



UNIVERSITAS INDONESIA

**REGENERASI DAN UJI KEASAMAN KATALIS H-ZSM-5
TERDEAKTIVASI DALAM REAKSI ASETON**

SKRIPSI

**YASIR MULYANSYAH FAMA
0806368244**

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



UNIVERSITAS INDONESIA

**REGENERASI DAN UJI KEASAMAN KATALIS H-ZSM-5
TERDEAKTIVASI DALAM REAKSI ASETON**

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana

**YASIR MULYANSYAH FAMA
0806368244**

**FAKULTAS TEKNIK
PROGRAM EKSTENSI 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 : YASIR MULYANSYAH FAMA

NPM : 08063682447

Tanda Tangan :

Tanggal : 24 JUNI 2011

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :
Nama : Yasir Mulyansyah Fama
NPM : 0806368244
Program Studi : Teknik Kimia
Judul Skripsi : Regenerasi dan Uji Keasaman Katalis HZSM-5
Terdeaktivasi Dalam Reaksi Aseton

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

DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Ir. Setiadi, M. Eng.



Penguji : Prof. Dr. Ir. M. Nasikin, M.Eng



Penguji : Dr. Ir. Sukirno, M.Eng



Penguji : Dr. Heri Hermansyah, ST., M.Eng



Ditetapkan di : Depok

Tanggal : 24 Juni 2011

KATA PENGANTAR

Bismillaahirrohmaanirrohiim,

Alhamdulillah serta puji dan syukur tak hentinya penulis panjatkan kepada Allah SWT serta shalawat dan salam kepada Nabi besar Muhammad SAW atas segala rahmat dan Hidayah-Mu sehingga penulis dapat menyelesaikan makalah seminar ini dengan sebaik-baiknya.

Seminar dengan judul “Regenerasi dan Uji Keasaman Katalis H-ZSM5 Terdeaktivasi Dalam Reaksi Aseton” ini disusun sebagai salah satu prasyarat dalam menyelesaikan studi program sarjana pada Departemen Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Indonesia.

Dalam penulisan makalah ini, penulis sadar akan bantuan dan dukungan yang telah diberikan oleh berbagai pihak kepada penulis. Maka dari itu, penulis secara khusus ingin mengucapkan terima kasih yang sedalam-dalamnya kepada :

1. Bapak Ir. Setiadi, M.Eng. selaku pembimbing dan koordinator mata kuliah Seminar atas segala ide, kritikan, serta sarannya kepada penulis.
2. Bapak Dr. Ir. Widodo W. Purwanto, DEA. selaku Ketua Departemen Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Indonesia.
3. Bapak Ir. Sukirno, M.Eng. selaku Pembimbing Akademik penulis.
4. Papa, mama, kakak, dan Wulandari atas semua dukungan doa dan kasih sayang serta segala yang telah diberikan.
5. Rekan-rekan mahasiswa Teknik Kimia '08 atas semua kerjasamanya.
6. Serta berbagai pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu untuk segala kontribusinya.

Penulis berharap bahwa makalah ini dapat berguna suatu saat kelak bagi setiap orang yang membacanya. Kritik dan saran yang membangun sangat diharapkan oleh penulis untuk mencapai hasil yang lebih baik lagi.

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 : Yasir Mulyansyah Fama
NPM : 0806368244
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 :

**Regenerasi dan Uji Keasaman Katalis HZSM-5 Terdeaktivasi
dalam Reaksi Aseton**

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 : 24 Juni 2011

Yang menyatakan



(Yasir Mulyansyah Fama)

ABSTRAK

Nama : Yasir Mulyansyah Fama
Program Studi : Teknik Kimia
Judul : Regenerasi dan Uji Keasaman Katalis H-ZSM-5 Terdeaktivasi
Dalam Reaksi Aseton

Pada umumnya katalis seharusnya dapat berfungsi selamanya. Namun yang terjadi kenyataannya katalis dapat tidak aktif setelah digunakan dalam beberapa reaksi, salah satu penyebabnya yaitu terbentuknya kokas yang menutup inti aktif katalis HZSM-5 yang menyebabkan naiknya energi aktivasi dan menurunnya nilai keasamannya. Regenerasi merupakan proses yang dilakukan untuk menghilangkan kandungan kokas di dalam katalis HZSM-5. Regenerasi ini dilakukan dengan menggunakan udara sehingga terjadi reaksi oksidasi. Reaksi oksidasi ini dapat menghilangkan kandungan kokas sebesar 90% hingga 99%. Kondisi optimum dalam regenerasi katalis HZSM-5 yaitu suhu 450°C dan laju alir udara 150 mL/menit. Selain itu, telah dilakukan pula karakterisasi untuk katalis terdeaktivasi agar dapat diketahui senyawa penyusun kokas.

Kata Kunci : Regenerasi, Kokas, HZSM-5, Keasaman

ABSTRACT

Name : Yasir Mulyansyah Fama
Major : Chemical Engineering
Title : Regeneration and Acidity Test of Deactivated HZSM-5 Catalyst in Acetone Reaction

In general, the catalyst should be able to function forever. But what happens in reality catalyst can not active after being used in several reactions, one of the causes is the formation of coke which closes the active core of HZSM-5 catalyst which causes increased activation energy and decreased the acidity. Regeneration is a process to eliminate the content of coke in the catalyst HZSM-5. In this case regeneration is using air resulting in oxidation reactions. This oxidation reaction can remove the coke content of 90% to 99%. Optimum conditions in the regeneration of the catalyst HZSM-5 is 450°C temperature and air flow rate 150 mL/minute. Additionally, characterizations have been done also for deactivated catalysts that can be known compounds making up the coke.

Key Words : Regeneration, Coke, HZSM-5, Acidity

DAFTAR ISI

JUDUL.....	i
LEMBAR PENGESAHAN	ii
KATA PENGANTAR	iii
HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS	v
ABSTRAK	vi
ABSTRACT.....	vii
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL.....	xiii
1. PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang Masalah.....	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Batasan Masalah.....	4
1.5 Sistematika Penulisan.....	4
2. TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1 Aseton	6
2.2 Katalis	6
2.3 Zeolit	7
2.3.1 Jenis-jenis Zeolit	7
2.3.2 Struktur Zeolit	8
2.3.3 Zeolit sebagai katalis asam.....	12
2.4 ZSM-5	14
2.4.1 Penggunaan ZSM-5.....	15
2.4.2 Struktur ZSM-5	16
2.5 Coking.....	17
2.5.1 Pembentukan Coke.....	19
2.5.2 Meminimalisir Efek Deaktivasi Coke.....	22

2.6 Regenerasi	23
2.6.1 Oksidasi Kokas dalam Regenerasi	25
2.7 State Of The Art	26
3. METODOLOGI PENELITIAN	29
3.1 Rancangan Penelitian	29
3.2 Alat dan Bahan	30
3.2.1 Alat	30
3.2.2 Bahan	30
3.3 Persiapan Sampel dan Reaktor	30
3.3.1 Uji Keasaman	31
3.3.2 Regenerasi Katalis HZSM-5	33
3.3.2.1 Regenerasi dengan Dua Suhu Berbeda	33
3.3.2.2 Pengaruh Temperatur	34
3.3.2.1 Pengaruh Laju Alir	35
3.3.3 Analisa GC-MS Untuk Mendeteksi Kokas	35
3.4 Data-data hasil Regenerasi dan Uji Keasaman	36
4. HASIL DAN PEMBAHASAN	37
4.1 Hasil Analisa GC-MS Kokas	37
4.2 Regenerasi Katalis HZSM-5	40
4.2.1 Hasil Regenerasi Katalis HZSM-5	40
4.2.2 Laju Oksidasi Pada Regenerasi Dua Suhu	45
4.2.3 Kinetika Laju Reaksi Oksidasi dalam Regenerasi Katalis HZSM-5	48
4.2.4 Pengaruh Suhu dalam Regenerasi Katalis HZSM-5	52
4.2.5 Pengaruh Laju Alir Udara dalam Regenerasi Katalis HZSM-5 ..	53
4.3 Karakterisasi Katalis	54
4.3.1 Uji Keasaman	55
5. PENUTUP	57
5.1 Kesimpulan	57
5.2 Saran	57

DAFTAR PUSTAKA 58

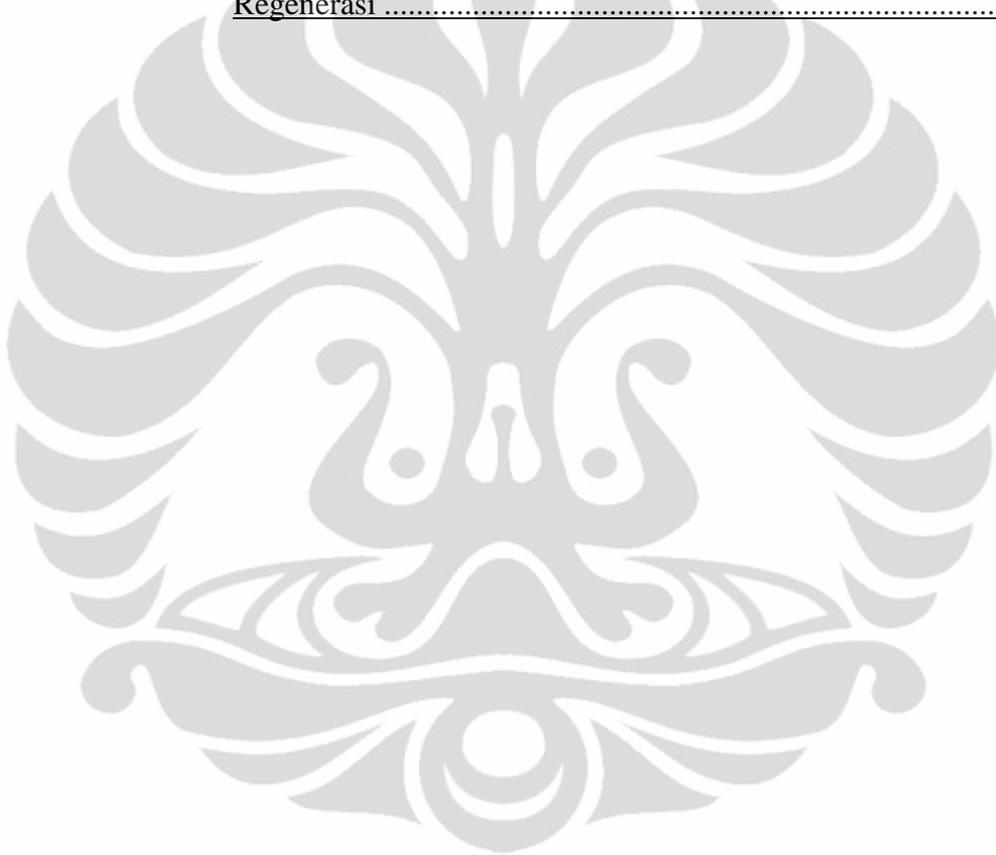
LAMPIRAN



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Unit pembentukan primer.....	9
Gambar 2.2 Unit pembentukan sekunder.....	10
Gambar 2.3 Polyhedron simetris.....	11
Gambar 2.4 Perubahan keasaman zeolit	13
Gambar 2.5 Perbandingan Antara Zeolit Type Faujasite dengan ZSM-5.....	16
Gambar 2.6 Struktur ZSM-5	17
Gambar 2.7 Formasi Coke	18
Gambar 2.8 Hubungan karbon dengan tingkat konversi.....	19
Gambar 2.9 Laju coking dan rasio C/P selama cracking n-heptan sebagai fungsi % exchange dari kation Na ⁺	21
Gambar 2.10 Model deaktivasi zeolit dengan saluran saling berhubungan dan tanpa rongga (co HZSM-5).....	22
Gambar 2.11 State Of The Art Regenerasi Katalis HZSM-5.....	26
Gambar 3.1 Diagram alir penelitian.....	29
Gambar 3.2 Tahapan Uji Keasaman	32
Gambar 3.3 Reaktor Uji	33
Gambar 4.1 Gambar Spectrum Chromatogram Katalis HZSM-5.....	38
<u>Gambar 4.2 % Penurunan Kokas dalam Regenerasi katalis HZSM-5 (Sampel D- 1) dengan Laju Udara 700 ml/min.....</u>	<u>41</u>
<u>Gambar 4.3 % Penurunan Kokas dalam Regenerasi katalis HZSM-5 (Sampel D- 2) dengan Laju Udara 700 ml/min.....</u>	<u>41</u>
<u>Gambar 4.4 % Penurunan Kokas dalam Regenerasi katalis HZSM-5 (Sampel D- 3) dengan Laju Udara 700 ml/min.....</u>	<u>42</u>
<u>Gambar 4.5 % Penurunan Kokas dalam Regenerasi katalis HZSM-5 (Sampel D- 4) dengan Laju Udara 700 ml/min.....</u>	<u>42</u>
<u>Gambar 4.6 % Penurunan Kokas dalam Regenerasi katalis HZSM-5 (Sampel D- 5) dengan Laju Udara 700 ml/min.....</u>	<u>43</u>
<u>Gambar 4.7 Laju Oksidasi Dalam Regenerasi Katalis HZSM-5 Sampel D-1. (a) Oksidasi Pada suhu 400°C, (b) Oksidasi pada Suhu 450°C</u>	<u>45</u>
<u>Gambar 4.8 Laju Oksidasi Dalam Regenerasi Katalis HZSM-5 Sampel D-2. (a) Oksidasi Pada suhu 400°C, (b) Oksidasi pada Suhu 450°C</u>	<u>46</u>
<u>Gambar 4.9 Laju Oksidasi Dalam Regenerasi Katalis HZSM-5 Sampel D-3. (a) Oksidasi Pada suhu 400°C, (b) Oksidasi pada Suhu 450°C</u>	<u>46</u>
<u>Gambar 4.10 Laju Oksidasi Dalam Regenerasi Katalis HZSM-5 Sampel D-4. (a) Oksidasi Pada suhu 400°C, (b) Oksidasi pada Suhu 450°C</u>	<u>47</u>
<u>Gambar 4.11 Laju Oksidasi Dalam Regenerasi Katalis HZSM-5 Sampel D-5. (a) Oksidasi Pada suhu 400°C, (b) Oksidasi pada Suhu 450°C⁺</u>	<u>47</u>
<u>Gambar 4.12 Kinetika Laju Reaksi dalam Regenerasi Katalis HZSM-5 Sampel D-1. (a) Oksidasi Pada suhu 400°C, (b) Oksidasi pada Suhu 450°C...</u>	<u>49</u>
<u>Gambar 4.13 Kinetika Laju Reaksi dalam Regenerasi Katalis HZSM-5 Sampel D-2. (a) Oksidasi Pada suhu 400°C, (b) Oksidasi pada Suhu 450°C...</u>	<u>50</u>
<u>Gambar 4.14 Kinetika Laju Reaksi dalam Regenerasi Katalis HZSM-5 Sampel D-3. (a) Oksidasi Pada suhu 400°C, (b) Oksidasi pada Suhu 450°C...</u>	<u>50</u>

<u>Gambar 4.15 Kinetika Laju Reaksi dalam Regenerasi Katalis HZSM-5 Sampel D-4. (a) Oksidasi Pada suhu 400°C, (b) Oksidasi pada Suhu 450°C...</u>	51
<u>Gambar 4.16 Kinetika Laju Reaksi dalam Regenerasi Katalis HZSM-5 Sampel D-5. (a) Oksidasi Pada suhu 400°C, (b) Oksidasi pada Suhu 450°C...</u>	51
<u>Gambar 4.17 Pengaruh Suhu Operasi Pada proses Regenerasi Katalis HZSM-5 sampel D-6 dengan Laju Udara 150 ml/menit.....</u>	52
<u>Gambar 4.18 Pengaruh Suhu Operasi Pada proses Regenerasi Katalis HZSM-5 sampel D-7 dengan Laju Udara 150 ml/menit.....</u>	53
<u>Gambar 4.19 Pengaruh Laju Alir Udara Pada proses Regenerasi Katalis HZSM-5 sampel D-7 dengan Suhu Reaksi 450°C.....</u>	54
<u>Gambar 4.20 Uji Keasaman Katalis HZSM-5 Fresh, Terdeaktivasi dan Regenerasi</u>	55



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Ketentuan umum untuk meminimalisir efek deaktivasi coke.....	22
Tabel 2.2 Rangkuman State Of The Art Regenerasi Katalis H-ZSM-5.....	28
Tabel 4.1 Berbagai Senyawa Kimia dalam Kokas Dari Analisa GC-MS.....	39
Tabel 4.2 Kondisi Katalis HZSM-5	44



BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Katalis adalah zat yang ditambahkan ke dalam suatu reaksi dengan maksud memperbesar kecepatan reaksi. Katalis terkadang ikut terlibat dalam reaksi tetapi tidak mengalami perubahan kimiawi yang permanen, dengan kata lain pada akhir reaksi katalis akan dijumpai kembali dalam bentuk dan jumlah yang sama seperti sebelum reaksi (Arhidayat, 2008).

Fungsi katalis adalah memperbesar kecepatannya (mempercepat reaksi) dengan jalan memperkecil energi pengaktifan suatu reaksi dan dibentuknya tahap-tahap reaksi yang baru. Dengan menurunnya energi pengaktifan maka pada suhu yang sama reaksi dapat berlangsung lebih cepat.

Dikenal dua jenis katalis, yaitu katalis homogen dan katalis heterogen. Katalis homogen adalah katalis yang fasenya sama dengan fase zat yang bereaksi maupun zat hasil reaksi. Sedangkan katalis heterogen adalah katalis yang fasenya berbeda dengan fase zat yang bereaksi maupun zat hasil reaksi (Arhidayat, 2008). Di dalam penelitian ini katalis yang digunakan yaitu zeolit HZSM-5. Zeolit HZSM-5 merupakan salah satu jenis katalis heterogen, karena fasenya padat berbeda dengan zat yang bereaksi maupun zat hasil reaksi yang berfase cair.

Zeolit HZSM-5 dikenal sebagai zeolit sintetik yang mempunyai permukaan inti asam dan struktur jaringan pori yang luas serta homogen. Struktur kerangka jenis bahan alumina silika tersebut terbentuk dari bahan dasar pembangun berupa tetrahedron atom silikon atau aluminium. Kemampuan HZSM-5 untuk mempercepat berbagai jenis reaktan sangat berkaitan dengan rasio keasamannya dan parameter penting HZSM-5 yang bisa dikontrol dengan rasio Si/Al. Beragam variasi Si/Al sama sekali tidak akan mempengaruhi struktur kerangka HZSM-5, tetapi diharapkan menyebabkan pertukaran dalam asam dan distribusi kekuatan asam (Bahtia, 2000).

Berdasarkan penelitian-penelitian yang telah dilakukan, diketahui bahwa hidrokarbon seperti golongan alkohol dan keton dapat diubah menjadi hidrokarbon. Konversi katalitik methanol dan ethanol menjadi hidrokarbon telah

banyak dilakukan, misalnya yang dilakukan oleh Chang and Silvestri pada tahun 1977. Sebaliknya, informasi tentang konversi katalitik aseton masih belum banyak diteliti dan diperlukan riset agar aseton dapat diubah menjadi hidrokarbon yang dapat dijadikan bahan baku industri petrokimia.

Disamping itu, kemampuan selektivitas HZSM-5 terhadap terbentuknya senyawa hidrokarbon sangat tinggi berdasarkan ukuran dan struktur pori (Weitkamp, 2000). Berbagai hasil penelitian (Chang dkk, 1981; Lucas dkk, 1997; Lucas dkk., 2001; Setiadi dkk, 2003) telah dapat menyimpulkan bahwa HZSM-5 mempunyai kemampuan selektivitas yang tinggi berdasar bentuk dan ukuran pori (*shape selective catalyst*) kearah terbentuknya berbagai jenis molekul yang berdiameter kinetik maksimal sekitar 0.6 nm, yang mana sangat sesuai dengan hidrokarbon aromatik (benzena, toluena, dan xilena). Reaksi konversi aseton menjadi hidrokarbon aromatik telah terbukti dapat dilakukan dengan baik pada suhu 673 K dan space velocity sebesar 4 h^{-1} pada tekanan atmosferik. Konversi aseton yang didapat mendekati 100% selama rentang waktu uji reaksi 17 jam. Namun, terjadi penurunan aktivitas (deaktivasi) setelah 17 jam karena penutupan pori katalis oleh kokas yang pembentukannya berasal dari reaksi konversi aseton (Setiadi, 2005).

Namun, umumnya katalis jenis zeolit mudah mengalami deaktivasi, tidak terkecuali untuk ZSM-5. Tergantung jenis reaksi, jenis zeolit dan kondisi reaksi yang digunakan, maka kemampuan katalis dalam menahan aktivitas dan selektivitas dalam rentang waktu tertentu sangat dipengaruhi oleh faktor-faktor tersebut (Richardson, 1989).

Pada umumnya katalis seharusnya dapat berfungsi selamanya. Namun yang terjadi kenyataannya katalis dapat tidak aktif setelah digunakan dalam beberapa reaksi, itu diakibatkan oleh berbagai macam hal yang dapat menghilangkan kemampuan mereka. Kemampuan bertahan katalis berbeda-beda, beberapa katalis hanya dapat bertahan beberapa menit saja, sedangkan ada juga yang dapat bertahan selama 10 tahun (Richardson, 1982).

Begitu juga pada reaksi aseton menggunakan katalis HZSM-5 juga akan mengalami deaktivasi walaupun konversi aseton menjadi benzene, toluene, dan xilena sudah dapat dilakukan dengan menggunakan katalis HZSM-5. Menunjukkan

hasil penelitian yang telah didapat dari Mondri, bahwa reaksi aseton dapat berlangsung pada suhu mulai 300°C walaupun produk yang dihasilkan masih sedikit berupa produk rantai hidrokarbon (< 1%).

Pada suhu yang lebih tinggi yaitu 375°C dihasilkan produk hidrokarbon menjadi 13%. Kemudian pada suhu 400°C hidrokarbon yang dihasilkan melonjak hingga 27%. Dan pada akhirnya hidrokarbon yang dihasilkan mendekati konversi 100% pada suhu 425°C. Tetapi penelitian ini tidak menguji keasaman selama proses berlangsungnya reaksi aseton menjadi hidrokarbon pada berbagai suhu tersebut. Padahal katalis H-ZSM5 yang digunakan sangat rentan terhadap terjadinya deaktivasi terutama disebabkan oleh terbentuknya coke pada permukaan katalis yang mengakibatkan tertutupnya inti aktif asam.

Dengan adanya terbentuk coke, katalis akan mengalami deaktivasi sehingga inti aktif katalis dan mengalami penurunan energy aktivasi yang dapat memperlambat reaksi. Penghilangan coke dapat dilakukan dengan proses oksidasi katalis dengan menggunakan udara sehingga coke yang terbentuk akan dibakar, proses tersebut dapat disebut dengan regenerasi.

Berdasarkan uraian diatas maka penelitian ini dilakukan agar dapat mengetahui dan mempelajari kondisi optimal dalam melakukan regenerasi dan mengetahui tingkat keasaman katalis sebelum dan sesudah terjadinya reaksi aseton. Mengkaji pengaruh variasi suhu dan laju alir udara terhadap proses regenerasi dan karakteristik dari kokas dengan menggunakan GC-MS.

1.2 Perumusan Masalah

Secara umum regenerasi dapat mengembalikan kinerja katalis seperti sebelum mengalami deaktivasi. Regenerasi dapat menghilangkan kokas yang menutupi permukaan inti dan struktur pori katalis HZSM-5 sehingga dapat mengembalikan kinerja katalis zeolit akan mengalami deaktivasi.

- Bagaimana pengaruh suhu reaksi dan laju alir udara terhadap regenerasi katalis HZSM-5 terdeaktivasi dalam reaksi aseton
- Bagaimanakah nilai keasaman katalis HZSM-5 setelah mengalami proses regenerasi.

1.3 Tujuan Penelitian

- Mempelajari karakteristik kokas yang terbentuk selama berlangsungnya reaksi aseton.
- Mengetahui dan mempelajari proses regenerasi katalis HZSM-5 menggunakan udara.
- Mengetahui dan mempelajari tingkat keasaman katalis HZSM-5 yang digunakan pada saat sebelum reaksi dan setelah reaksi pada proses konversi aseton menjadi senyawa hidrokarbon.

1.4 Batasan Masalah

Pada penelitian ini penulis membatasi permasalahan yang akan di angkat agar lebih fokus serta sesuai dengan perumusan dan tujuan penelitian, maka dilakukan pembatasan masalah sebagai berikut:

1. Bahan baku yang digunakan dalam penelitian adalah katalis HZSM-5 terdeaktivasi dengan rasio Si/Al komersial pertamina
2. Variasi laju alir udara yaitu 75 mL/min, 150 mL/min, 225 mL/min, 300 mL/min, 375 mL/min, 700 mL/min.
3. Karakterisasi katalis dilakukan dengan menggunakan metode (GC-MS, dan Uji keasaman).
4. Reaksi konversi katalitik aseton dilakukan di dalam reaktor tabung yaitu jenis unggun tetap (*Fixed bed reactor*).
5. Temperatur yang di gunakan dalam reaksi ini adalah 400 °C - 480°C.
6. Regenerasi dengan menggunakan proses pembakaran dengan komposisi udara pada umumnya yaitu 21% Oksigen dan 79% Nitrogen

1.5 Sistematika Penulisan

Sistematika penulisan terdiri dari :

BAB I PENDAHULUAN

Bab ini menerangkan permasalahan secara umum, terutama yang menyangkut latar belakang masalah, perumusan masalah, tujuan penelitian, batasan masalah dan sistematika penulisan.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

Bab ini berisikan informasi dan teori-teori yang melandasi dan mendukung penelitian tentang pengaruh perberdaan suhu dalam perilaku deaktivasi katalis HZSM-5 dalam reaksi aseton menjadi hidrokarbon

BAB III METODE PENELITIAN

Bab ini berisi tahapan-tahapan yang digunakan dalam penelitian yang mencakup metode pengumpulan data hingga pengolahan data, diagram alir penelitian, prosedur percobaan, jenis bahan dan alat yang dipakai, serta susunan dan fungsinya dalam percobaan.

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

Bab ini berisikan berisi perumusan hasil penelitian dan analisis yang berkaitan dengan fenomena regenerasi katalis yang terjadi dalam reaksi oksidasi katalis terhadap pengaruh suhu dan laju alir.

