisis Produk

Tahap analisis produk (katalis NiO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) adalah tahapan untuk mengetahui karakteristik katalis yang dihasilkan berkenaan dengan data yang diinginkan.

#### 3.5.1 SEM

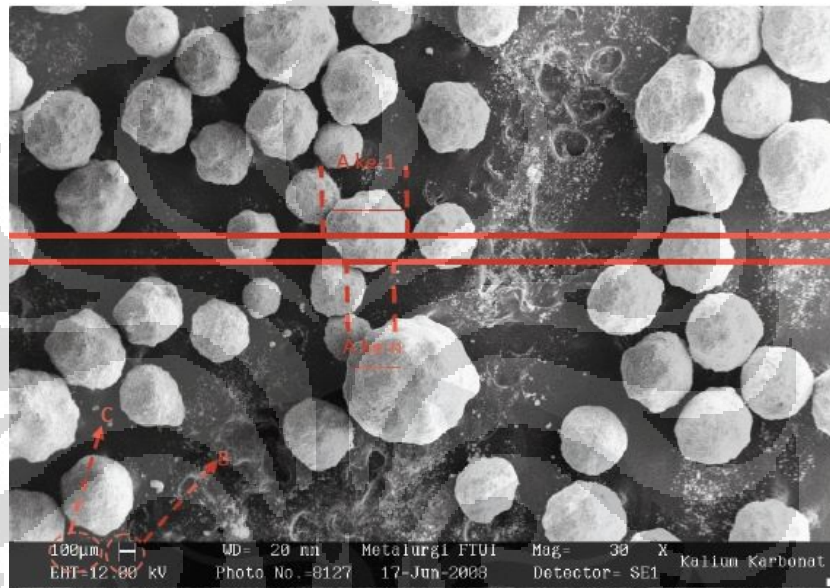
Karakterisasi dengan SEM bertujuan untuk melihat morfologi permukaan material. SEM dapat menyediakan data semi-kuantitatif dengan cara menghasilkan gambar berskala yang kemudian dihitung untuk mengetahui besar partikel lebih lanjut. SEM memiliki kemampuan perbesaran hingga 300.000 kali yang tidak terjangkau oleh mikroskop optik. Oleh karena itu, partikel yang

berukuran nano dapat diamati. Analisis SEM dilakukan di Laboratorium Eksploitasi, LEMIGAS.

Berikut cara untuk mendapatkan data ukuran partikel dari hasil karakterisasi SEM :

1. Mendapatkan gambar scan/gambar potret dari nanopartikel yang dikarakterisasi.

Berikut contoh gambar skema pengukuran hasil SEM :



**Gambar 3.4** Contoh gambar hasil potret SEM

(Sumber : Ika, 2008)

2. Garis yang memotong bagian dalam dari partikel serbuk (garis A) diukur menggunakan penggaris.
3. Garis yang memotong bagian dalam partikel (garis A) diukur menggunakan penggaris.
4. Garis B dihitung dengan menggunakan penggaris.
5. Ukuran garis A yang sebenarnya (X) dihitung dengan persamaan 3.1 :

$$(X) = \frac{A}{B} \times C \dots\dots\dots(3.1)$$

6. Ukuran rata-rata pertikel serbuk dapat dihitung dengan menggunakan persamaan 3.2 :

$$\text{Ukuran rata-rata} = \frac{A}{B} \times C \dots\dots\dots(3.2)$$

### 3.5.2 XRD

XRD merupakan analisis untuk mengetahui struktur dan ukuran kristal yang terbentuk pada katalis nano partikel Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Cara kerja XRD adalah dengan menembakkan sinar X menuju sampel katalis. Intensitas dari sinar X yang terdifraksi akan terekam dalam bentuk puncak-puncak. Hasil ini biasanya digambarkan dalam bentuk grafik intensitas vs. posisi puncak pada  $2\theta$ . Jarak  $d$  pada setiap puncak kemudian dibandingkan dengan data jarak  $d$  masing-masing logam. Informasi ini terintegrasi pada *software* instrumentasi. Kemudian, untuk mendapatkan ukuran kristalnya, dilakukan pengolahan data seperti berikut :

$$D = K \frac{\lambda}{B \cos \theta_B} \dots \dots \dots (3.3)$$

Dimana D : diameter (ukuran kristal)

$\lambda$  : panjang gelombang sinar-X yang digunakan

$\theta_B$  : sudut Bragg

B : FWHM satu puncak yang dipilih

K : konstanta material (1.5)

Hubungan antara panjang gelombang, orde difraksi ( $n$ ), jarak antar bidang kisi ( $d$ ), dan sudut difraksi ( $\theta$ ) diungkapkan dalam persamaan Bragg (Lihertlinah, 2009) yang dapat dilihat dalam persamaan 2.2. Analisis XRD dilakukan di Gedung Eksploitas, Laboratorium SEM, LEMIGAS.

### 3.5.3 BET (Adsorpsi N<sub>2</sub>)

Analisis BET dilakukan untuk mengetahui luas permukaan katalis dan distribusi pori katalis. Prinsip kerja BET adalah degassing pada sampel dan melakukan tes hingga tidak terjadi penambahan tekanan. Hasil analisis BET berupa grafik yang adsorpsi sampel yang disebut dengan BET Plot. Selain itu, hasil analisis BET langsung menampilkan data-data termasuk luas permukaan di dalam rangkuman hasil analisisnya. Analisis BET dilakukan di Departemen Teknik Kimia, Universitas Indonesia.

### 3.5.4 Penentuan Densitas (ASTM D 928)

Pengukuran densitas dilakukan bertujuan untuk menganalisis perubahan densitas yang terjadi pada produk hasil pirolisis dan membandingkannya dengan

minyak jarak pagar dan solar komersial. 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 piknometer + air dan mencatat beratnya.
  - Menghitung volume piknometer dengan cara :

$$\text{volume piknometer} = \frac{(\text{massa piknometer+air}) - (\text{massa piknometer kosong})}{\rho_{\text{air pada 27 C}}} \dots\dots\dots(3.4)$$

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 piknometer + sampel dan mencatat beratnya.

### 3.5.5 Penentuan Viskositas (ASTM D 445)

Penentuan viskositas dilakukan dengan menggunakan viskometer Ostwald 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 ke dalam reservoir kecil hingga melewati tanda batas atas.
3. Mengukur waktu yang dibutuhkan oleh sampel untuk 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.

### 3.5.7 FT-IR

Analisis FTI-R bertujuan untuk mengetahui jenis ikatan kimia dari senyawa-senyawa yang terkandung dalam sampel. Analisis ini digunakan untuk membandingkan ikatan kimia yang terdapat dalam SJO murni, *bio-oil*, dan solar



komersial. Data hasil uji analisis FT-IR berupa puncak-puncak dengan sumbu-y adalah absorbansi dan sumbu-x adalah panjang gelombang.

Puncak-puncak yang terbentuk merupakan jenis ikatan atau gugus fungsi yang terkandung di dalam senyawa. Kemudian, puncak-puncak yang terbentuk, dianalisis dengan cara menyesuaikan keberadaan puncak pada panjang gelombang tertentu dengan panjang gelombang gugus fungsi. Analisis FT-IR dilakukan di Laboratorium Afiliasis, Departemen Kimia, FMIPA UI.

### **3.5.5 Analisis GC-FID (*Gas Chromatography Flame Ionization Detector*)**

Penggunaan GC (*Gas Chromatography*) bertujuan untuk mengetahui jenis dan komposisi rantai karbon yang termasuk dalam sampel *bio-oil*. GC yang digunakan adalah GC-FID (*Gas Chromatography Flame Ionization Detector*) yang merupakan merupakan GC yang paling umum.

Penggunaan GC-FID didasarkan pada kemampuannya yang dapat mendeteksi komponen dalam range yang luas dan sensitif terhadap hidrokarbon. Hasil analisis berupa persentase rantai hidrokarbon yang terkandung dalam sampe senyawa. Analisis ini dilakukan di Gedung Proses, Laboratorium GC, LEMIGAS.

## BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN

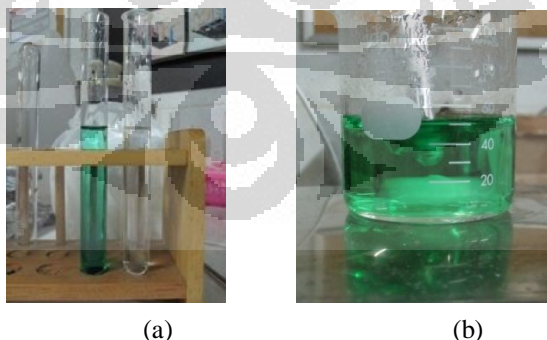
Bab ini akan memuat hasil karakterisasi katalis yang telah dibuat dan hasil uji aktivitas katalis dalam proses pirolisis minyak jarak. Hasil tersebut akan dianalisis dengan melihat hubungan antara parameter yang digunakan dalam pembuatan katalis.

### 4.1 Hasil Preparasi Sampel

Metode yang digunakan untuk mempersiapkan katalis adalah metode *simple heating*. Katalis yang dihasilkan adalah NiO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan cara melarutkan masing-masing hidrat Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O dan Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>·9H<sub>2</sub>O ke dalam sejumlah aquadest.



**Gambar 4. 1** (A) Nikel Nitrat Heksahidrat (B) Aluminium Nitrat Nonahidrat



**Gambar 4. 2** Larutan logam nitrat (a) sebelum dicampur PEG (b) sesudah dicampur PEG

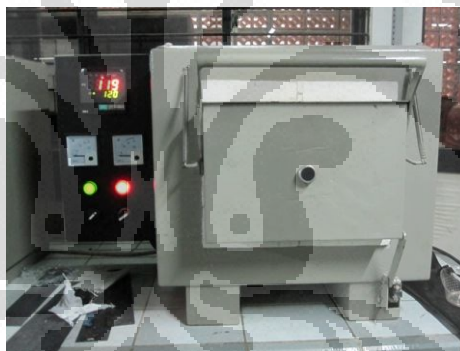
Penambahan air ke dalam logam nitrat bertujuan untuk melarutkan logam nitrat yang kemudian ditambahkan PEG sebagai *growth inhibitor*. Polimer ini berperan sebagai media pemisah untuk mengatasi penggabungan antara partikel.

Penggunaan berat molekul PEG yang lebih berat akan menghasilkan ukuran partikel yang lebih kecil dibandingkan dengan PEG dengan berat molekul yang lebih ringan. Dengan ukuran partikel yang lebih kecil, maka ukuran kristal yang didapat juga lebih kecil.

Pada fasa cair, ion logam  $\text{Ni}^{2+}$  muncul sebagai Asam Lewis. Jika ditambahkan dengan PEG, yang mengandung rantai  $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-$  dan terminal  $-\text{OH}$ , reaksi redoks akan terjadi sejak PEG muncul sebagai Basa Lewis. Reaksi redoks membawa kepada pembentukan logam oksida, yaitu  $\text{NiO}$  dan  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .



Hasil proses pemanasan menggunakan furnace elektrik (Gambar 4.3) yang diprogram untuk kenaikan menuju suhu yang dikehendaki. Hal ini dimaksudkan supaya profil suhu diseragamkan untuk masing-masing variabel agar tidak merubah profil preparasi pada awal reaksi.



**Gambar 4. 3** *Programmable electric furnace*

Hasil preparasi katalis berupa padatan yang seperti Gambar 4.4.



