



**PENGARUH GARAM PREKURSOR TERHADAP
AKTIVITAS KATALIS $\text{CuO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ YANG DIGUNAKAN
DALAM REAKSI HIDROGENASI MINYAK JARAK**

SKRIPSI

**ARIYANI RAIDAH
0806332830**



**UNIVERSITAS INDONESIA
FAKULTAS TEKNIK
PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA
DEPOK
JUNI 2012**

**PENGARUH GARAM PREKURSOR TERHADAP
AKTIVITAS KATALIS $\text{CuO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ YANG DIGUNAKAN
DALAM REAKSI HIDROGENASI MINYAK JARAK**

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana



**ARIYANI RAIDAH
0806332830**

**UNIVERSITAS INDONESIA
FAKULTAS TEKNIK
PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA
DEPOK
JUNI 2012**

LEMBAR PERNYATAAN ORISINALITAS

Penulis menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya tulis ilmiah skripsi dengan judul :

Pengaruh Garam Prekursor Terhadap Aktivitas Katalis $\text{CuO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ Yang Digunakan Dalam Reaksi Hidrogenasi Minyak Jarak

disusun untuk memenuhi sebagian persyaratan akademis untuk dapat lulus mata kuliah spesial skripsi di Departemen Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Indonesia bukanlah merupakan tiruan ataupun duplikasi dari skripsi yang sudah dipublikasikan dan atau pernah dipakai untuk mendapatkan gelar kesarjanaan di lingkungan Universitas Indonesia maupun Perguruan Tinggi atau instansi manapun, kecuali bagian yang sumber informasinya dicantumkan sebagaimana mestinya.

Depok, 21 Juni 2012



Ariyani Raidah
NPM. 0806332830

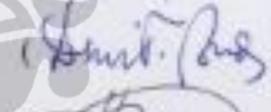
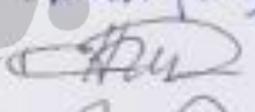
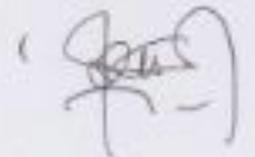
HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh

Nama : Ariyani Raidah
NPM : 0806332830
Program Studi : Teknik Kimia
Judul Disertasi : Pengaruh Garam Prekursor Terhadap Aktivitas Katalis $\text{CuO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ Yang Digunakan Dalam Reaksi Hidrogenasi Minyak Jarak

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 : Dr. Ir. Sukirno, M.Eng ()
Penguji 1 : Ir. Dewi Trisnantini, MT., PhD ()
Penguji 2 : Bambang Heru S., ST., MT ()
Penguji 3 : Rita Arbianti, ST., MSi ()

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : 21 Juni 2012

KATA PENGANTAR

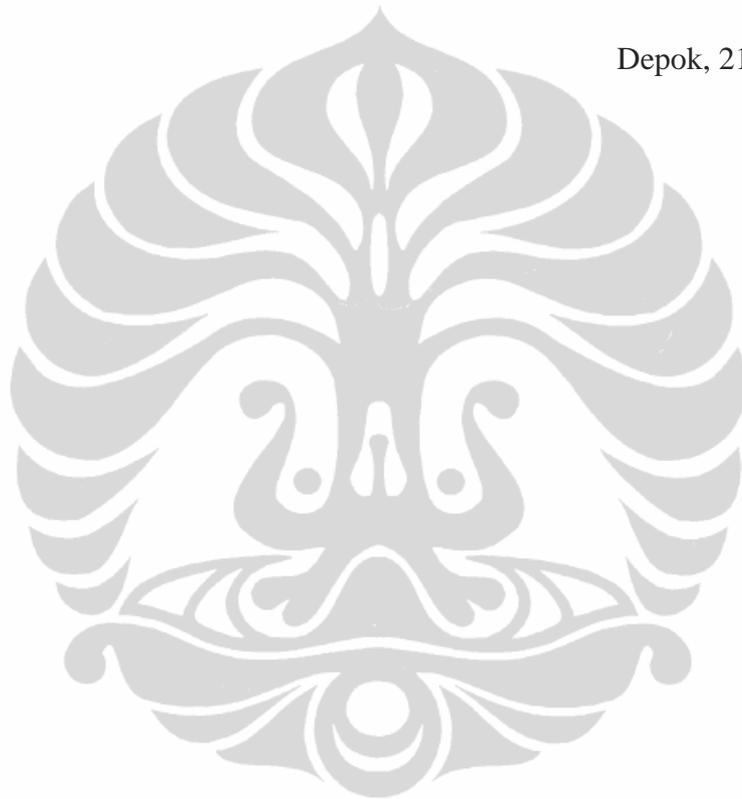
Puji dan syukur saya panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa, karena atas rahmat dan karunia-Nya, saya dapat membuat makalah skripsi ini hingga selesai. Adapun penulisan makalah skripsi ini dilakukan untuk memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Teknik Program Studi Teknik Kimia pada Fakultas Teknik Universitas Indonesia. Dalam pembuatan makalah skripsi ini, saya menyadari terdapat banyak pihak yang turut membantu saya. Untuk itu, saya mengucapkan terima kasih kepada pihak-pihak tersebut, diantaranya:

1. Dr. Ir. Sukirno M.Eng selaku dosen pembimbing yang telah menyediakan waktu, tenaga, dan pikiran untuk mengarahkan saya dalam penyusunan makalah skripsi ini;
2. Prof Dr. Ir Setijo Bismo DEA, selaku dosen pembimbing akademik yang telah menyediakan waktu dan membantu kehidupan akademik perkuliahan selama ini;
3. Orang tua dan keluarga saya yang telah memberikan bantuan dukungan moral dan material;
4. Seluruh dosen Departemen Teknik Kimia UI yang telah mengajar dan memberi saya wawasan sebagai mahasiswa teknik kimia;
5. Rizky Dirga yang selalu memberi perhatian, dukungan dan semangat, serta bantuannya dalam memberikan penjelasan, informasi dan berbagi pengalaman;
6. Rendi Akbar Hasibuan, Agastya Sesarianda, Femmy Karima Yanuarta, Glifanny Ramadhani, Mondya Purna Septa Ningwulan, Sara Mutiara, Sari Pratiwi, Elvina Fitriasia, Diana Augusta Khairunnisa, dan Arief Frianda R atas bantuan, dukungan, dan semangat baik secara moral maupun material selama proses penyelesaian makalah skripsi ini.
7. Rekan-rekan teknik kimia 2008 yang tidak bisa saya sebutkan satu-persatu yang telah banyak membantu saya dalam menyelesaikan makalah skripsi ini:
8. Hendri, Fikri, Andre, dan Ray sebagai teman seperjuangan, serta kepada teman-teman lain yang tidak dapat disebutkan satu-persatu.

Penulis menyadari bahwa dalam makalah skripsi ini masih terdapat banyak kekurangan. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun sehingga dapat menyempurnakan skripsi ini dan melaksanakan perbaikan di masa yang akan datang. Akhir kata, saya berharap semoga Tuhan Yang Maha Esa berkenan membalas segala kebaikan semua pihak yang telah membantu. Dan semoga makalah skripsi ini membawa manfaat bagi pengembangan ilmu pengetahuan kedepannya.

Depok, 21 Juni 2012

Penulis



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

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

Nama : Ariyani Raidah
NPM : 0806332830
Program Studi : Teknik Kimia
Departemen : Teknik Kimia
Fakultas : Teknik
Jenis Karya : Skripsi

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

“Pengaruh Garam Prekursor Terhadap Aktivitas Katalis $\text{CuO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ Yang Digunakan Dalam Reaksi Hidrogenasi Minyak Jarak”

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 memublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada tanggal : 21 Juni 2012

Yang menyatakan



(Ariyani Raidah)

ABSTRAK

Nama : Ariyani Raidah
Program Studi : Teknik Kimia
Judul : Pengaruh Garam Prekursor terhadap Aktivitas Katalis CuO/ γ -Al₂O₃ Yang Digunakan dalam Reaksi Hidrogenasi Minyak Jarak

Reaksi hidrogenasi minyak jarak tidak akan berjalan dengan baik tanpa adanya katalis, yang dipengaruhi oleh larutan garam prekursor pembentuk inti aktifnya. Pada penelitian ini dilakukan preparasi katalis CuO/ γ -Al₂O₃ dengan memvariasikan larutan garam prekursor dan *loading* katalis untuk mengetahui dampaknya terhadap aktivitas katalis pada reaksi hidrogenasi minyak jarak. Garam prekursor yang digunakan adalah tembaga nitrat, tembaga asetat dan tembaga klorida. Preparasi katalis menggunakan metode impregnasi dan hasilnya dikarakterisasi dengan metode BET dan XRD. Aktivitas katalis pada reaksi hidrogenasi minyak jarak diketahui melalui pengukuran penurunan bilangan iod dari minyak jarak tersebut. Katalis yang memberikan aktivitas paling baik diantara tiga prekursor adalah katalis CuO/ γ -Al₂O₃ dengan prekursor tembaga klorida *loading* 10%.

Kata kunci: minyak jarak, preparasi katalis, karakterisasi, aktivitas

ABSTRACT

Name : Ariyani Raidah

Study Program : Teknik Kimia

Title : The Influence of Salt Precursor to Catalyst Activity of CuO/ γ - Al_2O_3 Used in Castor Oil Hydrogenation

The castor oil hydrogenation reaction will not go well without the presence of catalyst, which is influenced by the precursor salt solution that formed its active core. The purpose of this research is to discover the impact of varying the precursor salt solution and catalyst loading to catalyst activity of castor oil hydrogenation. The variation of the precursor salt are copper nitrate, copper acetate and copper chloride. The catalysts were prepared with impregnation method, and the results were characterized by BET and XRD method. Catalysts activities of castor oil hydrogenation were determined through the measurement of castor oil iodine value reduction. Catalyst that shows the best activity among three precursors is CuO/ γ - Al_2O_3 from copper chloride precursor with 10% loading.