BAB V PENUTUP

Bab ini berisikan kesimpulan hasil penelitian dan saran.

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Aseton

Aseton merupakan senyawa organik yang dapat diproduksi dari proses fermentasi maupun dari hasil reaksi katalitik produk turunan biomassa. Akan menjadi suatu skema rute baru, apabila senyawa aseton tersebut dapat ditrasformasi menjadi senyawa hidrokarbon aromatis. Senyawa tersebut merupakan bahan baku utama yang penting dalam proses industri kimia (Setiadi, 2005).

2.2 Katalis

Konsep tentang katalis pertama kali diperkenalkan oleh Berzellius pada tahun 1935 yang menyebutkan bahwa katalis adalah suatu zat yang mempengaruhi laju reaksi tanpa perubahan secara kimiawi pada akhir reaksi. Berdasarkan fasanya, material katalis dapat digolongkan menjadi katalis homogen dan heterogen.

Parameter yang harus diperhatikan untuk menilai kualitas suatu katalis adalah sebagai berikut:

1. Aktifitas, yaitu kemampuan katalis untuk mengkonversi reaktan menjadi produk yang diinginkan.
2. Selektifitas, yaitu kemampuan katalis untuk mempercepat suatu reaksi diantara beberapa reaksi yang terjadi sehingga produk yang diinginkan dapat diperoleh dengan produk samping seminimal mungkin.
3. Stabilitas, yaitu lamanya katalis memiliki aktifitas dan selektifitas seperti pada keadaan semula.
4. Yield, yaitu jumlah produk tertentu untuk setiap satuan reaktan yang dikonsumsi.
5. Kemudahan diregenerasi, yaitu proses pengembalian aktifitas dan selektifitas katalis pada keadaan semula.

2.3 Zeolit

2.3.1 Jenis-jenis zeolit

Zeolit memiliki beraneka ragam bentuk dan jenis, tergantung pada cara perolehannya. Ada yang berasal dari alam dan ada yang sintetis (Dariyus, 2005).. Untuk itu, berdasarkan cara perolehannya, zeolit dapat dikelompokkan menjadi 2 bagian, yaitu :

1. Zeolit alam, yang diperoleh dari alam.

Zeolit alam terbentuk melalui proses alam, zeolitisasi batuan vulkanik dengan air lingkungan (air hidrologi) pada sistem terbuka maupun tertutup. Kondisi batuan, tanah dan lingkungan tempat pembentukannya mempengaruhi sifat-sifat fisik, kimia dan struktur mineral zeolit alam sehingga muncul beragam spesies. Batuan yang sangat jenuh dengan silika misalnya, membentuk zeolit alam jenis *faujasit*, *khabasit* dan *gmelin*. Spesies yang banyak ditemukan pada batuan sedimen adalah *klinoptilolit*, *khabasit*, *heulandit*, *mordenit*, *filipsit*, *analkim*, *laumontit* dan *wairakit* (Dariyus, 2005).

2. Zeolit sintetis, yang diperoleh melalui proses sintesa dan direkayasa oleh manusia.

Zeolit sintesis diproduksi dengan cara hidrothermal. Pembuatan zeolit sintesis sangat tergantung pada pemanfaatannya. Sifat-sifatnya dimodifikasi, dengan memvariasikan kadar unsur aluminium (Al) dan silika (Si) (Dariyus, 2005). Biasanya zeolit sintesis terbagi menjadi empat kelompok, yaitu:

- a. Zeolit sintesis berkadar Si rendah ($Si/Al = 1$).

Kadar Si yang rendah menyebabkan rasio Si/Al mendekati 1. Kadar Si yang rendah menyebabkan daya penukaran kation dari zeolit maksimum. Contoh : Zeolit A dan X.

- b. Zeolit sintesis berkadar Si sedang ($Si/Al = 5$).

Jika dibandingkan dengan zeolit alam, zeolit sintesis ini termasuk jenis *klinoptilolit*, *mordenit* dan *erionit*.

- c. Zeolit sintesis berkadar Si tinggi ($Si/Al = 10-100$).

Mampu menyerap molekul-molekul non polar dan baik digunakan sebagai katalisator asam untuk hidrokarbon. Contoh : ZSM-5, ZSM-11 dan ZSM-21.

d. Zeolit Si (100%).

Sama sekali tidak mengandung unsur Al, dapat mengeluarkan atau memisahkan suatu molekul organik dari suatu campuran air. Contoh : zeolit silikat.

2.3.2 Struktur zeolit

Zeolit merupakan kristal aluminosilikat yang dibentuk oleh struktur pori seragam yang memiliki minimum diameter saluran sekitar 0.3-1,0 nm. Pada dasarnya ukuran tergantung pada jenis zeolit. Zeolit memiliki aktivitas dan selektivitas yang tidak biasa untuk berbagai variasi reaksi katalis asam. Sebagian besar ini disebabkan sifat keasaman zeolit (Bhatia, 2000).

Struktur zeolit terdiri atas kerangka tiga dimensi SiO_4 atau tetrahedral AlO_4 . Masing-masing terdiri dari atom Silikon dan Aluminium di pusat. Atom oksigen terletak berdampingan membentuk tetrahedral, dimana dapat berada pada berbagai rasio dan tersusun dengan berbagai cara. Kerangka yang terbentuk terdiri atas pori-pori, saluran-saluran dan ruang kosong (Bhatia, 2000).

Rumus kimia unit sel zeolit adalah sebagai berikut :



dengan,

$M_{a/n}$: merupakan kation bervalensi n yang dapat ditukar dan tidak termasuk struktur rangka aluminosilikat.

[] : melambangkan struktur rangka aluminasilikat.

w : menunjukkan jumlah molekul air di dalam stuktur zeolit.

a & b : menyatakan jumlah tetrahedron $(\text{SiAl})\text{O}_4$ di dalam satu unit sel dimana $b > a$.

Berdasarkan rumus tersebut dapat disimpulkan bahwa zeolit terbagi menjadi tiga komponen yaitu :

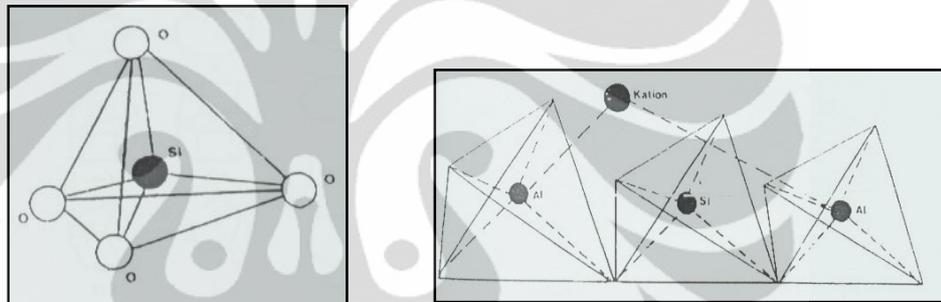
1. Kerangka aluminosilikat.

2. Kation-kation.
3. Molekul air.

Kation-kation dan molekul-molekul air tidak termasuk pada kerangka aluminosilikat, tetapi mengisi rongga diantara kerangka.

Kerangka aluminosilikat sebagai inti dari zeolit yang secara keseluruhan sangat kompleks tersusun menjadi unit-unit pembentuk sebagai berikut :

1. Unit pembentuk primer, yaitu tetrahedron yang mengandung (Si, Al) O₄. Di keempat sudut tetrahedronnya terdapat atom-atom oksigen yang digunakan bersama-sama oleh dua tetrahedron yang berdekatan, dimana atom-atom oksigen tersebut mengelilingi pusat-pusat silicon atau aluminium (Dariyus, 2005). Hal ini dapat dilihat pada Gambar 2.1 sebagai berikut :



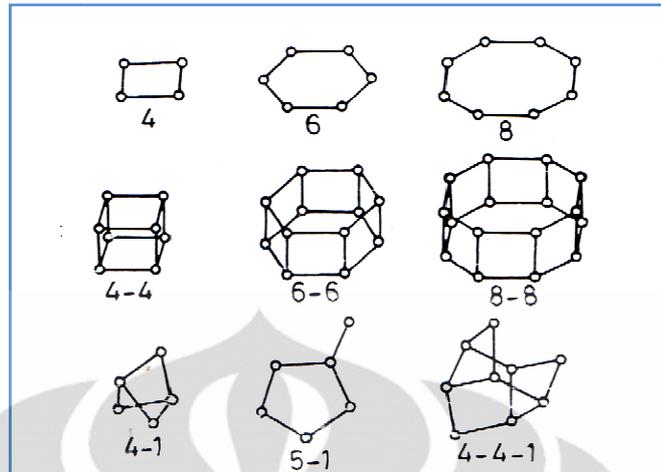
a. Tetrahedron dengan pusat atom Si

b. Rangkaian beberapa tetrahedron

Gambar 2.1 Unit Pembentuk Primer (Dariyus, 2005)

2. Unit pembentuk sekunder, yaitu merupakan penggabungan unit-unit pembentuk primer dengan cara menyusun atom-atom pusat hingga membentuk sudut-sudut tertentu yang membagi atom-atom oksigennya (Bhatia, 2000). Hal ini dapat dilihat pada Gambar 2.2. Unit pembentuk sekunder terbagi menjadi tiga jenis, yaitu :

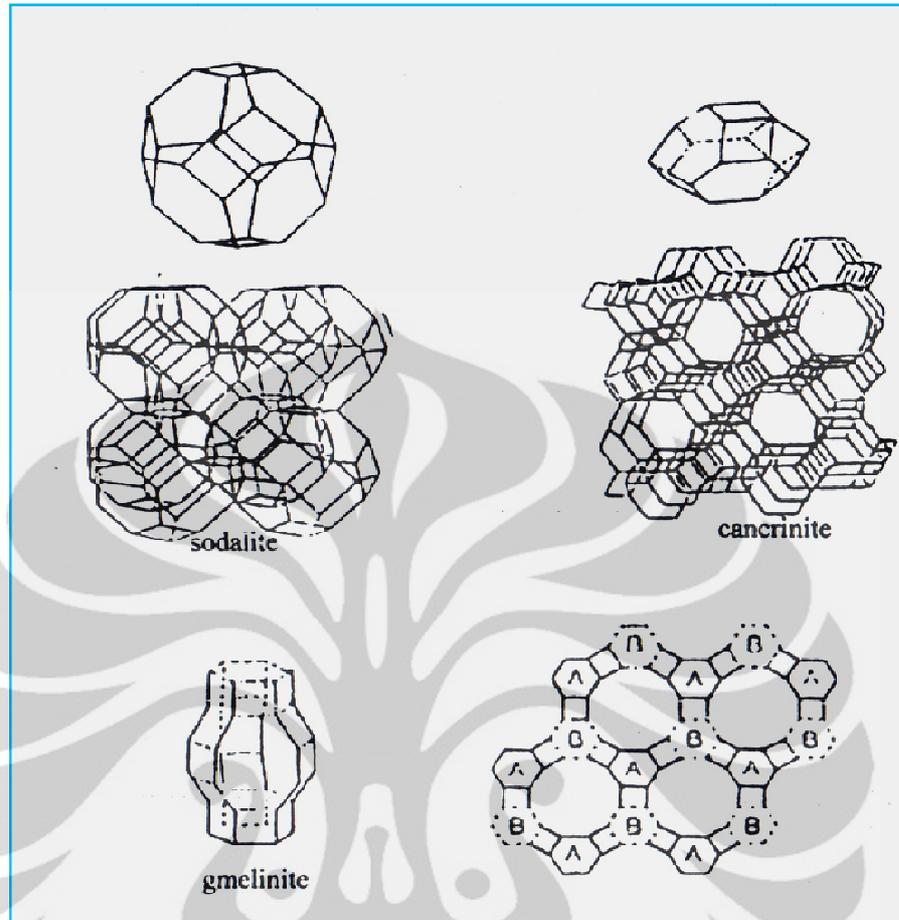
- a. *Single ring* ; S4R, S6R, S8R, S10R, S12R
- b. *Double ring* ; D4R, D6R, D8R
- c. *Complex ring* ; 4-1, 5-1, 4-4-i



Gambar 2.2 Unit Pembentuk Sekunder (Bhatia, 2000)

3. Polyhedron simetris, yaitu unit pembentuk sekunder bergabung membentuk satu polyhedron simetris yang arah pertumbuhannya sesuai dengan tiap-tiap bidang kristal unit pembentuk sekunder yang dapat dilihat pada Gambar 2.3 polyhedron simetris terbagi menjadi tiga jenis, yaitu :

- a. *Truncated octahedron* (T, O) atau unit *sodalite*.
- b. 11-Hedron atau unit *cancrinite*.
- c. 14-Hedron atau unit *gmelinite* (Meier, 1992).



Gambar 2.3 Polyhedron Simetris (Meier, 1992)

4. Struktur zeolit secara keseluruhan, merupakan gabungan polihedron-polihedron simetris sehingga membentuk jaringan rongga teratur ke segala arah yang dapat terisi oleh kation-kation dan molekul air.

Zeolite mempunyai struktur berongga dan biasanya rongga ini diisi oleh air dan kation yang dapat dipertukarkan dan memiliki ukuran pori yang tertentu dan bisa dimodifikasikan. Oleh sebab itu zeolit dapat dimanfaatkan sebagai penyaring molecular, penukar ion, penyerap bahan dan katalisator. Karena adanya pusat aktif dalam porinya, zeolit mampu mengkonversikan suatu reaktan menjadi bermacam-macam produk (Tanabe, 1989; Darmawan, 1998).

Ukuran pori diklasifikasi berdasarkan diameter porinya (D). Yang terkecil adalah mikro pori ($D < 2 \text{ nm}$). Yang medium adalah meso pori ($2 \text{ nm} \leq D \leq 50 \text{ nm}$), dan yang terbesar adalah makro pori ($D > 50 \text{ nm}$). Beberapa material seperti

zeolit dan mineral tanah liat seluruhnya adalah mikro pori. Material lain seperti arang dan silika-alumina mempunyai pori yang tidak beraturan dengan interval diameter yang lebar (Tanabe, 1989; Darmawan, 1998).

Bila dilihat secara struktur dan topology, zeolit X dan zeolit Y berhubungan dengan mineral faujasite. Dua material tersebut hanya berbeda pada rasio Si/Al yaitu 1-1,5 untuk zeolit X dan 1,5-3,0 untuk zeolit Y. Pada faujasite, lubang atau pori terbesar memiliki diameter 1,3 nm yang masing-masing dihubungkan oleh lubang 1,0 nm. Berdasarkan ukuran pori, zeolit sebagai katalis terbagi atas :

- Sistem pori cincin 8 oksigen yaitu ZSM-8 dan ZSM-34
- Sistem pori cincin 10 oksigen yaitu ZSM-5, ZSM-11 < ZSM-22, ZSM-23, dan ZSM-48
- Sistem pori cincin 12 oksigen yaitu jenis mordenit dan mazite.

Pada zeolit A, memiliki lubang besar berukuran 0,5 nm, memiliki delapan buah cincin. Struktur pori mordenit berbentuk ellips dan saluran *noninterconnected* pada struktur *orthorombic*. ZSM-5 menunjukkan struktur pori yang unik yang terdiri atas dua saluran yang berpotongan, yang satu lurus sedangkan yang lain berbentuk sinusoidal dan tegak lurus terhadap bentuknya. Kedua sistem saluran memiliki 10 cincin pembuka berbentuk ellips (diameter 0,55 Å) (Bhatia, 2000; Tanabe, 1989).

2.3.3 Zeolit sebagai katalis asam

Zeolit dapat berfungsi sebagai katalis asam, karena kationnya dapat dipertukarkan. Sebagai contoh zeolit alam, umumnya memiliki kation jenis alkali (misalnya Na⁺), jika kation ini ditukarkan dengan NH₄⁺ yang diikuti pemanasan, maka pada permukaan zeolit akan terdapat ion H⁺. Secara katalitik ion berfungsi sebagai pusat aktif (inti aktif) (Bhatia, 2000).

Kemampuan zeolit sebagai katalis dikarenakan zeolit memiliki sifat-sifat tertentu, diantaranya yaitu :

1. Keasaman zeolit

Keasaman pada kerangka zeolit dapat dibagi dalam dua kelompok yaitu **pusat asam Bronsted dan pusat asam Lewis**.

a. Asam Bronsted, yaitu spesies yang dapat memberikan proton H^+ . Bila AlO_4^- mengikat proton maka akan timbul suatu asam Bronsted. Proton ini menempel pada atom-atom oksigen *framework* yang berikatan dengan atom-atom silikon dan aluminium (Bhatia, 2000). Asam Bronsted dapat timbul melalui beberapa cara diantaranya adalah:

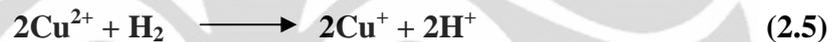
- Ionisasi air oleh kation-kation polivalen



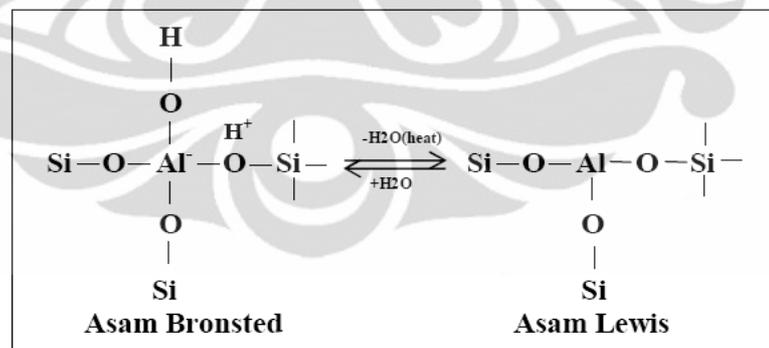
- Perlakuan dengan larutan asam



- Dekomposisi thermal dari zeolit hasil pertukaran ion dengan garam ammonium.
- Reduksi logam dengan hidrogen oleh kation-kation logam transisi dalam zeolit dengan tujuan untuk membentuk H-zeolit.



b. Asam Lewis, yaitu spesies yang dapat menerima sepasang elektron bebas yang dikombinasikan dengan zat kedua yang mempunyai sepasang elektron bebas. Keasaman Bronsted dapat diubah menjadi keasaman Lewis dengan memanaskan pada suhu tinggi (Bhatia, 2000).



Gambar 2.4 Perubahan Keasaman Zeolit (Bhatia, 2000)

Pada Gambar 2.4 terlihat bahwa Al mempunyai sisi yang dapat menerima sepasang elektron bebas sehingga dapat bertindak sebagai asam Lewis. Asam Lewis ini dapat berubah menjadi asam Bronsted dengan hadirnya H_2O pada zeolit dengan disertai pemanasan. Zeolit yang telah melalui tahap pengasaman akan memiliki luas permukaan yang lebih tinggi sehingga perannya sebagai katalis ataupun penyangga dapat lebih baik (Bhatia, 2000).

2. Sifat pori mikronya dapat ditentukan

Zeolit yang berbentuk kristal memiliki banyak ruang kosong yang dapat memegang peranan penting dalam proses katalisis.

3. Ukuran kristal dan morfologinya yang dapat diubah-ubah

Secara umum aktivitas zeolit menurun dengan semakin meningkatnya ukuran kristal. Ukuran kristal yang besar menyebabkan distribusi Al pada kristal yang tidak merata terutama pada permukaannya sehingga keasaman dari katalis menurun.

4. Kestabilan termal

Kestabilan termal adalah kemampuan zeolit untuk berfungsi pada temperatur tinggi.

5. Kemampuan penggabungan dengan logam dan logam kompleks

Pertukaran ion logam atau logam kompleks yang diikuti prosedur reduksi yang sesuai dapat menghasilkan zeolit yang mengandung logam sebagai katalis bagi reaksi tertentu. Partikel logam kompleks yang berukuran kecil dan sesuai dengan ukuran pori atau saluran zeolit dapat dipertukarkan ke dalam zeolit dan memberikan sifat selektivitas tertentu pada zeolit (Bhatia, 2000)..

2.4 ZSM-5

ZSM-5 (Zeolit Socony Mobil-5) merupakan zeolit yang pertama kali ditemukan oleh Robert J. Argauer dan Bob Landolt dari *Applied Research and Development Division, Central Research Division Mobile* pada tahun 1963 (Ramo, 1984). Selanjutnya pada tahun 1972, hasil penelitian tersebut dipatenkan dalam *US Patent*.

ZSM-5 merupakan salah satu dari beberapa jenis zeolit. Zeolit sintetis jenis ZSM-5 dikembangkan oleh peneliti-peneliti *Mobile Oil Corp* sekitar tahun 1960. Material ini biasanya terbuat dari sistem campuran yang terdiri atas kation logam alkali dalam kation organik atau kompleks. ZSM-5 bermanfaat sebagai katalis untuk berbagai jenis reaksi, sebagai contoh ZSM-5 banyak digunakan sebagai katalis untuk mengkonversi methanol menjadi hidrokarbon (Bhatia, 2000)..

Zeolit ZSM-5 dikenal sebagai jenis zeolit sintetis yang mempunyai

permukaan inti asam dan struktur jaringan pori yang luas serta homogen. Struktur kerangka jenis bahan alumino silikat tersebut terbentuk dari bahan dasar pembangun berupa tetrahedron atom silikon atau aluminium. Kemampuan ZSM-5 untuk mempercepat berbagai jenis reaksi sangat berkait dengan sifat keasamannya dan parameter penting ZSM-5 yang bisa dikontrol dengan rasio Si/Al. Namun beragamnya variasi Si/Al ini sama sekali tidak akan mempengaruhi struktur kerangka ZSM-5 tetapi diharapkan menyebabkan pertukaran dalam asam dan distribusi kekuatan asam (Bhatia, 2000).

Secara umum, ZSM-5 memiliki 2 jenis sisi asam, yaitu sisi asam Bronsted dan sisi asam Lewis. Pembentukannya sendiri dapat dijelaskan sebagai berikut. Saat disintesis secara normal, zeolit biasanya akan memiliki ion Na^+ yang akan menyeimbangkan muatan dalam rangkanya. Ion ini dapat ditukarkan melalui reaksi langsung dengan menggunakan asam sehingga diperoleh gugus hidroksil pada permukaannya, yang dikenal dengan nama sisi asam Bronsted. Selanjutnya, pemanasan yang ekstrim dari sisi asam Bronsted akan menghilangkan air dan menghasilkan ion Al yang memiliki orbital kosong. Inilah yang disebut dengan sisi asam Lewis (Bhatia, 2000)..

Disamping itu, kemampuan selektivitas ZSM-5 terhadap terbentuknya senyawa hidrokarbon aromatik sangat tinggi berdasarkan ukuran dan struktur pori. Berbagai penelitian menyimpulkan bahwa ZSM-5 mempunyai kemampuan selektivitas yang tinggi berdasarkan bentuk dan ukuran pori (*shape selective catalyst*) ke arah terbentuknya berbagai jenis molekul yang berdiameter kinetik maksimal sekitar 0,6 nm yang sesuai dengan hidrokarbon aromatik (benzena, toluena, xilena) (Bhatia, 2000)..

2.4.1 Penggunaan ZSM-5

Sama halnya dengan zeolit alam, ZSM-5 dapat berfungsi sebagai katalis dan penukar ion (*ion exchanger*). Sebagai penukar ion ZSM-5 dapat membentuk *templating agent* (pembangun rangka) dalam rangka jaringan polimer yang bersifat mobile dan sudah dipertukarkan ion lain. Fungsi sebagai penukar ion dalam ZSM-5 adalah pertukaran ion Na^+ dan H^+ karena pengaruh asam pada saat pengaktifan (Chumaidi, 1999). Fungsi lain sebagai katalis adalah mempengaruhi

kecepatan reaksi tanpa mempengaruhi kesetimbangan karena mampu menaikkan perbedaan *path* molekuler dari reaksi.

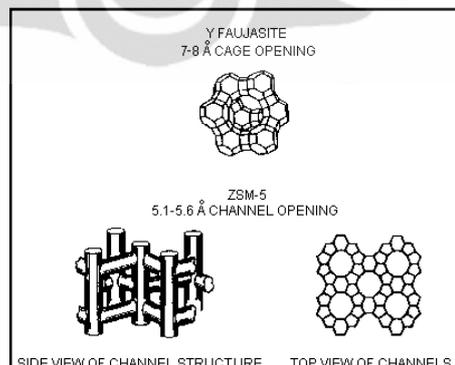
Namun, umumnya katalis jenis zeolit mudah mengalami deaktivasi, tidak terkecuali untuk ZSM-5. Menurut Richardson kemampuan katalis dalam menahan aktivitas dan selektivitas dalam rentang waktu tertentu tergantung dari jenis reaksi, jenis zeolit dan kondisi reaksi. Oleh karenanya Loffer menyarankan agar *durability test* atau *time on stream reaction test* tetap diperhatikan dalam memilih dan menentukan jenis katalis sesuai dengan reaksi dan kondisi operasinya (Setiadi, 2005).

2.4.2 Struktur ZSM-5

Struktur ZSM-5 memiliki kerangka tiga dimensi dari tetrahedral yang sangat berhubungan dengan atom O dan di dalam struktur Si^+ dapat diganti dengan Al^{3+} (Chumaidi, 1999).

Sifat unik ZSM-5 adalah bersifat asam dan sistem tiga dimensi dari saluran yang berpotongan yaitu saluran lurus yang berbentuk ellips (0,51 x 0,55 nm) dan saluran zig-zag bundar (0,54 x 0,5 nm).

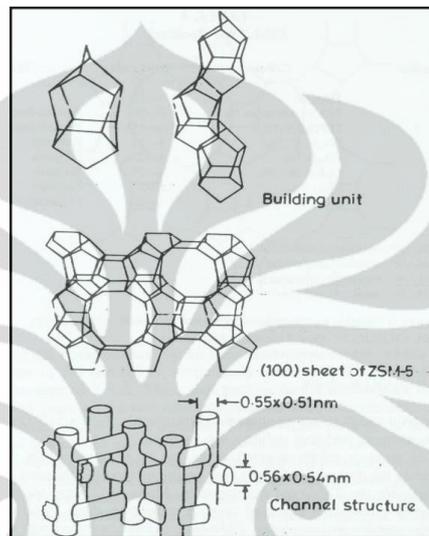
ZSM-5 termasuk kelompok baru dalam katalis dengan struktur yang berbeda dengan pori besar faujasite dan pori kecil zeolit seperti type A dan erionite. ZSM-5 memiliki sifat katalitik yang tidak biasa dan memiliki stabilitas termal yang tinggi. Perbandingan antara ZSM-5 dengan zeolit type faujasite dapat dilihat pada Gambar 2.5 dibawah ini.