**Gambar 4. 4** Padatan  $\text{NiO}/\text{Al}_2\text{O}_3$

Berdasarkan gambar 4.4 dapat dilihat bahwa katalis yang dihasilkan berbentuk gumpalan yang terdiri dari partikel-partikel kecil katalis. Sesuai dengan prosedur preparasi katalis yang telah dilakukan, maka hasil dari variasi temperatur adalah sebagai berikut :

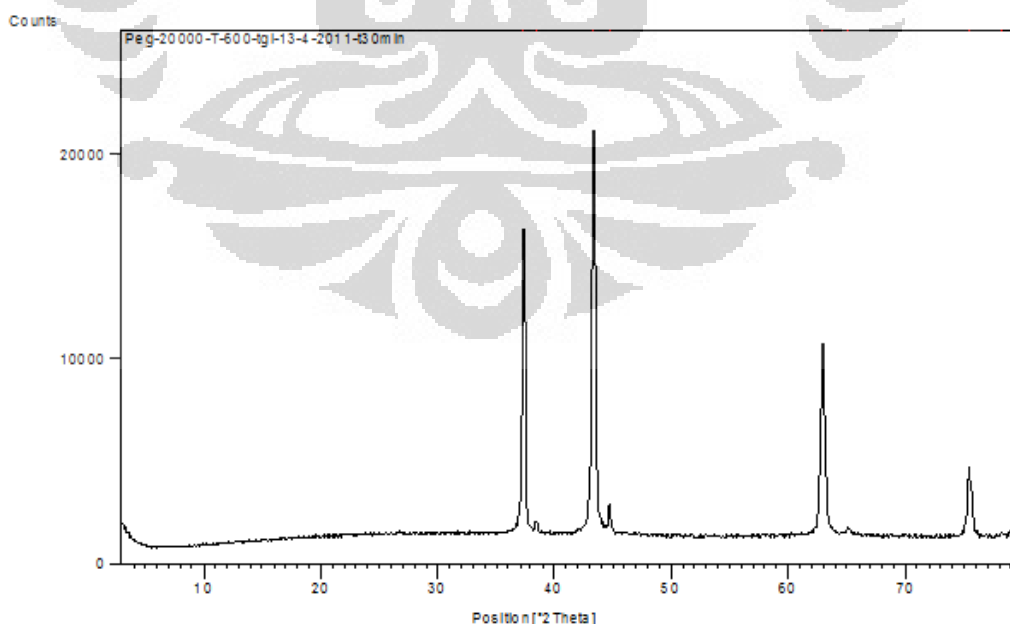
**Tabel 4. 1** Deskripsi sampel

Katalis	Temperatur (°C)	Waktu (menit)	Massa awal larutan logam nitrat (gr)	Massa katalis padat (gr)
Sampel 1	550	30	28,21	1,40
Sampel 2	600	30	25,35	1,27
Sampel 3	700	30	24,71	1,40
Sampel 4	600	60	24,71	1,27

#### 4.2 Identifikasi Fasa Kristal Katalis

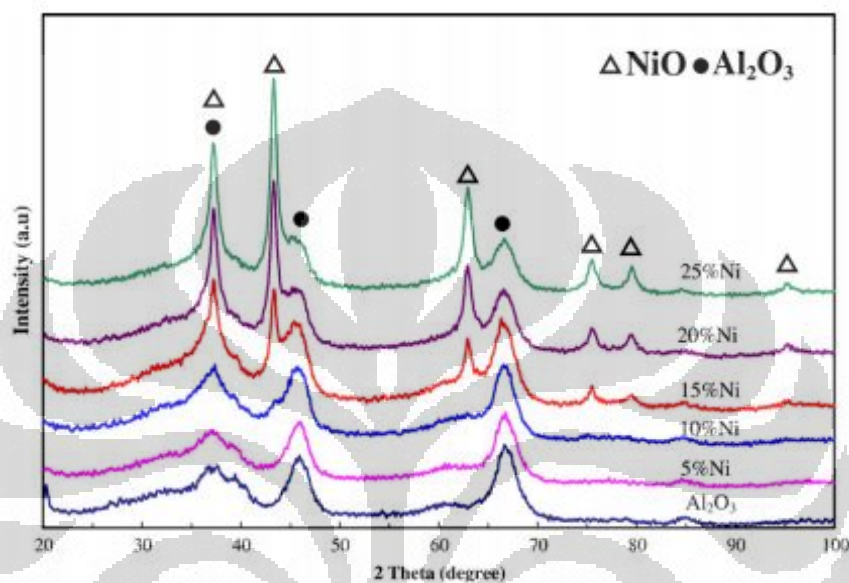
Hasil karakteristik XRD memberikan data fasa bulk suatu katalis dan melihat ukuran diameter kristal yang terbentuk dari katalis oksida logam berpenyangga yang dibentuk. Metode ini tidak cocok atau tidak mampu menampilkan sifat-sifat yang diperlukan untuk katalis-katalis yang diperlukan untuk katalis-katalis yang bukan kristal.

Hasil uji XRD semua katalis memiliki pola yang sama, yaitu sebagai berikut :



**Gambar 4. 5** Difraktogram XRD sampel katalis

Berdasarkan hasil XRD diatas, akan dipastikan bahwa senyawa yang terbentuk adalah NiO dan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Untuk mengetahui senyawa yang terbentuk, digunakan referensi lain untuk menyamakan pola difraksinya. Berdasarkan jurnal Therdtianwong, dkk., (2007), dapat dilihat bahwa pola difraksi kristal NiO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> adalah sebagai berikut :



**Gambar 4. 6** Difraktogram NiO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

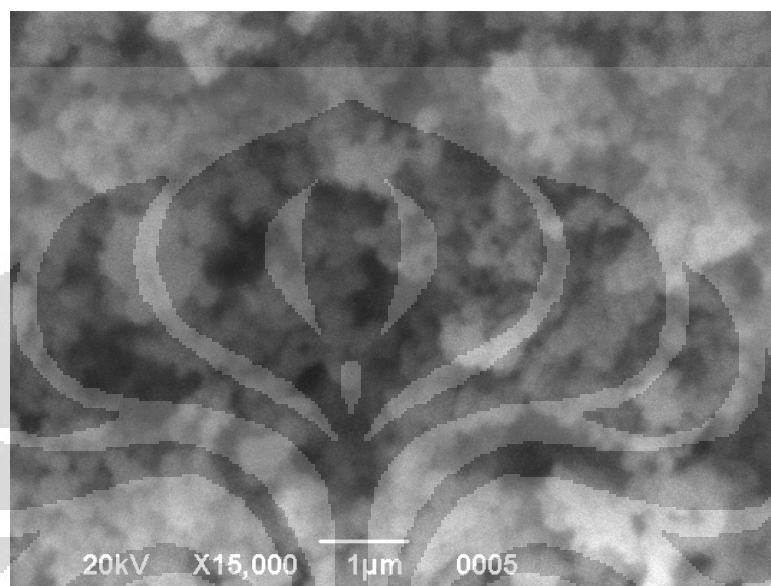
Sumber : Therdtianwong, dkk., 2007

Berdasarkan referensi XRD pada Gambar 4.6 terlihat bahwa letak kristal kedua senyawa adalah sama pada sumbu-x sehingga dapat disimpulkan bahwa terbentuk kristal NiO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada sampel katalis.

Alumina memiliki dua fasa kristal, yaitu alfa alumina ( $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dan gamma alumina ( $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Salah satu perbedaan antara keduanya adalah luas permukaan masing-masing jenis alumina.  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> memiliki luas permukaan yang kecil, yaitu sekitar 3-20 m<sup>2</sup>/g (Muslimin, dkk., 2007), sedangkan  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> memiliki luas permukaan yang lebih luas, mencapai > 100 m<sup>2</sup>/g (Pricop, dkk., 2004; Garcia, dkk., 2001). Luas permukaan yang diperoleh dalam penelitian ini berkisar antara 8.10 – 14.23 m<sup>2</sup>/g. Oleh karena itu, dapat disimpulkan bahwa kristal alumina yang terbentuk pada penelitian ini adalah  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

### 4.3 Hasil Karakterisasi SEM

Karakterisasi SEM digunakan untuk melihat morfologi permukaan katalis sehingga tidak bisa digunakan untuk melihat ukuran kristal. Hasil yang didapat adalah gambar disertai dengan skala pengukuran seperti pada Gambar 3.4. Gambar SEM katalis NiO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dapat dilihat pada Gambar 4.7 :



**Gambar 4. 7** Morfologi katalis NiO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

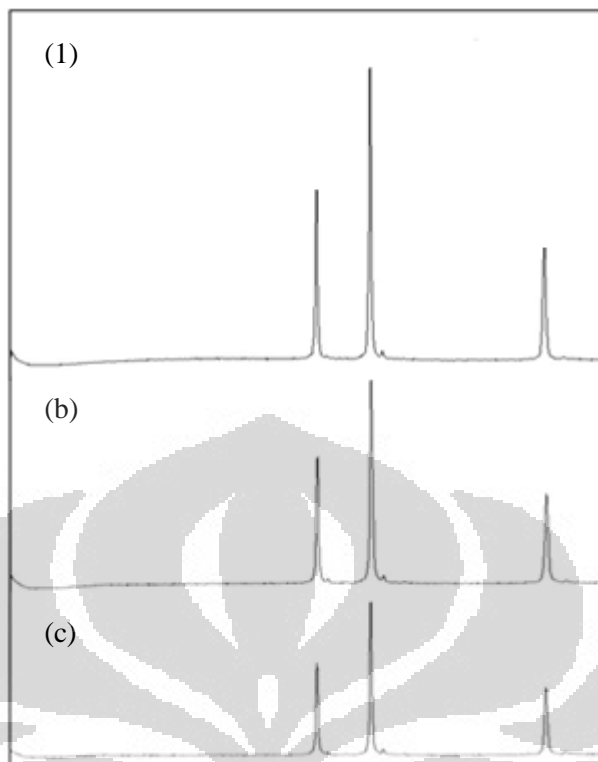
Berdasarkan gambar diatas, terlihat bahwa morfologi katalis yang dihasilkan menggumpal sehingga tidak dapat diketahui secara tepat ukurannya.

### 4.4 Pengaruh Temperatur

Pengaruh temperatur pemanasan terhadap produk katalis dapat dilihat dari hasil karakterisasi sampel katalis, yaitu ukuran kristal katalis melalui uji XRD dan luas permukaannya melalui uji BET.

#### 4.4.1 Kristalinitas

Pola XRD pada gambar 4. 8 Terlihat bahwa kristalinitas bergantung pada suhu pemanasan yang digunakan. Untuk data kuantitatif ukuran kristal dapat dilihat dalam Tabel 4. 2 yang dihitung berdasarkan persamaan Scherer dan dapat dilihat dalam bagian Lampiran.