Key words: castor oil, catalyst preparation, characterization, activity.

DAFTAR ISI

HALAMAN SAMPUL	i
HALAMAN JUDUL.....	ii
LEMBAR PERNYATAAN ORISINALITAS	iii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iv
KATA PENGATAR	v
HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI.....	vii
ABSTRAK	viii
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR TABEL.....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiv
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Batasan Masalah.....	3
1.5 Sistematika Penulisan	3
<u>BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA.....</u>	<u>5</u>
2.1 Minyak Jarak	5
2.2 Hidrogenasi	6
2.3 Katalis Heterogen.....	7
2.4 Katalis Logam Berpenyangga	9
2.5 Komponen Penyusun Katalis	13
2.5.1 Cu sebagai Inti Aktif	13
2.5.2 Al ₂ O ₃ sebagai Penyangga.....	13
2.6 Preparasi Katalis.....	15
2.6.1 Presipitasi	14
2.6.2 Adsorpsi	15
2.6.3 Pertukaran Ion	15
2.6.4 Impregnasi.....	16
2.6.4.1 Pengeringan.....	18

2.6.4.2 Kalsinasi.....	19
2.7 Metode Karakterisasi Katalis	20
2.7.1 Analisis Luas Permukaan dengan BET	20
2.7.2 Analisis Struktur Kristal Katalis dengan XRD	22
2.8 Uji Aktivitas Katalis.....	24
<u>BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN.....</u>	26
3.1 Diagram Alir Penelitian	26
3.2 Alat dan Bahan.....	27
3.2.1 Alat.....	27
3.2.2 Bahan	27
3.3 Prosedur Penelitian.....	27
3.3.1 Preparasi Katalis.....	27
3.3.2 Karakterisasi Katalis	27
3.3.2.1 Karakterisasi BET (Breuner Emmet Teller)	28
3.3.2.2 Karakterisasi XRD (<i>X-Ray Diffraction</i>).....	29
3.3.3 Uji Aktivitas Katalis.....	29
3.3.3.1 Analisa Bilangan Iodin.....	31
3.3.3.1.1 Pembuatan Latrium Natrium Sulfat	31
3.3.3.1.2 Analisis.....	31
<u>BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN.....</u>	32
4.1 Hasil Karakterisasi Katalis.....	32
4.1.1 Karakterisasi BET	32
4.1.2 Karakterisasi <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	33
4.2 Uji Aktivitas Katalis.....	37
<u>BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN.....</u>	40
5.1 Kesimpulan	40
5.2 Saran.....	40
DAFTAR PUSTAKA.....	41

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Absorpsi Hidrogen ke Permukaan Katalis	6
Gambar 2.2 Transfer Atom Hidrogen dari Permukaan Katalis	7
Gambar 2.3 Mekanisme reaksi hidrogenasi	7
Gambar 2.4 Hubungan Jumlah Gas Teradsorpsi terhadap Temperatur	8
Gambar 2.5 Dua Lapisan Pertama pada Struktur γ -Al ₂ O ₃	14
Gambar 2.6 Tahap Impregnasi dari Komponen Aktif	18
Gambar 2.7 Profil Pori dan Partikel Setelah Pengeringan	19
Gambar 2.8 Prinsip Kerja XRD	23
Gambar 2.9 Literatur Pola Difraksi XRD CuO/Al ₂ O ₃	24
Gambar 3.1 Diagram Alir Preparasi Katalis	26
Gambar 3.2 Reaktor Hidrogenasi Yang Digunakan	30
Gambar 4.1 Hasil Karakterisasi XRD untuk Katalis CuO/Al ₂ O ₃ dengan prekursor tembaga nitrat.....	34
Gambar 4.2 Hasil Karakterisasi XRD untuk Katalis CuO/Al ₂ O ₃ dengan prekursor tembaga asetat	35
Gambar 4.3 Hasil Karakterisasi XRD untuk Katalis CuO/Al ₂ O ₃ dengan prekursor tembaga klorida.....	36

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Kandungan Asam Lemak Dalam Minyak Jarak	5
Tabel 2.2 Karakteristik Katalis Heterogen.....	9
Tabel 2.3 Susunan Periodik Unsur-Unsur Katalitik.....	10
Tabel 4.1 Hasil Karakterisasi BET Katalis yang Dipreparasi.....	33
Tabel 4.2 Hasil Perhitungan Ukuran Partikel Kristal	37
Tabel 4.3 Hasil Uji Aktivitas Katalis untuk Reaksi Hidrogenasi Minyak Jarak....	38



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Perhitungan Preparasi Katalis dengan Metode Impregnasi.....	43
Lampiran 2. Hasil Karakterisasi BET.....	46
Lampiran 3. Hasil Karakterisasi XRD dan Perhitungan Ukuran Kristal Katalis...	55
Lampiran 4. Perhitungan Bilangan Iodin untuk Uji Aktivitas Katalis.....	73

BAB 1 PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Minyak jarak merupakan salah satu substansi penting dalam industri pelumas, dan industri kosmetik. Dalam industri pelumas, komponen terbesar minyak jarak yaitu asam risinoleat yang dihidrogenasi, dapat menghasilkan asam 12-hidroksi-stearat yang berfungsi sebagai pengental gemuk apabila direaksikan dengan garam logam dengan membentuk sabun (saponifikasi) (Nugraha, 2007). Saat ini di Indonesia, kapasitas produksi minyak jarak di Indonesia masih sangat rendah, yaitu sekitar 4320 ton/tahun (Statistik, 2010), padahal kebutuhan akan minyak jarak sekitar 12773 ton/tahun (Soenardi, 2010), sehingga Indonesia mengimpor minyak jarak dari negara lain. Untuk pembuatan pengental gemuk pelumas, Indonesia mengimpor asam 12-hidroksi-stearat ke negara lain seperti India, Cina, dan Amerika Serikat. Harga minyak jarak saat ini adalah Rp 9.000-10.000/l (Kompas, 2011), dan harga asam 12-hidroksi-stearat adalah \$82.50/ml atau sekitar Rp 825.000/ml (Palm, 2011). Untuk menghemat biaya dalam pembuatan pengental gemuk pelumas, maka saat ini sedang dikembangkan suatu teknologi yang dapat menghidrogenasi minyak jarak menjadi asam 12- hidroksi-stearat. Hidrogenasi minyak jarak menjadi asam 12-hidroksi-stearat tidak dapat berjalan tanpa katalis, sehingga seiring dengan perkembangan teknologi tersebut, kebutuhan akan katalis untuk reaksi hidrogenasi minyak jarak juga semakin meningkat.

Katalis umum yang digunakan untuk hidrogenasi minyak jarak adalah Pd, Pt, dan Ru (Diosady, 1985), tetapi karena ketersediaan dan harganya yang sangat

mahal, maka katalis tersebut saat ini jarang digunakan. Katalis lain yang juga banyak digunakan untuk hidrogenasi minyak jarak adalah katalis yang berbahan dasar nikel dengan bahan penyangga silika-alumina atau *kiehlsguhr* (Wuryaningsih, 2009). Kelemahan katalis ini adalah membentuk trans-isomer pada saat reaksi hidrogenasi berlangsung (Sleeter, 2006).

Penelitian ini menggunakan katalis tembaga, karena tembaga merupakan salah satu logam yang telah banyak digunakan untuk reaksi-reaksi hidrogenasi, dan sifatnya juga menyerupai katalis umum yang digunakan untuk hidrogenasi minyak jarak yaitu logam transisi yang mempunyai 1 orbital d yang kosong. Tembaga merupakan katalis yang umumnya digunakan secara komersial di kilang-kilang methanol, baik untuk proses dehidrogenasi methanol menjadi CO₂ maupun hidrogenasi CO₂ menjadi methanol (Nuriman, 1998). Penelitian sebelumnya membuktikan bahwa katalis Cu-OH berhasil memutuskan ikatan rangkap asam linolet, yang strukturnya serupa dengan asam risinoleat, hanya yang membedakan adanya dua ikatan rangkap di karbon ke-9 dan ke-12. Asam linolet dari minyak kedelai berhasil dihidrogenasi menghasilkan produk dan selektivitas yang baik (Sleeter, 2006).

Larutan prekursor merupakan hal penting dalam menentukan karakteristik dan aktivitas katalis. (Bokhimi, 1999) menjelaskan bahwa menggunakan prekursor Cu yang berbeda memiliki pengaruh signifikan terhadap karakteristik dan aktivitas dari katalis. Larutan prekursor yang umumnya digunakan sebagai katalis untuk reaksi hidrogenasi adalah nitrat, asetat, klorida dan sulfat (Nishimura, 2001). Penelitian (Sleeter, 2006) membandingkan garam prekursor untuk inti aktif katalis tembaga yang digunakan, yaitu CuCO₃ dan Cu(OH)₂ untuk digunakan sebagai katalis dalam reaksi hidrogenasi asam linoleat dalam minyak kedelai, dan yang menghasilkan konversi terbesar adalah CuCO₃.

Penelitian ini bertujuan untuk membandingkan pengaruh senyawa garam prekursor inti aktif terhadap aktivitas katalis dalam hidrogenasi asam risinoleat, dengan menggunakan variasi senyawa garam prekursor yaitu Cu(NO₃)₂, Cu(CH₃COO)₂, dan CuCl₂ untuk inti aktif katalis, yang akan diimpregnasikan dengan penyangga alumina untuk digunakan dalam reaksi hidrogenasi minyak jarak dan kemudian akan dikarakterisasi menggunakan metode BET untuk

mengetahui luas permukaan spesifik katalis, dan metode difraksi sinar-X untuk melihat struktur kristal logam yang terkandung dalam katalis. Uji aktivitas katalis dilakukan dengan reaktor kontinyu pada tekanan 3 atm dan suhu 150°C.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dalam penelitian ini adalah bagaimana pengaruh variasi senyawa garam prekursor dan *loading* inti aktif terhadap aktivitas katalis dalam reaksi hidrogenasi minyak jarak.