Gambar 2.5 Perbandingan Antara Zeolit Type Faujasite dengan ZSM-5

Kerangka ZSM-5 terdiri atas konfigurasi baru yang berhubungan dengan tetrahedral. Unit ZSM-5 tersebut melewati pinggiran rantai seperti yang

ditunjukkan pada Gambar 2.6 dibawah ini. Rantai-rantai dapat dihubungkan ke bentuk lembaran-lembaran dan lembaran-lembaran tersebut memegang peranan penting dalam struktur kerangka tiga dimensi. Struktur ZSM-5 menunjukkan bahwa atom Si dapat tersubstitusi untuk aluminium tanpa dipengaruhi struktur dasar hingga kisi-kisi yang terdiri dari SiO_2 murni (Bhatia, 2000).



Gambar 2.6 Struktur ZSM-5 (Bhatia, 2000)

Sifat keasaman ZSM-5 dipengaruhi juga oleh rasio Si/Al, biasanya rasio Si/Al bervariasi dari 10-100. Variasi rasio Si/Al dalam zeolit tidak berpengaruh pada struktur, tetapi diharapkan menyebabkan perubahan dalam keasaman, distribusi asam dan akibatnya perubahan dalam sifat katalitik (Bhatia, 2000).

2.5 Coking

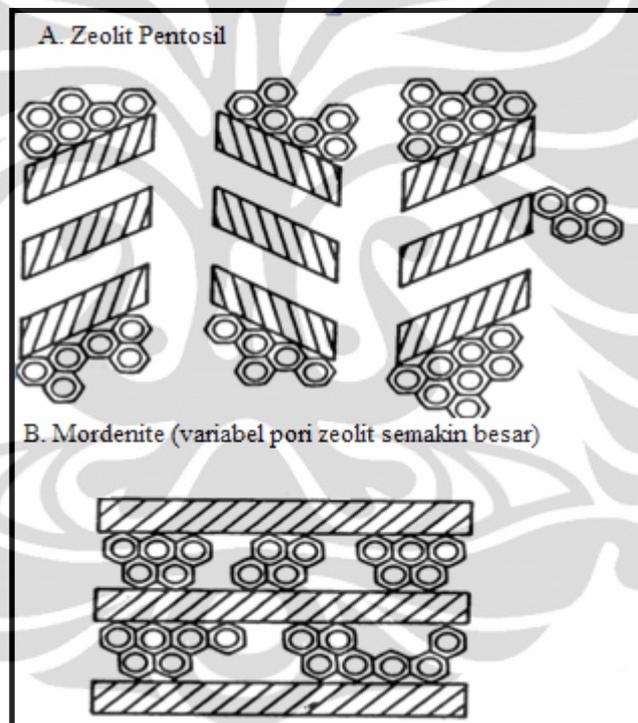
Istilah coke diberikan kepada residu terkarbonasi yang ada pada permukaan katalis. Deposit coke ditemukan dalam jumlah sampai 20% berat ekstrim, permukaan katalis tertutupi oleh lapisan deposit coke sehingga menurunkan luas permukaan yang dapat diakses, komponen aktif akan terbungkus dalam karbon, dan pori katalis akan tertutup (*blocked*). Ketika efek ini sangat signifikan, maka katalis harus segera diganti atau diregenerasi (Richardson, 1982).

Acid Coking

Acid coke terbentuk pada katalis perengkahan silica-alumina, zeolit, dan pada support yang bersifat asam. Kecenderungan pembentukan coke ini berhubungan langsung dengan keasaman. Ada dua jenis utama stuktur karbon

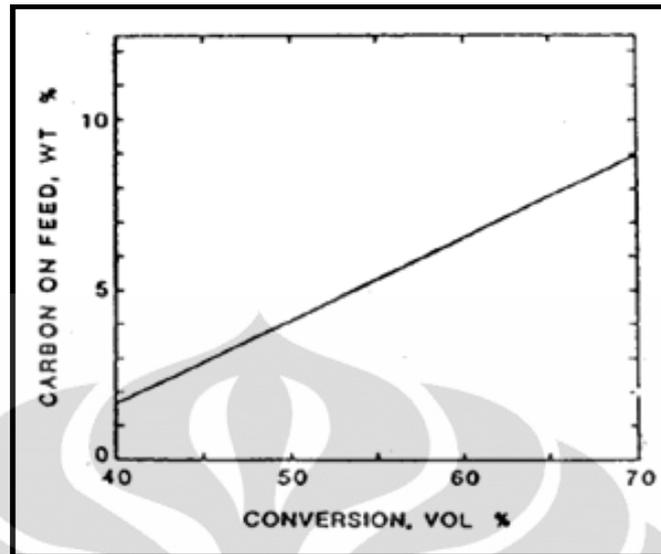
sebagai fasa yang terdispersi sangat tinggi pada pori. Sebagian besar coke ada dalam bentuk *pseudografitic* atau *turbostatic* dan *random-layer lattice*, mirip dengan grafit dengan komposisi $CH_{0,4}$ sampai $CH_{0,5}$ (Richardson, 1982).

Olefin terbentuk melalui reaksi dehidrogenasi dan bertindak sebagai akseptor hydrogen untuk membentuk ion karbonium. Molekul yang belum jenuh diadopsi sangat kuat dan menaikkan pengurangan hydrogen, yang pada akhirnya membentuk coke melalui pembentukan cincin (siklisasi). Kenaikan kekuatan asam dan densitas membantu pembentukan coke, yang merupakan fakta dalam katalis. Namun katalis dapat dimodifikasi untuk menunda pembentukan coke (Richardson, 1982).



Gambar 2.7 Formasi Coke (Bhatia, 2000)

Pembentukan coke berpengaruh pada kandungan karbon yang berhubungan dengan tingkat konversi atau kekuatan operasi, seperti ditunjukkan pada gambar 2.8 berikut:



Gambar 2.8 Hubungan karbon dengan tingkat konversi (Richardson, 1989)

Penambahan sejumlah kecil zeolit (5-10%) kedalam katalis dapat memperlambat deaktivasi. Hal ini merupakan konsekuensi dari *shape selectivity*, dimana pembentukan coke dibatasi oleh ukuran rongga zeolit (Richardson, 1982).

Dengan mengetahui pengaruh dari susunan dalam reaksi asam, memungkinkan untuk mengontrol geometri dan mencegah pembentukan spesies dengan molekul besar tanpa menyebabkan pemutusan menjadi molekul yang lebih kecil. Apabila katalis asam tidak diinginkan sementara coke terbentuk pada support, maka memungkinkan mengontrolnya dengan cara mengganti support asam dengan support yang bersifat non-asam seperti magnesia menggantikan silica atau alumina. Jika ini tidak dilakukan, mungkin saja asam tersebut meracuni dirinya sendiri. Hal ini biasanya diselesaikan dengan sejumlah kecil kalium. Unsur-unsur alkali dan alkali tanah lainnya dapat berfungsi sama, akan tetapi kaliumlah yang paling umum digunakan (Richardson, 1982).

2.5.1 Pembentukan Coke

Coke hasil katalitik dari transformasi reaktan, hasil reaksi, kotoran dari umpan melalui berbagai langkah yang berurutan, sebagian besar merupakan reaksi bimolecular seperti kondensasi, transfer hydrogen (Guisnet, 1997).

Oleh karena itu, laju coking tergantung pada parameter yang biasanya mempengaruhi laju reaksi katalitik, yaitu:

- a. Karakteristik dari reaktan hidrokarbon-pasangan situs aktif;

- b. Karakteristik dari struktur pori zeolit: khususnya ukuran dan bentuk rongga (atau saluran persimpangan) yang terletak di situs asam dan dapat dianggap sebagai mikroreaktor; dan
- c. Kondisi operasi: suhu, tekanan, konsentrasi dari berbagai varians.

Namun, coke memiliki kekhasan sebagai produk non-desorbed. Oleh karena itu, dalam pembentukannya, selain memerlukan langkah-langkah reaksi, molekul coke dapat tertahan didalam pori-pori zeolit atau pada permukaan luar kristalit. Retensi ini terjadi karena molekul-molekul coke tidak cukup mudah menguap untuk dihilangkan dari zeolit di bawah kondisi operasi atau karena ukurannya lebih besar dari lubang pori (terjebak dalam rongga atau di persimpangan saluran) (Guisnet, 1997).

Sifat Reaktan dan Laju Coking

Pada katalis asam, reaktan mengalami transformasi cepat ke dalam pembuat molekul coke. Sebuah korelasi memuaskan ditemukan *Appleby et al*, yang menyatakan bahwa antara jumlah deposit kokas dalam silika alumina dan kebasaan dari reaktan aromatik: semakin besar kebasaan semakin cepat pembentukan kokas (Guisnet, 1997).

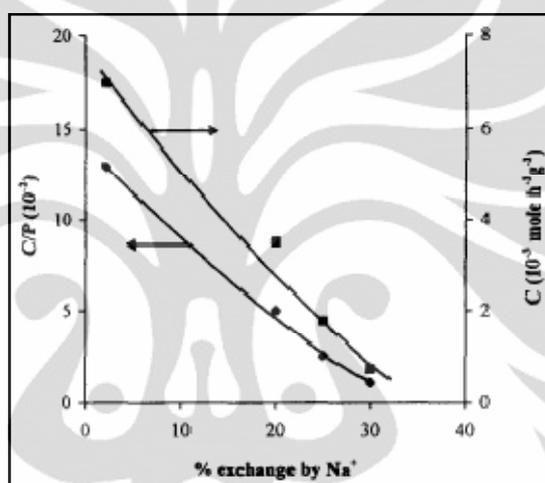
Struktur Pori dan Laju Coking

Selektivitas tinggi untuk coke dengan zeolit pori kecil, disebabkan oleh penyumbatan cepat molekul kokas atau para pendahulu mereka yang terperangkap dalam rongga dari pori kecil zeolit. Tingkatan yang sangat lambat dari coking ditemukan dalam H-ZSM5 disebabkan densitas yang rendah dari situs asam dan bukan ukuran rata-rata dari pori. Pengaruh struktur pori pada selektivitas coking tampaknya lebih terbatas dari pada pengaruh keasaman dan khususnya densitas situs asam (Guisnet, 1997).

Keasaman dan Laju Coking

Seperti ditunjukkan dalam literatur, tingkat coking dan selektivitas untuk kokas (misalnya rasio coking / laju reaksi yang diinginkan : C/P) banyak tergantung pada kekuatan dan densitas dari situs asam. Jadi, tingkat pembentukan

kokas selama cracking n-heptana pada 450°C dalam USHY yang dipertukarkan dengan kation natrium dan rasio coking/laju cracking (C / P) menurun dengan meningkatnya konten natrium (Gambar 2.8), yang disebabkan penurunan dari kekuatan dan densitas situs asam. Dampak positif dari densitas situs asam di rasio C / P jelas ditunjukkan dalam kasus dealuminasi zeolit HY yang memiliki kekuatan asam yang serupa. Selain itu, rasio ini lebih besar ketika dealuminasi sampel Y hadir dispesies kerangka tambahan, yang berhubungan dengan peningkatan kekuatan dari situs protonic zeolit, hal ini disebabkan oleh interaksi mereka dengan kerangka ekstra aluminium spesies Lewis (Guisnet, 1997).



Gambar 2.9 Laju coking dan rasio C/P selama cracking n-heptan sebagai fungsi % exchange dari kation Na⁺ (Guisnet, 1997).

Kondisi Operasi dan Laju Coking

Laju coking tergantung pada kondisi operasi dan khususnya pada suhu reaksi (T). Perilaku kompleks ini dapat dihubungkan dengan fakta bahwa coking membutuhkan langkah-langkah reaksi, retensi prekursor coke dan molekul coke di dalam pori, kedua sifat ini merupakan tahapan kimia dan penyebab coke terjebak di dalam pori-pori tergantung pada suhu reaksi. Laju coking umumnya meningkat dengan tekanan reaktan. Penggunaan hidrogen dalam reaktan ditemukan untuk mengurangi pembentukan kokas dan meningkatkan stabilitas zeolit untuk reaksi khas katalis asam. Umumnya dampak akan lebih jelas bila hidrogen digunakan pada tekanan tinggi atau diaktifkan oleh senyawa redoks. Jelas, pembentukan coke lebih signifikan berkurang ketika ada perubahan dari asam untuk mekanisme bifunctional (Guisnet, 1997).

Table 2.1 Ketentuan umum untuk meminimalisir efek deaktivasi coke

Pilihan (atau adaptasi) dari struktur pori-pori	Zeolit dengan tiga dimensi tanpa rongga perangkap
Penyesuaian dari kadar keasaman	Distribusi homogen dalam kekuatan situs asam
Pilihan dengan kondisi operasi	Kondisi menghindari pembentukan sisi produk pembuat coke (alkena, polyaromatics) Penggunaan dari hidrogen (tekanan tinggi atau diaktifkan oleh komponen redoks) untuk mengurangi coke

2.5.2 Meminimalisir Efek Deaktivasi Coke

Deaktivasi bisa disebabkan oleh: (a) pembatasan akses reaktan ke situs aktif di rongga atau di persimpangan pori yang terdapat molekul coke, atau (b) penyumbatan akses; (c) dan (d) pembatasan atau penyumbatan akses reaktan ke situs aktif di rongga, di persimpangan pori atau bagian dari saluran di mana molekul kokain tidak berada (Guisnet, 1997).



Gambar 2.10 Model deaktivasi zeolit dengan saluran saling berhubungan dan tanpa rongga (co HZSM-5). (a dan b) cakupan situs; (d) penyumbatan pori (Guisnet, 1997).

Dalam model (a) dan (b) pembatasan atau penyumbatan karena alasan sterik, yaitu difusi reaktan dalam rongga atau di persimpangan pori menjadi terbatas atau diblokir, atau alasan kimia - molekul kokas teradsorpsi secara reversibel atau kuasi-ireversibel di situs asam (cakupan situs). Dalam model ini deaktivasi zeolit umumnya menjadi terbatas karena situs yang terletak di rongga atau di persimpangan saluran (seringkali hanya satu situs) yang dinonaktifkan sebagian atau seluruhnya (Guisnet, 1997).

Model (c) dan (d) umumnya disebut penyumbatan pori. Dalam model ini efek deaktivasi molekul coke sangat dibicarakan, karena sebagian besar situs aktif umumnya terletak di dalam pori-pori. Akses dari reaktan ke pori-pori tersebut menjadi terbatas atau diblokir (Guisnet, 1997).

Selain struktur pori-pori, meskipun secara tidak langsung kondisi operasi juga dapat mempengaruhi efek deaktivasi molekul coke. Dengan kondisi yang mendukung pembentukan coke dengan cepat, molekul coke akan terbentuk dan disimpan dalam pori-pori bagian luar kristalit zeolit jika zeolit bukan monodimensional dan tidak memiliki rongga perangkap. Molekul-molekul coke ini memblokir proses difusi dari molekul reaktan ke inti situs asam dari kristalit, dengan efek deaktivasi yang besar dari molekul coke. Mulut pori (atau shell) mengalami penyumbatan (Guisnet, 1997).

2.6 Regenerasi

Regenerasi atau peremajaan adalah istilah umum yang digunakan untuk mengembalikan kondisi ke keadaan semula, jika regenerasi tidak dilakukan katalis mengalami perubahan bentuk dan harus dihentikan. Dalam pemakaian katalis terdapat dua pilihan yang dilakukan, membuang dan memaksimalkan kerja katalis sebagai bahan bernilai ekonomi tinggi (S.T.Sie, 2001).

Regenerasi katalis dapat dilakukan baik secara *ex-situ* atau *in-situ*. Dalam berbagai kasus, regenerasi dapat dilakukan dengan fasilitas terpisah lokasi yang berbeda dari proses utama dan bahkan regenerasi dapat dilakukan oleh perusahaan lain (*ex-situ*). Regenerasi *in-situ* adalah fasilitas regenerasi yang merupakan bagian integral dari proses instalasi. Proses regenerasi bahkan dapat dilakukan dalam reaktor yang sama seperti yang digunakan dalam proses utama. Kemungkinan lain adalah untuk menginstalasi lebih dari satu reaktor, dengan masing-masing reaktor dioperasikan secara bergantian dalam modus proses atau dalam metode regenerasi (*operasi swing*) (S.T.Sie, 2001).

Laju deaktivasi katalis berkaitan erat dengan teknologi reaktor yang akan digunakan dalam regenerasi. Jika tingkat penonaktifan dalam *fix bed reactor* cukup rendah, tidak akan ada fasilitas tempat khusus untuk regenerasi dilakukan, dan ketika proses telah dilakukan, katalis dapat dibuang atau digunakan di tempat lain untuk digunakan kembali. Ini dilakukan untuk katalis yang memiliki kinerja katalis selama 1 tahun atau lebih (S.T.Sie, 2001).

Ketika aktifitas katalis menjadi lebih pendek, misalnya sekitar setengah tahun, fasilitas khusus untuk regenerasi ditempat menjadi penting, terutama jika menyangkut mahalanya katalis. Pada metode operasi semi-regeneratif, katalis tetap

berada dalam reaktor selama regenerasi berlangsung. Fasilitas yang dibutuhkan untuk melakukan regenerasi adalah kompresor untuk sirkulasi gas inert dan dosis udara menjadi bagian unit permanen (S.T.Sie, 2001).

Tujuan dari regenerasi katalis ialah mengembalikan katalis ke keadaan semula untuk kembali memperoleh kinerja yang tinggi dengan menghilangkan deaktivatornya. Katalis hasil regenerasi harus memiliki sifat-sifat berikut ini:

1. Luas permukaan harus besar
2. Logam harus berada dalam fasa tereduksi
3. Logam harus terdispersi pada permukaan penyangga
4. Halogen atau fungsi asam katalis harus berada pada tingkat yang sesuai

Deaktivasi katalis disebabkan oleh kokas yang terbentuk sebagai hasil samping reaksi yang menutupi fasa aktif katalis. Selain itu, aglomerasi logam pengotor, keberadaan racun katalis, dan kerusakan penyangga karena temperatur yang terlalu tinggi juga merupakan faktor penyebab deaktivasi katalis. Regenerasi katalis hanya mampu mengembalikan aktivitas katalis yang menurun karena pembentukan kokas. Karena itu, keberadaan racun katalis di aliran umpan sangat dihindari di dalam proses pengolahan minyak bumi (S.T.Sie, 2001)..

Berbagai hasil penelitian (Sung-Jeng Jong; Ajit R.Pradhan; Jin-Fu Wu; Tseng-Chang Tsai; dan Shang-Bin Liu, 1997). Regenerasi zeolit HZSM-5 yang diakibatkan oleh adanya *coke* (kokas), dalam regenerasi katalis dilakukan selektifitas penghapusan dan transformasi senyawa karbon selama pengaktifan kembali dengan menggunakan udara 0,5% O₂N₂ dan N₂ pada suhu 500°C. Dalam penelitiannya ditemukan bahwa pengotor katalis yang diregenerasi dengan udara berada pada dua tempat, yang pertama berada didalam kristal kokas hadir didekat situs asam Bronsted, sedangkan yang kedua berada diluar permukaan kristal. Tampilan ini akan lebih jelas ketika H₂ digunakan sebagai gas regenerasi. Selama penghapusan oksidatif kokas dengan udara atau 0,5% O₂ di N₂, sebagian dari senyawa karbon berubah kestuktur yang lebih kental sebelum mendapatkan sepenuhnya teroksidasi. Adanya H₂ didalam kokas internal berfungsi untuk mengembalikan pemutusan hidrokarbon selektivitas, sedangkan untuk kokas eksternal terjadi pemutusan senyawa alkil polyaromatik, sedikit polyaromatik, dan banyak mengamati selektivitas peningkatan paradiethylbenzen.

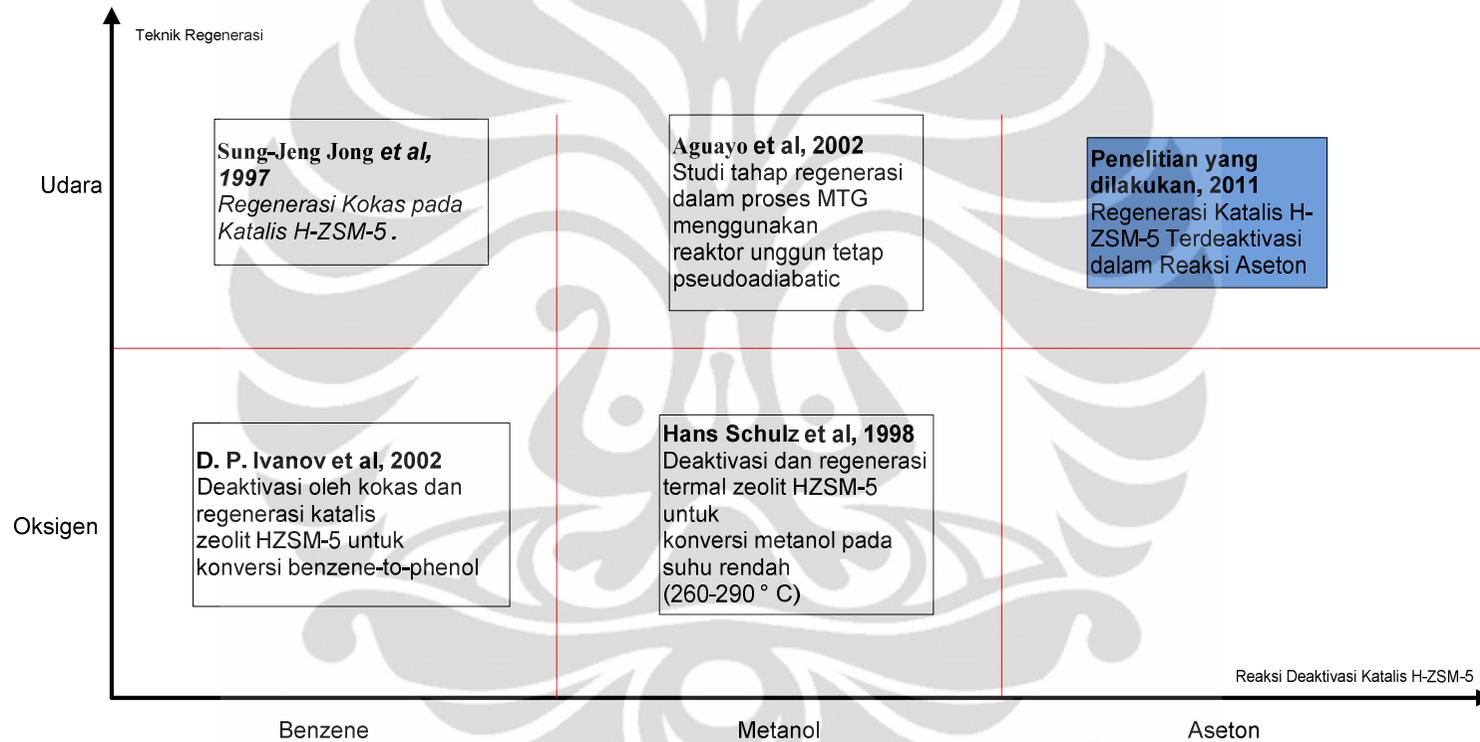
2.6.1 Oksidasi Kokas Dalam Regenerasi

Guinset et al pada tahun 1989 mengamati bahwa tingkat oksidasi yang terbentuk selama karbon senyawa n-heptana transformasi hampir independen dari konten coke. Laju oksidasi, bagaimanapun oksidasi, sangat tergantung pada struktur zeolit. Oleh karena itu penulis menyimpulkan bahwa, kemiripan pembentukan kokas dan penuaan oksidasi adalah proses selektifitasnya. Menggunakan pyrene yang diimpregnasi pada zeolite Y sebagai model reaksi untuk mencirikan mekanisme oksidasi coke, Tiga jenis reaksi dapat berlangsung selama oksidasi coke:

1. Kondensasi molekul poliaromatik,
2. Oksidasi polyaromatics ke aldehida, keton, asam, dan anhidrida, dan
3. Dekarboksilasi atau decarbonylation dari oksigen senyawa (Moljord, 1994).

Dalam sebuah studi terpisah, mengungkapkan bahwa selama transformasi propena dengan beberapa H-Y zeolit, penghapusan oksidatif coke jauh lebih bergantung pada komposisi zeolit ketimbang komposisi coke. Residu kokas lebih mudah teroksidasi di zeolit yang memiliki konten yang lebih tinggi dari kerangka aluminium atom. Efek dari gas pembawa (yaitu hidrogen dan alkana) pada pembentukan kokas dalam katalis H-ZSM-5 selama reaksi konversi metanol menjadi hidrokarbon. Gas-gas pembawa tersebut menunjukkan bahwa tingkat penonaktifan lebih rendah dari nitrogen (Bauer, 1996). Para penulis menyimpulkan bahwa adsorpsi disosiatif hidrogen dan alkana pada situs aktif hanya sedikit berpengaruh atas perengkahan hidrogen dari karbon deposit.

2.7 State Of The Art



Gambar 2.11 State Of The Art Regenerasi Katalis H-ZSM-5

Regenerasi katalis H-ZSM-5 menggunakan oksigen dan udara memiliki potensi yang baik sebagai *combustion gases* dalam menghilangkan kandungan kokas yang terbentuk pada katalis H-ZSM-5 dalam reaksi konversi hidrokarbon.

Penggunaan *combustion gases* dalam regenerasi katalis H-ZSM-5 pertama dilakukan oleh Sung-Jeng Jong et al pada tahun 1997. Sung-Jeng Jong et al menggunakan udara dalam regenerasi katalis H-ZSM-5 dalam reaksi konversi etil benzene menjadi hidrokarbon. Proses regenerasi ini berlangsung pada temperatur 500°C. Setelah 6 jam reaksi, kokas yang berhasil dihilangkan mencapai 99-99,5 % berat dari total kokas yang terbentuk (Sung-Jeng Jong, 1997).