**Gambar 4. 8** Pola XRD yang menunjukkan efek temperatur untuk kristalinitas. Sampel dipreparasi dengan suhu (a) 600°C, (b) 550°C, (c) 700°C dengan waktu pemanasan selama 30 menit

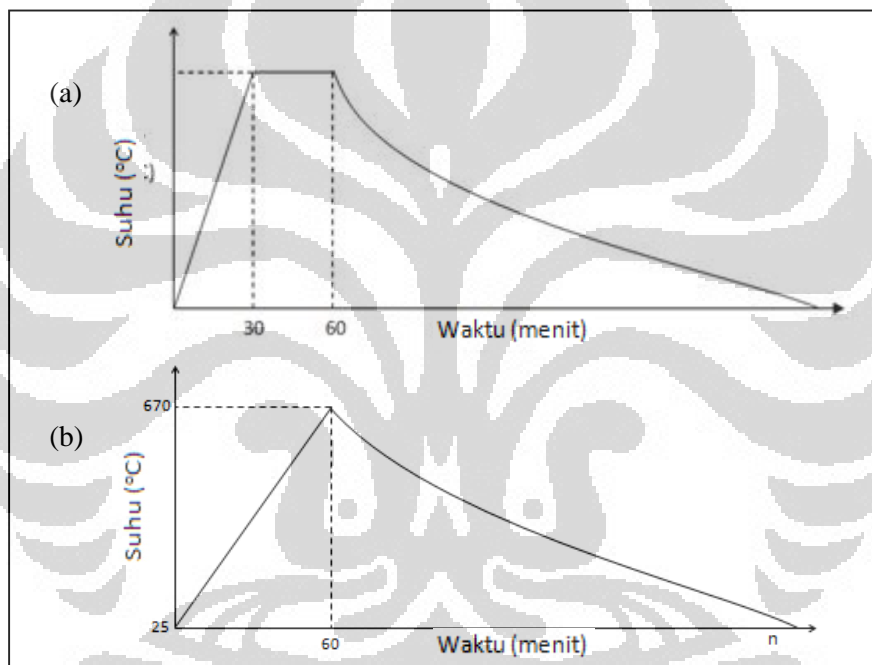
**Tabel 4. 2** Data FWHM terhadap ukuran kristal produk katalis

Sampel	FWHM [ $^{\circ}2\theta$ .]	Ukuran kristal (nm)
1	0,2165	156,80
2	0,1894	174,33
3	0,2165	153,00

Melalui Tabel 4. 2 terlihat bahwa peningkatan suhu mengakibatkan ukuran kristal semakin besar untuk sampel 1 dan 2. Suhu yang lebih tinggi mempercepat penguapan PEG yang digunakan sebagai *growth inhibitor*. Oleh karena itu, *sintering* akan lebih cepat terjadi yang kemudian terjadi pembentukan kristal yang lebih besar.

Identifikasi besar kristal juga dapat dilihat pada FWHM yaitu lebar setengah puncak pada sudut  $2\theta$  pada Gambar 4. 8. Semakin besar FWHM memberi arti bahwa lebar bawah puncak semakin besar. Dapat disimpulkan semakin besar FWHM, maka kristal yang dihasilkan lebih kecil daripada puncak yang memiliki FWHM yang kecil.

Sampel 3 mempunyai ukuran yang lebih kecil diakibatkan profil temperatur yang berbeda. Walaupun sampel 3 telah mencapai suhu yang lebih tinggi dari sampel 1 dan 2, namun didapati bahwa ukuran kristalnya tidaklah lebih besar dari kedua sampel tersebut. Hal ini dikarenakan pemrograman pada *electric furnace* yang tidak memungkinkan untuk menyamakan profil temperatur seperti pada sampel 1 dan 2. Gambar 4. 9 menunjukkan profil temperatur pemanasan untuk masing-masing sampel. Dari profil pemanasan tersebut dapat diketahui bahwa suhu bukanlah satu-satunya parameter yang memengaruhi ukuran kristal. Hal ini akan dibahas pada bagian pengaruh waktu pemanasan preparasi katalis.



**Gambar 4. 9** Profil temperatur untuk preparasi katalis (a) 550 dan 600°C (b) 700°C

Ketiga hasil ukuran kristal katalis (Tabel 4.2), tidak ada yang berukuran dibawah 100 nm, dengan kata lain, ukuran kristal katalis yang dipreparasi tidak ada yang memenuhi kriteria material nano. Hal ini dapat dijelaskan melalui profil temperatur preparasi katalis. Hal ini disebabkan oleh laju pendinginan yang berperan besar dalam penentuan besar kristal. Telah diamati bahwa dengan pendinginan yang lambat, akan membentuk kristal yang kuat dan bertumbuh lebih besar dibandingkan dengan kristal yang didinginkan lebih cepat. Hal ini disebabkan pendinginan yang lambat memberikan waktu pada kristal untuk membentuk kristal yang lebih kuat. Hasil ini didukung oleh penelitian yang



dilakukan oleh Vioktalamo (2007) dan Lihierlinah (2009) yang tertera pada Tabel 2.3. Selain itu diketahui bahwa suhu adalah kontrol yang dapat diterima dan dapat digunakan untuk memanipulasi kristal secara teliti. Kontrol suhu dapat digunakan untuk meningkatkan ukuran kristal.

#### 4.4.2 Luas Permukaan Katalis

Luas permukaan katalis dalam eksperimen ini digunakan metode BET (*Brunauer-Emmett-Teller*) yang menggunakan gas sebagai instrumennya. Gas yang digunakan adalah nitrogen karena sifatnya yang bersifat inert sehingga tidak mengganggu kondisi katalis. Tabel 4. 3 adalah luas permukaan katalis hasil preparasi.

**Tabel 4. 3** Luas permukaan dan ukuran pori masing-masing sampel katalis

	Luas permukaan (m <sup>2</sup> /g)	Ukuran pori (Å)
Sampel 1	12,98	103,20
Sampel 2	10,21	133,30
Sampel 3	14,23	149,90

Dari tabel diatas dapat dilihat bahwa suhu pemanasan memengaruhi luas permukaan katalis. Melalui eksperimen ini dapat dilihat bahwa semakin rendah suhu pembuatan katalis, maka semakin besar luas permukaan yang dihasilkan. Eksperimen yang dilakukan oleh Abdullah, dkk (2008), telah membuktikan hal yang sama. Penyebab berkurangnya luas permukaan ini adalah *sintering* yang terjadi selama proses. Temperatur adalah faktor yang penting pada proses sintering. Suhu yang tinggi pada eksperimen ini menyebabkan PEG lebih cepat teruapkan sehingga sintering terjadi lebih cepat. Ukuran pori turut memengaruhi besarnya luas permukaan katalis. Terlihat pada sampel 1 dan 2 bahwa semakin kecil ukuran pori, maka semakin besar luas permukannya.

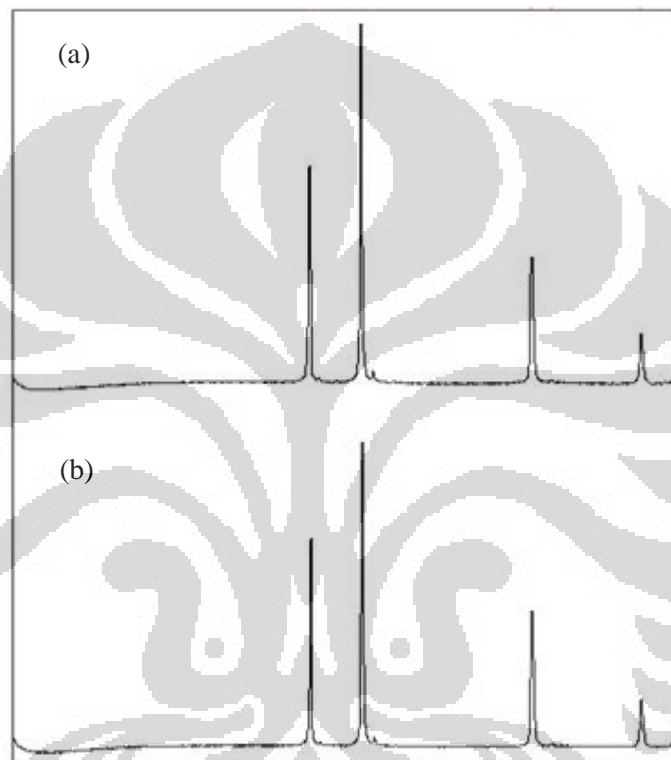
Namun, hal yang berbeda terjadi pada sampel 3. Penyebab perbedaan pada sampel 3 dapat dilihat dari profil suhu pemanasan (Gambar 4. 9) yang tidak seragam pada kedua sampel sebelumnya sehingga data yang dihasilkan tidak representatif. Walaupun telah mencapai suhu yang lebih tinggi dari sampel 1 dan 2, ukuran kristal yang dihasilkan tetap tidak mengikuti pola yang seharusnya. Hal ini mengacu pada parameter lainnya, yaitu waktu.

## 4.5 Efek Waktu Pemanasan

Waktu pemanasan memberikan efek terhadap ukuran kristal serta luas permukaan katalis, sama halnya dengan efek temperatur pemanasan.

### 4.5.1 Kristalinitas

Pola XRD pada Gambar 4. 10 dan Tabel 4. 4 menunjukkan bahwa kristalinitas bergantung pada waktu pemanasan yang digunakan.



**Gambar 4. 10** Pola XRD yang menunjukkan efek waktu pemanasan untuk kristalinitas. Sampel dipreparasi dengan suhu 600°C dengan waktu pemanasan selama (a) 30 menit (b) 60 menit

**Tabel 4. 4** Perbandingan ukuran kristal antara sampel 2 dan 4

Sampel	FWHM [ $^{\circ}2\theta$ .]	Ukuran kristal (nm)
2	0,1894	174,33
4	0,1894	191,55

Berdasarkan Tabel 4. 4 terlihat bahwa semakin lama waktu pemanasan, maka ukuran kristal yang terbentuk semakin besar. Hal ini berarti bahwa ukuran kristal akan meningkat seiring dengan waktu pemanasan. Dengan meningkatnya waktu, akan memperpanjang pembentukan kristal sehingga ukuran yang dihasilkan akan lebih besar.

Pada umumnya peningkatan kristal terjadi secara bersamaan seiring peningkatan waktu dan suhu pemanasan. Hal inilah yang menjelaskan sebab ukuran kristal sampel 3 yang lebih kecil. Hal ini terlihat pada Gambar 4.9 bahwa ada perbedaan penahanan waktu pada suhu yang diinginkan.

#### 4.5.2 Luas Permukaan Katalis

**Tabel 4. 5** Luas permukaan dan ukuran pori masing-masing sampel katalis

	Luas permukaan (m <sup>2</sup> /g)	Ukuran pori ( Å )
Sampel 1	10,21	133,30
Sampel 4	8,10	215,30

Berdasarkan data diatas, terlihat bahwa pengaruh waktu mempunyai efek terhadap luas permukaan sampel. Terlihat bahwa efek waktu hampir sama dengan efek suhu. Semakin lama waktu pemanasan, maka luas permukaan yang dihasilkan juga semakin besar. Penyebab berkurangnya luas permukaan ini adalah proses *sintering* selama waktu ditingkatkan selama proses. Hal ini didukung berdasarkan hasil eksperimen ditunjukkan oleh penelitian yang dilakukan Abdullah, dkk (2008) juga menunjukkan bahwa semakin lama waktu pemanasan, maka semakin kecil luas permukaan katalis. Selain itu, terlihat bahwa luas permukaan ditentukan oleh ukuran pori. Semakin besar ukuran pori, maka luas permukaan katalis semakin kecil.

#### 4.6 Hasil Uji Reaksi Perengkahan Minyak Jarak

Uji reaksi perengkahan minyak jarak adalah bertujuan untuk mengetahui aktivitas katalis yang telah dipreparasi melalui metode *simple heating*. Aktivitas katalis NiO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dilihat dari beberapa parameter perubahan minyak jarak pagar (Straight Jatropha Oil) menjadi *bio-oil* yang memiliki karakteristik seperti bahan bakar komersial yaitu, solar, dengan variabel tetap suhu dan waktu reaksi. Parameter yang menjadi tolak ukur uji reaksi adalah hasil sifat fisik dan analisis kandungan kimia *bio-oil* yang dihasilkan.