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Mendapatkan katalis CuO/ γ -Al₂O₃ dengan metode impregnasi
2. Mendapatkan karakterisasi katalis CuO/ γ -Al₂O₃ dengan metode BET, dan XRD
3. Membandingkan pengaruh variasi senyawa garam prekursor dan *loading* katalis terhadap aktivitas katalis untuk reaksi hidrogenasi minyak jarak.

1.4 Batasan masalah

Pada penelitian ini, penulis membatasi masalah sebagai berikut:

1. Variasi senyawa garam prekursor yang digunakan adalah Cu(NO₃)₂, Cu(CH₃COO)₂, dan CuCl₂.
2. Support yang digunakan adalah γ -Al₂O₃.
3. *Loading* katalis yang digunakan adalah 10% dan 20%.
4. Metode preparasi katalis yang digunakan adalah impregnasi.
5. Karakterisasi katalis dengan metode BET, dan XRD.
6. Uji aktivitas katalis dilakukan pada reaktor kontinyu dengan tekanan 3 atm dan suhu 150°C.

1.5 Sistematika Penulisan

Sistematika penulisan seminar ini adalah sebagai berikut:

BAB I PENDAHULUAN

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

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

Berisi tinjauan pustaka yang membahas tentang minyak jarak, katalis heterogen, komponen penyusun katalis, teori preparasi katalis, preparasi katalis dengan metode impregnasi, metode karakterisasi katalis, dan uji aktivitas katalis.

BAB III METODE PENELITIAN

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

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

Berisi tentang hasil penelitian dan analisis terhadap hasil penelitian

BAB V KESIMPULAN

Berisi tentang kesimpulan penelitian

BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Minyak Jarak

Minyak jarak (castor oil) diperoleh dari biji tanaman jarak yang terdiri dari 75% kernel (daging biji) dan 25% kulit, dengan kandungan minyak sekitar 54%. Selain minyak, biji jarak juga mengandung karbohidrat, serat, abu dan protein. Minyak jarak banyak mengandung asam lemak tak jenuh, terutama asam risinoleat ($C_{18}H_{34}O_3$) yang mempunyai titik didih rendah. Kandungan asam lemak dalam minyak jarak dapat dilihat pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Kandungan Asam Lemak Dalam Minyak Jarak (Wuryaningsih, 2009)

Asam Lemak	Jumlah (%)
Asam Risinoleat	85-95
Asam Oleat	2-6
Asam Linoleat	1-5
Asam Linolenat	0,5-1
Asam Palmitat	0,5-1
Asam Stearat	0,5-1
Asam Dihidroksi Stearat	0,3-0,5
Lain-Lain	0,2-0,5

Minyak jarak dan turunannya banyak digunakan dalam industri oleokimia, baik sebagai bahan baku maupun bahan pendukung. Sebelum digunakan sebagai bahan baku industri, minyak jarak harus diolah terlebih dahulu baik secara dehidrasi, oksidasi, hidrogenasi, sulfitasi, ataupun penyabunan. Penelitian (Nugraha, 2007) membuktikan dari asam risinoleat, dapat dibuat litium 12-hidroksistearat. Senyawa ini adalah aditif utama pembuatan gemuk lumas karena merupakan agen pengental (*thickener*) yang sangat baik. Asam risinoleat yang terhidrogenasi direaksikan dengan garam lithium menghasilkan lithium 12-hidroksistearat. Keunggulan gemuk lumas yang berasal dari litium 12-hidroksi-stearat adalah titik leleh yang tinggi dan ketahanan terhadap air yang sangat baik.

2.2 Hidrogenasi

Reaksi jenis ini adalah reaksi yang melibatkan hidrogen sebagai reaktan (hidrogenasi) atau sebagai produk (dehidrogenasi) dimana terjadi pemutusan atau pembentukan ikatan H-H, dengan pengecualian reaksi yang dimana H_2 dan H_2O kedua-duanya dijumpai sebagai reaktan atau produk (Nasikin, 2010).

Tujuan dari hidrogenasi ini adalah untuk memutuskan ikatan rangkap dan menurunkan ketidakjenuhan asam. Hidrogenasi ini juga mengubah bentuk fisik minyak yang cair menjadi semi-padat atau padat, dan meningkatkan daya tahan trigliserida terhadap oksidasi. Parameter yang menentukan tingkat keberhasilan proses hidrogenasi adalah suhu, tekanan, konsentrasi katalis, konsentrasi hidrogen, dan tingkat pengadukan (Wuryaningsih, 2009). Tekanan yang akan digunakan dalam reaksi hidrogenasi adalah tekanan atmosferik, karena pertimbangan dari segi biaya, kemudahan, dan keselamatan. (Sreenivasan, 1957) membuktikan bahwa hidrogenasi minyak jarak dapat dilakukan pada tekanan atmosferik (1 atm) dan suhu $220^\circ C$.

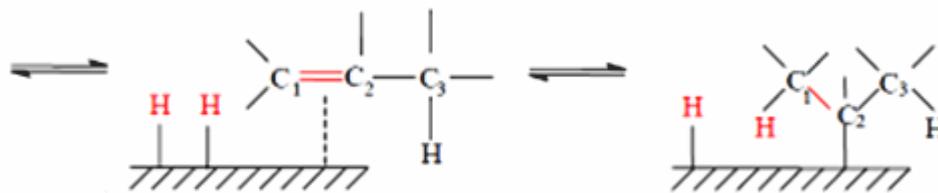
Reaksi hidrogenasi asam risinoleat merupakan reaksi hidrogenasi katalitik yang berarti reaksi ini tidak akan dapat berjalan dengan baik tanpa adanya katalis. Secara kimia proses hidrogenasi diduga meliputi tahap-tahap sebagai berikut:

1. Ikatan hidrogenasi terabsorpsi (melalui interaksi) ke permukaan dari katalis logam.



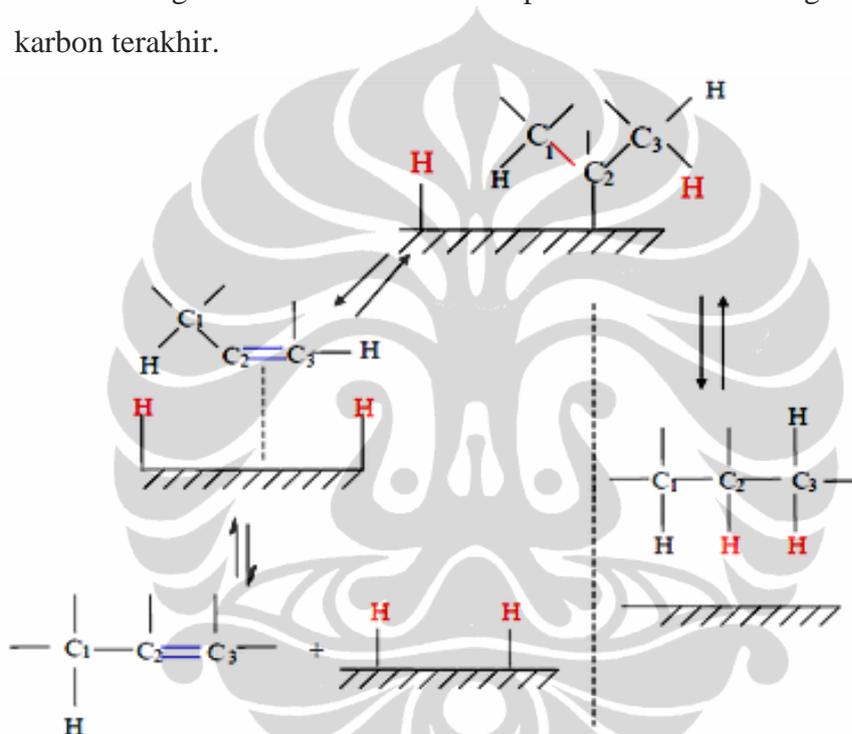
Gambar 2.1 Absorpsi Hidrogen ke Permukaan Katalis (Norazlan, 2010)

2. Sebuah atom hidrogen ditransfer dari permukaan katalis logam ke salah satu atom karbon di dalam ikatan rangkap, dan atom karbon yang lain berikatan (melalui ikatan) dengan permukaan logam.



Gambar 2.2 Transfer Atom Hidrogen dari Permukaan Katalis (Norazlan, 2010)

3. Atom hidrogen kedua ditransfer dari permukaan katalis logam ke atom karbon terakhir.



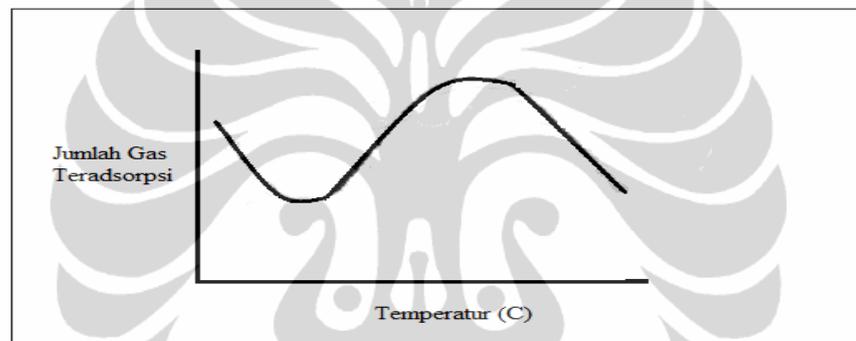
Gambar 2.3 Mekanisme reaksi hidrogenasi (Norazlan, 2010)

2.3 Katalis Heterogen

Reaksi katalisis heterogen biasanya menggunakan katalis dari fasa padat yang berinteraksi dengan reaktan pada fasa yang berbeda yaitu cair atau gas, sehingga interaksi yang terjadi dapat berupa padat-cair atau padat-gas. Seperti pada reaksi 3 fasa yang terjadi pada hidrogenasi minyak jarak, katalis sebagai padatan, minyak jarak sebagai cairan, dan hidrogen sebagai gas. Reaksi antara reaktan dengan katalis heterogen umumnya terjadi di permukaan katalis dan disebut kontak katalis. Beberapa ciri khas katalis heterogen adalah mempunyai sifat adsorpsi permukaan heterogen dan struktur kristal teratur. Berdasarkan fakta,

proses katalisis pada permukaan padatan selalu berhubungan dengan adsorpsi molekul reaktan. Studi kontak katalisis, dasarnya adalah adsorpsi kimia. Dalam adsorpsi kimia, molekul-molekul yang teradsorpsi pada permukaan terikat lebih kuat dibandingkan adsorpsi fisika. Kalor yang dilepaskan dalam adsorpsi ini sekitar 10-100 kkal/mol. Terjadinya adsorpsi kimia kemungkinan mengakibatkan perubahan aktivitas molekul-molekul. Molekul H_2 mengalami pemutusan ikatan menjadi atom-atom hidrogen. Atom-atom yang teradsorpsi menjadi lebih reaktif dibandingkan dengan molekul H_2 .