Penelitian regenerasi katalis H-ZSM-5 dengan menggunakan *combustion gases* kembali dilakukan oleh Hans Schulz et al pada tahun 1998. Hans Schulz et al menggunakan oksigen dalam regenerasi katalis H-ZSM-5 dalam reaksi konversi metanol menjadi hidrokarbon. Proses regenerasi ini berlangsung pada temperatur rendah yaitu 260-290°C. Setelah 6 jam reaksi, kokas yang berhasil dihilangkan mencapai 75 % berat dari total kokas yang terbentuk (Hans Schulz, 1998).

Aguayo et al, melakukan regenerasi katalis H-ZSM-5 dengan menggunakan *combustion gases* pada tahun 2002. Aguayo et al menggunakan udara dalam regenerasi katalis H-ZSM-5 dalam reaksi konversi metanol menjadi *gasoline*. Proses regenerasi ini berlangsung pada temperatur 570°C. Setelah 2 jam reaksi, kokas yang berhasil dihilangkan mencapai 98-99% berat dari total kokas yang terbentuk (Aguayo, 2002).

Pada tahun 2002, D.P. Ivanov et al melakukan regenerasi katalis H-ZSM-5 dengan menggunakan *combustion gases*. D.P. Ivanov et al menggunakan oksigen dalam regenerasi katalis H-ZSM-5 dalam reaksi konversi etil benzene menjadi hidrokarbon. Proses regenerasi ini berlangsung pada temperatur 350°C. Setelah 5 jam reaksi, kokas yang berhasil dihilangkan mencapai 60-65% berat dari total kokas yang terbentuk (D.P. Ivanov, 2002).

Untuk lebih mengembangkan penelitian proses regenerasi katalis H-ZSM-5 dengan menggunakan *combustion gases* agar dapat menghilangkan kandungan kokas yang tinggi dan agar katalis yang mengalami deaktivasi dapat digunakan kembali, maka diusulkan untuk melakukan penelitian proses regenerasi katalis

menggunakan udara sebagai *combustion gases* dalam reaksi konversi aseton menjadi hidrokarbon.

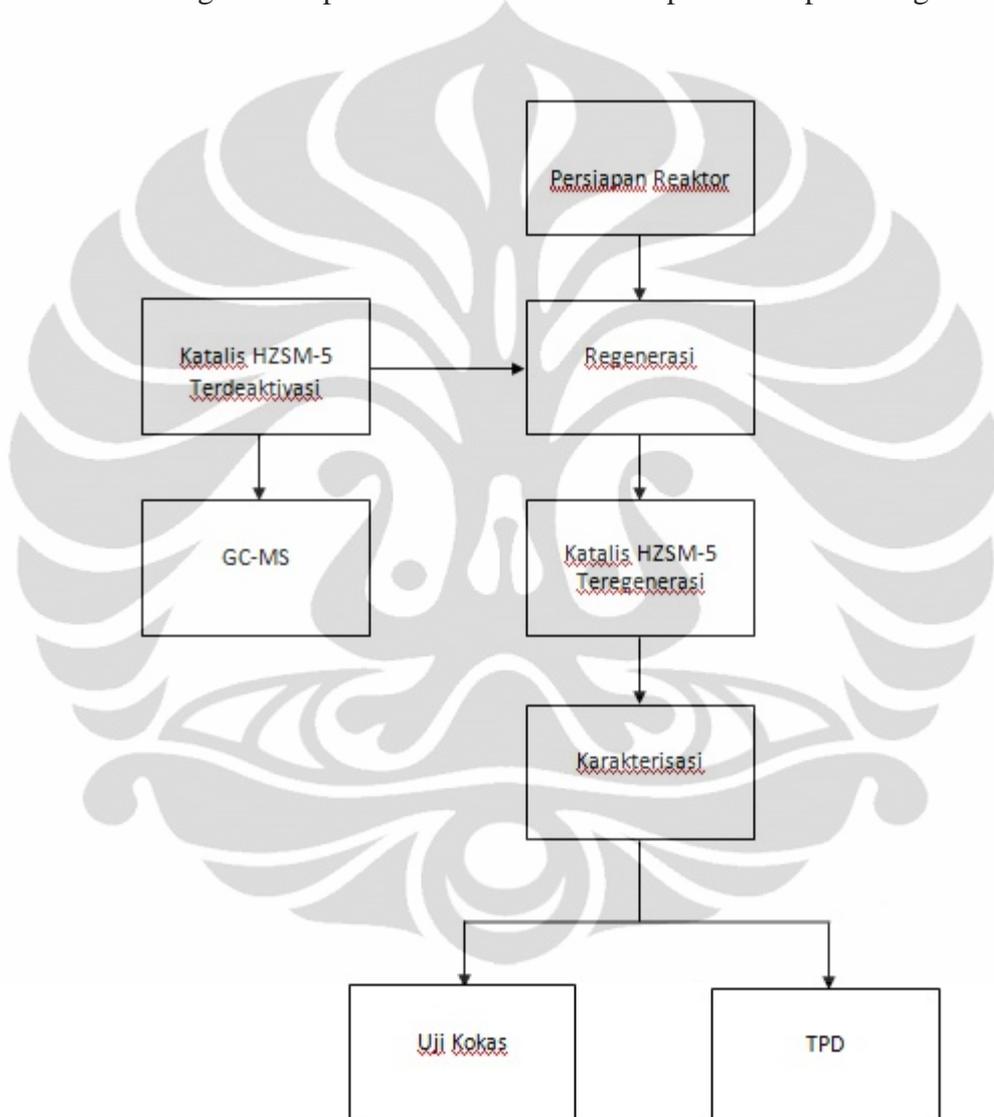
Tabel 2.2 Rangkuman *State of the Art* Regenerasi Katalis H-ZSM-5

No	Penulis / Tahun	Dalam Reaksi/ Reaktan / Katalis	Reaktor	Kokas Hilang
1	Sung-Jeng Jong et al. (1997)	Etil benzena/ 0.5% O ₂ in N ₂ / H-ZSM-5	Reaktor Unggun Tetap	99-99,5
2	Hans Schulz et al. (1998)	Metanol/ oksigen / H-ZSM-5	Reaktor Unggun Tetap	75
3	Andrés et al. (2002)	Metanol / udara / H-ZSM-5	Reaktor Unggun Tetap	98-99
4	D.P. Ivanov et al (2002)	Benzena / Hidrogen/H-ZSM-5	Reaktor Unggun Tetap	60-65
5	Penelitian ini	Aseton / Udara (21% O ₂ 79% N ₂ / H-ZSM-5	Reaktor Unggun Tetap	

BAB 3 METODE PENELITIAN

3.1 Rancangan Penelitian

Diagram alir penelitian secara umum dapat dilihat pada diagram berikut :



Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

- Termometer
- Spatula
- Kertas Timbang
- Gelas ukur 100 ml
- Labu takar 100 ml
- Pipet volume
- Reaktor *Fixed Bed*
- *Beaker glass* 250 ml
- *Erlenmeyer* 500 ml
- *Buret* 50 ml
- *Bubble soap*
- *Bubbling gas*
- *Compressor*
- *Gas bag*

3.2.2 Bahan

- N_2 : sebagai carrier gas bagi aseton yang teruapkan agar dapat masuk ke reaktor
- HZSM-5
- Larutan HCL
- KOH
- Aquadest

3.3 Persiapan Sampel dan Reaktor

Tahap persiapan sampel terdiri dari penyiapan sampel katalis terdeaktivasi. Kemudian katalis dilakukan pretreatment pada $400^{\circ}C$ sedikitnya setengah jam untuk menghilangkan kemungkinan adanya kandungan komponen air akibat penyimpanan maupun penyusunan unggun katalis.

3.3.1 Uji Keasaman

Uji keasaman dilakukan dengan metode yang menggunakan prinsip adsorpsi-desorpsi ammonia yaitu TPD (*Temperature Programmed Desorption*).

Prosedur yang dilakukan dalam tahap uji keasaman, yaitu :

A. Persiapan larutan amonia dan larutan HCl.

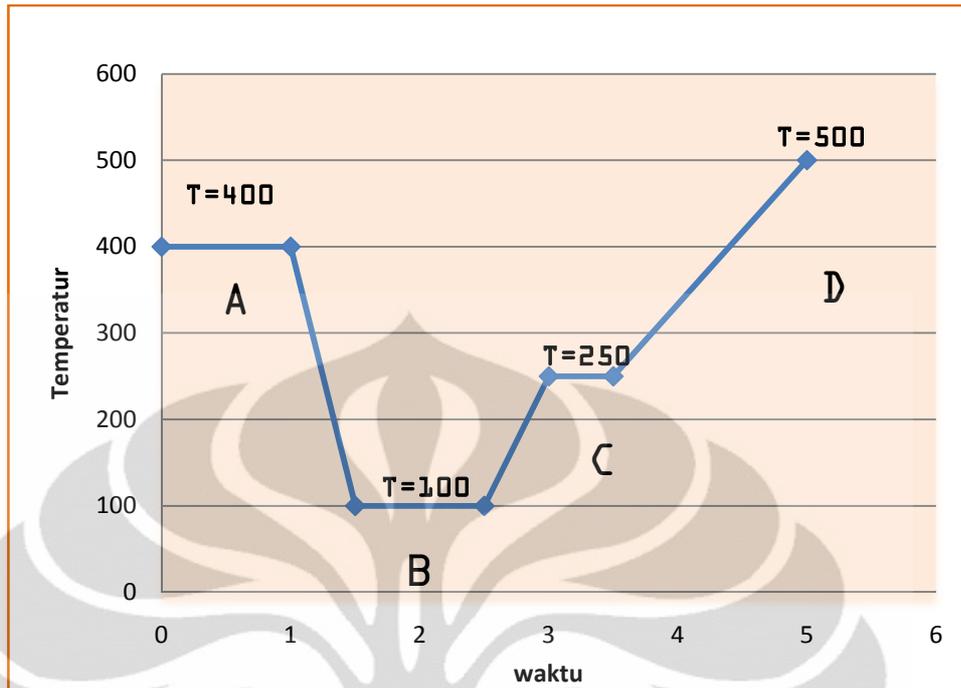
1. Disiapkan larutan HCl 0,005 M sebanyak 200 ml dalam erlemeyer dan ditambahkan 2 tetes indikator PP. Larutan HCl ini berfungsi sebagai penangkap gas amonia yang keluar dari reaktor.
2. Disiapkan larutan amonia 25 % yang akan diambil uapnya. Uap amonia ini diinjeksikan ke dalam reaktor.

B. Persiapan reaktor dan katalis H-ZSM-5.

1. *Quartz wool* disusun pada bagian bawah unggun katalis untuk menjaga katalis dari kemungkinan *entrainment* akibat umpan gas yang masuk selama operasi pengujian.
2. Disiapkan 1 gram katalis H-ZSM-5 dan quartz sand sekitar 5 gram. Katalis H-ZSM-5 yang digunakan berbentuk serbuk yang sangat lembut, oleh karena itu sebelum dimasukkan ke dalam reaktor katalis tersebut dicampur dengan *quartz sand* untuk menghindari terjadinya *pressure drop* yang berlebihan pada unggun katalis tersebut.
3. Reaktor dipasang dalam *furnace* elektrik dan pastikan semua sambungannya telah terpasang dengan baik.

C. Tahapan adsorpsi-desorpsi ammonia.

Secara sederhana tahapan adsorpsi-desorpsi dapat dilihat gambar 3.2, dimana terdapat empat tahap yaitu *purging* (A), *adsorpsi* (B), *desorpsi NH₃* secara fisik (C), dan tahap *desorpsi NH₃* secara kimia.



Gambar 3.2 Tahapan Uji Keasaman

1. Katup gas N_2 dibuka dan atur laju alir gas sebesar 60 cc/min.
2. *Furnace* reaktor dinyalakan, *setting* pada $T = 400^\circ C$ dan *furnace preheat* dinyalakan, *setting* pada $T=180^\circ C$, alirkan gas N_2 , laju alirnya diatur. Setelah tercapai $T = 400^\circ C$ dan stabil, didiamkan selama 1 jam. Hal ini dilakukan untuk menghilangkan kemungkinan adanya kandungan komponen air selama penyimpanan maupun penyusunan unggun katalis. Tahapan ini disebut juga *Purging*.
3. Setelah 1 jam, *setting* diturunkan temperatur pada $T = 100^\circ C$ dan ditunggu hingga stabil.
4. Pada saat mencapai $T = 100^\circ C$ dan stabil, NH_3 diinjeksikan sebanyak 2 ml ke dalam reaktor. Dibiarkan selama 1 jam untuk proses absorpsi.
5. Setelah 1 jam dinaikkan temperatur menjadi $250^\circ C$ dan ditunggu hingga stabil, tahap ini merupakan proses desorpsi amoniak secara fisik.
6. Setelah suhu stabil naikkan suhu menjadi $450^\circ C$. Gas yang keluar ditampung dengan *gas bag*.

D. Tahap Titrasi

- 1 Dilakukan proses *bubbling*, dimana gas amonia dalam gas bag direaksikan kedalam larutan HCl dalam erlemeyer.
- 2 Diamati apakah terjadi perubahan warna.
- 3 Jika tidak ada perubahan warna, dilakukan tahap titrasi dengan larutan KOH 0.005 M
- 4 Catat volume KOH setelah terjadi perubahan warna dari bening ke *pink*.

3.3.2 Regenerasi Katalis HZSM-5

Pada tahap ini katalis HZSM-5 direaksikan dengan udara agar terjadi reaksi oksidasi menggunakan reaktor uji seperti pada gambar 3.3. Reaksi berlangsung dalam reaktor *fixed bed* dimana laju alir umpan dan temperaturnya diatur pada kondisi tertentu.



Gambar 3.3 Reaktor Uji

3.3.2.1 Regenerasi Dengan Dua Suhu Berbeda

1. Persiapan Sampel
 - a. Disiapkan katalis HZSM-5.
 - b. Ambil katalis HZSM-5 yang akan direaksikan,

- Timbang katalis 0.15 gram, kemudian dimasukkan kedalam unggun kaca yang sebelumnya telah ditimbang berat kosongnya (w_0).
- Sampel + unggun kaca (w_1) ditimbang
- Maka, berat sampel dapat dihitung sebesar : $w = w_1 - w_0$
- Unggun kaca dimasukan ke dalam furnace.

2. Persiapan Alat

- a. Untuk start up, unggun yang telah berisi katalis dimasukan ke dalam reaktor kemudian furnace elektrik dinyalakan hingga suhu yang diinginkan.
- b. Pada saat temperature reaktor telah tercapai, kompresor udara dinyalakan dengan laju alir 700 mL/min.
- c. Dilakukan pengambilan data setiap 30 min dengan mengeluarkan unggun dari reaktor kemudian timbang berat unggun tersebut.
- d. Setelah berat unggun tidak bekurang, katalis dikeluarkan kemudian ditimbang beratnya.

3. Prosedur 1-2 diulangi untuk variasi suhu reaktor 400⁰C, dan 450⁰C

3.3.2.2 Pengaruh Temperatur

1. Persiapan Sampel

- c. Disiapkan katalis HZSM-5.
- d. Ambil katalis HZSM-5 yang akan direaksikan,
 - Timbang katalis 0.1 gram, kemudian dimasukkan kedalam unggun kaca yang sebelumnya telah ditimbang berat kosongnya (w_0).
 - Sampel + unggun kaca (w_1) ditimbang
 - Maka, berat sampel dapat dihitung sebesar : $w = w_1 - w_0$
 - Unggun kaca dimasukan ke dalam furnace.

2. Persiapan Alat

- e. Untuk start up, unggun yang telah berisi katalis dimasukan ke dalam reaktor kemudian furnace elektrik dinyalakan hingga suhu 400⁰C.
- f. Pada saat temperature reaktor telah tercapai, kompresor udara dinyalakan dengan laju alir 150 mL/min.

- g. Setelah 15 menit dilakukan pengambilan data dengan mengeluarkan unggun dari reaktor kemudian timbang berat unggun tersebut.
 - h. Kemudian suhu dinaikan hingga 500⁰C dengan inkremen 20⁰C.
 - i. Dilakukan poin (g) disetiap inkremennya.
3. Prosedur 1-2 diulangi untuk berbagai sampel

3.3.2.3 Pengaruh Laju Alir

1. Persiapan Sampel
 - a. Disiapkan katalis HZSM-5.
 - b. Ambil katalis HZSM-5 yang akan direaksikan,
 - Timbang katalis 0.1 gram, kemudian dimasukkan kedalam unggun kaca yang sebelumnya telah ditimbang berat kosongnya (w_0).
 - Sampel + unggun kaca (w_1) ditimbang
 - Maka, berat sampel dapat dihitung sebesar : $w = w_1 - w_0$
 - Unggun kaca dimasukan ke dalam furnace.
2. Persiapan Alat
 - a. Untuk start up, unggun yang telah berisi katalis dimasukan ke dalam reaktor kemudian furnace elektrik dinyalakan hingga suhu 450⁰C.
 - b. Pada saat temperature reaktor telah tercapai, kompresor udara di nyalakan dengan laju udara awal 75 mL/min.
 - c. Setelah 15 menit dilakukan pengambilan data dengan mengeluarkan unggun dari reaktor kemudian timbang berat unggun tersebut.
 - d. Kemudian laju udara dinaikan hingga 375 mL/min dengan inkremen 75 mL/min
 - e. Dilakukan poin (g) disetiap inkremennya.

3.3.3 Analisa GC-MS Untuk Medeteksi Kokas

Sampel katalis yang telah terdeaktivasi selama reaksi dilakukan ekstraksi dengan menggunakan larutan 1,2 *dichloroethane*. Ditimbang katalis terdeaktivasi 0,5 gram kemudian dicampurkan ke dalam ekstrak 1,2 *dichloroethane*. Diaduk selama 1 jam dengan menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu 50⁰C. Kemudian untuk menyempurnakan terjadinya ekstraksi material senyawa yang ada di dalam

kokas, dilakukan lebih lanjut dengan *treatment* ultrasonik selama 20 menit. Campuran tersebut kemudian didiamkan selama 24 jam. Setelah itu disaring untuk mendapatkan hasil ekstrak kokas yang terlarut di dalam *1,2 dichloroethane* dan cairan hasil penyaringan merupakan sampel yang akan diuji atau dianalisis dengan menggunakan GC-MS. Analisa GC-MS ini dilakukan atas jasa PT. Corelab Indonesia.

3.4. Data-Data Hasil Regenerasi dan Uji Keasaman

Didapatkan data-data hasil regenerasi katalis dan uji keasaman setelah reaksi dan sebelum reaksi.

1. Data Hasil Uji Keasaman

Uji keasaman ini bertujuan untuk mengetahui seberapa besar senyawa asam yang berada didalam katalis tersebut

2. Data Hasil Regenerasi

Regenerasi ini bertujuan untuk mengetahui apakah katalis dapat diregenerasi setelah terdeaktivasi.

3. Data Hasil Pengaruh Temperatur Dalam Regenerasi Katalis HZSM-5

Pengaruh Temperatur ini bertujuan untuk mengetahui suhu optimum dalam proses regenerasi katalis HZSM-5.

4. Data Hasil Pengaruh Laju Udara Dalam Regenerasi Katalis HZSM-5

Pengaruh laju udara ini bertujuan untuk mengetahui laju alir udara optimum dalam proses regenerasi katalis HZSM-5.

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada bab ini akan dibahas semua hasil penelitian yang telah diperoleh meliputi regenerasi pada katalis H-ZSM-5 hasil dari deaktivasi katalis pada penelitian yang telah dilakukan sebelumnya (Damar, 2010), yang dilanjutkan dengan karakterisasi katalis menggunakan metode adsorpsi-desorpsi ammonia (TPD-NH₃).

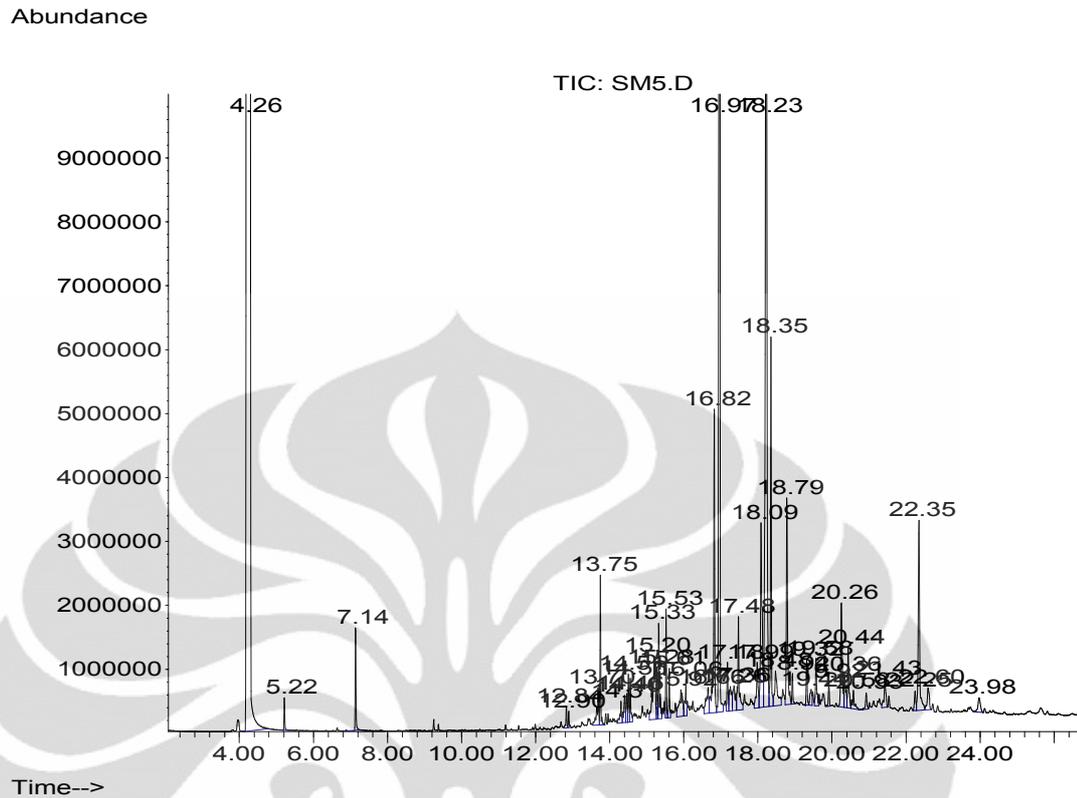
Berdasarkan hasil yang didapat penelitian sebelumnya bahwa terdeaktivasinya katalis sudah dapat dipastikan oleh terbentuknya kokas. Kokas terlihat dengan menggunakan identifikasi FTIR pada bilangan gelombang 1540-1600 cm⁻¹ dan menutupi permukaan inti aktif katalis. Dan kokas tersebut menutupi permukaan inti aktif katalis yang terbukti dengan menurunnya nilai keasamaan katalis yang diukur dengan metode adsorpsi-desorpsi ammonia (TPD-NH₃).

4.1 Hasil Analisa GC-MS Kokas

Untuk menganalisa dan mengetahui senyawa kokas hasil deaktivasi katalis secara detail maka digunakan metode analisa Gas Chromatography/Mass Spectroscopy (GC/MS). Metode yang dipakai adalah dengan menggunakan aplikasi dari spectroscopic atau detector elektroanalisis untuk memonitor keluaran dari kolom secara kontinyu. Biasanya, prosedur ini memerlukan instrumen terkomputerisasi dan memory komputer yang besar untuk menyimpan data spectra dan elektrokimia untuk selanjutnya ditampilkan sebagai spectra dan *chromatogram*.

Data yang didapatkan kemudian diolah dengan memilih hasil pembacaan dengan kualitas diatas 90% sedangkan untuk senyawa dengan kualitas dibawah 90 akan dieliminir. Kemudian dipilih senyawa apa pada suatu *peak* yang memiliki kualitas diatas 90 karena dalam satu *peak* GC-MS dapat ditemukan beberapa senyawa.

Gambar spectrum chromatogram hasil GC-MS produk cair pada suhu 300⁰C dapat dilihat dalam Gambar 4.1



Gambar 4.1 Gambar Spectrum Chromatogram Katalis HZSM-5

Dari Gambar 4.11 dapat terlihat ada beberapa kelompok *peak* yang cukup tinggi. Berdasarkan database GC-MS diperoleh beberapa *peak* yang menunjukkan adanya kelompok senyawa yang kandungannya cukup banyak di dalam material kokas. Kelompok senyawa yang terkandung di dalam material kokas tersebut banyak diantaranya merupakan senyawa hidrokarbon padat dengan jumlah atom C diatas 12.

Berikut ini adalah tabel struktur kimia dan nilai *retention time* dari senyawa yang terkandung di dalam material kokas hasil dari reaksi deaktivasi (Tabel 4.2).

Tabel 4.1 Berbagai Senyawa Kimia dalam Kokas Dari Analisa GC-MS

Jumlah Atom C	Jenis Senyawa	RT Pada Spektrum GC-MS	Struktur Kimia
C ₁₃	Olefin	14,40	
C ₁₄	Parafinik,	12,90	
	Olefin,	12,84	
	Naftalen	14,46	
C ₁₅	Parafinik,	13,75	
	Olefin	13,70	
C ₁₆	Parafinik,	16,33	
	Olefin,	16,79	
C ₁₇	Parafinik,	16,56	
	Olefin,	16,39	
	Naftalen	16,46	
C ₁₈	Parafinik,	16,05	
	Olefin	15,20	
C ₁₉	Olefin	22,35	

Dari Tabel 4.2 menunjukkan bahwa sangat kompleksnya senyawa-senyawa yang terkandung di dalam material kokas. Kelompok senyawa dengan volatilitas yang lebih tinggi akan menguap lebih dulu dan terlepas dari kokas terlebih dahulu dan berdifusi di dalam struktur pori kemudian akan terbakar habis. Sedangkan senyawa yang memiliki volatilitas lebih rendah akan melepaskan diri dari persenyawaan kokas, menyusul kemudian setelahnya dan selanjutnya terbakar.