Uji reaksi perengkahan ini dilakukan dengan menggunakan 3 hasil katalis terbaik, yaitu ukuran kristal terkecil. Berikut rangkuman terhadap uji reaksi minyak jarak beserta visualisasinya :

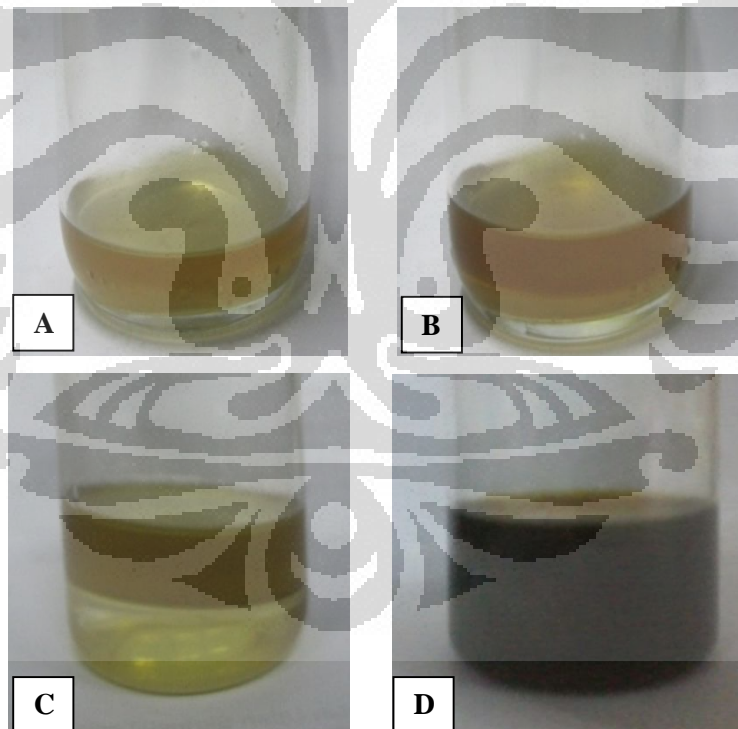
**Tabel 4. 6** Rangkuman hasil sifat fisik *bio-oil*

Katalis	Luas permukaan (m <sup>2</sup> /g)	Ukuran kristal (nm)	Densitas (gr/mL) pada 25°C	Viskositas (cp) pada 25°C	Warna
Sampel 1	12,98	156,80	0,86	2,10	Kuning kecoklatan
Sampel 2	10,21	174,33	0,84	2,17	Coklat
Sampel 3	14,23	153,00	0,83	1,75	Kuning
Tanpa katalis	-	-	0,92	15,86	Coklat kehitaman

Berdasarkan Tabel 4.8 dapat dilihat bahwa semakin ringan densitas minyak yang dihasilkan, akan semakin tinggi viskositas yang dihasilkan. Hal ini sesuai persamaan dalam pengukuran viskositas menggunakan tabung Ostwald :

$$\mu = \rho \times t \dots\dots\dots (4.1)$$

dimana  $\mu$  adalah viskositas,  $\rho$  adalah densitas sampel, dan  $t$  adalah waktu yang diperlukan fluida untuk mengalir dalam alat ukur.





**Gambar 4. 11** Hasil *bio-oil* dengan katalis (a) sampel 1 (b) sampel 2 (c) sampel 3 (d) *bio-oil* tanpa katalis (e) minyak jarak

*Bio-oil* yang terbentuk terdapat dua fasa di dalamnya. Pada bagian atas adalah *bio-oil* dan bagian bawah adalah air. Jika dicocokkan dengan warnanya, terlihat bahwa semakin gelap warna minyak, akan semakin berat minyak tersebut.

#### 4.6.1 Hasil Sifat Fisik Produk *Bio-Oil*

Penentuan sifat fisik produk *bio-oil* dilakukan dengan cara pengukuran densitas dan pengukuran viskositas. Hasil fisik ini kemudian dibandingkan dengan sifat fisik minyak jarak yang belum direngkah untuk diketahui bahwa terjadi aktivitas perengkahan selama proses. Hasil sifat fisik *bio-oil* dibandingkan dengan sifat fisik solar komersial untuk mengetahui aktivitas katalis terhadap proses perengkahan minyak jarak. Pengujian sifat fisik dilakukan terhadap beberapa katalis yang memiliki ukuran kristal serta berat molekul yang berbeda.

##### 4.6.1.1 Densitas *Bio-Oil*

Pengukuran densitas dilakukan pada rentang yang mendekati solar. Suhu perengkahan dilakukan pada suhu 475°C dengan loading katalis sebanyak 2% dari massa reaktan. Tabel 4.8 menunjukkan hasil pengukuran densitas *bio-oil*.

**Tabel 4. 7** Perbandingan densitas *bio-oil*, solar, dan minyak jarak.

Katalis	Luas permukaan (m <sup>2</sup> /g)	Ukuran kristal (nm)	$\rho$ (gr/mL) pada 25°C			
			<i>Bio-oil</i>		Solar	Minyak jarak
			Berkatalis	Tanpa katalis		
Sampel 1	12,98	156,80	0,86	0,92	0,82	0,91
Sampel 2	10,21	174,33	0,84			
Sampel 3	14,23	153,00	0,83			

Hasil pengukuran densitas menunjukkan bahwa reaksi perengkahan terjadi ditandai dengan menurunnya densitas minyak jarak. Hal ini dikarenakan suhu perengkahan yang digunakan lebih tinggi daripada yang pernah dilakukan sebelumnya sehingga rantai karbon yang terputus lebih banyak. Dengan penggunaan katalis, dapat menurunkan densitas *bio-oil* lebih jauh lagi daripada perengkahan tanpa menggunakan katalis sehingga densitas yang diperoleh masuk dalam rentang solar.

Selain itu, jelas terlihat bahwa ukuran kristal sangat berpengaruh terhadap hasil densitas *bio-oil* yang dihasilkan. Semakin kecil kristal, maka semakin kecil pula densitas *bio-oil*. Maka, dapat dikatakan bahwa semakin kecil kristal katalis, aktivitas katalis dapat memengaruhi karakteristik produk *bio-oil* yang dihasilkan. Hal ini berkaitan dengan peningkatan sifat material ketika ukurannya menjadi lebih kecil. Faktor luas permukaan juga menjadi faktor penurunan densitas. Hal ini disebabkan oleh molekul minyak jarak semakin banyak yang bereaksi karena fenomena reaksi katalisis yang terjadi adalah reaksi permukaan. Kemampuan perengkahan juga dipengaruhi oleh jenis material katalitik yang digunakan. Penggunaan NiO sebagai katalis perengkahan dapat digunakan tanpa mengubahnya menjadi logam Ni. Selain itu terdapat alumina yang berfungsi untuk merengkah rantai karbon yang panjang, dalam hal ini adalah trigliserida.

#### 4.6.1.2 Viskositas *Bio-Oil*

Pengukuran viskositas dilakukan pada jangkauan yang berada pada jangkauan yang mendekati gasolin dan solar. Suhu perengkahan dilakukan pada suhu 475°C dengan loading katalis sebanyak 2% dari massa reaktan. Tabel 4.10 menunjukkan hasil pengukuran densitas *bio-oil*.

**Tabel 4. 8** Perbandingan viskositas *bio-oil*, solar, dan minyak jarak.

Katalis	Luas permukaan (m <sup>2</sup> /g)	Ukuran kristal (nm)	$\mu$ (cp) pada 25°C			
			<i>Bio-oil</i>		Solar	Minyak jarak
			Berkatalis	Tanpa katalis		
Sampel 1	12,98	156,80	2,10	15,86	3,50	40,5
Sampel 2	10,21	174,33	2,17			
Sampel 3	14,23	153,00	1,75			

Tabel 4.10 menunjukkan hasil perbandingan viskositas *bio-oil* dengan solar dan minyak jarak. Penurunan viskositas menandai terjadinya perengkahan selama proses. Dengan suhu yang lebih tinggi dibandingkan dengan suhu perengkahan yang telah dilakukan sebelumnya oleh Nur Rohmah dan Sugiarti (dibawah 400°C) didapatkan viskositas *bio-oil* yang lebih kecil dalam eksperimen ini. Pada dasarnya yang mempengaruhi viskositas adalah jenis kandungan dan panjang rantai hidrokarbon dalam produk cair, dimana jika kandungan hidrokarbon dengan ikatan jenuh semakin tinggi, maka terjadi pula peningkatan viskositas.

Penggunaan katalis NiO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dapat menurunkan viskositas *bio-oil*. Viskositas *bio-oil* dengan perengkahan berkatalis sebesar 2.10 cp, 2.17 cp, dan 1.75 cp, sedangkan viskositas *bio-oil* yang direngkah tanpa katalis adalah sebesar 15.86 cp. Terlihat bahwa penggunaan katalis dapat menurunkan viskositas secara signifikan. Jika disesuaikan dengan viskositas solar yaitu 3.50 cp, maka viskositas *bio-oil* sudah mendekati karakteristik viskositas solar. Perbedaan ukuran kristal juga memengaruhi hasil viskositas yang dihasilkan. Semakin kecil kristal katalis, maka semakin rendah viskositas *bio-oil* yang berkaitan dengan parameter densitas sebelumnya, begitu juga dengan faktor luas permukaan katalis.

#### **4.6.2 Hasil Analisis Sifat Kimia Produk *Bio-Oil***

Analisis kandungan kimia produk *bio-oil* dilakukan dengan cara pengujian FT-IR dan GC-FID pada produk yang dihasilkan. Produk yang diuji dipilih dengan melihat viskositas dan densitas yang terendah seperti yang telah ditunjukkan pada Tabel 4.7 dan Tabel 4.8. Maka, *bio-oil* yang dianalisis adalah *bio-oil* hasil perengkahan dengan ukuran kristal katalis terkecil (*bio-oil* sampel 3).

##### **4.6.2.1 Analisis FT-IR**

Analisis FT-IR dilakukan untuk melihat jenis-jenis ikatan yang terdapat dalam senyawa sampelnya. Dalam eksperimen ini, analisis FT-IR digunakan untuk melihat memastikan terjadinya perubahan ikatan antara minyak jarak dan *bio-oil* hasil perengkahan. Hasil-hasil FT-IR ini digunakan untuk membandingkan polanya dengan pola FT-IR solar komersial.

Gambar 4.13 dan Gambar 4.14 adalah perbandingan hasil uji FT-IR sebelum dan setelah reaksi. Dari ketiga gambar ini terlihat perbedaan puncak-

puncak yang terlihat jelas. Keberadaan puncak ada bilangan gelombang tertentu ini menunjukkan jenis ikatan yang terkandung dalam senyawa. Dalam Tabel 4.11 adalah identifikasi keberadaan gugus fungsi yang terdapat dalam masing-masing minyak.