Hubungan jumlah gas teradsorpsi terhadap suhu ditunjukkan pada Gambar 2.2 sebagai berikut:



Gambar 2.4 Hubungan Jumlah Gas Teradsorpsi terhadap Temperatur (Taufiq, 1995)

Mengacu pada sistem dua fasa, baik gas-padat atau cair-padat dengan katalis sebagai fasa padat, reaksi katalisis heterogen melibatkan lima tahapan proses (Gates, 1979), yaitu sebagai berikut:

1. Transport reaktan ke permukaan katalis.
2. Interaksi antara reaktan dengan katalis (adsorpsi).
3. Reaksi spesies teradsorpsi untuk menghasilkan produk.
4. Desorpsi produk dari permukaan katalis.
5. Transport produk menjauh dari katalis.

Tahap 1 dan 5 melibatkan transport fisik, tahap 2 dan 4 terdapat interaksi antara reaktan dan katalis yang melibatkan perubahan kimia, dan pada tahap 3 terjadi penurunan energi aktivasi reaksi.

Katalis heterogen merupakan katalis yang paling banyak digunakan dalam industri modern (Nurofik, 2008), karena katalis heterogen lebih mudah dipisahkan dari campuran reaksinya dan juga lebih stabil terhadap perlakuan panas dibandingkan katalis homogen. Selain itu, keuntungan menggunakan katalis heterogen antara lain:

1. Aktivitas dan selektifitas katalis tinggi.
2. Katalis tidak mudah mengkorosi kolom reaksi atau reaktor.
3. Dapat digunakan secara berulang.
4. Antara katalis dan hasil reaksi mudah dipisahkan.
5. Pembuangan katalis yang telah dipakai tidak menyebabkan pencemaran lingkungan.

Reaksi kimia yang spesifik dari katalis heterogen berhubungan dengan struktur dan reaktivitas permukaan suatu padatan. Dengan mengetahui struktur dan reaktivitas katalis, maka dapat diperkirakan kemampuan katalitiknya untuk suatu reaksi tertentu, seperti terlihat pada Tabel 2.1.

Tabel 2.2 Karakteristik Katalis Heterogen (Nasikin, 2010)

No.	Kelompok	Contoh Katalis	Tipe Reaksi	Contoh Reaksi
1	Logam	Ag, Pd Cu, Ni, Pt, Fe, Re	Oksidasi Hidrogenasi C=O Hidrogenasi C=C Dehidrogenasi	Etilena + O ₂ → Etilena Oksida Aseton + H ₂ → Isopropanol Olefina + H ₂ → Parafin n-Heptana → Toluena + H ₂
2	Oksida Logam Semikonduktor	Cr ₂ O ₃ , TiO ₂ Al ₂ O ₃ , MgO V ₂ O ₅ .MoO ₃	Dehidrogenasi Hidrogenasi Oksidasi	Butana → Butena C ₆ H ₆ + 3H ₂ → C ₆ H ₁₂ SO ₂ + ½ O ₂ → SO ₃
3	Asam	SiO ₂ -Al ₂ O ₃	Polimerisasi- Isomerasi	n(-C=C) → (>C-C<) _n
4	Insulator	Al ₂ O ₃ , MgO, SiO ₂	Dehidrasi	Alkohol → Olefin + H ₂ O

2.4 Katalis Logam Berpenyangga

Katalis logam berpenyangga adalah katalis yang logam aktifnya didispersikan pada suatu penyangga (*carrier*) dan penyangga tersebut tidak aktif

secara katalitik serta sedikit atau sama sekali tidak mengalami interaksi kimia dengan logam. Katalis yang aktif untuk reaksi hidrogenasi adalah katalis yang mampu mengadsorpsi hidrogen dengan kekuatan sedang (Nasikin, 2010). Katalis yang memiliki kemampuan untuk mengadsorpsi hidrogen adalah katalis logam, terutama kelompok logam-logam grup transisi. Kekuatan ikatan dengan hidrogen meningkat seiring dengan pengingkatan jumlah kekosongan orbital d seperti ditunjukkan pada Tabel 2.3.

Tabel 2.3 Susunan Periodik Unsur-Unsur Katalitik untuk Reaksi yang Melibatkan Hidrogen (Nasikin, 2010)

	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn
Orbital d kosong	5-7	4-5	3-5	2-4	1-3	0-2	0-1	0
Panas ads H ₂ Kkal/ mol		43		33		31	93	rendah
Log ₁₀ k ²		-4		-3		-2.9		
	Cb	Mo	Ma	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd
Orbital d kosong	5-6	4-5	3-4	2-3	1-2	0-2	0	0
Panas ads H ₂ Kkal/ mol					28	27	rendah	rendah
Log ₁₀ k ²					-0.1	-1	tak aktif	tak aktif
	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg
Orbital d kosong	5-7	4-6	3-5	2-4	1-3	0-1	0	0
Panas ads H ₂ Kkal/ mol	47	43				28	rendah	rendah
Log ₁₀ k ²	-4	-4				-2	tak aktif	tak aktif

Aktivitas katalitik dapat mencapai maksimum apabila logam hanya memiliki satu orbital d kosong. Sebagai contoh logam Ni yang memiliki nomor atom 28, maka konfigurasi elektronnya adalah $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 3d^8 4s^2$, dan logam Cu yang memiliki nomor atom 29, maka konfigurasi elektronnya adalah $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 3d^9 4s^2$. Hal ini menunjukkan bahwa logam Ni dan Cu memiliki 1 orbital d yang kosong, sehingga logam Ni dan Cu dapat digunakan sebagai inti aktif katalis dalam reaksi hidrogenasi ini.

Dalam aplikasinya, logam didispersikan pada suatu penyangga (*support*) dalam bentuk agregat-agregat yang begitu kecil sehingga kebanyakan atom-atom terdapat pada permukaan. Pada umumnya katalis-katalis berpenyangga mengandung kurang dari 20% berat logam (Neimark, 1981). Yang menjadi masalah utama adalah seberapa besar kecepatan reaksi per atom logam yang diekspos, dan yang lebih penting lagi, kecepatan relatif dari reaksi-reaksi yang

parallel atau berurutan (Nuriman, 1998). Hal ini ada kaitannya dengan jumlah dan susunan inti-inti aktif, pada katalis, yang kemungkinan dipengaruhi oleh ukuran partikel; oleh penggunaan *alloy-alloy*, oleh cacat kristal dan oleh penutupan beberapa inti aktif oleh racun katalis atau oleh akumulasi deposit-deposit karbon. Selain itu juga terdapat suatu peranan dari penyangga yang kemungkinan mempengaruhi sifat-sifat logam.

Fungsi utama dari penyangga adalah untuk memberikan suatu kerangka struktur untuk komponen aktif dan meningkatkan luas permukaan per satuan berat logam. Di samping itu juga meningkatkan kestabilan yang disebabkan kristal-kristal kecil dari logam yang cukup terpisah untuk mencegah sintering serta ketahanan yang cukup besar terhadap peracunan katalis.

Pemilihan penyangga tergantung pada maksud penggunaan katalis. Aktivitas logam yang maksimum berhubungan dengan penyerapan kimia (*chemisorption*) dari reaktan-reaktan yang cepat tapi tidak terlalu kuat.

Dalam sintesis katalis, langkah pertama yang dilakukan adalah pemilihan penyangga untuk mendapatkan katalis yang optimal. Penyangga yang optimal akan menjamin (Neimark, 1981):

- a. Penyebaran (dispersi) yang tinggi dari komponen aktif
- b. Dicapainya jenis distribusi komponen aktif sepanjang jari-jari pelet penyangga
- c. Tidak adanya interaksi yang tidak diinginkan dari komponen aktif dengan penyangga yang dapat mempengaruhi keaktifan katalis
- d. Dalam keadaan operasi mempunyai kemampuan mekanik yang tinggi dan stabilitas terhadap suhu yang tinggi pula.