Sebagian senyawa kimia yang terkandung di dalam kokas adalah terlihat C_{13} - C_{19} . Jumlah atom C membuat nilai volatilitasnya berbeda-beda. Semakin tinggi jumlah atom C semakin rendah volatilitasnya

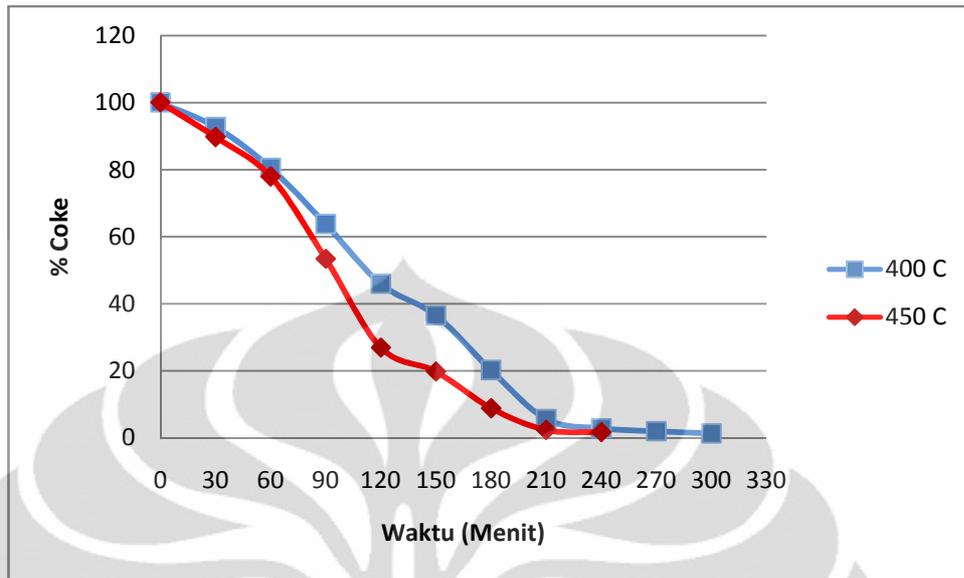
4.2 Regenerasi Katalis HZSM-5

Regenerasi dilakukan pada katalis HZSM-5 yang terdeaktivasi dengan variasi 2 variabel bebas yaitu suhu operasi dan laju alir udara. Adapun variasi suhu operasi adalah 400°C dan 450°C . Sedangkan variasi yang dilakukan pada laju alir udara (N_2 dan O_2) adalah 75 ml/menit, 150 ml/menit, 225 ml/menit, 300 ml/menit, 375 ml/menit. Variasi suhu operasi akan mempengaruhi proses menghilangkan kokas pada katalis, sedangkan variasi laju alir udara akan mempengaruhi lamanya kontak antara udara dengan katalis yang mempengaruhi reaksi oksidasi. Berat katalis yang digunakan bernilai tetap yaitu 0.15 gram. Pengambilan data dilakukan setiap 30 menit dengan mengukur berat katalis hingga beratnya tidak berkurang.

4.2.1 Hasil Regenerasi Katalis HZSM-5

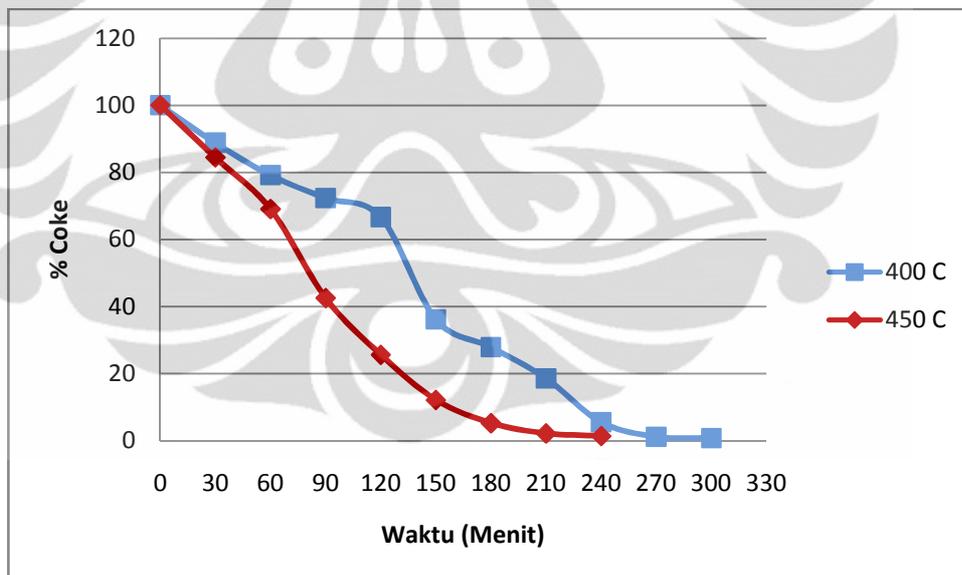
Dari hasil pengukuran berat didapat berat katalis berkurang 40% hingga 50%, tetapi masih terdapat kokas yang tidak bereaksi. Data pengukuran berat yang didapat digunakan untuk mengetahui berapa berat kokas yang dapat dihilangkan guna mengaktifasi kembali katalis HZSM-5 atau bisa disebut sebagai regenerasi. Berikut ini adalah hasil uji dari beberapa kondisi deaktivasi yang berbeda dengan suhu reaksi 400°C , dan 450°C .

a) Hasil Regenerasi Katalis HZSM-5 sampel D-1



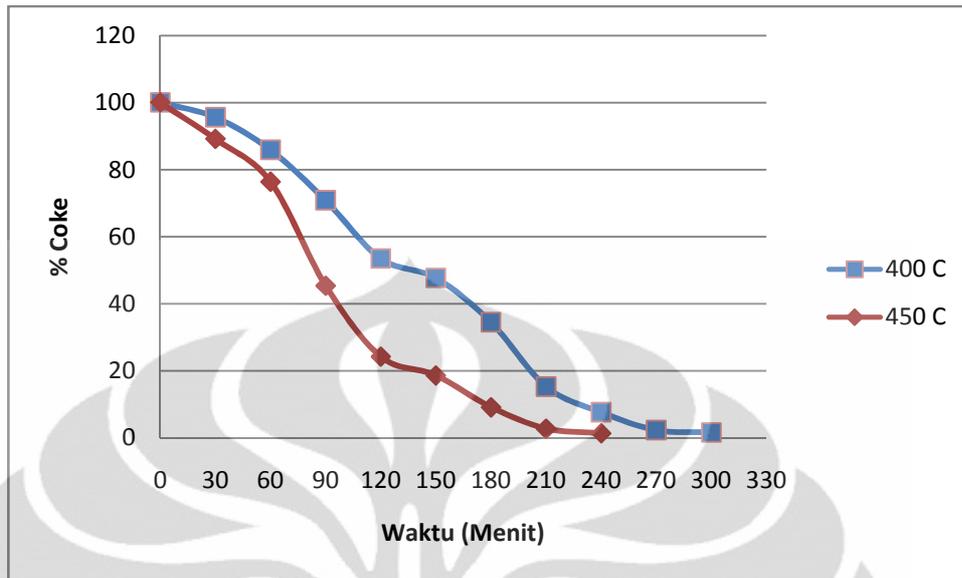
Gambar 4.2 % Penurunan Kokas dalam Regenerasi katalis HZSM-5 (Sampel D-1) dengan Laju Udara 700 ml/min.

b) Hasil Regenerasi Katalis HZSM-5 sampel D-2



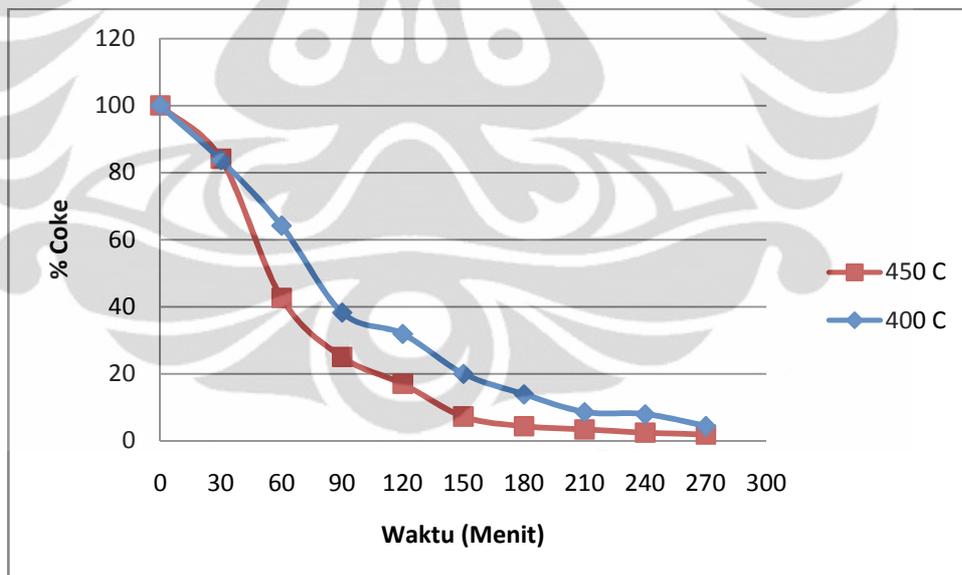
Gambar 4.3 % Penurunan Kokas dalam Regenerasi katalis HZSM-5 (Sampel D-2) dengan Laju Udara 700 ml/min.

c) Hasil Regenerasi Katalis HZSM-5 sampel D-3



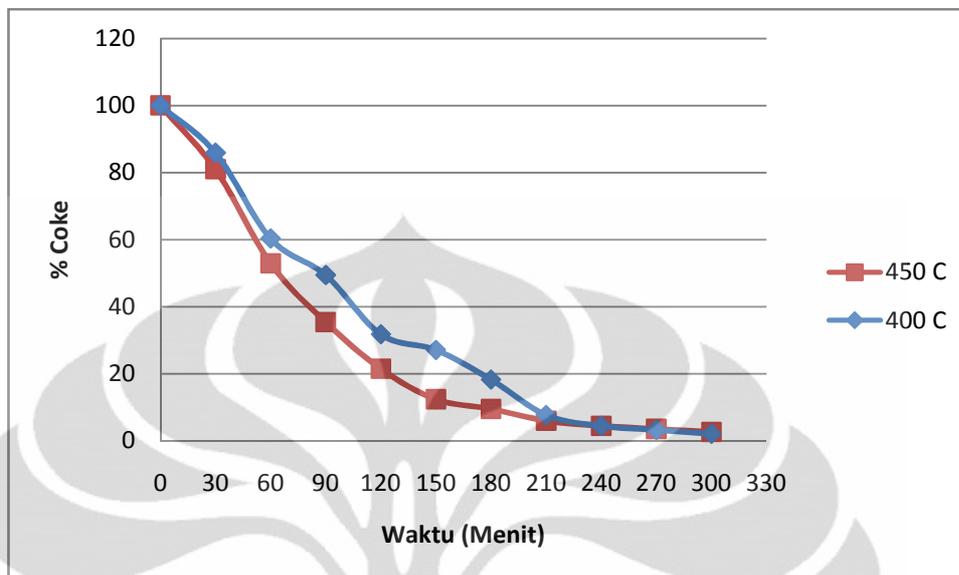
Gambar 4.4 % Penurunan Kokas dalam Regenerasi katalis HZSM-5 (Sampel D-3) dengan Laju Udara 700 ml/min.

d) Hasil Regenerasi Katalis HZSM-5 sampel D-4



Gambar 4.5 % Penurunan Kokas dalam Regenerasi katalis HZSM-5 (Sampel D-4) dengan Laju Udara 700 ml/min.

e) Hasil Regenerasi Katalis HZSM-5 sampel D-5



Gambar 4.6 % Penurunan Kokas dalam Regenerasi katalis HZSM-5 (Sampel D-5) dengan Laju Udara 700 ml/min.

Gambar 4.2 - 4.6 merupakan grafik persen penurunan kokas dalam proses regenerasi katalis HZSM-5 pada suhu reaksi 400°C dan 450°C dengan laju udara 700 mL/menit. Diperoleh bahwa suhu reaksi 450°C mempunyai tren yang lebih baik dan lebih cepat menghilangkan kandungan kokas. Suhu yang lebih tinggi dapat mempercepat proses menguapnya kokas dan berdifusi di dalam struktur pori katalis.

Tetapi tidak semua kokas dapat dihilangkan dengan metode ini. Terdapat sedikit kokas yang sulit untuk dioksidasi, data kokas yang tidak teroksidasi dapat di lihat di tabel berikut ini:

Tabel 4.2 Kondisi Katalis HZSM-5

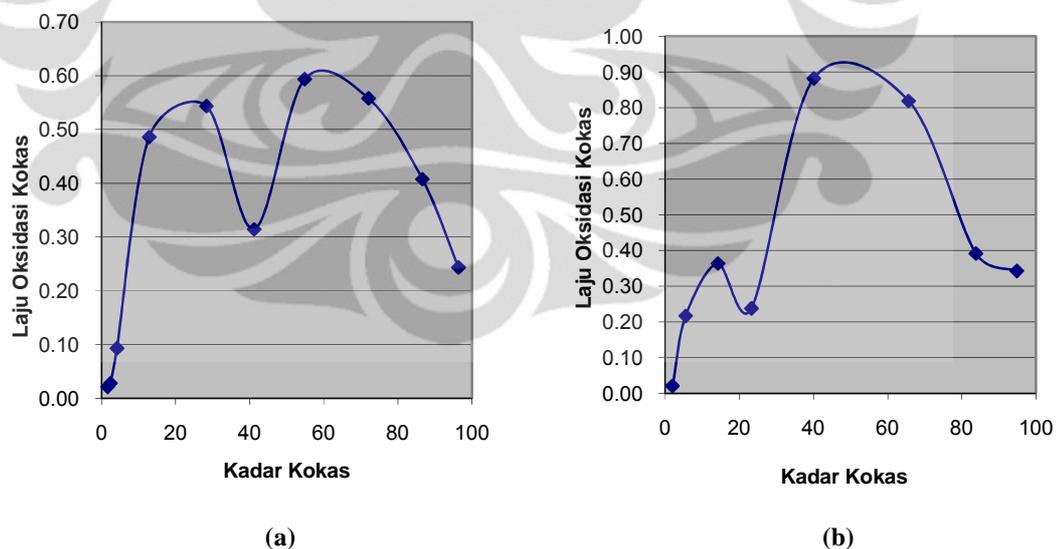
Kondisi Terdeaktivasi (Wibisono, 2010)				Kondisi Regenerasi					
Sampel Katalis	Kandungan Air Dalam Umpan (%)	Suhu Reaksi °C	Persen Berat Kokas (%)	berat sampel yang akan di regenerasi (gram)		berat setelah regenerasi (gram)		Persen Berat kokas (%)	
				400 C	450 C	400 C	450 C	400 C	450 C
D-1	15	400	46.2136	0.1607	0.1506	0.1141	0.1030	0.7888	0.7767
D-2	15	400	51.3834	0.1553	0.1532	0.1025	0.1012	0.5854	0.6917
D-3	30	400	49.9033	0.1553	0.1550	0.1121	0.1034	0.8921	0.6770
D-4	60	400	53.1504	0.1511	0.1507	0.1056	0.0984	1.8939	1.0163
D-5	15	400	42.8436	0.1544	0.1507	0.1204	0.1055	0.9136	1.5166

Catatan :% berat kokas = $\frac{\text{berat kokas}}{\text{berat Katalis}} \times 100\%$

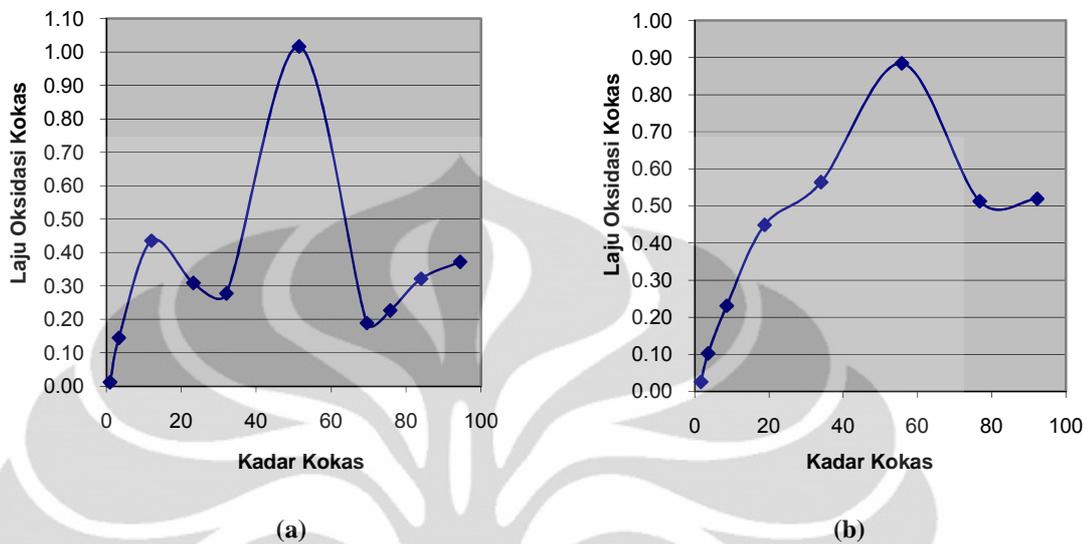
Tabel 4.1 merupakan data yang didapat dari hasil percobaan dimana terdapat data kondisi katalis HZSM-5 terdeaktivasi dan data hasil katalis HZSM-5 teregenerasi. Dapat dilihat persentasi kandungan kokas di dalam katalis terdeaktivasi dan persentasi kandungan kokas di dalam katalis setelah regenerasi. Terlihat bahwa rata-rata masih terdapat kokas yang sulit dioksidasi. Pada prosesnya kokas akan berdifusi dalam struktur pori katalis sebelum terbakar habis. Sulitnya proses difusi dikarenakan terdapat senyawa di dalam kokas yang memiliki volatilitas rendah.

4.2.2 Laju Oksidasi Pada Regenerasi Dua Suhu

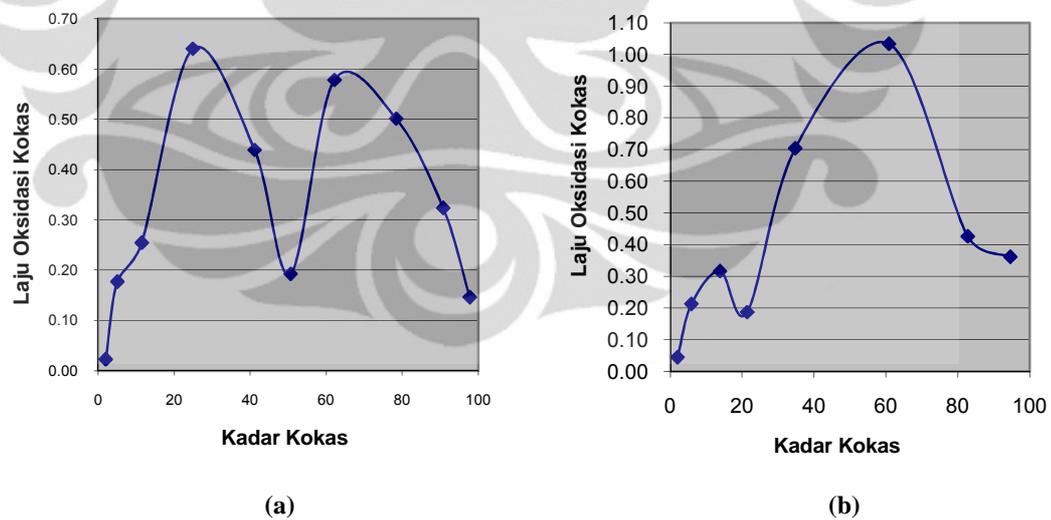
Tahap selanjutnya setelah mendapatkan kurva penurunan kokas pada proses regenerasi katalis HZSM-5 yaitu mengetahui laju oksidasi yang terjadi selama proses regenerasi katalis berlangsung. Laju oksidasi merupakan fungsi dari suhu reaksi dan konsentrasi material yang akan direaksikan. Data yang telah diolah pada lampiran 2 dapat di plot menjadi kurva yang diunjukkan pada gambar berikut :



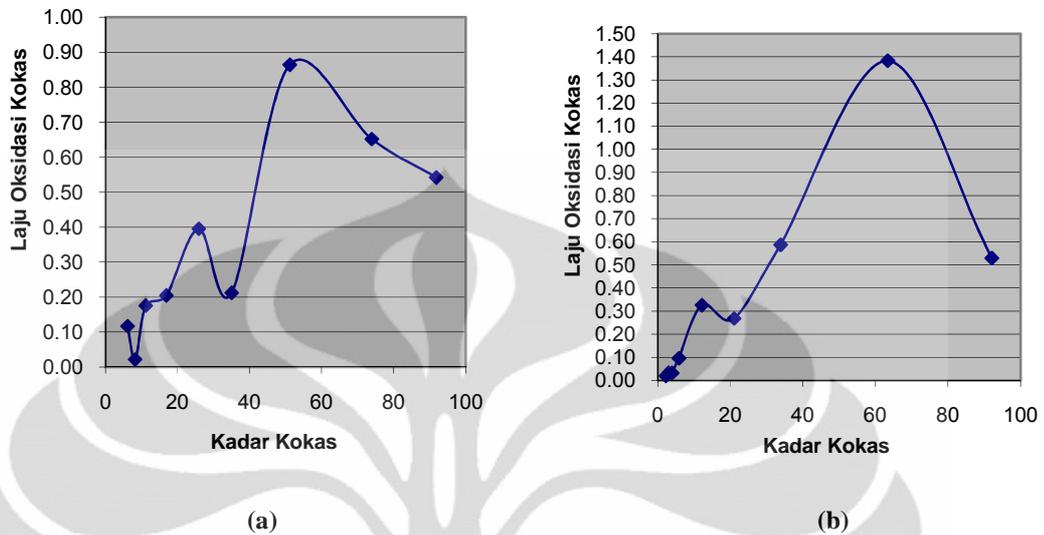
Gambar 4.7 Laju Oksidasi Dalam Regenerasi Katalis HZSM-5 Sampel D-1. (a) Oksidasi Pada suhu 400°C, (b) Oksidasi pada Suhu 450°C



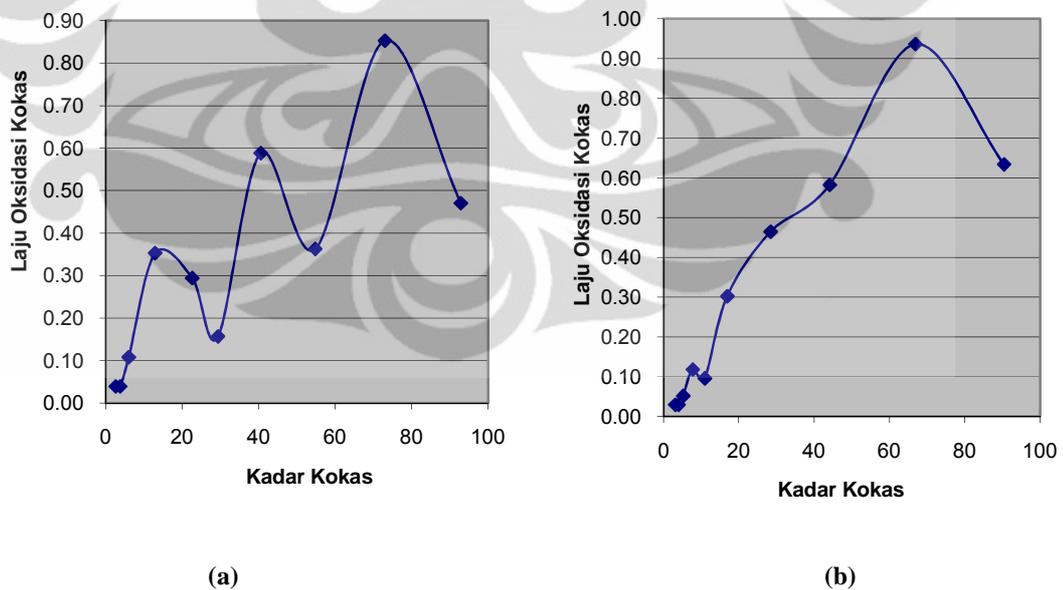
Gambar 4.8 Laju Oksidasi Dalam Regenerasi Katalis HZSM-5 Sampel D-2. (a) Oksidasi Pada suhu 400°C, (b) Oksidasi pada Suhu 450°C



Gambar 4.9 Laju Oksidasi Dalam Regenerasi Katalis HZSM-5 Sampel D-3. (a) Oksidasi Pada suhu 400°C, (b) Oksidasi pada Suhu 450°C



Gambar 4.10 Laju Oksidasi Dalam Regenerasi Katalis HZSM-5 Sampel D-4. (a) Oksidasi Pada suhu 400°C, (b) Oksidasi pada Suhu 450°C



Gambar 4.11 Laju Oksidasi Dalam Regenerasi Katalis HZSM-5 Sampel D-5. (a) Oksidasi Pada suhu 400°C, (b) Oksidasi pada Suhu 450°C

Pada proses regenerasi berawal dari kadar kokas yang tinggi menuju ke arah kadar kokas yang lebih rendah. Gambar 4.6 - 4.10 menunjukkan laju oksidasi mengalami kenaikan dan penurunan (menunjukkan sebuah bukit) khususnya untuk oksidasi pada suhu 400°C. Bentuk bukit muncul pada kadar kokas tinggi menuju ke arah kadar yang lebih rendah. Sedangkan dengan menggunakan udara pada suhu 450°C tidak begitu menunjukkan terbentuknya bukit pada rentang kadar kokas yang lebih rendah. Hal ini menunjukkan tahapan oksidasi pada suhu lebih tinggi cenderung lebih spontan (laju maksimum oksidasi lebih cepat).

Sangat dimungkinkan terbentuknya kurva yang menyerupai bukit laju oksidasi terhadap kadar kokas karena kemampuan masing-masing senyawa bervariasi dalam berdifusi dan volatilitasnya di dalam struktur pori katalis HZSM-5 sebelum terbakar. Proses oksidasi sangat dikendalikan oleh proses difusi di dalam struktur pori dan tidak mungkin dikendalikan oleh reaksi oksidasi itu sendiri karena reaksi oksidasi berlangsung sangat cepat. Seandainya dikendalikan oleh reaksi maka kurva yang terbentuk akan kontinu dan bisa ditentukan orde reaksinya atau formulasi matematik reaksinya.