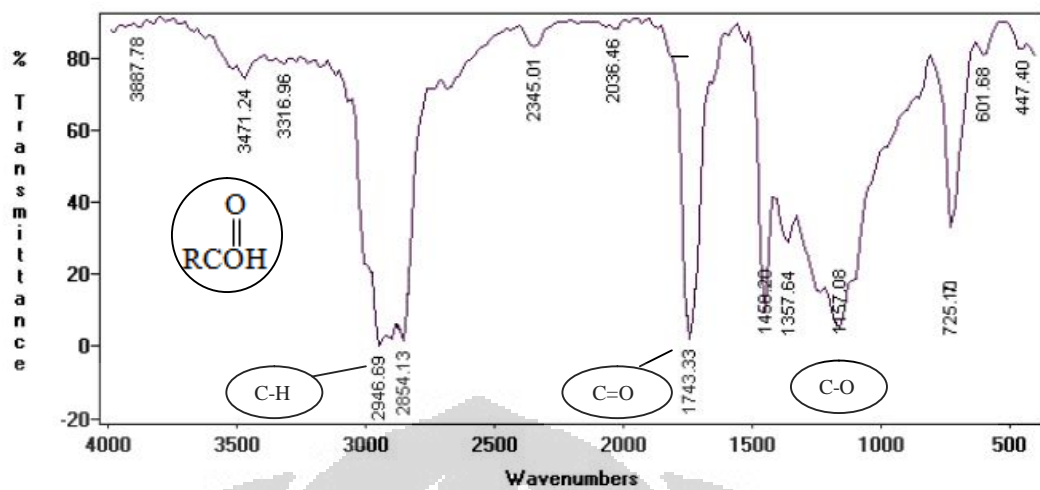
Terlihat bahwa minyak hasil perengkahan masih belum bisa menyamai solar karena masih terdapat eter. Berdasarkan tabel di atas, terbentuk keton yang tidak terdapat dalam SJO. Hasil ini didukung oleh analisis Qi, dkk (2006) bahwa *bio-oil* hasil pirolisis terdapat keton. Namun, reaksi pirolisis berkatalis ini telah berhasil menghilangkan kandungan ester dan asam karboksilat. Hal ini didukung oleh analisis Laurent dalam jurnal Knothe (2009) bahwa katalis yang tersangga oleh alumina menunjukkan kemampuan dekarboksilasi dan deesterifikasi. Namun, kemudian muncul kandungan keton yang tidak terkandung dalam SJO.

Terlihat bahwa letak puncak amina, alkohol dan asam karboksilat hampir sama. Namun, ketiga puncak gugus tersebut memiliki bentuk yang berbeda. Asam karboksilat mempunyai bentuk yang khas, yang mulai sekitar  $3300\text{ cm}^{-1}$  yang kemudian melengkung ke bilangan gelombang yang lebih tinggi. Alkohol memiliki bentuk yang kuat, sedangkan amina memiliki bentuk yang tidak terlalu kuat.

Tabel 4. 9 Perbandingan identifikasi keberadaan gugus fungsi

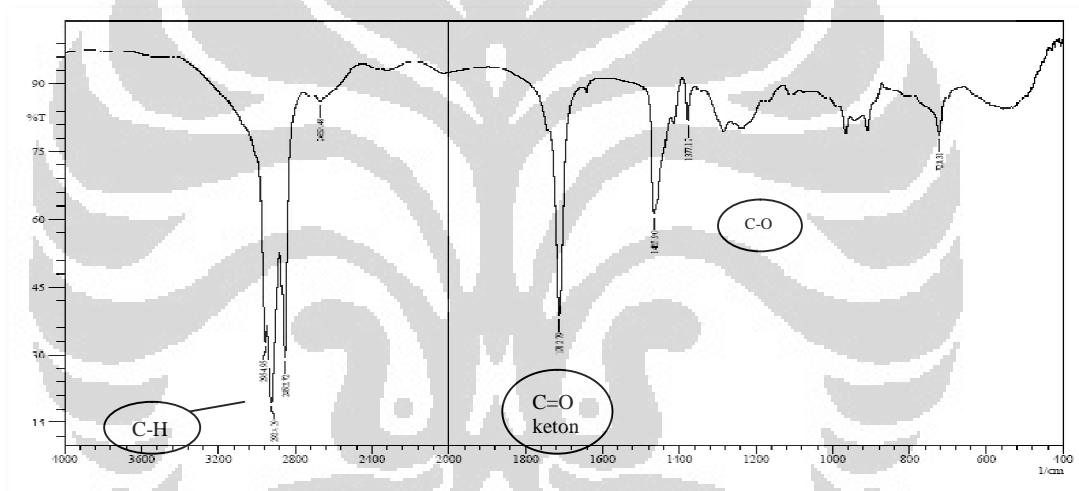
Ikatan	Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang, $\text{cm}^{-1}$	SJO	Bio-oil	Solar komersial
C - O	Eter	1100 – 1300	✓	✓	-
C-H	Alkana	1450 – 1475 2850 – 2990	✓	✓	✓
C=C	Alkena	1600 – 1700	-	-	-
C=O	Ester	1740 – 1750	✓	-	-
C=O	Keton	1700 – 1720	-	✓	-
=C-H	Alkena	3000 – 3100	-	-	-
OH	Alkohol	3000 – 3700	-	-	-
NH	Amina	3000 – 3700	-	-	-
$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{RCH} \end{array}$	Aldehida	2820-2900	-	-	-
$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{RCOH} \end{array}$	Asam karboksilat	$\geq 3330$	✓	-	-



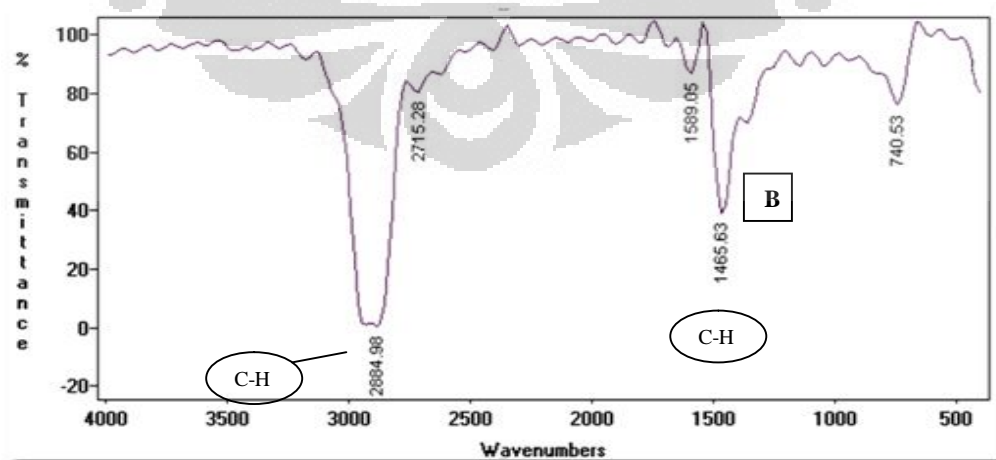


Gambar 4. 12 Spektrum FT-IR minyak jarak

Sumber : Setiadi, dkk., 2009



Gambar 4. 13 Spektrum FT-IR *bio-oil* hasil perengkahan



Gambar 4. 14 FT-IR solar komersial

Sumber : Setiadi, dkk., 2009

Letak aldehida memiliki letak mirip dengan alkana. Bentuk yang membedakan antara keduanya adalah aldehida memiliki puncak yang lemah, tidak memiliki bentuk seperti alkana yang cenderung bertumpang tindih.

Spektra FT-IR juga menunjukkan terjadinya perengkahan rantai karbon panjang menjadi rantai karbon yang lebih pendek. Hal ini dapat dilihat dari perubahan transmitansi antara spektra minyak jarak (Gambar 4.12) dan *bio-oil* (Gambar 4.13). Terlihat bahwa transmitansi *bio-oil* lebih tinggi daripada transmitansi minyak jarak. Rantai karbon yang lebih panjang akan menyerap gelombang sinar lebih banyak sehingga nilai transmitansinya (gelombang yang diteruskan) lebih kecil, rantai karbon yang lebih pendek akan menyerap gelombang sinar lebih sedikit sehingga nilai transmitansinya akan lebih besar.

#### 4.6.2.2 Analisis GC

Analisis menggunakan GC (Gas Chromatography) bertujuan untuk mengetahui jenis dan komposisi rantai karbon yang termasuk dalam sampel *bio-oil*. GC yang digunakan adalah GC-FID (Gas Chromatography Flame Ionization Detector) yang merupakan merupakan GC yang paling umum. Penggunaan GC-FID didasarkan pada kemampuannya yang dapat mendeteksi komponen dalam rentang yang luas dan sensitif terhadap hidrokarbon.

Hasil keluaran GC berupa persentase dari *range C* yang terdapat dalam *bio-oil*. Tabel 4. 11 menunjukkan hasil uji GC-FID atau secara lengkap yang terdapat dalam Lampiran.

Tabel 4. 10 Hasil uji GC

Rantai karbon	Hasil analisis (% Wt.)	Kesetaraan
C <sub>1</sub> -C <sub>5</sub>	0,05	Gas
C <sub>5</sub> -C <sub>11</sub>	16,25	Gasoline
C <sub>11</sub> -C <sub>12</sub>	8,91	Kerosene
C <sub>12</sub> -C <sub>18</sub>	54,16	Solar
C <sub>18</sub> -C <sub>25</sub>	33,48	<i>Lubricant</i>
C <sub>21</sub> -C <sub>27</sub>	20,16	<i>Fuel oil</i>

Hasil GC-FID menunjukkan bahwa perengkahan cenderung selektif menuju rantai karbon C<sub>12</sub>-C<sub>18</sub>, yaitu fraksi solar dengan presentasi yang paling tinggi, yaitu sebanyak 54.16%. Hasil ini dapat dibandingkan dengan analisis GC minyak jarak pagar (Tabel 4.12) untuk melihat bahwa perengkahan terjadi pada

proses pirolisis. Tabel 4.13 memberikan informasi komposisi penyusun solar yang mempunyai rentang karbon dari 14 hingga 19.

**Tabel 4. 11** Komposisi Jatropha Oil menggunakan GC

Asam Lemak	Rumus Molekul	Struktur	% Wt.
Miristat	$C_{14}H_{28}O_2$	$C_{14:0}$	0,9137
Palmitat	$C_{16}H_{32}O_2$	$C_{16:0}$	3,4507
Palmitoleat	$C_{16}H_{30}O_2$	$C_{16:1}$	2,7247
Stearat	$C_{18}H_{36}O_2$	$C_{18:0}$	8,7925
Oleat	$C_{18}H_{34}O_2$	$C_{18:1}$	42,2836
Linoleat	$C_{18}H_{30}O_2$	$C_{18:2}$	37,6266
Linolenat	$C_{18}H_{28}O_2$	$C_{18:3}$	0,5672

Sumber : Budiman, dkk., (2009)

**Tabel 4. 12** Senyawa-senyawa penyusun solar

Rumus Molekul	Nama senyawa
$C_{14}H_{30}$	Tetradekana
$C_{15}H_{32}$	Pentadekana
$C_{16}H_{34}$	Heksadekana
$C_{17}H_{36}$	Heptadekana
$C_{18}H_{38}$	Oktadekana
$C_{19}H_{40}$	Nonadekana

Sumber : Hidayat, 2007

Hasil analisis GC menunjukkan bahwa produk cair pirolisis terdiri atas senyawa hidrokarbon dengan panjang rantai atom karbon  $C_7$ - $C_{27}$ . Asam lemak penyusun trigliserida (Tabel 4.12) penyusun minyak jarak pagar yang merupakan sumber senyawa hidrokarbon, hanya memiliki rantai atom karbon  $C_{14}$ - $C_{18}$ . Dengan demikian dapat disimpulkan telah terjadi perengkahan dan penggabungan. Perengkahan akan membuat senyawa hidrokarbon menjadi lebih pendek sedangkan penggabungan alkil menyebabkan rantai karbon bertambah (Setiadi dkk., 2009).

## BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN

### 5.1 Kesimpulan

1. Semakin tinggi suhu pemanasan preparasi katalis, maka semakin besar ukuran kristal katalis.
2. Semakin lama waktu pemanasan preparasi katalis, maka semakin besar ukuran kristal katalis.
3. Semakin besar ukuran kristal, maka semakin kecil luas permukaan katalis.
4. Pada fasa cair, minyak jarak pagar (SJO) dapat dipirolysis menghasilkan senyawa hidrokarbon dengan rantai yang lebih pendek.
5. Katalis NiO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang dipreparasi menunjukkan aktivitas dalam perengkahan, yaitu menurunkan densitas dan viskositas *bio-oil*.
6. Ukuran kristal katalis NiO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> memengaruhi sifat fisik *bio-oil*. Semakin kecil kristal katalis, semakin rendah densitas dan viskositasnya.
7. Katalis yang dipreparasi mengarahkan produk *bio-oil* ke fraksi solar yaitu sebanyak 54.16%.
8. Bio-oil yang dihasilkan sudah dapat disebut sebagai bahan bakar bio non-ester. Hal ini dilihat dari sifat fisiknya yang sudah masuk rentang solar komersial, dengan spesifikasi :

Katalis	Bio-oil	
	$\rho$ (gr/mL)	$\mu$ (cp)
Sampel 1	0.86	2.10
Sampel 2	0.84	2.17
Sampel 3	0.83	1.75

### 5.2 Saran

Ukuran kristal katalis belum memenuhi kriteria nano material. Oleh karena itu, perlu dilakukan perubahan profil pemanasan agar memenuhi kriteria nano-material.

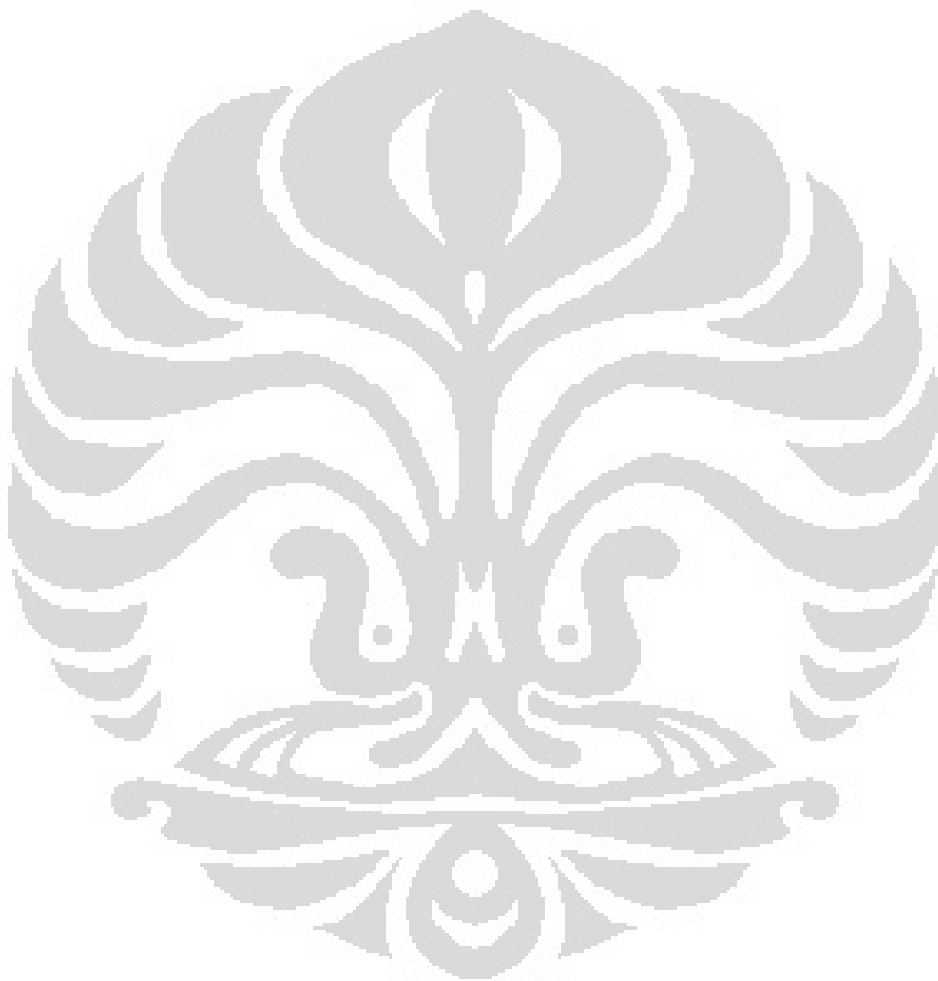
**DAFTAR REFERENSI**

- Abdullah, M., Khairurrijal, Maruly, A. R., Lihierlinah, Sanny, M., (2008). *Sintesis dan Pengujian Katalis Nanokristalin Cu/ZnO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan Metode Pemanasan dalam Larutan Polimer untuk Aplikasi Konversi Metanol Menjadi Hidrogen*. Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi Vol.1 No.1 Februari, 2-10
- Abdullah, M., Khairurrijal., (2009). *Review : Karakterisasi Nanomaterial*. Jurnal Sains dan Teknologi Vol. 2 No.1 Februari, 1-9
- Abdullah, M., Virgus, Y., Nirmin, Khairurrijal., *Review : Sintesis Nanomaterial*. Jurnal Sains dan Teknologi Vol. 1 No.2 Juli, 33-57
- Bressler, D. C., Maher, K.D., (2007). *Pyrolysis of trygliceride materials for the production of renewable fuels and chemicals*. Bioresource Technology 98, 2351-2368.
- Budiman, A., Kusumaningtyas, R. D., Sutijan, Rochmadi, Purwono., (2009). *Second Generation of Biodiesel Production from Indonesian Jatropha Oil by Continuous Reactive Distillation Process*. AJChe, Vol 9, No. 2, 35-48.
- Demirbas, A., (2003). *Fuel Conversional Aspects of Palm Oil and Sunflower Oil*. Energy Sources 25, 457-466
- Demirbas, A., (2009). *Progress and Recent Trends in Biodiesel Fuels*. Energy Conversion and Management 50, 14-34.
- Fessenden, Fessenden. 1986. *Kimia Organik Edisi Ketiga Jilid Satu*. Wadsworth, Inc.: Belmont, California.
- Garcia, M. A. V., Platero E. E., Colinas, J. M. F., Arean, C. O., (2001). *Variation of Surface Area During Isothermal Sintering of Mesoporous Gamma-Alumina*. Thermochemica Acta, Vol 90, 195-199.
- Hidayat, R. P., *Uji Kinerja Minyak Pala, Minyak Gandapura, Minyak Cengkeh dan Dual Komposisi Antara Minyak Pala dengan Minyak Cengkeh Sebagai Bioaditif Untuk Bahan Bakar Solar*. Skripsi. Program Studi Kimia Universitas Pendidikan Indonesia. 2007.

- Knothe, G., (2009). *Biodiesel and renewable diesel: A comparison*. Progress in Energy and Combustion Science, 36, 364-373.
- Lappas, A. A., Bezergianni S., Vasalos I.A., (2008). *Production of biofuels via co processing in conventional refining processes*. Catalysis Today.
- Li, J., Yan, Y., Xiao, B., Liang, D. T., Lee, D, H., (2008). *Preparation of Nano-NiO Particles and Evaluation of Their Catalytic Activity in Pyrolyzing Biomass Components*. Energy & Fuels, 22, 16-23.
- Liherlinah., *Sintesis Nanokatalis Cu/ZnO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan untuk Mengubah Metanol Menjadi Hidrogen*. Tugas Akhir. Program Studi Fisika Institut Teknologi Bandung. 2009.
- Liherlinah, Abdullah. M. A., Khairurrijal., (2009). *Sintesis Nanokristalin CuO/ZnO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> untuk Mengubah Metanol Menjadi Hidrogen untuk Bahan Bakar Kendaraan Fuel Cell*. Jurnal Nanosains & Nanoteknologi, 90-95.
- Li, Lixiong., Coppola, E., Rine, J., Miller J.L., Walker, D., (2010). *Catalytic Hydrothermal Conversion of Tryglycerides to Non-ester Biofuels*. Energy Fuels, 24, 1305-1315.
- Muslimin, M., Yusoff, M., (2007). *Synthesis of Alumina Using The Solvothermal Method*. The Malaysian Journal of Analytical Sciences, Vol 11, No. 1. 262-268.
- Okuyama, K., Wang, W., Iskandar, F., (2007). *Synthesis of Nanoparticles and Nanocomposites*. KOKA No. 25, 237-243
- Olusula, J. O., Adediran, M.M., Oluseyi, A.K., Ajao, U.L., (2009). *Processing of Tryglicides to Diesel Range Hydrocarbon Fuels : Easily Practicable Small Scale Approach*. Energy & Environment Vol. 20, No. 8, 1325-1340.
- Pricop, A. M. K., Popovici, E. J., Roiban, D., Ursales, T., Grecu, R., Indrea., (2004). *Multifunctional Skeletal Catalytic Support I. Alumina-Based Composition For Porous Adsorbing Layer*. Journal of Optoelectronics and Advanced Materials, Vol. 6, No.1, 219-224.

- Qi, Z., Jie, C., Tjeun, W., Ying, X., (2007). *Review of Biomass Pyrolysis Oil Properties and Upgrading Research*. Energy Conversation and Management 48, 87-92.
- Richardson, J.T. *Principles of Catalyst Development*. New York and London : Plenum Press 1989.
- Rohmah, N., Rekayasa Minyak Jarak (*Jatropha Oil*) menjadi Bahan Bakar Setara Solar Melalui Proses *Thermal Cracking*. Tesis. Program Studi Teknik Kimia Universitas Indonesia. 2008.
- Samolada, M. C., Papafotica, A., Vasalos, A. I., (2000). *Catalyst Evaluation for Catalytic Biomass Pyrolysis*. Energy & Fuels, 14 (6), 1161-1167.
- Satterfield, C., N. *Heterogenous Catalysis in Industrial Practice*. New York : Mc.Graw. Hill, Inc., 1991.
- Selim, M.M., Hamdy, I., El-Maksoud, A., (2005). *Spectroscopy and Catalytic Characterization of Ni Nano-size Catalyst for Edible Oil Hydrogenation*. Microporous and Mesoporous Materials 85, 273-278
- Setiadi, Mailisia, F., (2006). *Proses Katalitik Sintesis Hidrokatbon Fraksi Bensin dari Minyak sawit Menggunakan Katalis  $B_2O_3$ /Zeolit*. Seminar Nasional MKICS, Universitas Indonesia, 94-98
- Setiadi, Suranto, A., (2009). *Reaksi Dekarboksilasi Minyak Jarak Pagar Untuk Pembuatan Hidrokarbon Setara Fraksi Diesel Dengan Penambahan  $Ca(OH)_2$* . Seminar Nasional Teknik Kimia Indonesia, 1-8.
- Speight, James G., *The Chemistry and Technolgy of Petroleum, 2nd ed., Revised and Expanded*. Marcel Dekker Inc., New York. 1991.
- Sriyanti, I. *Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Nd-CeO<sub>2</sub> dengan Metode Simple Heating untuk Elektrolit Solid Oxide Oxide Fuel Cell (SOFCs)*. Tugas Akhir. Program Studi Fisika Institut Teknologi Bandung. 2007.
- Sugiarti., *Sintesis Bio-Oil Setara Solar Melalui Pirolisis Fasa Cair Minyak Jarak*. Tesis. Program Studi Teknik Kimia Universitas Indonesia. 2010.
- Therdthianwong, S., Siangchin, C., Therdthianwong, A., (2007). *Improvement of coke resistance of Ni/ Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> catalyst in CH<sub>4</sub>/CO<sub>2</sub> reforming by ZrO<sub>2</sub> addition*. Elsevier.