Dengan pertimbangan untuk mendapatkan penyangga yang optimal, ada beberapa faktor yang optimal, ada beberapa faktor yang diperhatikan dalam pemilihan penyangga katalis, yaitu:

- a. Bentuk Fisik

Bentuk katalis tidak lepas dari bentuk penyangga, sehingga bentuk penyangga disesuaikan dengan kondisi operasi dari katalis tersebut. Diharapkan bentuk penyangga yang tepat dapat memperluas kontak antara reaktan dan inti aktif katalis, tidak

menghambat kecepatan alir reaktan dan produk dengan tanpa merusak bentuk dari katalis (penyangga) atau tahan terhadap tekanan selama proses.

b. Luas Permukaan

Pada umumnya memang dibutuhkan penyangga dengan luas permukaan yang besar namun dalam prakteknya hal ini tidaklah mutlak, karena sering tergantung dari peranan penyangga terhadap keaktifan dan macam reaksi.

c. Porositas

Dengan pertimbangan terjadinya perbandingan antara laju reaksi dengan laju difusi dari reaktan dan produk dalam sistem pori, maka aktivitas dan selektivitas dimodifikasi dengan jalan mengubah struktur pori. Diusahakan untuk mendapatkan keseragaman ukuran pori (diameter pori) yang tepat terhadap laju difusi dari reaktan dan produk.

d. Sifat Adsorpsi

Kemampuan logam berdistribusi dan keseragaman distribusinya dalam penyangga akan sangat ditentukan dari interaksi yang baik antara penyangga dengan komponen aktif katalis.

e. Ketahanan Terhadap Suhu

Penyangga yang diinginkan adalah yang tahan terhadap pengaruh suhu yaitu penyangga yang tahan dan tidak mengalami perubahan struktur pori akibat pemanasan pada kondisi operasi.

f. Kestabilan Kimia

Penyangga harus tahan terhadap pengaruh proses oksidasi dan proses reduksi.

g. Keikutsertaan Penyangga Dalam Aktivitas Katalis

Faktor ini bergantung pada macam reaksi. Sebagai contoh penyangga alumina adalah penyangga yang ikut berperanan dalam aktivitas katalitik yaitu dalam reaksi perengkahan (Satterfield, 1980).

Perlu dihindari penyangga-penyangga yang dapat memberikan kontaminan terhadap inti aktif, semacam air, karbon, dan lain-lain. Dihindari pula terjadinya reaksi antara penyangga dengan inti aktif.

2.5 Komponen Penyusun Katalis

Komponen yang menyusun katalis yang digunakan untuk reaksi hidrogenasi minyak jarak terdiri dari:

2.5.1 Cu Sebagai Inti Aktif

Komponen penyusun katalis secara umum terdiri dari dua komponen penyusun (walaupun ada katalis yang hanya terdiri dari materi tunggal), yaitu komponen aktif dan penyangga (*support*). Komponen inti aktif adalah senyawa penyebab terjadinya reaksi kimia, sehingga pemilihan senyawa ini merupakan langkah awal dalam pembuatan katalis. Dalam reaksi hidrogenasi minyak jarak (asam risinoleat), logam Cu dan Al_2O_3 atau alumina sebagai penyangga (*support*). Pemilihan Cu sebagai komponen aktif karena Cu-Cr merupakan katalis logam aktif yang digunakan untuk hidrogenasi minyak nabati (Widiyarti, 2000), dan senyawa Cu merupakan katalis untuk hidrogenasi minyak yang mengandung komponen lemak asil yang tidak jenuh seperti minyak sayur tak jenuh (Sleeter, 2006).

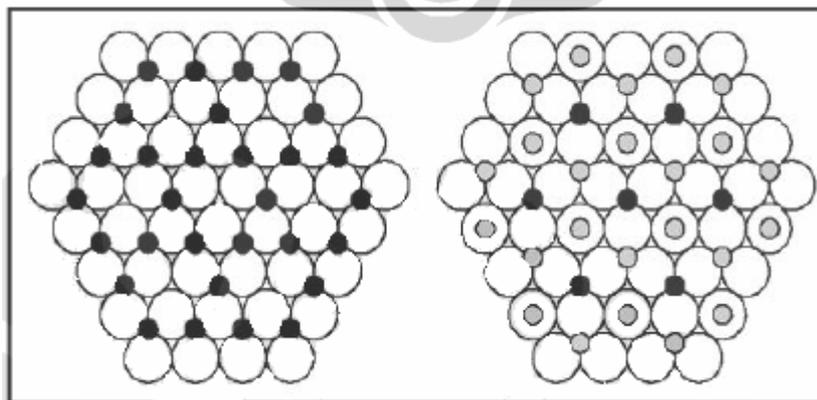
2.5.2 Al_2O_3 Sebagai Penyangga

Penyangga (*support*) atau *carrier* mempunyai kegunaan yang beragam dan yang terpenting adalah memberikan luas permukaan yang tinggi pada katalis sehingga komponen aktif dapat tersebar dengan baik. Fungsi lain dari penyangga adalah untuk meningkatkan kestabilan dari permukaan sehingga dispersi komponen aktif dapat diperhatikan dan menurunkan tingkat *sintering*. Penyangga merupakan material yang tahan terhadap kenaikan suhu, dan mempunyai titik leleh yang tinggi (Nuriman, 1998). Dalam industri katalis, dasar pemilihan

penyangga adalah yang mempunyai luas permukaan yang tinggi (Neimark, 1981).

Penelitian ini menggunakan penyangga alumina, karena alumina merupakan salah satu penyangga katalis yang tergolong banyak digunakan, karena harganya tidak mahal, bersifat inert, dan struktur kristalnya stabil. Di samping itu, alumina mempunyai sifat yang relatif stabil pada suhu tinggi, mudah dibentuk, memiliki titik leleh yang tinggi, hantaran listriknya rendah, struktur porinya besar dan relatif kuat secara fisik. Alumina yang digunakan dalam penelitian ini adalah γ - Al_2O_3 .

Sebagai penyangga katalis, γ - Al_2O_3 paling banyak dipakai karena luas permukaan tinggi dan stabil pada berbagai rentang suhu reaksi katalisis. γ - Al_2O_3 berbentuk padatan *amorphous* yang mempunyai struktur spinel yang cacat, dimana 32 ion oksigen membentuk kemas rapat kubus (ccp) yang mempunyai 16 lubang octahedral dan 8 lubang tetrahedral, dimana ion-ion Al^{3+} menempati $2\frac{1}{3}$ lubang-lubang itu secara acak dalam kisi oksigen. Struktur Al^{3+} octahedral dikelilingi 6 atom O^{2-} dan struktur Al^{3+} tetrahedral dikelilingi 4 atom O^{2-} . Dua lapisan pertama pada struktur γ - Al_2O_3 dapat dilihat pada Gambar 2.4 berikut:



Gambar 2.5 Dua Lapisan Pertama pada Struktur γ - Al_2O_3 (Taufiq, 1995)

2.6 Preparasi Katalis

Preparasi katalis yaitu deposisi inti aktif pada permukaan penyangga dapat dilakukan dengan 4 metode, yaitu presipitasi, adsorpsi, pertukaran ion dan impregnasi. Setiap metode memberikan karakter yang berbeda terhadap katalis yang dihasilkan (Nasikin, 2010).

2.6.1 Presipitasi

Metode presipitasi katalis adalah apabila larutan dari dua garam yang berbeda dicampur, maka terdapat dua kation yang berbeda dan dua anion yang berbeda dalam larutan. Jika salah satu kombinasi kation dan anion garam merupakan garam yang tidak larut, maka garam ini akan mengendap (terpisah sebagai padatan) ketika larutan ini dicampur (Domokos, 2010). *Loading* yang didapat dari metode ini tidak terbatas.

2.6.2 Adsorpsi

Penyangga yang berada pada larutan garam logam akan mengadsorpsi sejumlah ion garam dan mengalami kesetimbangan mengikuti aturan adsorpsi isotermis. Adsorpsi merupakan metode yang dipilih untuk mendeposisikan inti aktif dengan *loading* kecil yaitu berkisar $< 5\%$. *Loading* yang didapat dengan metode ini dipengaruhi kesetimbangan dan kejenuhan adsorpsi.

2.6.3 Pertukaran Ion

Pertukaran ion pada preparasi katalis sangat serupa dengan adsorpsi, akan tetapi masuknya inti aktif melibatkan terjadinya pertukaran ion antara inti aktif dengan ion yang telah berikatan kimia di permukaan katalis. Pertukaran ion selain bertujuan untuk memasukkan inti aktif juga berguna dalam menghilangkan senyawa berbahaya dan dapat juga menambah promoter. Karena pertukaran ion hanya dapat terjadi antara inti aktif yang dimasukkan dengan ion yang terikat secara kimia oleh katalis, maka *loading* yang dicapai

sangat kecil tergantung dengan jumlah ion yang dapat dipertukarkan yang biasanya kurang dari 1% dari berat katalis.

2.6.4 Impregnasi

Impregnasi merupakan metode deposisi yang paling sederhana dan langsung. Tujuannya adalah untuk memenuhi pori dengan larutan garam logam dengan konsentrasi yang cukup untuk memberikan *loading* yang tepat (Nasikin, 2007).

Preparasi katalis heterogen di laboratorium umumnya dilakukan dengan mengimpregnasikan komponen aktif pada penyangga katalis (Taufiq, 1995). Metode ini sangat sederhana dan mudah. Pembuatannya dilakukan dengan mengontakkan padatan penyangga katalis dengan larutan bahan aktif yang mengandung senyawa terlarut dalam air atau pelarut lainnya. Keuntungan dari metode impregnasi dibandingkan dengan metode presipitasi adalah (Nuriman, 1998):

- a. Sedikit peralatan dan komponen karena tidak ada langkah pencucian dan penyaringan.
- b. Sangat cocok untuk katalis dengan % berat komponen aktif katalis kecil, yaitu komponen aktif yang termasuk logam mulia semacam platina namun diinginkan terdistribusi sempurna sehingga diperoleh luas permukaan komponen aktif yang besar.

Karena kelebihan metode impregnasi dibandingkan dengan metode presipitasi inilah, maka penelitian ini menggunakan metode impregnasi. Impregnasi dibagi menjadi dua, yaitu: impregnasi basah dan impregnasi kering. Pada impregnasi basah penyangga direndam atau dicelupkan dalam larutan impregnan yang berlebih. Kelemahan metode ini adalah konsentrasi logam yang terdispersi pada penyangga jauh lebih kecil dari konsentrasi larutan impregnan dan terbentuknya lumpur (*mud*) sehingga sulit dalam pemanfaatan kembali larutan impregnan. Sedangkan pada impregnasi kering,

penyangga dikontakkan dengan larutan impregnan dalam volume yang sama dengan volume pori penyangga. Keuntungan dari metoda ini adalah akurat dalam mengontrol komponen aktif yang akan digabungkan dalam katalis, kelemahannya adalah sulit melakukan pembuatan dengan % berat komponen aktif yang besar.