Dan kurva yang terbentuk untuk seluruh sampel menunjukkan bahwa laju oksidasi mencapai puncaknya pada kadar kokas 50-60 %. Hal ini menandakan bahwa kandungan senyawa untuk seluruh sampel hampir mirip sifat fisik dan reaktivitas oksidasi. Perihal berbagai senyawa yang terkandung di dalam kokas dianalisa menggunakan GC-MS.

4.2.3 Kinetika Laju Reaksi Oksidasi dalam Regenerasi Katalis HZSM-5

Dari dua penelitian yang telah dilakukan Yan Rend dkk. pada tahun 2007 dan Niken Taufiqurrahmi dkk pada tahun 2010, diketahui bahwa oksidasi atau pembakaran kokas dalam katalis dapat dihitung kinetika laju reaksi yang terjadi. Penelitian tersebut memodelkan kinetika reaksi oksidasi kokas menggunakan persamaan arhenius dengan penurunan rumus sebagai berikut:

$$R_c = \frac{-dC_c}{dt} = kP_{O_2}^m C_c^n \quad (4.1)$$

Dimana, R_c merupakan laju pembakaran kokas, C_c adalah jumlah kokas pada waktu tertentu yang terkandung di dalam katalis, k merupakan konstanta laju, P_{O_2} adalah tekanan parsial O_2 , m dan n merupakan orde reaksi.

Konstanta laju reaksi k merupakan fungsi dari suhu (T) dapat dinyatakan sebagai berikut :

$$k = A_r \exp\left(\frac{-E_a}{RT}\right) \quad (4.2)$$

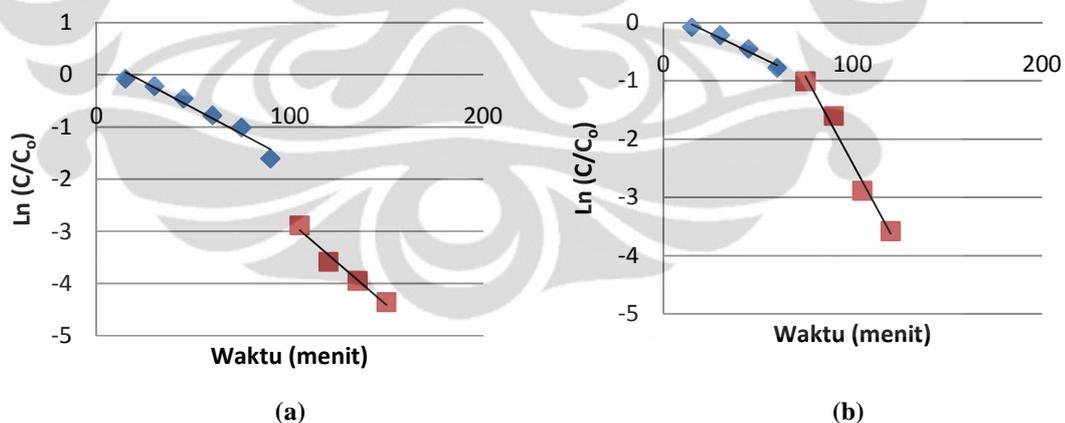
Penelitian tersebut mengasumsikan orde reaksi n dan m adalah 1 dan perubahan tekanan parsial O_2 sangat kecil sehingga dapat diabaikan maka dapat dinyatakan sebagai berikut:

$$\frac{-dC_c}{dt} = k_1 C_c \quad (4.3)$$

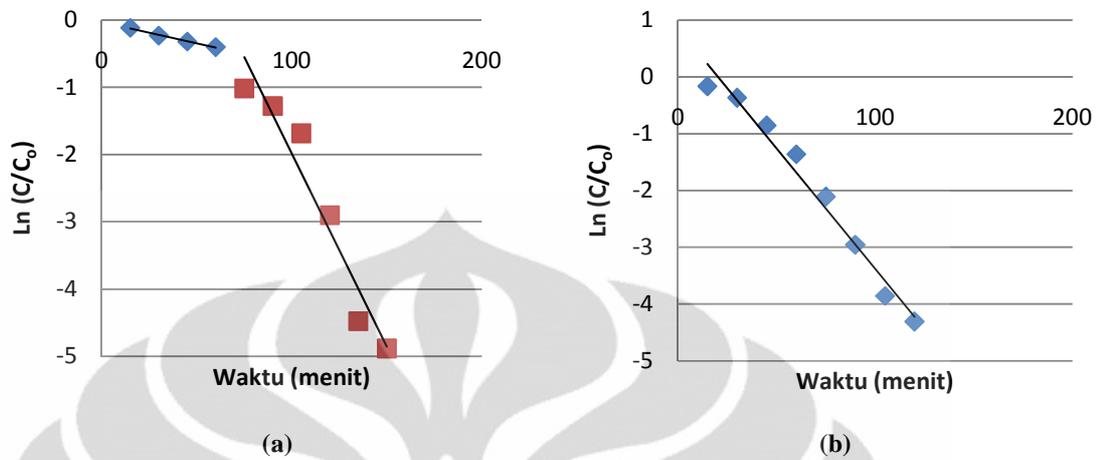
$$\ln\left(\frac{C_c}{C_c^o}\right) = k_1 t \quad (4.4)$$

Dimana k_1 = konstanta orde *pseudofirst*, C_c^o = jumlah kokas sebelum diregenerasi.

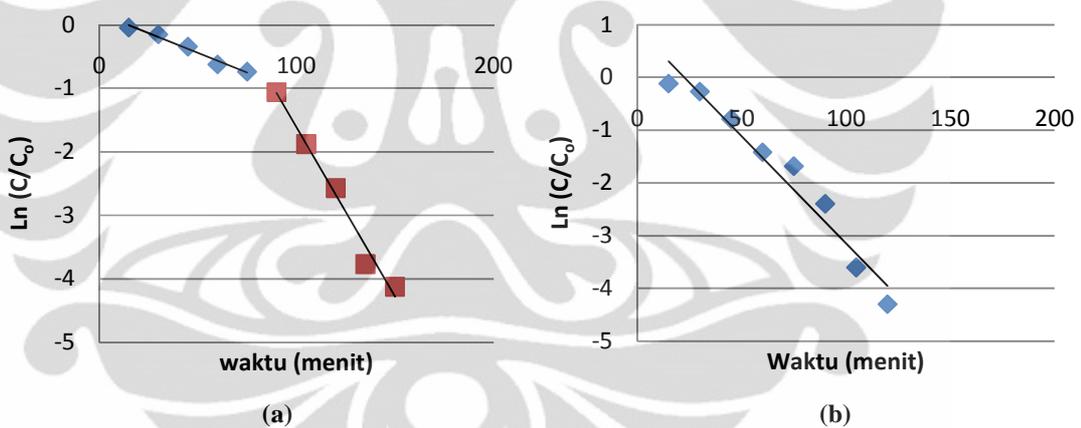
Jika semua asumsi diatas diterapkan pada penelitian ini, maka kinetika laju reaksinya dapat dilihat pada gambar berikut ini:



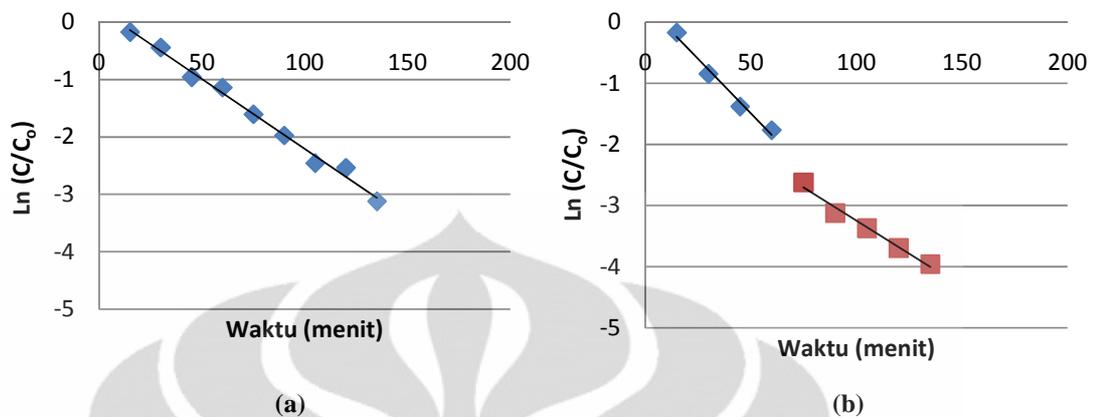
Gambar 4.12 Kinetika Laju Reaksi dalam Regenerasi Katalis HZSM-5 Sampel D-1. (a) Oksidasi Pada suhu 400°C , (b) Oksidasi pada Suhu 450°C



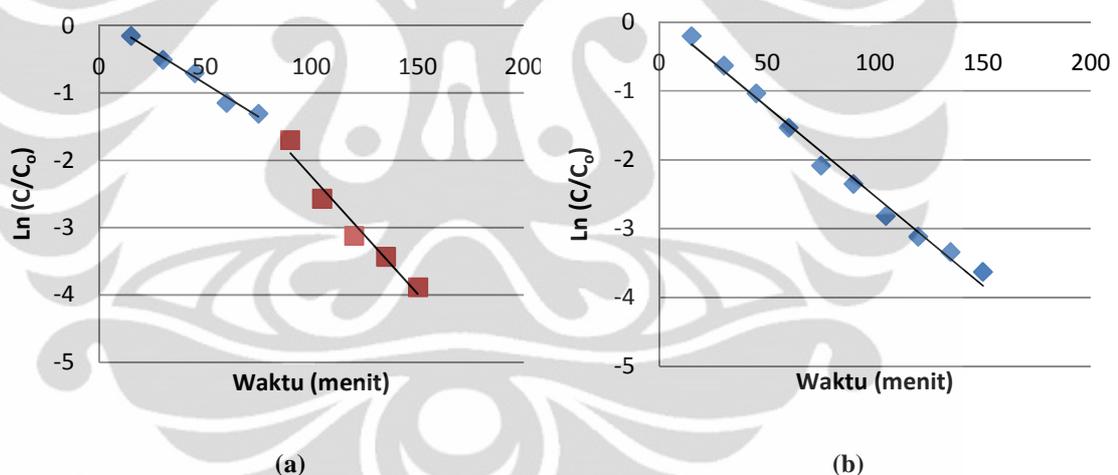
Gambar 4.13 Kinetika Laju Reaksi dalam Regenerasi Katalis HZSM-5 Sampel D-2. (a) Oksidasi Pada suhu 400°C, (b) Oksidasi pada Suhu 450°C



Gambar 4.14 Kinetika Laju Reaksi dalam Regenerasi Katalis HZSM-5 Sampel D-3. (a) Oksidasi Pada suhu 400°C, (b) Oksidasi pada Suhu 450°C



Gambar 4.15 Kinetika Laju Reaksi dalam Regenerasi Katalis HZSM-5 Sampel D-4. (a) Oksidasi Pada suhu 400°C, (b) Oksidasi pada Suhu 450°C



Gambar 4.16 Kinetika Laju Reaksi dalam Regenerasi Katalis HZSM-5 Sampel D-5. (a) Oksidasi Pada suhu 400°C, (b) Oksidasi pada Suhu 450°C

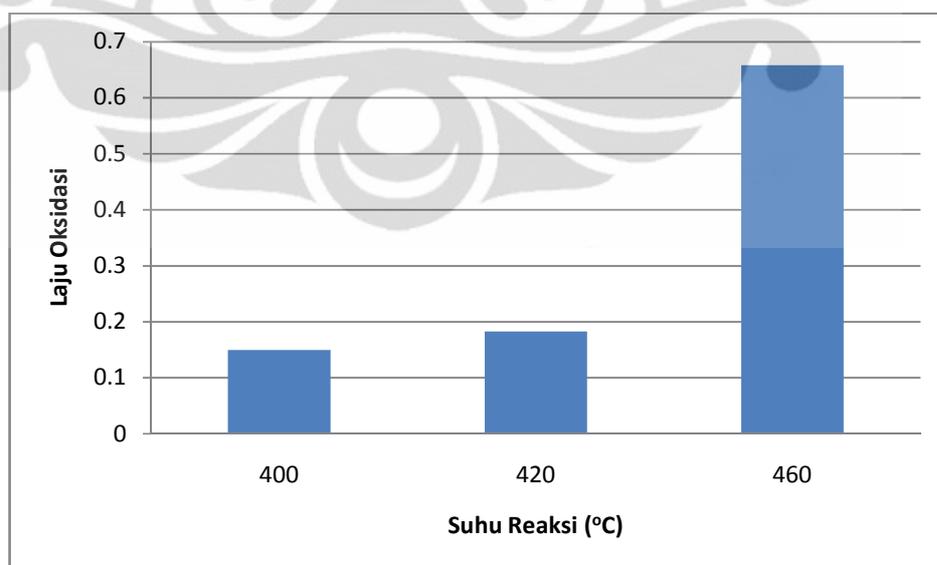
Dari hasil yang didapat pada gambar 4.12 - 4.16 merupakan kurva kinetika laju reaksi oksidasi pada regenerasi katalis HZSM-5. Kurva diatas dapat dijelaskan bahwa orde reaksi adalah 1, karena menghasilkan kurva yang berbentuk mendekati garis linear. Asumsi yang digunakan sebelumnya dapat dipastikan bahwa benar orde reaksi yang terjadi adalah orde 1.

Gambar di atas memperlihatkan terjadi beberapa pergeseran pada laju reaksi yang berarti terdapat dua laju reaksi di dalam oksidasi kokas. Pergeseran ini

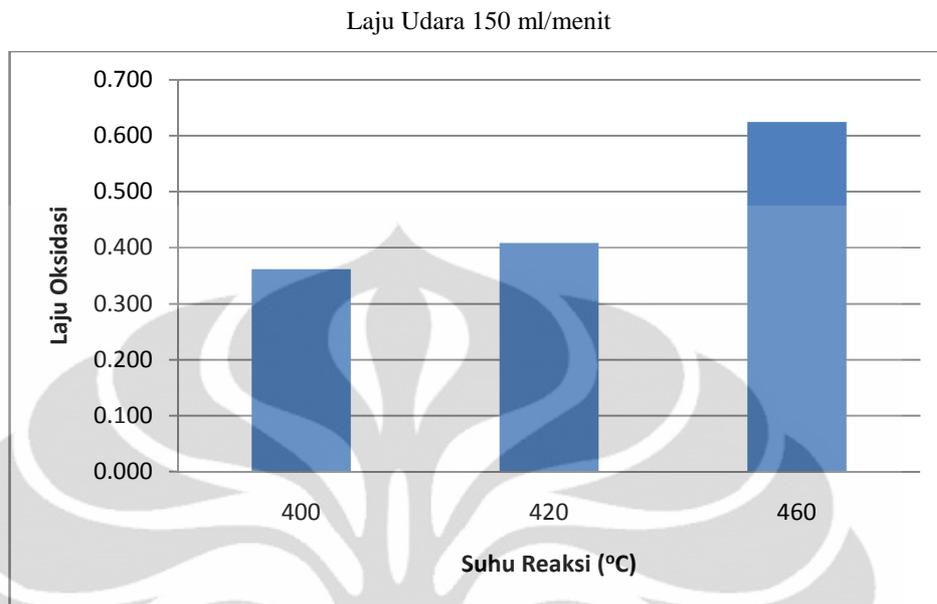
dimungkinkan terjadi karena kokas memiliki persenyawaan yang sangat kompleks seperti ditunjukkan pada analisa GC-MS (subbab 4.1). Senyawa yang memiliki jumlah atom C yang lebih sedikit akan mengalami oksidasi terlebih dahulu. Sedangkan senyawa yang memiliki jumlah atom C yang lebih banyak mengalami oksidasi setelahnya. Hal ini membuktikan bahwa kurva laju oksidasi (subbab 4.2.2) membentuk kurva yang seperti bukit disebabkan karena kelompok senyawa pembentuk kokas sangat kompleks sehingga kelompok senyawa tersebut dapat disebut juga *light coke* teroksidasi lebih cepat dibandingkan dengan *heavy coke*. Dimana *light coke* bisa dikategorikan antara C₁₃-C₁₅ sedangkan *heavy coke* antara C₁₆-C₁₉. Dan pada gambar 4.12 - 4.16 menunjukkan bahwa titik yang berwarna biru adalah *light coke* sedangkan titik yang berwarna merah adalah *heavy coke*.

4.2.4 Pengaruh Suhu Reaksi dalam Regenerasi Katalis HZSM-5

Proses regenerasi dapat dipengaruhi oleh suhu reaksi di dalam reaktor. Subbab ini dilakukan untuk mengetahui suhu reaksi optimal dalam regenerasi katalis HZSM-5. Ada beberapa suhu reaksi yang digunakan dalam percobaan ini yaitu 400°C, 420 °C, 460 °C. Hasil percobaan ini akan ditampilkan dalam grafik berikut:



Gambar 4.17 Pengaruh Suhu Operasi Pada proses Regenerasi Katalis HZSM-5 sampel D-6 dengan

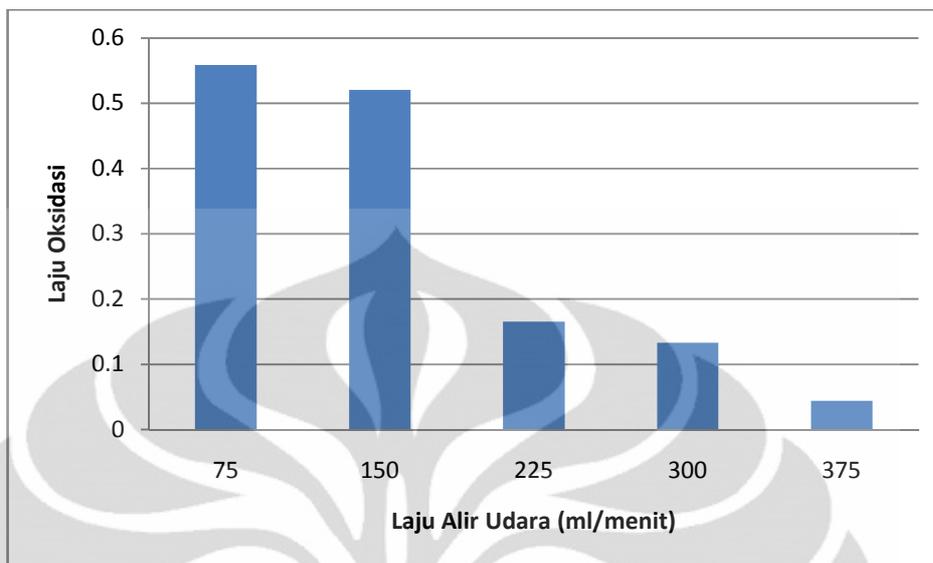


Gambar 4.18 Pengaruh Suhu Operasi Pada proses Regenerasi Katalis HZSM-5 sampel D-7 dengan Laju Udara 150 ml/menit

Gambar 4.17 dan 4.18 menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu reaksi maka semakin tinggi laju oksidasi, dalam hal ini laju oksidasi maksimum terlihat pada suhu 460°C. Hal ini dikarenakan senyawa dengan jumlah atom C yang lebih tinggi memiliki volatilitas yang lebih rendah sehingga oksidasi pada suhu yang lebih tinggi dapat memudahkan senyawa tersebut menguap dan berdifusi di dalam struktur katalis. Tetapi perlu dicatat bahwa katalis HZSM-5 akan mudah mengalami kehancuran struktur pori akibat reaksi oksidasi pada suhu tinggi.

4.2.5 Pengaruh Laju Alir Udara dalam Regenerasi Katalis HZSM-5

Proses regenerasi dapat dipengaruhi oleh laju udara yang akan berkontak dengan katalis HZSM-5 di dalam reaktor. Subbab ini dilakukan untuk mengetahui laju udara optimal dalam regenerasi katalis HZSM-5. Ada beberapa laju udara yang digunakan dalam percobaan ini yaitu 75 mL/menit - 325 mL/menit dengan inkremen 75 mL/menit. Hasil percobaan ini akan ditampilkan dalam grafik berikut:



Gambar 4.19 Pengaruh Laju Alir Udara Pada proses Regenerasi Katalis HZSM-5 sampel D-7 dengan Suhu Reaksi 450°C.

Gambar 4.19 menunjukkan bahwa laju udara semakin tinggi maka laju oksidasi yang terjadi semakin menurun. Hal ini disebabkan karena waktu kontak antara udara dan katalis semakin singkat. Pada laju udara 225 ml/menit membuat proses difusi udara ke dalam pori katalis tidak maksimal, jadi proses oksidasi terjadi di permukaan katalis. Sedangkan pada laju udara dibawah 150 ml/menit, laju oksidasi cenderung konstan yaitu sekitar 0.5/menit.

Jadi kondisi operasi yang baik untuk regenerasi katalis adalah pada laju udara/katalis sekitar
$$= \frac{150 \text{ ml/menit}}{0.1 \text{ gram}} = \frac{1500 \text{ ml/menit}}{\text{gram katalis}}$$

4.3 Karakterisasi Katalis

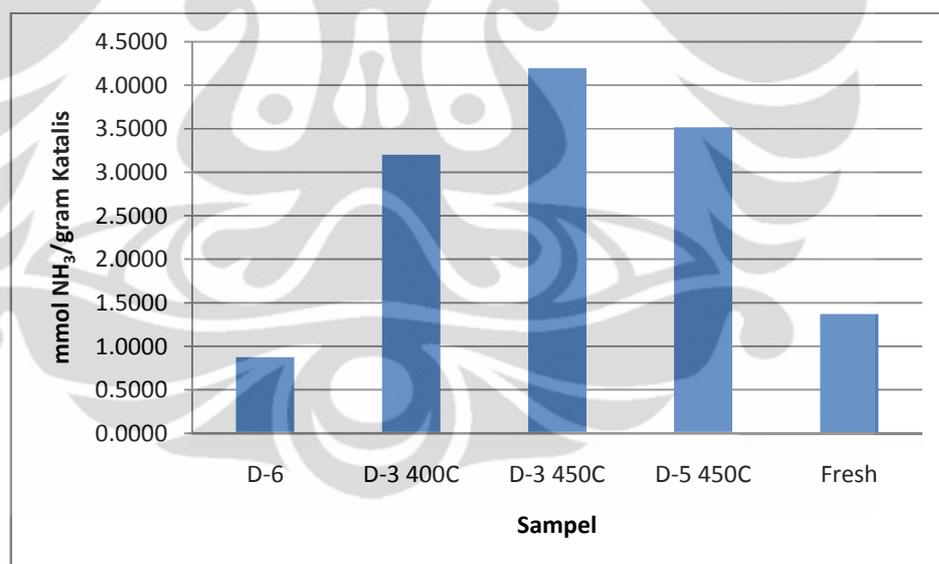
Karakterisasi katalis yang dilakukan pada penelitian ini adalah uji keasaman dengan metode adsorpsi-desorpsi amonia yaitu TPD untuk mengetahui keasaman dari katalis H-ZSM-5 yang digunakan.

4.3.1 Uji Keasaman

H-ZSM-5 merupakan katalis yang memiliki permukaan inti aktif asam sehingga keasaman dari zeolit sintetis ini cukup tinggi. Uji keasaman dilakukan dengan metode adsorpsi-desorpsi amonia (NH_3) yaitu TPD- NH_3 yang berdasarkan desorpsi uap amonia (NH_3) pada rentang temperatur 150°C - 500°C .

Karakterisasi keasaman zeolit dapat diketahui dengan metode adsorpsi-desorpsi NH_3 , dimana kuantitas NH_3 yang terserap mengindikasikan jumlah keasaman katalis. NH_3 bersifat basa sehingga dapat dijadikan barometer atau ukuran tingkat keasaman suatu katalis untuk asam Bronsted.

Asam Bronsted akan mengadsorb NH_3 membentuk NH_4^+ . Semakin banyak NH_4^+ yang terserap oleh katalis menunjukkan semakin kuat asam dari katalis HZSM-5 serta menunjukkan semakin tinggi pula kereaktifannya. Berikut ini ditampilkan grafik hasil percobaan uji keasamaan katalis:



Gambar 4.20 Uji Keasaman Katalis HZSM-5 Fresh, Terdeaktivasi dan Regenerasi

Gambar 4.20 merupakan hasil dari uji keasaman katalis HZSM-5 dalam berbagai kondisi, dan berbagai sampel tersebut adalah:

- D-6 merupakan katalis terdeaktivasi tetapi tidak diregenerasi.
- D-3 400°C merupakan katalis terdeaktivasi pada suhu 400°C dalam

reaksi aseton, dan diregenerasi pada suhu 400°C dengan laju alir udara 700 mL/menit.

- D-3 450°C merupakan katalis terdeaktivasi pada suhu 400°C dalam reaksi aseton, dan diregenerasi pada suhu 450°C dengan laju alir udara 700 mL/menit.
- D-5 450°C merupakan katalis terdeaktivasi pada suhu 400°C dalam reaksi aseton, dan diregenerasi pada suhu 450°C dengan laju alir udara 700 mL/menit.
 - Fresh merupakan katalis baru.

Pada prinsipnya proses regenerasi adalah memulihkan fungsi katalis dari kondisi terdeaktivasi sedapat mungkin menjadi katalis aktif kembali seperti semula (kondisi awal katalis). Salah satu indikator penting adalah sifat keasaman katalis karena inti aktif asam bronsted sangat berperan dalam terjadinya reaksi konversi aseton. Inti aktif asam diukur keasaman totalnya dari suhu 250°C -500°C, dimana pada kondisi tersebut NH₃ yang terikat secara kimia dari permukaan katalis mengalami desorpsi.

Dari hasil pengujian keasaman ini terlihat bahwa katalis yang terdeaktivasi (D-6) memiliki nilai keasaman sebesar 0.8754 mmol NH₃/gram katalis. Setelah diregenerasi keasaman katalis menaik tiga kali lebih dari keasaman katalis terdeaktivasi, dan bahkan melebihi keasaman katalis baru yang hanya memiliki keasaman sebesar 1.371 mmol NH₃/gram katalis. Melihat data-data hasil analisa GC-MS yang dibahas pada subbab 4.1.3, terlihat adanya senyawa olefin dalam jumlah yang besar mengindikasikan adanya reaksi *hidrogen transfer* antara hidrokarbon (parafin) dengan permukaan katalis. Hidrogen dilepaskan ke permukaan katalis yang menjadikannya senyawa bronsted dari katalis ZSM-5. Dan senyawa parafin tersebut menjadi senyawa olefin yang mempunyai ikatan karbon rangkap (tidak jenuh). Reaksi inilah yang menyebabkan keasaman katalis hasil regenerasi lebih besar dari katalis baru.