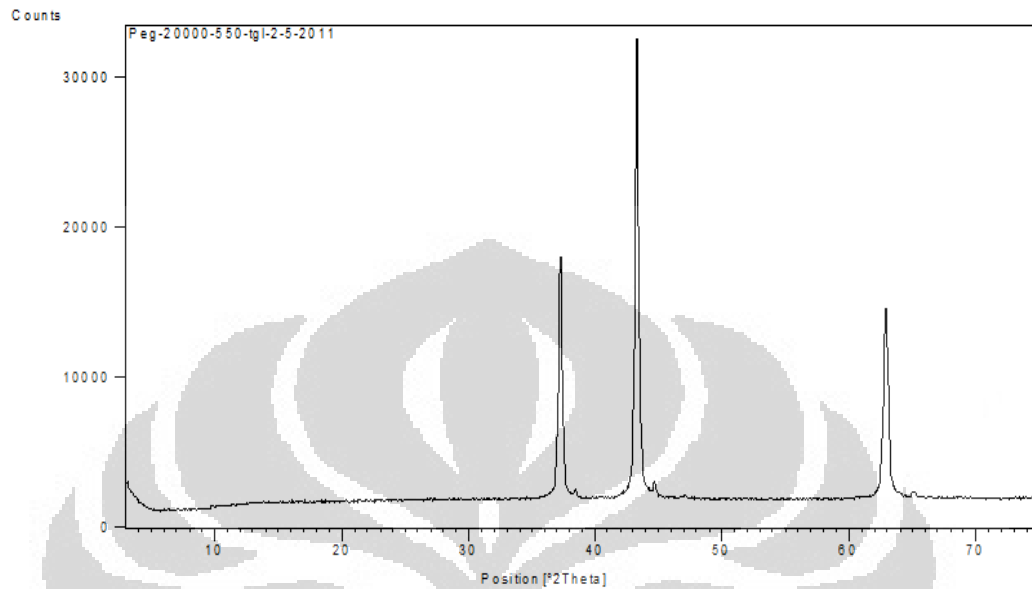
- Vioktalamo, A, S. *Synthesis  $Y_2O_3:Gd$  Nanoparticles Using a Polymer Heating Methods*. Tugas Akhir. Program Studi Fisika Institut Teknologi Bandung. 2007.
- Wijanarko, A., Mawardi, D. A., Nasikin, M., (2006). *Produksi Gasoline dari Minyak Sawit melalui Reaksi Perengkahan Katalitik dengan Katalis  $\gamma$ -Alumina*. Makara, Teknologi, Vol. 10, No. 2, 51-60.





**Lampiran 1**  
**Data Hasil XRD**

**Sampel 1 (550°C, 30 menit)**



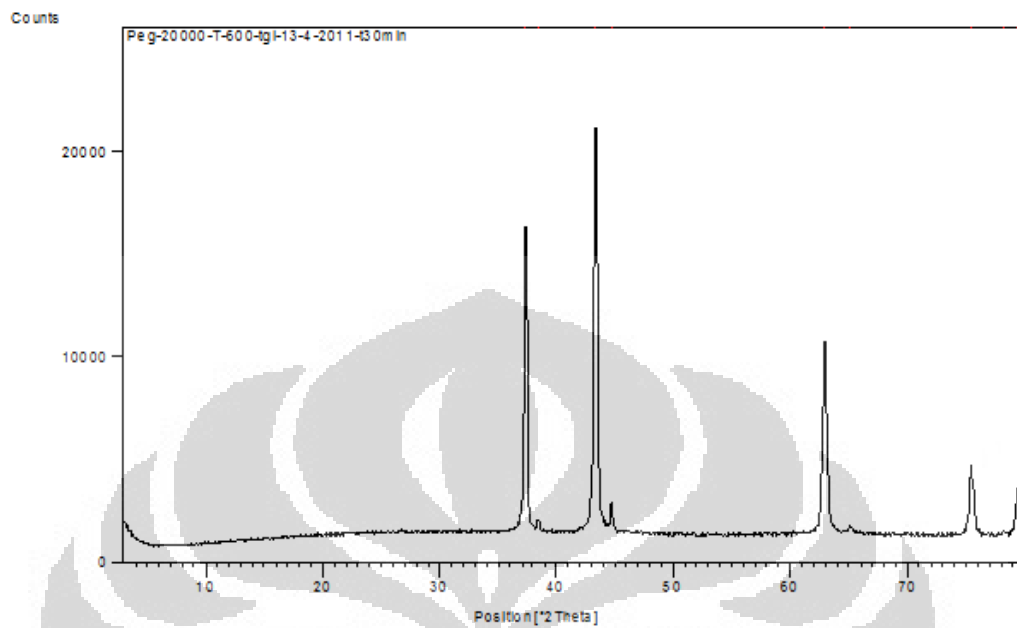
Pos. [°2Th.]	d-spacing [Å]	Height [cts]	Rel. Int. [%]	FWHM [°2Th.]	Area [cts*°2Th.]
37,2879	2,41154	18839,57	60,00	0,1894	4224,28
38,4705	2,34009	663,45	2,11	0,1624	127,51
43,3064	2,08933	31401,21	100,00	0,2165	8046,75
44,6934	2,02766	981,61	3,13	0,1353	157,21
62,8547	1,47732	12939,30	41,21	0,2310	4782,36
64,9812	1,43402	325,35	1,04	0,1980	103,07

$$d = K \frac{\lambda}{B \cos \theta}$$

$$d = 1,5 \frac{0154 \text{ nm}}{\left( \frac{0,2165}{2} \times \frac{\pi}{180} \right) \cos \frac{43,3064}{2}} = 156,80 \text{ nm}$$

(lanjutan)

**Sampel 2 (600 °C, 30 menit)**



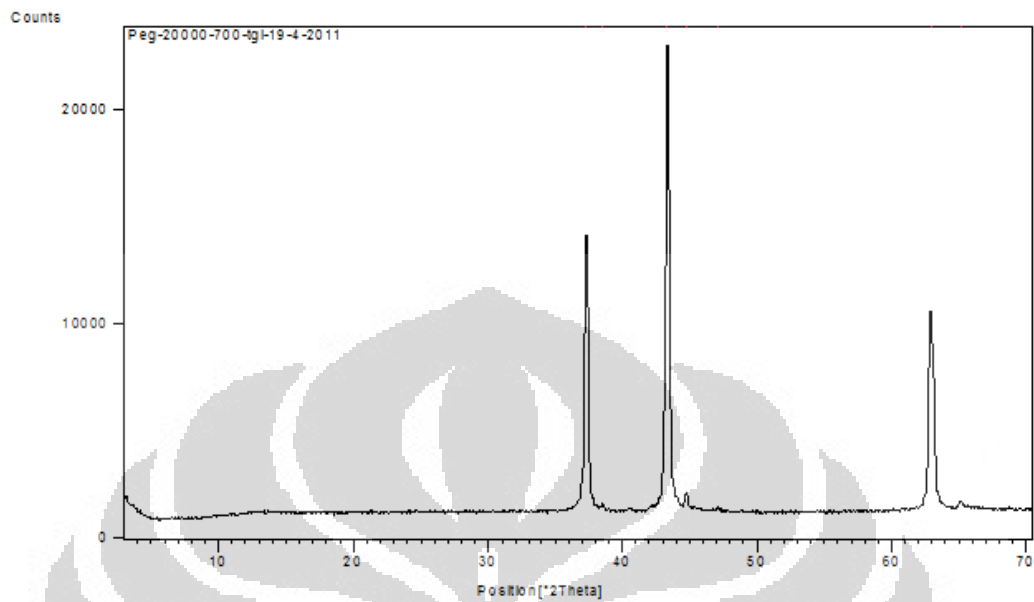
Pos. [°2Th.]	d-spacing [Å]	Height [cts]	Rel. Int. [%]	FWHM [°2Th.]	Area [cts*°2Th.]
37,3145	2,40789	15191,35	61,76	0,1894	3423,30
38,4688	2,33825	559,74	2,28	0,2165	144,15
43,3423	2,08596	24597,29	100,00	0,1894	5542,88
44,7188	2,02489	1487,74	6,05	0,1624	287,36
62,8951	1,47647	9801,31	39,85	0,1980	3120,58
65,0956	1,43177	432,63	1,76	0,0990	68,87
75,4263	1,25926	3394,29	13,80	0,1650	900,57
78,2397	1,22087	150,88	0,61	0,1980	48,04
79,3978	1,20594	2003,52	8,15	0,1980	637,89

$$d = K \frac{\lambda}{B \cos \theta}$$

$$d = 1,5 \frac{0,154 \text{ nm}}{\left( \frac{0,1894}{2} \times \frac{\pi}{180} \right) \cos \frac{43,3423}{2}} = 174,33 \text{ nm}$$

(lanjutan)

**Sampel 3 (700 °C, 30 menit)**



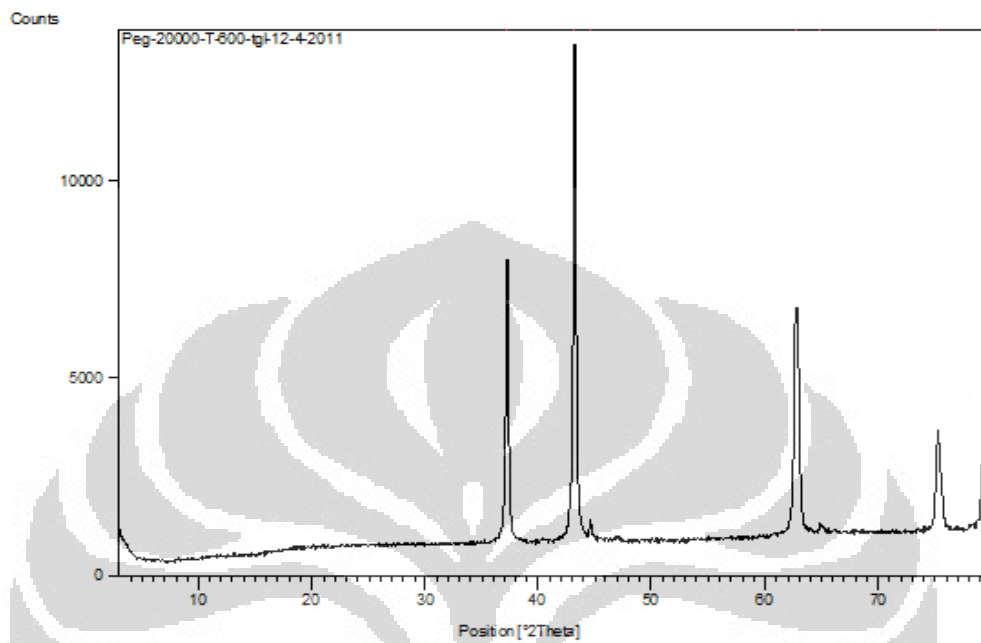
Pos. [°2Th.]	d-spacing [Å]	Height [cts]	Rel. Int. [%]	Backgr.[cts]	FWHM [°2Th.]
37,3208	2,40949	13717,63	60,87	1259,00	0,1624
38,4981	2,33848	387,53	1,72	1258,00	0,1353
43,3379	2,08788	22534,30	100,00	1272,00	0,2165
44,7485	2,02529	867,44	3,85	1268,00	0,1624
47,0886	1,92996	178,99	0,79	1242,49	0,2165
62,8831	1,47794	9794,65	43,47	1336,13	0,2165
65,1251	1,43120	335,07	1,49	1346,00	0,2310

$$d = K \frac{\lambda}{B \cos \theta}$$

$$d = 1,5 \frac{0,154 \text{ nm}}{\left( \frac{0,2165}{2} \times \frac{\pi}{180} \right) \cos \frac{4,3379}{2}} = 153,13 \text{ nm}$$