Untuk kontrol lebih tepat dapat dicapai dengan teknik impregnasi kering (*dry impregnation*), yang umumnya digunakan di industri (Susanty, 2003). Penyangga di semprotkan/dituangkan dengan larutan dengan konsentrasi yang telah ditentukan, sama dengan jumlah volume pori penyangga yang diketahui, atau sedikit kurang. Teknik ini memungkinkan untuk mengontrol jumlah inti aktif pada katalis, tetapi *loading* maksimum yang diperoleh dalam sekali impregnasi terbatas pada kelarutan reagen.

Komponen aktif yang berada dalam bentuk larutan berair itu juga mempunyai syarat untuk dapat dipreparasikan pada penyangga dengan metode impregnasi, yaitu:

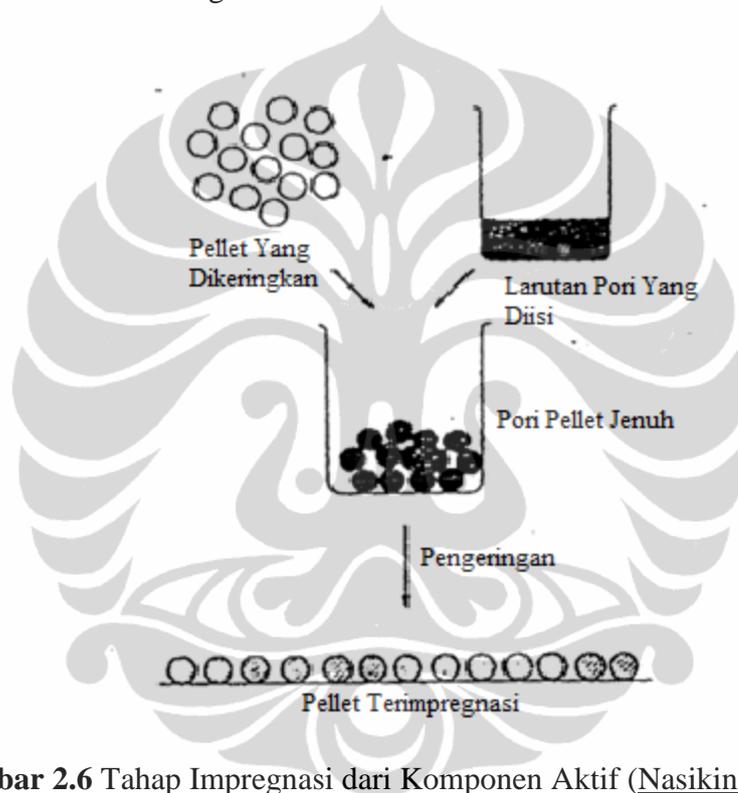
1. Stabil untuk waktu yang ditentukan
2. Mobilitas selama pengeringan, kalsinasi dan reduksi
3. Kesiapan direduksi menjadi logam

Secara umum impregnasi dilakukan melalui tahapan-tahapan berikut (Taufiq, 1995):

1. Penyangga katalis dikeringkan atau dicuci, kemudian dipanaskan dalam oven untuk menguapkan zat pengotor dari bahan penyangga katalis. Adanya zat pengotor kemungkinan dapat menghalangi penetrasi larutan impregnan ke dalam penyangga katalis.
2. Kemudian penyangga katalis dikontakkan dengan larutan. Biasanya waktu kontak 30 menit sudah cukup.
3. Selanjutnya kelebihan larutan pengimpregnasi dihilangkan, dengan cara filtrasi atau sentrifugasi (pemusingan).

4. Kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 105-120°C.
5. Setelah kering dikalsinasi pada suhu tertentu untuk menguapkan pelarut dan dekomposisi garam.
6. Pada tahap terakhir seringkali katalis diaktifkan dengan gas hidrogen atau gas lain.

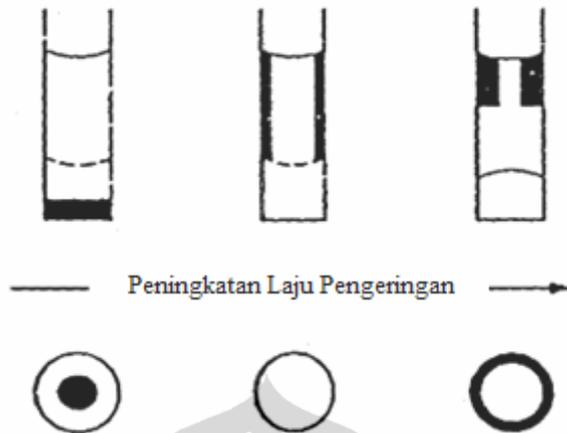
Tahap impregnasi dari komponen aktif digambarkan pada Gambar 2.6 sebagai berikut:



Gambar 2.6 Tahap Impregnasi dari Komponen Aktif (Nasikin, 2007)

2.6.4.1 Pengerinan

Pengerinan diperlukan untuk mengkristalisasi garam pada permukaan pori. Jika tidak dilakukan dengan benar, akan dihasilkan distribusi konsentrasi yang tidak merata dan tidak seperti biasanya. pada Gambar 2.7 diperlihatkan bagaimana laju pengerinan mempengaruhi profil pori dan partikel.



Gambar 2.7 Profil Pori dan Partikel Setelah Pengeringan (Nasikin, 2007)

Jika laju pengeringan terlalu lambat, evaporasi terjadi pada meniscus sehingga terjadi deposisi garam. Sebagian besar larutan terkonsentrasi pada bagian pori yang lebih dalam. Ketika akhirnya mengkristal, garam terletak pada bagian dasar pori atau pada pusat partikel. Jika laju pengeringan terlalu cepat, terjadi perbedaan temperatur. Penguapan pada bagian dalam pori memaksa larutan keluar pori sehingga deposisi terjadi pada bagian dalam pori. Keadaan yang ideal adalah ketika kristalisasi berlangsung cukup lambat sehingga terjadi deposisi yang seragam. Namun, karena keberadaan *support* dengan berbagai distribusi ukuran pori, maka tidak mungkin untuk mendapatkan kondisi optimum yang memuaskan. Prosedur terbaik didapatkan melalui percobaan, namun ketidakseragaman harus tetap diperkirakan.

2.6.4.2 Kalsinasi

Kalsinasi merupakan tahapan yang penting. Ketika kristalisasi garam terlarut dilakukan dengan dehidrasi katalis ke lingkungan terbuka, maka tahapan pengeringan berikutnya dapat dilangsungkan diluar kondisi optimumnya. Kalsinasi merubah garam menjadi oksida atau logam. Efek lainnya seperti reaksi fasa padat juga terjadi (Nasikin, 2007).

Berikut merupakan fungsi-fungsi perlakuan kalsinasi (Nuriman, 1998):

1. Dekomposisi ke garam awal.
2. Menghilangkan bahan tambahan yang keberadaannya tidak diinginkan.
3. Apabila katalis yang diinginkan dalam bentuk oksida, kenaikan suhu pemanasan sangat diperlukan untuk membentuk komponen atau fasa kristal yang diinginkan.

2.7 Metode karakterisasi katalis

Karakterisasi suatu katalis memberikan informasi tentang komposisi kimia dan struktur kimia, tekstur dan sifat-sifat mekanis serta aktivitas katalitik. Komposisi dan struktur kimia meliputi komposisi unsur, komposisi, struktur dan proporsi dari masing-masing fasa yang ada, komposisi permukaan dan sifat serta proporsi gugus fungsi yang mungkin terdapat pada permukaan.

Tekstur suatu katalis menyatakan struktur geometri dan morfologi yang berkisar dari skala makro sampai skala mikro. Ini meliputi, misalnya ukuran dan bentuk satuan katalis (misalnya masing-masing partikel, pellet), struktur pori, luas permukaan total, cara bagaimana masing-masing individu tersusun berhubungan satu dengan yang lainnya. Sedangkan sifat mekanis penting untuk ketahanan katalis dalam aplikasi industri yang meliputi ketahanan terhadap abrasi atau atrisi, kekuatan dan ketahanan terhadap panas.

Karakterisasi dalam hal aktivitasnya semata-mata adalah suatu ukuran kuantitatif dari kemampuan suatu katalis melaksanakan suatu transformasi kimia khusus di bawah kondisi tertentu. Karakteristik yang akan dilakukan pada penelitian ini adalah:

2.7.1 Analisis Luas Permukaan dengan BET

Alat yang digunakan untuk karakteristik dengan BET pada penelitian ini adalah Sorptomatic 1800. Sorptomatic 1800 beroperasi dengan cara mengukur kuantitas gas yang diadsorpsi oleh permukaan

padatan pada beberapa kestimbangan tekanan uap dengan metode static volumetri. Data didapatkan dengan cara pemindahan sejumlah gas adsorbat ke dalam adsorben padatan, yang dijaga pada tekanan tetap dan dibawah suhu kritis adsorbat. Data ini dapat berupa luas permukaan, ukuran pori, dan volume pori.

Prinsip pengukuran permukaan katalis dengan alat autosorb-6 adalah adsorpsi fisis. Metode pengukuran yang paling sering adalah Metode Brunauer-Emmet-Teller (BET) yang melibatkan persamaan BET.

Peralatan BET merupakan alat yang digunakan untuk menentukan luas permukaan suatu padatan berpori dan juga untuk menentukan ukuran dan volume pori-porinya. Prinsip kerjanya berdasarkan proses adsorpsi gas N₂ pada padatan permukaan berpori (Taufiq, 1995).

Sampel yang akan dianalisis diletakkan dalam tempat yang sudah diketahui volumenya dan dipanaskan (150°C atau 350-400°C) di bawah vakum (10⁻⁴ Torr) untuk menghilangkan gas-gas yang terdapat pada sampel. Tempat sampel diinginkan dengan nitrogen cair dan sejumlah gas nitrogen dimasukkan ke tempat itu. Setelah mencapai kesetimbangan, tekanan diukur. Hal ini dilakukan berulang kali dengan jumlah-jumlah tertentu gas N₂.