BAB 5

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

1. Katalis HZSM-5 terdeaktivasi dapat diregenerasi dengan reaksi oksidasi menggunakan udara.
2. Suhu reaksi yang lebih tinggi dapat mempercepat laju oksidasi, namun tidak semua kokas dapat dihilangkan dari katalis HZSM-5.
3. Laju alir udara yang lebih tinggi dapat menurunkan laju oksidasi dikarenakan waktu kontak antara udara dan katalis sangat singkat dan udara sulit untuk berdifusi ke dalam struktur pori katalis.
4. Sifat keasaman katalis berada pada sisi inti aktif asam Bronsted. Regenerasi dapat mengembalikan nilai keasaman katalis HZSM-5 karena menghilangkan kokas yang menutupi komponen aktif katalis.
5. Dari hasil analisa GC-MS katalis terdeaktivasi menunjukkan bahwa kokas memiliki senyawa yang sangat kompleks yaitu senyawa dengan jumlah atom C₁₃-C₁₉ dan senyawa lainnya. Sulitnya sisa kokas dioksidasi dikarenakan bervariasinya volatilitas senyawa tersebut.

5.2 Saran

1. Diperlukan identifikasi lebih lanjut terhadap penghilangan senyawa kokas agar kokas dapat hilang seluruhnya dari katalis.
2. Perlu dikaji lebih lanjut untuk uji keasaman katalis agar nilainya benar-benar kembali seperti keasaman katalis HZSM-5 baru.
3. Perlu dilakukan karakterisasi pemetaan (mapping) pada penelitian selanjutnya agar diketahui bagaimana pola pertumbuhan kokas.

DAFTAR PUSTAKA

- Bhatia, Subhash 1990. *“Zeolite Catalysis : Principles and Applications”*, CRC Press, inc, Boca Raton : Florida.
- Campbell, M. Ian 1988. *“Catalysis at Surfaces”*. Chapman and Hall : New York.
- Costa, Enrique, Jose Aquado, et al 1992. *“ Conversion of n-Butanone-Acetone Mixtures to C₁-C₁₀ Hydrocarbon on H-ZSM-5 Type Zeolites”*. Jurnal : Spanyol.
- Fatticianita, Prilly 2006. “Skripsi : Konversi Katalitik Senyawa Aseton-Butanol-Etanol (ABE) Menjadi Hidrokarbon Menggunakan Katalis HZSM-5 Dengan Variasi Rasio Si/Al”. Jurusan Teknik Gas dan Petrokimia UI : Depok.
- Fessenden, J, Ralph , Joan.S.Fessenden 1984. *“Kimia Organik”*. Jilid 2. 2nd ed. Erlangga : Jakarta.
- Guisnet, M. Magnoux, P. 1997. *“Deactivation By Coking Of Zeolite Catalysts. Prevention Of Deactivation. Optimal Condition For Regeneration”*. Journal of Catalysis Today. Elsevier : France. Hal 477-483.
- Ki-Won Jun 2003. *Highly Water-Enhanced HZSM-5 Catalysts For Dehydration Of Methanol To Dimethyl Eter*. Bull. Korean Chem. Vol 24 No 1
- Linna 1997. “Skripsi : Pengaruh Kondisi Operasi Terhadap Konversi Aseton Menjadi Hidrokarbon Aromatik Menggunakan Katalis HZSM-5”. Jurusan Teknik Gas dan Petrokimia UI : Depok
- Lucas, A., Canizares, P., Duran, A. 2001. *Improving deactivation behaviour of HZSM-5 catalysts. App.Catal. A : General*, 206, hal. 87-93
- Meier, W.M and D.H. Olson 1992. *“Atlas of Zeolite Structure Types”*. Third Revised Ed. Butterworth-Heinemann:London-Boston-Singapore-Sidney-Toronto.
- Mulja, Muhammad dan Suharman 1995. *Analisis Intrumental*. Surabaya: Air Langga University Press.
- Rahayu, Susi 2003. “Skripsi : Study Pembuatan Zeolit HZSM-5 Menggunakan Zat Pengarah 1,2 Diaminoetana Dan Uji Daya Katalitiknya”. Jurusan

Kimia MIPA UI : Depok

- Setiadi 2005. "Konversi Katalitik Aseton menjadi Hidrokarbon C₁-C₁₀ Menggunakan Katalis ZSM-5". Seminar Nasional Teknologi Proses Kimia : Jakarta.
- Setiadi, T. Kojima, T. Tsusui, "*Conversion of Acetone to Aromatic Chemicals With H-ZSM-5*". *Journal of the Japan Institute of Energy*, 82 : hal 926-932.
- Sumanti, Ika 2008. "Laporan Kerja Praktek : Preparasi Dan Karakterisasi Zeolit Sebagai Adsorben Pengurangan Sulfur Dalam Minyak Solar". Jurusan Kimia MIPA UI : Depok
- Sunarti, Mursi dan Minta Rachmawati 1994. "Zeolit Tinjauan Literatur". Pusat Dokumentasi dan Formasi Ilmiah, LIPI : Jakarta.
- Aguayo, Andrés T et al. 2002. "*Study of the regeneration stage of the MTG process in a pseudoadiabatic fixed bed reactor*". Departamento de Ingenier´ıa Qu´ımica, Universidad del Pa´ıs Vasco : Bilbao, Spain.
- Jong ,Sung-Jeng et al. 1997. " *On the Regeneration of Coked H-ZSM-5 Catalysts*". Institute of Atomic and Molecular Sciences, Academia Sinica : Republic of China.
- Josl, Rouven et al. 2004. "*Regeneration of zeolite catalysts deactivated in isobutane/butene alkylation: an in situ FTIR investigation at elevated H₂ pressure*". Institute of Chemical Technology, University of Stuttgart : Stuttgart, Germany
- Ren, Yan et al. 2006. "*Kinetic Model for the Combustion of Coke Derived at Different Coking Temperatures*". Faculty of Engineering, UniVersity of Regina : Canada
- Taufiqurrahmi, Niken et al. 2010. "*Deactivation and coke combustion studies of nanocrystalline zeolite beta in catalytic cracking of used palm oil*". School of Chemical Engineering, Universiti Sains Malaysia : Malaysia.
- Ivanov, D. P. et al. 2002. "*Deactivation by coking and regeneration of zeolite catalysts for benzene-to-phenol oxidation*". Boreskov Institute of Catalysis, Novosibirsk : Rusia.

LAMPIRAN A
HASIL PERCOBAAN

Data pengamatan Regenerasi Pada Suhu 400°C

Kondisi Terdeaktivasi				Kondisi Regenerasi		
Sampel Katalis	Kandungan Air Dalam Umpan (%)	Suhu Reaksi	Persen Berat Kokas (%)	berat sampel yang akan di regenerasi (gram)	berat setelah regenerasi (gram)	Persen Berat Kokas
D-1	15	400	46.2136	0.1607	0.1141	0.7888
D-2	15	400	51.3834	0.1553	0.1025	0.5854
D-3	30	400	49.9033	0.1553	0.1121	0.8921
D-4	60	400	53.1504	0.1511	0.1056	1.8939
D-5	15	400	42.8436	0.1544	0.1204	0.9136

Data pengamatan Regenerasi Pada Suhu 450°C

Kondisi Terdeaktivasi				Kondisi Regenerasi		
Sampel Katalis	Kandungan Air Dalam Umpan (%)	Suhu Reaksi	Persen Berat Kokas (%)	berat sampel yang akan di regenerasi (gram)	berat setelah regenerasi (gram)	Persen Berat Kokas
D-1	15	400	46.2136	0.1506	0.1030	0.7767
D-2	15	400	51.3834	0.1532	0.1012	0.6917
D-3	30	400	49.9033	0.1550	0.1034	0.6770
D-4	60	400	53.1504	0.1507	0.0984	1.0163
D-5	15	400	42.8436	0.1507	0.1055	1.5166

Data pengamatan pengaruh Suhu Regenerasi

Sampel D-6					
T	loses of coke	Loses of coke (cumulative)	Berat Kokas	waktu	Laju Oksidasi
°C	(gram)	(gram)	% berat	(menit)	
awal	0	0	100.00		
400	0.0023	0.0023	97.75	15	0.150
420	0.0028	0.0051	95.01	15	0.182
460	0.0035	0.0152	85.14	15	0.658

Sampel D-7					
T	loses of coke	Loses of coke (cumulative)	Berat Kokas	waktu	Laju Oksidasi
°C	(gram)	(gram)	% berat	(menit)	
awal	0	0	100.00		
400	0.0062	0.0062	94.57	15	0.362
420	0.0070	0.0132	88.44	15	0.409
460	0.0075	0.0239	79.07	15	0.625

Data pengamatan pengaruh Laju Alir Udara Regenerasi

Laju Alir (ml/menit)	loses of coke (gram)	Waktu (menit)	Laju Oksidasi
awal	0	15	
75	0.0077	15	0.000513
150	0.0093	15	0.00062
225	0.0016	15	0.000107
300	0.0031	15	0.000207
375	0.0007	15	4.67E-05

Data pengamatan Pengaruh Suhu Reaksi Dalam Regenerasi

Sampel D-7					
T	loses of coke	Loses of coke (cummulative)	Berat Kokas	waktu	Laju Oksidasi
(Celcius)	(gram)	(gram)	% berat	(menit)	
awal	0	0	100.00		
400	0.0023	0.0023	97.75	15	0.150
420	0.0028	0.0051	95.01	15	0.182
460	0.0035	0.0152	85.14	15	0.658

Sampel D-6					
T	loses of coke	Loses of coke (cummulative)	Berat Kokas	waktu	Laju Oksidasi
(Celcius)	(gram)	(gram)	% berat	(menit)	
awal	0	0	100.00		
400	0.0062	0.0062	94.57	15	0.362
420	0.0070	0.0132	88.44	15	0.409
460	0.0075	0.0239	79.07	15	0.625

Data Pengamatan Uji Keasaman

katalis yang digunakan 0.1 gram

Sampel	Berat Katalis	Vol HCl	HCl	Vol KOH	KOH	NH ₃	Keasaman /gr katalis
	(gr)	(ml)	(mmol)	(ml)	(mmol)	(mmol)	(mmol NH ₃ . C/gram)
D-6	0.1011	200	1.0000	182.30	0.9115	0.0885	0.8754
D-3 400C	0.1034	200	1.0000	133.80	0.6690	0.3310	3.2012
D-3 450C	0.1022	200	1.0000	114.20	0.5710	0.4290	4.1977
D-5 450C	0.1042	200	1.0000	126.70	0.6335	0.3665	3.5173
Fresh	0.5	200	1.0000	62.9	0.3145	0.6855	1.371

LAMPIRAN B
PENGOLAHAN DATA

Pengolahan data Kinetika Laju Oksidasi dalam Regenerasi Katalis HZSM-5

Waktu	Losses of Coke	C/Co	waktu rata-rata	Ln C/Co
(menit)	(gram)		(menit)	
0	-			
30	0.0034	0.93	15	0.07576
60	0.0091	0.80	30	0.21726
90	0.0169	0.64	45	0.45045
120	0.0252	0.46	60	0.77821
150	0.0296	0.36	75	1.00839
180	0.0372	0.20	90	1.60089
210	0.0440	0.06	105	2.88609
240	0.0453	0.03	120	3.57924
270	0.0457	0.02	135	3.94696
300	0.046	0.01	150	4.35243

Sampel D-1 450oC				
Waktu	Losses of Coke	C/Co	waktu rata-rata	Ln C/Co
(menit)	(gram)		(menit)	
0	-			
30	0.0049	0.90	15	0.10863
60	0.0105	0.78	30	0.24922
90	0.0222	0.53	45	0.62808
120	0.0348	0.27	60	-

				1.31339
				-
150	0.0382	0.20	75	1.62212
				-
180	0.0434	0.09	90	2.42775
				-
210	0.0465	0.02	105	3.76752
				-
240	0.0468	0.02	120	4.08598

Sampel D-2 400oC				
Waktu	Losses of Coke	C/Co	waktu rata-rata	Ln C/Co
(menit)	(gram)		(menit)	
0	-			
				-
30	0.0059	0.89	15	0.11849
				-
60	0.0110	0.79	30	0.23361
				-
90	0.0146	0.72	45	0.32368
				-
120	0.0176	0.67	60	0.40547
				-
150	0.0337	0.36	75	1.01682
				-
180	0.0381	0.28	90	1.27866
				-
210	0.0430	0.19	105	1.68413
240	0.0499	0.05	120	-2.9018
				-
270	0.0522	0.01	135	4.47734
300	0.0524	0.01	150	-4.8828

Sampel D-2 450oC				
Waktu	Losses of Coke	C/Co	waktu rata-rata	Ln C/Co
(menit)	(gram)		(menit)	
0	-			
				-
30	0.0081	0.84	15	0.16933
60	0.0161	0.69	30	-

				0.37051
90	0.0299	0.43	45	0.85567
120	0.0387	0.26	60	1.36348
150	0.0457	0.12	75	2.11069
180	0.0493	0.05	90	2.95799
210	0.0509	0.02	105	3.85593
240	0.0513	0.01	120	4.30792

Sampel D-3 400oC				
Waktu	Losses of Coke	C/Co	waktu rata-rata	Ln C/Co
(menit)	(gram)		(menit)	
0	-			-
30	0.0019	0.96	15	0.04498
60	0.0061	0.86	30	0.15222
90	0.0126	0.71	45	0.34484
120	0.0201	0.53	60	0.62601
150	0.0226	0.48	75	0.74055
180	0.0283	0.34	90	1.06448
210	0.0366	0.15	105	1.87877
240	0.0399	0.08	120	2.57192
270	0.0422	0.02	135	3.76584
300	0.0425	0.02	150	4.12252

Sampel D-3 450oC				
Waktu	Losses of Coke	C/Co	waktu rata-rata	Ln C/Co

(menit)	(gram)		(menit)	
0	-			
30	0.0056	0.89	15	-
60	0.0122	0.76	30	0.11488
90	0.0282	0.45	45	-
120	0.0391	0.24	60	0.26976
150	0.0420	0.19	75	-
180	0.0469	0.09	90	1.41779
210	0.0502	0.03	105	-
240	0.0509	0.01	120	1.68176
				2.39596
				-
				3.60705
				-4.3002

Sampel D-4 400oC				
Waktu	Losses of Coke	C/Co	waktu rata-rata	Ln C/Co
(menit)	(gram)		(menit)	
0	-			
30	0.0074	0.84	15	-0.1775
60	0.0163	0.64	30	-
90	0.0281	0.38	45	0.44354
120	0.0310	0.32	60	-
150	0.0364	0.20	75	0.96124
180	0.0392	0.14	90	-
210	0.0416	0.09	105	1.14356
240	0.0419	0.08	120	-
270	0.0435	0.04	135	1.60944
				-
				1.97716
				-
				2.45674
				-
				2.53678
				-
				3.12457

Sampel D-4 450oC				
------------------	--	--	--	--

Waktu	Losses of Coke	C/Co	waktu rata-rata	Ln C/Co
(menit)	(gram)		(menit)	
0	-			
30	0.0083	0.84	15	0.17281
60	0.0300	0.43	30	0.85241
90	0.0392	0.25	45	1.38438
120	0.0434	0.17	60	1.77095
150	0.0485	0.07	75	-2.622
180	0.0500	0.04	90	3.12409
210	0.0505	0.03	105	3.36921
240	0.0510	0.02	120	3.69463
270	0.0513	0.02	135	-3.957

Sampel D-5 400oC				
Waktu	Losses of Coke	C/Co	waktu rata-rata	Ln C/Co
(menit)	(gram)		(menit)	
0	-			
30	0.0048	0.86	15	0.15219
60	0.0135	0.60	30	0.50594
90	0.0172	0.49	45	0.70498
120	0.0232	0.32	60	1.14681
150	0.0248	0.27	75	1.30716
180	0.0278	0.18	90	1.70181
210	0.0314	0.08	105	2.57085
240	0.0325	0.04	120	-3.1209
270	0.0329	0.03	135	-

				3.43105
				-
300	0.0333	0.02	150	3.88304

Sampel D-5 450oC				
Waktu	Losses of Coke	C/Co	waktu rata-rata	Ln C/Co
(menit)	(gram)		(menit)	
0	-			
30	0.0086	0.81	15	0.21105
60	0.0213	0.53	30	0.63722
90	0.0292	0.35	45	1.03851
120	0.0355	0.21	60	1.53897
150	0.0396	0.12	75	2.08833
180	0.0409	0.10	90	2.35248
210	0.0425	0.06	105	2.81785
240	0.0432	0.04	120	3.11795
270	0.0436	0.04	135	3.34109
300	0.044	0.03	150	3.62878

LAMPIRAN C

DATA GC-MS

Unknown Spectrum: Apex
 Integration Events: Chemstation Integrator - JSW.E

Pk#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CAS#
1	4.26	43.68	C:\Database\Willey and Nist.L 1(2H)-PENTALENONE, HEXAHYDRO-4-MET HYL-5-METHYLENE-, (3A.ALPHA.,4.BET A.,6A.ALPHA.)- \$ (3A.ALPHA.,4.BETA .,6A.ALPHA.)-HEXAHYDRO-4-METHYL-5- METHYLENE-1(2H)-PENTALENONE ACETONE \$ PROPAN-2-ONE \$ ACETON 2-PROPANONE \$ ACETONE \$ PROPAN-2-O NE \$ (CH3)2CO \$.BETA.-KETOPROPANE \$ 2-PROPANON \$ ACETON (GERMAN, DU TCH, POLISH) \$ ACETON [GERMAN, DUT CH, POLISH] \$ ACETONE (2-PROPANONE) \$ ACETONE (NATURAL) \$ ACETONE (N F) \$ ACETONE (TN) \$ ACETONE OIL \$ ACETONE [UN1090]	20899 46-8 64	079390-
				17754	999017- 75-6 64
				17719	000067- 64-1 59
2	5.22	0.20	C:\Database\wiley7n.1 1-Butanol (CAS) \$\$ n-Butanol \$\$ CC S 203 \$\$ n-Butyl alcohol \$\$ Hemost yp \$\$ n-Butan-1-ol \$\$ Butyl alcoho l \$\$ Butanol \$\$ Butyl hydroxide \$\$ Methylolpropane \$\$ Propyl carbinol 1 1 \$\$ Propyl carbinol \$\$ 1-Butyl alcohol \$\$ Butanol (French \$\$ Prop ylcarbinol \$\$ 1-B 1-Butanol 1-Butanol	2048 36-3 91	000071-
				2055	000071- 36-3 91
				2059	000071- 36-3 91
3	7.14	0.70	C:\Database\Willey and Nist.L 2-HYDROXY-2-METHYL-4-PENTANONE (DI ACETONE) \$ 4-HYDROXY-4-METHYL-2-PE NTANONE 2-PENTANONE, 4-HYDROXY-4-METHYL- \$ (CH3)2C(OH)CH2C(O)CH3 \$ 2-HYDROXY -2-METHYL-4-PENTANONE \$ 2-HYDROXY- 2-METHYL-4-PENTANONE (DIACETONE) \$ 2-METHYL-2-PENTANOL-4-ONE \$ 2-MET	19162 42-2 72	000123-
				19101	000123- 42-2 64

			HYL-3-PENTANOL-4-ONE \$ 2-PENTANON, 4-HYDROXY-4-METHYL- \$ 2-PENTANONE , 4-HYDROXY-4-MET 2-Pentanone, 4-hydroxy-4-methyl- \$	32856 000123- 42-2 53
			Acetonyldimethylcarbinol \$ Diacet one alcohol \$ Diketone alcohol \$ T yranton \$ 4-Hydroxy-4-methylpentan -2-one \$ 4-Hydroxy-4-methylpentano ne \$ (CH ₃) ₂ C(OH)CH ₂ C(O)CH ₃ \$ 4-Hyd roxy-4-methyl-2-pentanone \$ 2-Meth yl-2-pentanol-4-o	
4	12.84	0.17	C:\Database\wiley7n.1 tetradecene \$\$ 4-Tetradecene, (E)- 1-Tetradecene 1-Tetradecene (CAS) \$\$ n-Tetradec- 1-ene \$\$.alpha.-Tetradecene \$\$ 1- Butadecene \$\$ Dialene 14	110369 041446- 78-0 98 110300 001120- 36-1 98 110297 001120- 36-1 98
5	12.90	0.11	C:\Database\wiley7n.1 Tetradecane Tetradecane \$\$ n-Tetradecane \$\$ Is otetradecane Tetradecane (CAS) \$\$ n-Tetradecane \$\$ Isotetradecane	113289 000629- 59-4 98 113291 000629- 59-4 98 113293 000629- 59-4 98
6	13.70	0.50	C:\Database\wiley7n.1 1-Pentadecene 1-Heptadecene \$\$ Hexahydroaplotaxe ne 1-Pentadecene	131044 013360- 61-7 99 171774 006765- 39-5 99 131047 013360- 61-7 98
7	13.75	0.87	C:\Database\wiley7n.1 pentadecane pentadecane Pentadecane	134048 000629- 62-9 97 134045 000629- 62-9 97 134009 000629- 62-9 97
8	14.31	0.26	C:\Database\Willey and Nist.L n-Nonylcyclohexane \$ Nonylcyclohex ane \$ Cyclohexane, nonyl- CYCLOHEXANE, 1-PROPENYL- \$ (1E)-1- PROPENYLCYCLOHEXANE # \$ (1E)-1-PRO PENYLCYCLOHEXANE \$ (1E)-1-PROPENYL CYCLOHEXANE (COMPUTER-GENERATED NA	140288 002883- 02-5 76 53364 005364- 83-0 68

			ME) \$ 1-CYCLOHEXYL-1-PROPENE \$ 1-PROPENE, 1-CYCLOHEXYL- \$ CYCLOHEXANE, (1-PROPENYL)- \$ CYCLOHEXANE, PROPENYL- \$ PROPENE		
			n-Nonylcyclohexane \$ Nonylcyclohexane \$ Cyclohexane, nonyl-	140293	002883-02-5 68
9	14.40	0.35	C:\Database\wiley7n.1 1,15-Hexadecadiene	148940	021964-51-2 96
			1,12-Tridecadiene	87389	021964-48-7 93
			9-Eicosyne	223993	071899-38-2 90
10	14.46	0.25	C:\Database\wiley7n.1 Cyclotetradecane	110365	000295-17-0 93
			Cyclohexadecane	152028	000295-65-8 90
			3-Hexadecene, (Z)-	152008	034303-81-6 87
11	14.51	0.34	C:\Database\wiley7n.1 1-Heptadecene \$\$ Hexahydroaplotaxene	171774	006765-39-5 99
			Z-8-Hexadecene	152029	000000-00-0 98
			1-Hexadecene \$\$.alpha.-Hexadecene	152000	000629-73-2 98
			\$\$ n-Hexadec-1-ene \$\$ Cetene \$\$ 1-Cetene \$\$ Hexadecylene-1		
12	14.56	0.32	C:\Database\wiley7n.1 Hexadecane (CAS) \$\$ n-Hexadecane \$	154916	000544-76-3 98
			\$ Cetane \$\$ n-Cetane \$\$ Isohexadecane \$\$ HEXADECANE		
			Hexadecane	154904	000544-76-3 98
			Hexadecane (CAS) \$\$ n-Hexadecane \$	154915	000544-76-3 97
			\$ Cetane \$\$ n-Cetane \$\$ Isohexadecane \$\$ HEXADECANE		
13	15.20	1.27	C:\Database\wiley7n.1 8-Heptadecene	171788	054290-12-9 99
			5-Octadecene, (E)-	190571	007206-21-5 98
			1-Pentadecene	131047	013360-61-7 98
14	15.28	0.36	C:\Database\wiley7n.1 E-14-Hexadecenal	171678	000000-00-0 99

			1-Heptadecene \$\$ Hexahydroaplotaxene	171774	006765-39-5	98
			1-Heptadecene (CAS) \$\$ Hexahydroaplotaxene	171778	006765-39-5	96
15	15.33	0.83	C:\Database\wiley7n.1			
			Heptadecane \$\$ n-Heptadecane	174546	000629-78-7	98
			rmal-heptadecane			
			Heptadecane	174551	000629-78-7	96
			Tetradecane (CAS) \$\$ n-Tetradecane	113288	000629-59-4	95
			\$\$ Isotetradecane			
16	15.53	0.64	C:\Database\wiley7n.1			
			Tridecanoic acid, 12-methyl-, methyl ester (CAS) \$\$ Methyl 12-methyltridecanoate	176789	005129-58-8	97
			Tridecanoic acid, 12-methyl-, methyl ester \$\$ Methyl isomyristate	176788	005129-58-8	97
			Tetradecanoic acid, methyl ester (CAS) \$\$ Methyl myristate	176765	000124-10-7	97
			ecanoate \$\$ Myristic acid methyl ester			
			ster \$\$ Uniphat A50			
			2495 \$\$ Myristic acid, methyl ester			
			er \$\$ Tetradecanoic acid methyl ester			
			ter \$\$ MYRISTIC A			
17	15.61	0.36	C:\Database\Willey and Nist.L			
			5-(2-THIENYL)PENTANOIC ACID \$ 2-THIOPHENEPENTANOIC ACID	183987	021010-06-0	50
			2-Thiopheneacetic acid, isopropyl ester \$ Isopropyl 2-thienylacetate #	185134	068100-13-0	49
			2-FURANACETIC ACID, .ALPHA.-HYDROXY- \$ 2-FURYL(HYDROXY)ACETIC ACID #	183604	019377-73-2	47
			\$ 2-FURANACETIC ACID, ALPHA-HYDROXY- \$ 2-FURANGLYCOLIC ACID \$ 2-FURYL(HYDROXY)ACETIC ACID \$ 2-FURYL(HYDROXY)ACETIC ACID (COMPUTER-GENERATED NAME) \$ 2-FURYLGLYCOLIC ACID \$ ALPHA-HYDROXYFU			
18	15.93	0.72	C:\Database\wiley7n.1			
			3-Octadecene, (E)-	190570	007206-19-1	91
			11-Tricosene	273777	052078-56-5	87