(lanjutan)

**Sampel 4 (600 °C, 60 menit)**



Pos. [°2Th.]	d-spacing [Å]	Height [cts]	Rel. Int. [%]	FWHM [°2Th.]	Area [cts*°2Th.]
37,2177	2,41593	7640,67	58,85	0,1894	1713,22
43,2298	2,09285	12982,71	100,00	0,1894	2911,04
44,6246	2,03063	526,84	4,06	0,1624	101,25
62,7676	1,48038	6692,76	51,55	0,2165	1715,06
64,9288	1,43505	268,70	2,07	0,099	42,56
75,2694	1,26254	2532,62	19,51	0,1894	567,87
79,2608	1,20768	1715,73	13,22	0,2970	815,32

$$d = K \frac{\lambda}{B \cos \theta}$$
$$d = 1,5 \frac{0,154 \text{ nm}}{\left( \frac{0,694}{2} \times \frac{\pi}{180} \right) \cos \frac{43,2298}{2}} = 191,55 \text{ nm}$$

**Lampiran 2**  
**Data Hasil BET**

**Sampel 1 (550°C, 30 menit)**

Date: 05/31/2011		Page 1	
Quantachrome Corporation Quantachrome Autosorb Automated Gas Sorption System Report Autosorb for Windows® for AS-3 and AS-6 Version 1.23			
Sample ID	PEG 20000 550 C, 1/2 jam		
Description	Ayuko		
Comments			
Sample Weight	0.4001 g		
Adsorbate	NITROGEN	Outgas Temp	150.0 °C
Cross-Sec Area	16.2 Å <sup>2</sup> /molecule	Outgas Time	24.0 hrs
NonIdeality	6.580E-05	P/Po Toler	3
Molecular Wt	28.0134 g/mol	Equil Time	2
Station #	5	Bath Temp.	77.40
		Operator	.jagat
		Analysis Time	44.5 min
		End of Run	05/24/2011 11:3
		File Name	AS977726.RAW
		PC SW Version	Pre-1.20
AREA-VOLUME-PORE SIZE SUMMARY			
SURFACE AREA DATA			
Multipoint BET.....	1.298E+01	m <sup>2</sup> /g	
Langmuir Surface Area.....	2.061E+01	m <sup>2</sup> /g	
t-Method External Surface Area.....	1.161E+01	m <sup>2</sup> /g	
t-Method Micro Pore Surface Area.....	1.371E+00	m <sup>2</sup> /g	
DR Method Micro Pore Area.....	1.776E+01	m <sup>2</sup> /g	
PORE VOLUME DATA			
t-Method Micro Pore Volume.....	6.705E-04	cc/g	
DR Method Micro Pore Volume.....	6.310E-03	cc/g	
HK Method Cumulative Pore Volume.....	5.380E-03	cc/g	
SF Method Cumulative Pore Volume.....	5.490E-03	cc/g	
PORE SIZE DATA			
DR Method Micro Pore Width.....	1.032E+02	Å	
DA Method Pore Diameter (Mode).....	1.780E+01	Å	
HK Method Pore Width (Mode).....	1.448E+01	Å	
SF Method Pore Diameter (Mode).....	2.722E+01	Å	
DATA REDUCTION PARAMETERS			
Thermal Transpiration : OFF			
Last Po Acquired 769.81 mm Hg			
Additional Initialization Information Not Recorded.			
BJH/DH Moving Average Size : 1			
Interaction Constant (K) 2.9600 nm <sup>3</sup> x kJ/mol			

**Sampel 2 (600°C, 30 menit)**

Date: 05/31/2011 Page 1

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

Sample ID NiO/Al2O3 PEG 20,000, - 600 °C, 30 mnt  
Description Ayuko  
Comments

Sample Weight	0.4004 g	Outgas Temp	150.0 °C	Operator	Jajat
Adsorbate	NITROGEN	Outgas Time	2.0 hrs	Analysis Time	48.1 min
Cross-Sec Area	16.2 Å <sup>2</sup> /molecule	P/Po Toler	3	End of Run	05/27/2011 11:5:
NonIdeality	6.580E-05	Equil Time	2	File Name	AS977734.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.....	1.021E+01	m <sup>2</sup> /g
Single Point BET.....	9.658E+00	m <sup>2</sup> /g
Langmuir Surface Area.....	1.714E+01	m <sup>2</sup> /g
t-Method External Surface Area.....	1.021E+01	m <sup>2</sup> /g
t-Method Micro Pore Surface Area.....	0.000E+00	m <sup>2</sup> /g
DR Method Micro-Pore Area.....	1.367E+01	m <sup>2</sup> /g

PORE VOLUME DATA

t-Method Micro Pore Volume.....	0.000E+00	cc/g
DR Method Micro Pore Volume.....	4.858E-03	cc/g
HK Method Cumulative Pore Volume.....	3.732E-03	cc/g
SF Method Cumulative Pore Volume.....	3.852E-03	cc/g

PORE SIZE DATA

DR Method Micro Pore Width.....	1.333E+02	Å
DA Method Pore Diameter (Mode).....	1.840E+01	Å
HK Method Pore Width (Mode).....	1.473E+01	Å
SF Method Pore Diameter (Mode).....	2.777E+01	Å

DATA REDUCTION PARAMETERS

Thermal Transpiration : OFF  
Last Po Acquired 767.51 mm Hg  
Additional Initialization Information Not Recorded.  
BJH/DH Moving Average Size : 1  
Interaction Constant (K) 2.9600 nm<sup>3</sup> x kJ/mol

**Sampel 3 (700°C, 30 menit)**

05/31/2011 Page 1

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

Sample ID	NiO/Al2O3 700 C, 30 mnt			Operator	.jajat
Description	Ayuko			Analysis Time	46.5 min
Comments					
Sample Weight	0.4003 g	Outgas Temp	150.0 °C	End of Run	05/31/2011 13:40
Absorbate	NITROGEN	Outgas Time	24.0 hrs	File Name	AS977737.RAW
Cross-Sec Area	16.2 Å <sup>2</sup> /molecule	P/Po Toler	3	PC SW Version	Pre-1.20
NonIdeality	6.580E-05	Equil Time	2		
Molecular Wt	28.0134 g/mol	Bath Temp.	77.40		
Station #	5				

AREA-VOLUME-PORE SIZE SUMMARY

SURFACE AREA DATA

Multipoint BET.....	1.423E+01	m <sup>2</sup> /g
Langmuir Surface Area.....	2.488E+01	m <sup>2</sup> /g
t-Method External Surface Area.....	1.423E+01	m <sup>2</sup> /g
t-Method Micro Pore Surface Area.....	0.000E+00	m <sup>2</sup> /g
DR Method Micro Pore Area.....	1.873E+01	m <sup>2</sup> /g

PORE VOLUME DATA

t-Method Micro Pore Volume.....	0.000E+00	cc/g
DR Method Micro Pore Volume.....	6.657E-03	cc/g
HK Method Cumulative Pore Volume.....	4.778E-03	cc/g
SF Method Cumulative Pore Volume.....	4.975E-03	cc/g

PORE SIZE DATA

DR Method Micro Pore Width.....	1.499E+02	Å
DA Method Pore Diameter (Mode).....	1.920E+01	Å
HK Method Pore Width (Mode).....	1.402E+01	Å
SF Method Pore Diameter (Mode).....	2.639E+01	Å

DATA REDUCTION PARAMETERS

Thermal Transpiration : OFF  
Last Po Acquired 771.66 mm Hg  
Additional Initialization Information Not Recorded.

BJH/DH Moving Average Size : 1  
Interaction Constant (K) 2.9600 nm<sup>3</sup> x kJ/mol

**Sampel 4 (600°C, 60 menit)**

ate: 06/09/2011 Page 1

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

Sample ID	PEG 2000 600 c, 1jam				
Description	Ayuko				
Comments					
Sample Weight	0.4007 g				
Absorbate	NITROGEN	Outgas Temp	150.0 °C	Operator	Jajat
Cross-Sec Area	16.2 Å <sup>2</sup> /molecule	Outgas Time	2.0 hrs	Analysis Time	43.0 min
NonIdeality	6.580E-05	P/Po Toler	3	End of Run	06/08/2011 17:30
Molecular Wt	28.0134 g/mol	Equil Time	2	File Name	AS977743.RAW
Station #	4	Bath Temp.	77.40	PC SW Version	Pre-1.20

AREA-VOLUME-PORE SIZE SUMMARY

SURFACE AREA DATA

Multipoint BET.....	8.097E+00	m <sup>2</sup> /g
Single Point BET.....	5.903E+00	m <sup>2</sup> /g
Langmuir Surface Area.....	2.173E+01	m <sup>2</sup> /g
t-Method External Surface Area.....	8.097E+00	m <sup>2</sup> /g
t-Method Micro Pore Surface Area.....	0.000E+00	m <sup>2</sup> /g
DR Method Micro Pore Area.....	1.016E+01	m <sup>2</sup> /g

PORE VOLUME DATA

t-Method Micro Pore Volume.....	0.000E+00	cc/g
DR Method Micro Pore Volume.....	3.612E-03	cc/g
HK Method Cumulative Pore Volume.....	1.852E-03	cc/g
SF Method Cumulative Pore Volume.....	1.968E-03	cc/g

PORE SIZE DATA

DR Method Micro Pore Width .....	2.153E+02	Å
DA Method Pore Diameter (Mode).....	1.920E+01	Å
HK 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 767.40 mm Hg  
Additional Initialization Information Not Recorded.

BJH/DH Moving Average Size : 1

Interaction Constant (K) 2.9600 nm<sup>3</sup> x kJ/mol



### Lampiran 3

#### Data hasil GC-FID

LEMIGAS	PUSAT PENELITIAN DAN PENGEMBANGAN TEKNOLOGI MINYAK DAN GAS BUMI		No. Formulir : F.10.P.02-B Revisi : 0 Halaman : Lampiran		
	HASIL LAPORAN				
LAB UJI : Kromatografi.		Ref No. PP : /P/13.3-3/2011			
KELOMPOK : Analitik dan Kimia Terapan					
LABORATORIUM : PROSES					
JENIS CONTOH : Bio_Oil					
TGL TERIMA :					
Nomor Contoh	Penetapan	Metode/Teknik	Tgl. Analisis	Hasil Analisis	Satuan
9 72_Ayuko	Komposisi 40+	GC FID	10 – 6 - 2011		% Wt
	METANA			0,00	
	ETANA			0,00	
	PROPANA (C3)			0,00	
	BUTANA (C4)			0,06	
	PENTANA (C5)			0,44	
	HEKSANA (C6)			1,56	
	HEPTANA (C7)			2,15	
	OKTANA (C8)			2,56	
	NONANA (C9)			2,88	
	DEKANA (C10)			2,62	
	UNDEKANA (C11)			4,04	
	DODEKANA (C12)			4,87	
	TRIDEKANA (C13)			4,72	
	TETRADEKANA (C14)			5,83	
	PENTADEKANA (C15)			11,79	
	HEKSADEKANA (C16)			4,09	
	HEPTADEKANA (C17)			17,63	
	OKTADEKANA (C18)			5,23	
	NONADEKANA (C19)			2,67	
	EIKOSANA (C20)			6,71	
	HENEIKOSANA (C21)			2,36	
	DOKOSANA (C22)			10,93	
	TRIKOSANA (C23)			2,55	
	TETRAKOSANA (C24)			1,79	
	PENTAKOSANA (C25)			1,24	
	HEKSAKOSANA (C26)			1,29	
	HEPTAKOSANA (C27)			0,00	