Dengan mengamati perbedaan tekanan gas terhitung dan tekanan yang diamati pada setiap penambahan dapat ditentukan jumlah N₂ yang teradsorpsi. Bertambahnya secara bertahap volume N₂ yang diadsorpsi pada keadaan awal menunjukkan adsorpsi monolayer, dan dilanjutkan dengan adsorpsi multilayer. Volume dari adsorpsi monolayer ditentukan dengan adsorpsi multilayer. Volume dari adsorpsi monolayer ditentukan dengan cara ekstrapolasi ke tekanan nol. Digunakan persamaan BET:

$$\frac{P}{V_{ads}(P_0 - P)} = \frac{1}{V_m C} + \frac{C-1}{V_m C} \times \frac{P}{P_0} \quad (2.1)$$

Dengan: P = tekanan
V_{ads} = volume gas yang diadsorpsi pada tekanan P
P₀ = tekanan jenuh, biasanya 200-400 Torr

- V_m = volume gas yang diadsorpsi pada lapisan monolayer
- C = tetapan BET (yang menunjukkan adanya interaksi adsorben-adsorbat) yang berkaitan dengan entalpi adsorpsi.

Dengan mengalurkan nilai sisi kiri persamaan terhadap P/P_0 diperoleh persamaan garis lurus dengan:

$$\text{slope} = S = \frac{(C-1)}{V_m C}; \text{intercept} = I = \frac{1}{V_m C}; \text{ dan } V_m = \frac{1}{S+I} \text{ (dalam m}^2\text{/g)} \quad (2.2)$$

Total luas permukaan dari sampel:

$$SA = V_m \times N \times A_m \times 10^{-20} \quad (2.3)$$

Dengan A_m adalah luas penampang molekul adsorbat, yang untuk N_2 adalah $16,2 \text{ \AA}^2$ dan N adalah bilangan Avogadro ($6,023 \times 10^{23}$ molekul/mol).

2.7.2 Analisis struktur kristal Katalis dengan XRD

Difraksi sinar-X merupakan salah satu cara karakterisasi material yang dapat digunakan untuk mengidentifikasi struktur dari material mikropori, mesopori atau makropori. Alat yang digunakan disebut *X-ray Diffractometer* (XRD). Melalui analisis XRD diketahui dimensi kisi (d = jarak antar kisi) dalam struktur mineral, sehingga dapat ditentukan apakah suatu material mempunyai kerapatan yang tinggi atau tidak. Hal ini dapat diketahui dari persamaan Bragg, yaitu nilai sudut difraksi θ yang berbanding terbalik dengan nilai d (jarak antar kisi dalam kristal), sesuai dengan persamaan Bragg:

$$n \cdot \lambda = 2 d \sin \theta \quad (2.5)$$

- Dengan:
- n = orde difraksi
 - d = jarak antar kisi
 - θ = sudut difraksi
 - λ = panjang gelombang sinar-X

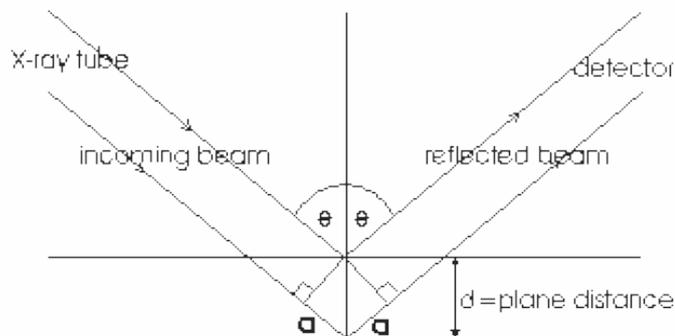
Karakterisasi dengan XRD juga dapat digunakan untuk mengetahui senyawa yang terkandung dari sample katalis, dan menghitung ukuran partikel kristal senyawa inti aktif maupun penyangga pada sample katalis yang terbentuk. Untuk mengetahui ukuran partikel kristal digunakan persamaan Scherrer sebagai berikut:

$$D = \frac{K \cdot \lambda}{B \cos \theta} \quad (2.6)$$

Dengan:

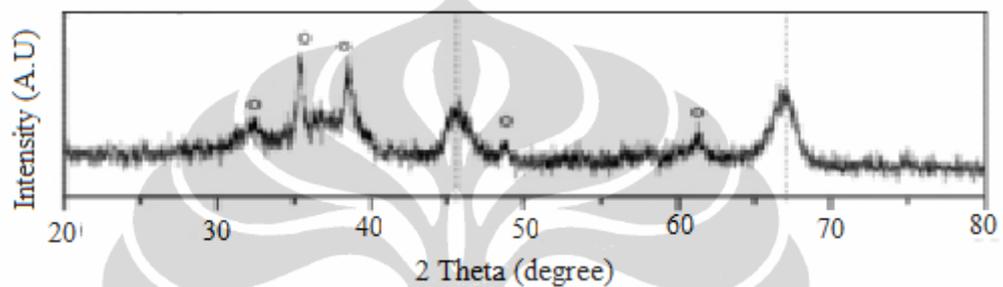
- D = ukuran partikel kristal (nm)
- K = konstanta variasi kristal (untuk FWHM dari kristal berbentuk bulat dengan simetri kubik = 0,94)
- θ = sudut difraksi
- λ = panjang gelombang sinar X (CuK λ = 1,54056 Å)
- B = nilai lebar setengah maksimum puncak

Difraksi sinar-X hanya akan terjadi pada sudut tertentu sehingga suatu zat akan mempunyai pola difraksi tertentu. Prinsip dasar dari XRD adalah hamburan elektron yang mengenai permukaan kristal. Bila sinar dilewatkan ke permukaan kristal, sebagian sinar tersebut akan dihamburkan dan sebagian lagi akan diteruskan ke lapisan berikutnya. Sinar yang dihamburkan akan berinterferensi secara konstruktif (menguatkan) dan destruktif (melemahkan). Hamburan sinar yang berinterferensi konstruktif inilah yang digunakan sebagai analisis. Difraksi sinar-X pada kristal sempurna ditunjukkan oleh gambar berikut:



Gambar 2.8 Prinsip Kerja XRD (Warren, 1969)

Di dalam kisi kristal, tempat kedudukan sederet ion atau atom disebut bidang kristal. Bidang kristal ini berfungsi sebagai cermin untuk merefleksikan sinar-X yang datang. Posisi dan arah dari bidang kristal ini disebut Indeks Miller. Setiap kristal mempunyai bidang kristal dengan posisi dan arah yang khas, sehingga jika disinari dengan sinar-X pada analisis XRD akan memberikan pola difraktogram yang khas pula. Sebagai contohnya, untuk pola difraksi XRD yang diberikan pada katalis $\text{CuO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ dari literature adalah sebagai berikut:



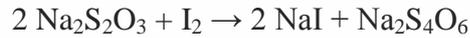
Gambar 2.9 Literatur Pola Difraksi XRD $\text{CuO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ (Nishimura, 2001)

2.8 Uji Aktivitas Katalis

Dalam penelitian ini uji aktivitas diukur secara tidak langsung dengan menghitung bilangan iodium dari minyak jarak yang terhidrogenasi secara katalitik dengan metode Wijs. Bilangan iod menunjukkan ketidakjenuhan asam lemak yang menyusun minyak, dan dinyatakan dengan banyaknya gram iod yang diikat oleh 100 gram asam lemak. Banyaknya iod yang diikat akan menunjukkan banyaknya ikatan rangkap yang terdapat dalam asam lemak.

Bilangan Iodin merupakan salah satu parameter penentuan mutu dari minyak, karena menyatakan ukuran ketidakjenuhan minyak atau lemak dan berkaitan dengan kandungan asam lemak tidak jenuh dalam minyak. Asam lemak tidak jenuh mampu mengikat iodin dan membentuk persenyawaan yang jenuh. Gliserida dengan tingkat ketidakjenuhan yang tinggi akan mengikat iodin dalam jumlah yang besar. Semakin tinggi iodin, semakin rendah titik cairnya, sebab gliserida tidak jenuh akan mencair pada suhu yang lebih rendah, Dalam urutan Iod > Brom > Flour > Klor, hal ini menunjukkan bahwa semakin kekanan reaktivitasnya semakin bertambah.

Prinsip penentuan bilangan iodin dengan metode Wijs adalah berdasarkan prinsip titrasi, dimana pereaksi halogen berlebih ditambahkan pada sample yang akan diuji. Kelebihan dari iodin yang tidak bereaksi diukur dengan cara mentitrasi larutan campuran tadi dengan natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$). Reaksi dari iod yang berlebihan tersebut adalah sebagai berikut:



Titik akhir titrasi dinyatakan dengan hilangnya warna biru dengan indikator amilum. Berikut ini persamaannya :

$$\text{Bilangan Iod} = \frac{12.7(M)(B - A)}{W} \quad (2.7)$$

Dengan:

12.7 = bilangan iod

M = molaritas larutan tiosulfat

B = volume larutan standar tiosulfat untuk balnko (ml)