			Cyclotetradecane	110364 000295-17-0 86
19	16.05	0.42	C:\Database\wiley7n.1 Octadecane (CAS) \$\$ n-Octadecane \$	193187 000593-45-3 96
			\$ Octadecan Octadecane	193178 000593-45-3 96
			Heptadecane	174551 000629-78-7 95
20	16.66	0.51	C:\Database\wiley7n.1 Cyclotetracosane	287054 000297-03-0 97
			Cyclotetradecane	110364 000295-17-0 81
			Phosphonic acid, dioctadecyl ester	380758 019047-85-9 70
			\$\$ Di(n-octadecyl) phosphite \$\$ D ioctadecyl phosphite \$\$ Dioctadecyl l phosphonate \$\$ Distearyl phosphi te \$\$ Phosphorous acid, dioctadecyl l ester \$\$ di-Normal-octadecyl pho sphite	
21	16.82	2.60	C:\Database\wiley7n.1 2-Heptadecanone	193084 002922-51-2 96
			2-Heptadecanone (CAS) \$\$ 2-HEPTADE	193087 002922-51-2 96
			CANON 2-Heptadecanone	193085 002922-51-2 95
22	16.97	12.40	C:\Database\wiley7n.1 Hexadecanoic acid, methyl ester (C	213911 000112-39-0 99
			AS) \$\$ Methyl palmitate \$\$ Methyl hexadecanoate \$\$ Methyl n-hexadeca noate \$\$ Uniphath A60 \$\$ Metholene 2216 \$\$ Palmitic acid methyl ester \$\$ Palmitic acid, methyl ester \$\$ n-Hexadecanoic acid methyl ester \$\$ PALMITIC ACID-	
			Hexadecanoic acid, methyl ester \$\$	213890 000112-39-0 98
			Palmitic acid, methyl ester \$\$ n- Hexadecanoic acid methyl ester \$\$ Metholene 2216 \$\$ Methyl hexadecan oate \$\$ Methyl n-hexadecanoate \$\$ Methyl palmitate \$\$ Uniphath A60	
			Hexadecanoic acid, methyl ester (C	213888 000112-39-0 97
			AS) \$\$ Methyl palmitate \$\$ Methyl hexadecanoate \$\$ Methyl n-hexadeca noate \$\$ Uniphath A60 \$\$ Metholene 2216 \$\$ Palmitic acid methyl ester \$\$ Palmitic acid, methyl ester \$\$	

			n-Hexadecanoic acid methyl ester \$\$ PALMITIC ACID-		
23	17.18	0.42	C:\Database\wiley7n.1 n-Hexadecanoic acid	195432	000057-10-3 93
			Octadecanoic acid (CAS) \$\$ Stearic acid \$\$ n-Octadecanoic acid \$\$ PD 185 \$\$ NAA 173 \$\$ Vanicol \$\$ Kam 3000 \$\$ Kam 1000 \$\$ Kam 2000 \$\$ Neo-Fat 18 \$\$ Steric acid \$\$ Hystrene 80 \$\$ Industrene R \$\$ Stearex Beads \$\$ Hystrene S-97 \$\$ Neo-Fat 18-53 \$\$ Neo-Fat 18	231328	000057-11-4 93
			Hexadecanoic acid (CAS) \$\$ Palmitic acid \$\$ Palmitinic acid \$\$ n-Hexadecanoic acid \$\$ n-Hexadecanoic acid \$\$ Pentadecanecarboxylic acid \$\$ 1-Pentadecanecarboxylic acid \$\$ Prifrac 2960 \$\$ Coconut oil fatty acids \$\$ Cetylic acid \$\$ Emersol 140 \$\$ Emersol 143	195440	000057-10-3 91
24	17.26	0.48	C:\Database\Willey and Nist.L SALVIALANE	179412	000000-00-0 53
			Oxirane, hexadecyl- \$ 1,2-Epoxyoctadecane \$ 2-Hexadecyloxirane # 9-EICOSYNE \$ 9-ICOSYNE # \$ 9-ICOSYNE	137155	007390-81-0 48
			NE	133405	071899-38-2 47
25	17.36	0.50	C:\Database\wiley7n.1 Cyclohexadecane	152028	000295-65-8 90
			Trifluoroacetoxy hexadecane	288104	000000-00-0 60
			bicyclo[2.2.1]hept-2'-en-7'-ylidene)acetic acid \$\$ Acetic acid, bicyclo[2.2.1]hept-2-en-7-ylidene- (CAS)	46338	126395-65-1 59
26	17.47	0.97	C:\Database\wiley7n.1 3-Octadecanone	211399	018261-92-2 94
			Octadecan-4-one	211431	000000-00-0 91
			ETHYLPENTADECYLBKETONE	211411	000000-00-0 91
27	17.99	0.62	C:\Database\Willey and Nist.L 14-.BETA.-H-PREGNA \$ 14-.BETA.-PREGNA \$ 14B-PREGNANE	68833	000000-00-0 89

			Hexadecane, 1,1'-oxybis-	\$ Hexadec	75150	004113-
			yl ether	\$ Dihexadecyl ether \$ 1-(12-6 64
			Hexadecyloxy)hexadecane #			
			Cyclopentane, (4-octyldodecyl)-	\$	39698	005638-
						09-5 55
			Heptadecane, 9-(3-cyclopentylpropy			
			l)-	\$ 1-Cyclopentyl-4-n-octyldodec		
			ane	\$ (4-Octyldodecyl)cyclopentane		
			#			
28	18.09	2.36	C:\Database\wiley7n.1			
			Z,E-2,13-Octadecadien-1-ol		208808	000000-
						00-0 95
			Oleyl Alcohol		211405	000143-
						28-2 74
			Z-8-Hexadecen-1-ol acetate		228751	000000-
						00-0 47
29	18.23	13.61	C:\Database\wiley7n.1			
			9-Octadecenoic acid, methyl ester		245474	002462-
						84-2 99
			(CAS) \$\$ METHYL OCTADEC-9-ENOATE \$			
			\$ Methyl 9-octadecenoate \$\$ METHYL			
			OLEATE			
			8-Octadecenoic acid, methyl ester		245463	002345-
						29-1 99
			8-Octadecenoic acid, methyl ester,		245465	026528-
						50-7 99
			(E)- (CAS) \$\$ TRANS-8-OCTADECENOI			
			C METHYL ESTER \$\$ Methyl trans-8-o			
			ctadecenoate			
30	18.35	2.49	C:\Database\wiley7n.1			
			Octadecanoic acid, methyl ester		247756	000112-
						61-8 99
			Octadecanoic acid, methyl ester (C		247763	000112-
						61-8 99
			AS) \$\$ Methyl stearate \$\$ Methyl o			
			ctadecanoate \$\$ Methyl n-octadecan			
			oate \$\$ Stearic acid methyl ester			
			\$\$ Kemester 9718 \$\$ Stearic acid,			
			methyl ester \$\$ n-Octadecanoic aci			
			d methyl ester \$\$ Methyl-octadecan			
			oate \$\$ Methyl es			
			Octadecanoic acid, methyl ester (C		247761	000112-
						61-8 98
			AS) \$\$ Methyl stearate \$\$ Methyl o			
			ctadecanoate \$\$ Methyl n-octadecan			
			oate \$\$ Stearic acid methyl ester			
			\$\$ Kemester 9718 \$\$ Stearic acid,			
			methyl ester \$\$ n-Octadecanoic aci			
			d methyl ester \$\$ Methyl-octadecan			
			oate \$\$ Methyl es			
31	18.48	0.82	C:\Database\wiley7n.1			
			9-Octadecenoic acid, (E)-	\$\$ trans	228773	000112-
						79-8 99
			-.delta.(sup 9)-Octadecenoic acid			

			\$\$ trans-.delta.9-Octadecenoic acid		
			d \$\$ trans-Octadec-9-enoic acid		
			trans-Oleic acid		
			\$\$ trans-9-Octadecenoic acid		
			\$\$ Elaidic acid		
			Octadec-9-enoic acid	228692	000000-00-0 98
			HEPTADECENE-(8)-CARBONIC ACID-(1)	228686	000000-00-0 97
32	18.79	2.06	C:\Database\wiley7n.1		
			Hexadecanoic acid, butyl ester	263358	000111-06-8 93
			Palmitic acid, butyl ester		
			\$\$ n-Butyl hexadecanoate		
			\$\$ n-Butyl palmitate		
			\$\$ Butyl palmitate		
			\$\$ Butyl ester of hexadecanoic acid		
			Hexadecanoic acid, 1,1-dimethylethyl ester	263399	031158-91-5 83
			Hexadecanoic acid, butyl ester (CAS)	263362	000111-06-8 43
			\$\$ n-Butyl palmitate		
			\$\$ Butyl palmitate		
			\$\$ n-Butyl hexadecanoate		
			\$\$ Palmitic acid, butyl ester		
			\$\$ Butyl ester of hexadecanoic acid		
			\$\$ Butyl hexadecanoate		
33	18.94	0.23	C:\Database\Willey and Nist.L		
			3-Octadecanone	73901	018261-92-2 47
			3-DECANONE \$ 3-DODECANONE \$ DODECANONE	66297	001534-27-6 43
			N-3-ONE \$ DODECANONE-(3) \$ EINECS		
			216-254-2 \$ ETHYL NONYL KETONE \$ NSC		
			158522		
			3-TRIDECANONE \$ TRIDECAN-3-ONE \$ A	66766	001534-26-5 43
			I3-38182 \$ EINECS		
			216-253-7 \$ NSC		
			158431		
34	19.31	0.37	C:\Database\wiley7n.1		
			5,6,8,9,10,11,12,13-Octahydro-4H,cyclo-octa[4,5]pyrrolo[3,2,1-ij]quinoline	172637	086340-37-6 90
			\$\$ 4H-Cycloocta[4,5]pyrrolo[3,2,1-ij]quinoline, 5,6,8,9,10,11,12,13-octahydro- (CAS)		
			1-Methoxy-10-methyl-9-acridone	172411	016584-58-0 83
			9(10H)-Acridinone, 1-methoxy-10-methyl- (CAS)		
			\$\$ 9-Acridanone, 1-methoxy-10-methyl-		
			2-(para-carboxyphenyl)benzoxazole	172327	020000-54-8 83
			\$\$ Benzoic acid, 4-(2-benzoxazolyl)- (CAS)		
			\$\$ Benzoic acid, p-2-benzoxazolyl- (CAS)		
35	19.44	0.22	C:\Database\wiley7n.1		

			7-Pentadecyne	128099 022089-89-0 91
			3-n-butyl-1-nitrocyclohexene \$\$ Cy	91065 112683-40-6 72
			clohexene, 3-butyl-1-nitro- (CAS)	
			12-Methyl-E,E-2,13-octadecadien-1-	226324 000000-00-0 53
			ol	
36	19.58	0.50	C:\Database\Willey and Nist.L	
			6-Pentadecanone	36511 001001-45-2 46
			5-OXODECANAL	22199 000000-00-0 42
			PHOSPHORIC ACID, TRIETHYL ESTER \$	188610 000078-40-0 35
			(C2H5O)3PO \$ AI3-00653 \$ BRN 17057	
			72 \$ CCRIS 4882 \$ EINECS 201-114-5	
			\$ ETHYL PHOSPHATE \$ ETHYL PHOSPHA	
			TE ((ETO)3PO) \$ ETHYL PHOSPHATE (V	
			AN) \$ ETHYL PHOSPHATE, TRI- \$ HSDB	
			2561 \$ NSC 2677 \$ O-PHOSPHORIC AC	
			ID TRIETHYL ESTER	
37	19.92	0.18	C:\Database\wiley7n.1	
			Eicosanoic acid, methyl ester	277449 001120-28-1 97
			Eicosanoic acid, methyl ester \$\$ M	277451 001120-28-1 97
			ethyl arachate \$\$ Methyl eicosanoa	
			te \$\$ Arachidic acid methyl ester	
			Eicosanoic acid, methyl ester	277458 001120-28-1 96
38	20.26	1.15	C:\Database\Willey8th.L	
			n-Propyl 9-octadecenoate	60515 999060-51-7 94
			9-Octadecenoic acid, methyl ester,	60013 001937-62-8 83
			(E)- \$\$ Elaidic acid, methyl este	
			r \$\$ Methyl elaidate \$\$ Methyl tra	
			ns-9-octadecenoate	
			n-Propyl 11-octadecenoate	60510 999060-51-2 74
39	20.36	0.44	C:\Database\wiley7n.1	
			Cyclotetracosane	287054 000297-03-0 99
			1-Nonadecene	208860 018435-45-5 96
			1-Nonadecene	208862 018435-45-5 92
40	20.44	0.62	C:\Database\Willey and Nist.L	
			OCTADECANE \$ AI3-06523 \$ CCRIS 681	68163 000593-45-3 60
			\$ EINECS 209-790-3 \$ N-OCTADECANE	
			\$ NSC 4201 \$ OCTADECAN	

7-TRIDECANONE \$ TRIDECAN-7-ONE \$ A 23868 000462-18-0 50

I3-11050 \$ BRN 1757672 \$ DI-N-HEXYL KETONE \$ DI-NORMAL-HEXYL KETONE \$ DIHEXADECYL KETONE \$ DIHEXYL KETONE \$ EINECS 207-324-3 \$ ENANTHONE \$ HEXYL KETONE \$ NSC 77941

7-TRIDECANONE \$ TRIDECAN-7-ONE \$ A 23898 000462-18-0 50

I3-11050 \$ BRN 1757672 \$ DI-N-HEXYL KETONE \$ DI-NORMAL-HEXYL KETONE \$ DIHEXADECYL KETONE \$ DIHEXYL KETONE \$ EINECS 207-324-3 \$ ENANTHONE \$ HEXYL KETONE \$ NSC 77941

41 20.59 0.30 C:\Database\Willey and Nist.L
 4-[(2,3-DICHLORO-BENZYLIDENE)-AMINO]N-(4-FLUORO-PHENYL)-BENZENESULFONAMIDE \$ 4-[[2,3-DICHLOROPHENYL METHYLIDENE]AMINO]-N-(4-FLUOROPHENYL)BENZENESULFONAMIDE 139493 999139-49-6 53

3-NITRO-1-[2-OXO-2-(1-PYRROLIDINYL)ETHYL]-1H-1,2,4-TRIAZOLE \$ ETHANONE, 2-(3-NITRO-1,2,4-TRIAZOL-1-YL)-1-(1-PYRROLIDINYL)-PHOSPHONOCHLORIDOUS ACID, (1-METHYLETHYL)-, 5-METHYL-2-(1-METHYLETHYL)CYCLOHEXYL ESTER \$ 2-ISOPROPYL-5-METHYLCYCLOHEXYL ISOPROPYLPHOSPHONOCHLORIDOITE # \$ 2-ISOPROPYL-5-METHYLCYCLOHEXYL ISOPROPYLPHOSPHONOCHLORIDOITE \$ PHOSPHANE, CHLOROISOPROPYL(MENTHOXY)- 55569 999055-57-1 43

138907 074630-89-0 30

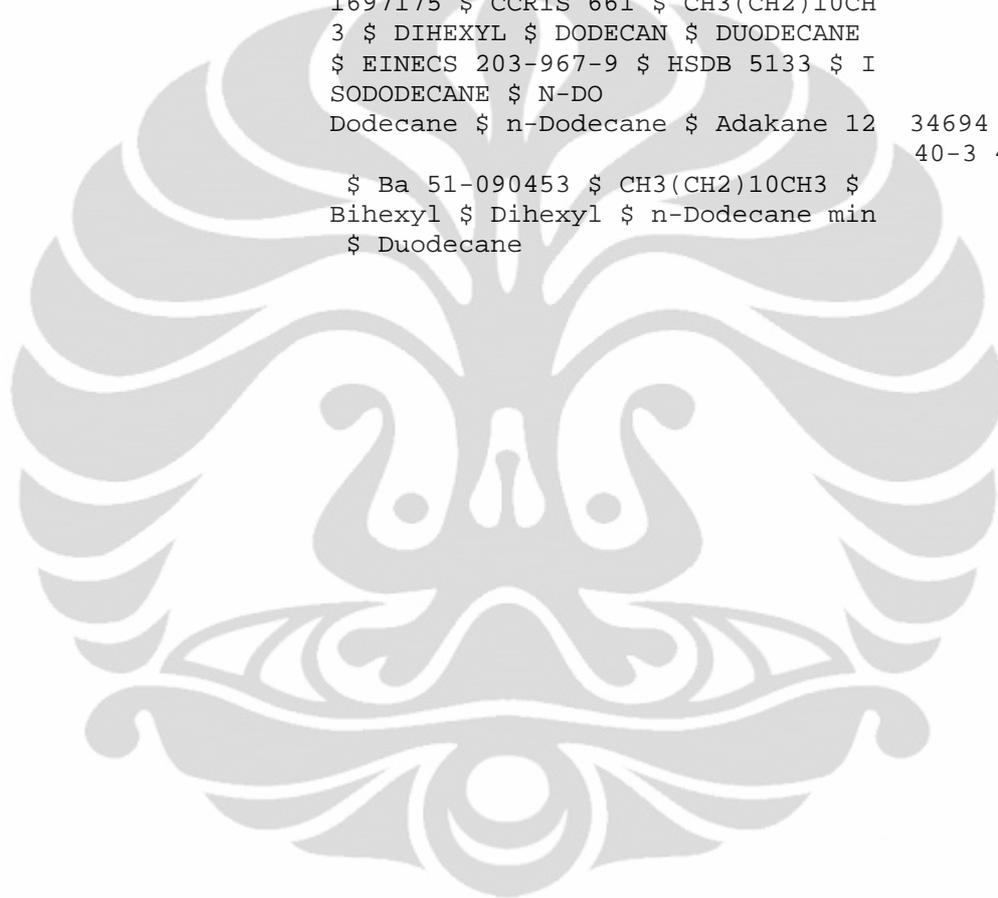
42 20.92 0.19 C:\Database\Willey and Nist.L
 9-OCTADECENOIC ACID (Z)- \$ OCTADEC-9-ENOIC ACID \$ (9E)-9-OCTADECENOIC ACID # \$ (9E)-9-OCTADECENOIC ACID (COMPUTER-GENERATED NAME) \$ (9Z)-9-OCTADECENOIC ACID \$ (9Z)-OCTADECENOIC ACID \$ (Z)-9-OCTADECANOIC ACID \$ (Z)-9-OCTADECENOIC ACID \$ (Z)-OCTADEC-9-ENOIC 11266 000112-80-1 78

cis-13-Docosenoyl chloride \$ (13Z)-13-Docosenoyl chloride # 60454 007459-29-2 70

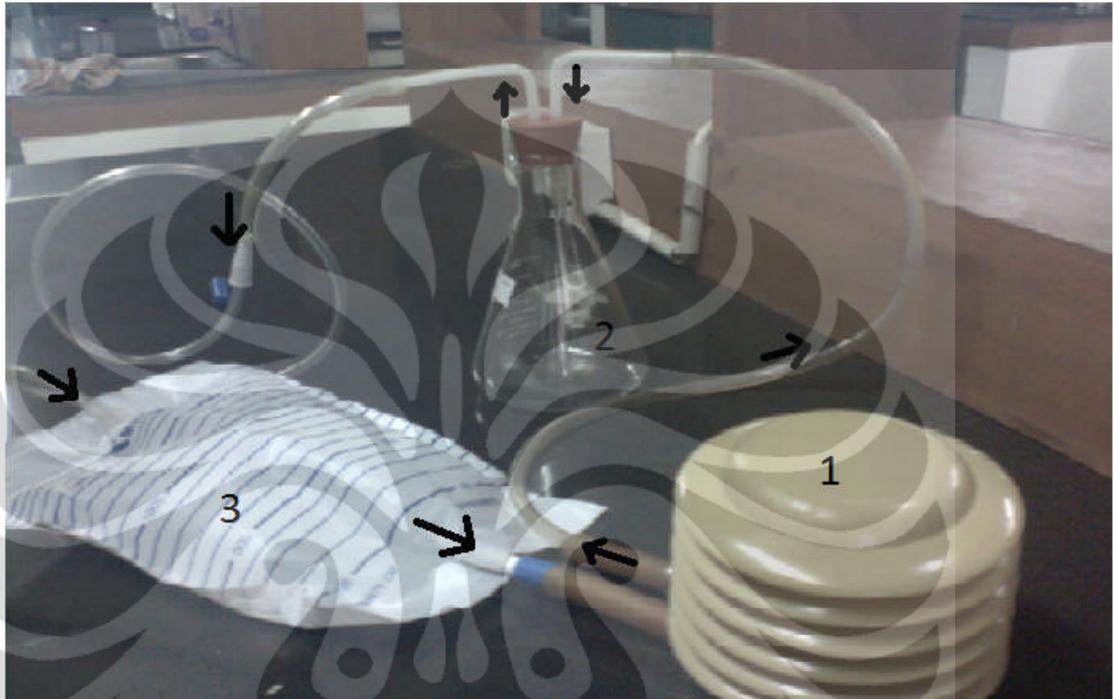
Oleic Acid \$ 9-Octadecenoic acid (Z)- \$.delta.(Sup9)-cis-Oleic acid \$ cis-.delta.(Sup9)-Octadecenoic acid \$ cis-Oleic Acid \$ cis-9-Octadecenoic Acid \$ Emersol 211 \$ Emersol 220 White Oleic Acid \$ Emersol 221 Low Titer White Oleic Acid \$ Oelsauere \$ Olein 60032 000112-80-1 66

43	21.44	0.42	C:\Database\Willey and Nist.L		
			Silane, trichlorooctadecyl-	\$ Octa	74862 000112-04-9 60
			decyltrichlorosilane	\$ Silane, octadecyltrichloro-	
			cylsilane	\$ UN 1800 \$ CO9750	
			1-Trifluorosilyltridecane		37626 999037-62-8 35
			NONADECANE	\$ AI3-36122 \$ EINECS 21	68443 000629-92-5 35
			1-116-8	\$ N-NONADECANE \$ NSC 77136	
44	22.25	0.21	C:\Database\Willey and Nist.L		
			cis-9-Tetradecen-1-ol	\$ 9-Tetradec	59447 035153-15-2 89
			en-1-ol, (Z)-	\$ (Z)-9-Tetradecen-1-ol \$ Z-9-Tetradecen-1-ol \$ (9Z)-9-Tetradecen-1-ol #	
			Z,E-3,13-Octadecadien-1-ol		59886 999059-88-8 87
			1-Cyclohexylnonene	\$ (1E)-1-Noneny	59381 114614-84-5 86
			lcyclohexane #		
45	22.35	2.28	C:\Database\wiley7n.1		
			Bis(2-ethylhexyl) phthalate	\$\$ 1,2	326908 000117-81-7 91
			-Benzenedicarboxylic acid, bis(2-ethylhexyl) ester	\$\$ Phthalic acid, bis(2-ethylhexyl) ester	\$\$ Bis(2-ethylhexyl) 1,2-benzenedicarboxylate
			te	\$\$ Bisoflex 81	\$\$ Compound 889
			\$\$ Di(ethylhexyl) phthalate	\$\$ Di(2-ethylhexyl) pht	
			Bis(2-ethylhexyl) phthalate		326909 000117-81-7 90
			1,2-Benzenedicarboxylic acid, 3-nitro-	(CAS) \$\$ 3-Nitrophthalic acid	131213 000603-11-2 87
			tro-	\$\$ Phthalic acid, 3-nitro-	\$\$ m-Nitrophthalic acid
46	22.60	0.40	C:\Database\Willey and Nist.L		
			UNDECANE	\$ AI3-21126 \$ BRN 1697099	65514 001120-21-4 53
			\$ CCRIS 3796	\$ EINECS 214-300-6	\$ HENDECANE \$ HSDB 5791 \$ N-C11H24
			\$ N-UNDECANE	\$ NSC 66159 \$ UN 2330	\$ UNDECAN \$ UNDECANE [UN2330] [FLAMMABLE LIQUID]
			DECANE, 2-METHYL-	\$ 2-METHYLDECANE	21360 006975-98-0 49
			\$ 2-METHYL-DECANE	\$ DECANE, 2-METHYL- (8CI)(9CI)	\$ EINECS 230-236-1
			\$ N-C8H17CH(CH3)2	\$ NSC 20567	
			Hexadecanal, 2-methyl-	\$ 2-Formylh	79221 055019-46-0 46
			exadecane	\$ 2-Methylhexadecanal #	

47 23.98 0.29 C:\Database\Willey and Nist.L
 Dodecane \$ n-Dodecane \$ Adakane 12 72420 000112-
 40-3 55
 \$ Ba 51-090453 \$ CH₃(CH₂)₁₀CH₃ \$
 Bihexyl \$ Dihexyl \$ n-Dodecane min
 \$ Duodecane
 DODECANE \$ ACETIC ACID 3-HYDROXY-7 22267 000112-
 40-3 49
 -ISOPROPENYL-1,4A-DIMETHYL-2,3,4,4
 A,5,6,7,8-OCTAHYDRO-NAP \$ ADAKANE
 12 \$ BA 51-090453 \$ BIHEXYL \$ BRN
 1697175 \$ CCRIS 661 \$ CH₃(CH₂)₁₀CH
 3 \$ DIHEXYL \$ DODECAN \$ DUODECANE
 \$ EINECS 203-967-9 \$ HSDB 5133 \$ I
 SODODECANE \$ N-DO
 Dodecane \$ n-Dodecane \$ Adakane 12 34694 000112-
 40-3 49
 \$ Ba 51-090453 \$ CH₃(CH₂)₁₀CH₃ \$
 Bihexyl \$ Dihexyl \$ n-Dodecane min
 \$ Duodecane



LAMPIRAN D
SKEMATIK PROSES *BUBBLING*



Keterangan :

1. Pompa udara/kompresor untuk mengalirkan fluida gas. Terdapat aliran masuk dan aliran keluar.
2. Tabung Erlenmeyer merupakan tempat untuk proses bubbling. Didalam Erlenmeyer berupa larutan HCl dan indicator PP
3. Urine bag merupakan tempat menampung gas amonia dari reactor.