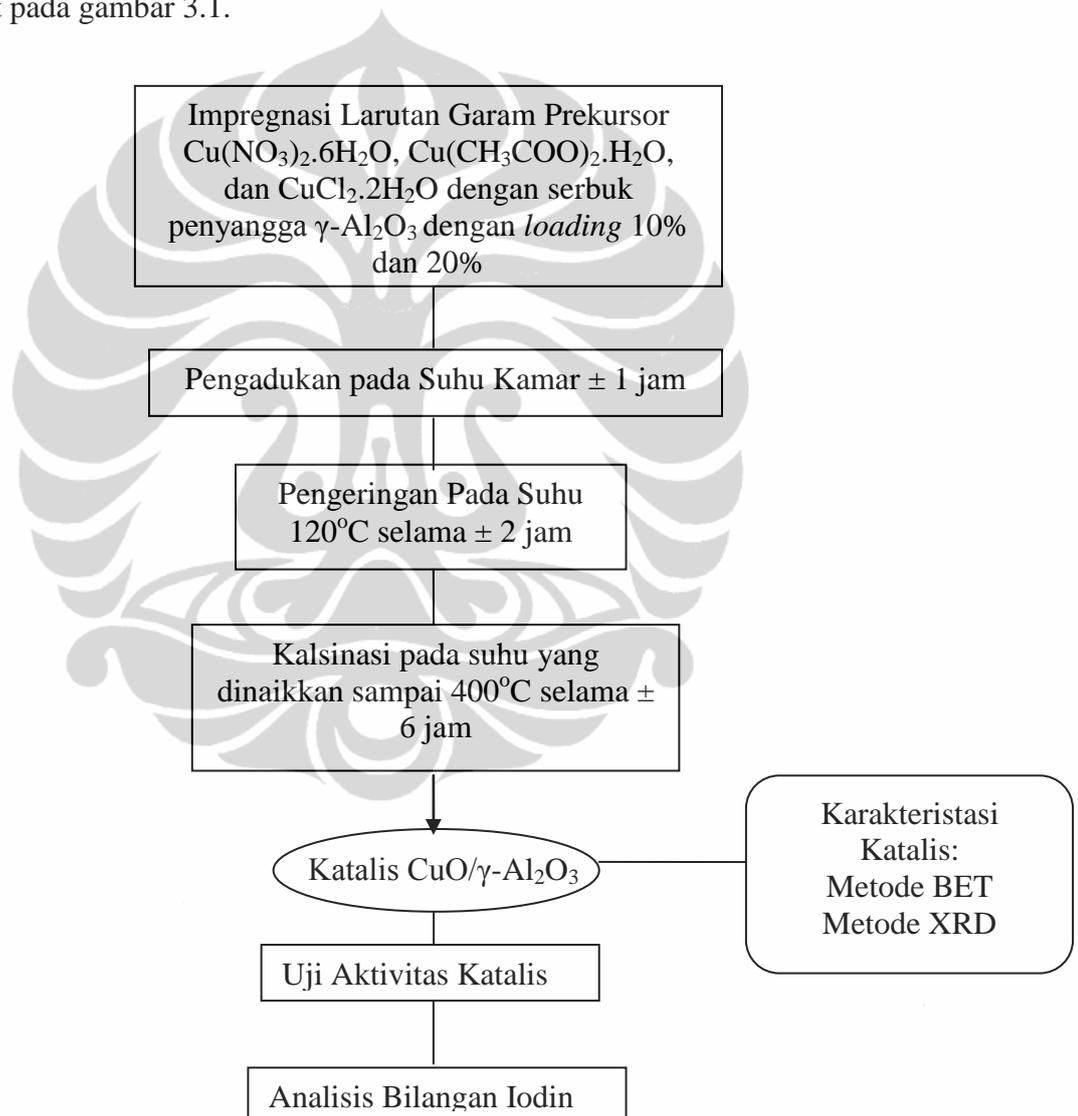
A = volume larutan standar tiosulfat untuk sample (ml)

W = berat sample

BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian

Metode preparasi katalis Cu/Al₂O₃ dilakukan dengan metode impregnasi yang diadaptasi dari penelitian (Diesen, 1998) yang menggunakan 3 variasi garam prekursor. Secara sederhana tahapan penelitian ini dapat dilihat pada gambar 3.1.



Gambar 3.1 Diagram Alir Preparasi Katalis

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

1. Pipet
2. Gelas ukur
3. Pipa kapiler
4. Labu *kjeldahl*
5. Pembakar Bunsen
6. Spatula besi
7. Thermometer

3.2.2 Bahan

1. $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ (Merck, 99,5%)
2. $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (Merck, 99%)
3. $\text{CuCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ (Merck, 99%)
4. $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$
5. Akuades
6. Iodine dengan konsentrasi 99.8%
7. Larutan *wijs*
8. Natrium Tiosulfat
9. Kalium Iodida

3.3 Prosedur Penelitian

Penelitian yang dilakukan dibagi menjadi beberapa bagian, yaitu:

3.3.1 Preparasi Katalis

1. Menambahkan larutan garam prekursor $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, $\text{CuCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ masing-masing sedikit demi sedikit ke dalam bahan penyangga alumina ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) dengan *loading* 10% dan 20% sehingga diperoleh campuran yang homogen.
2. Melakukan pengadukan lanjut pada suhu kamar selama 1 jam.
3. Mengaduk dan memanaskan keseluruhan campuran pada suhu 60°C sehingga seluruh pelarut menguap.
4. Mengeringkan sampel pada suhu 110°C selama 12 jam

5. Mengkalsinasi sampel dalam udara terbuka pada suhu 500°C selama ± 5 jam.

3.3.2 Karakterisasi Katalis

Karakterisasi katalis pada penelitian ini dibagi menjadi dua, yaitu:

3.3.2.1 Karakterisasi BET (Breuner Emmet Teller)

Alat yang digunakan untuk karakterisasi luas permukaan dan volume pori katalis adalah Autosorb-6 merek Quatachrome yang terdapat di Laboratorium RPKA Departemen Teknik Kimia FTUI.

➤ Langkah-langkah kerja karakterisasi BET adalah sebagai berikut:

1. Menimbang sampel katalis (maksimum 0,5 gram) lalu memasukkannya ke dalam tabung *cell autosorb*.
2. *Cell autosorb* yang telah berisi katalis dimasukkan ke dalam alat *degasser* untuk dibersihkan dari uap air dan gas-gas yang masih terkandung di dalam katalis selama 16 jam.
3. Menimbang *cell autosorb* yang telah dibersihkan di *degasser*.
4. Setelah ditimbang, katalis dalam *cell autosorb* dipasangkan ke alat *autosorb* yang telah diisi dengan nitrogen cair untuk dianalisa luas permukaan dan volum porinya. Setelah proses selesai, data luas permukaan serta volume pori bisa langsung diketahui melalui komputer yang terpasang *online*.

➤ Pengoperasian *degasser*:

1. Memasang UHP Helium 70 kpa, *power cable*, *cold trap tube*.
2. Mengisi nitrogen cair ke dalam *dewar flask* dan menghidupkan *circuit breaker*.

3. Memasang *heating mantle* dan memasukkan *cell* dengan *ferrule* dan *orring* yang sesuai.
4. Memasang suhu dan waktu, lalu menutup semua *valve fine vacuum adjust*.
5. Membuka helium selama 5 detik kemudian menutup kembali.
6. Membuka *steam valve* yang diinginkan dan *fine vacuum valve* kemudian mengatur *fine vacuum adjust*.
7. Membuka *coarse valve*.

3.3.2.2 Karakterisasi XRD (X-Ray Diffraction)

Analisa XRD untuk mengidentifikasi struktur, komposisi, dan diameter pori katalis secara kuantitatif dan kualitatif dilakukan dengan XRD merk Goniometer VG-208R, SIMADZU di Pusat Laboratorium Terpadu UIN Syarif Hidayatullah, Jakarta.

Prosedur pengujian sampel katalis diletakkan dengan langkah-langkah sebagai berikut:

1. Sampel yang berupa serbuk diletakkan di tempat sampel.
2. Menjalankan *diffractometer* dengan tegangan 30 kV dan arus sebesar 30mA.
3. Menjalankan komputer dan mengeset parameter operasi.
4. Menganalisa sampel dengan kecepatan pengamatan 4°/menit, pada $range\ 2\theta = 10^{\circ}-90^{\circ}$

3.3.3 Uji Aktivitas Katalis

Uji aktivitas katalis dilakukan dalam reaktor *autoclave* berkapasitas 0.5 L dengan suhu 150°C, tekanan 3 atm dan *loading* katalis sebesar 10% dan 20%. Berikut ini detail langkah hidrogenasi minyak jarak:

1. Persiapan dengan menimbang minyak jarak untuk reaksi sebanyak 300 mL.

2. Menimbang katalis dengan berat 10% dan 20% dari berat minyak jarak.
3. Memasukkan katalis ke dalam stirrer dan pada dasar reaktor.
4. Hidrogen diumpankan ke dalam reaktor secara kontinyu hingga tekanan 50 psi terbaca di regulator.
5. Memasang suhu reaktor 150°C.
6. Melakukan reaksi dengan mengatur kecepatan pengaduk hingga 4 jam.
7. Produk hidrogenasi dikeluarkan ke dalam gelas kaca dengan menggunakan corong.
8. Melakukan analisis produk dengan menghitung bilangan iodium dengan titrasi menggunakan metode Wijs.



Gambar 3.2 Reaktor Hidrogenasi Yang Digunakan

3.3.3.1 Analisa Bilangan Iodin

Analisa bilangan iodin dibagi menjadi dua bagian, yaitu:

3.3.3.1.1 Pembuatan Larutan Natrium Sulfat

1. Menimbang 24.8 gram Kristal $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
2. Melarutkan bahan pada prosedur a dalam beaker glass 250 ml.
3. Melarutkan dengan akuades dengan *magnetic stirrer*.
4. Memindahkan larutan ke dalam labu ukur 1000 ml.
5. Mengencerkan dengan akuades.
6. Mengaduk hingga homogen dengan *magnetic stirrer*.
7. Melarutkan blanko dengan cara di atas.

3.3.3.1.2 Analisis

1. Memasukkan 0.1 gram HAS ke dalam *Erlenmeyer* 250 ml.
2. Menambahkan 20 ml CCl_4 ke dalamnya hingga larut.
3. Menambahkan 25 ml pereaksi iodin dengan pipet ukur.
4. Mendiamkan di tempat gelap selama 2 jam.
5. Menambahkan KI dan kocok hingga bercampur baik.
6. Melakukan titrasi dengan larutan tiosulfat.
7. Hingga hampir titik akhir menambahkan indikator kanji.
8. Titrasi hingga titik kesetimbangan.
9. Menghitung bilangan iodin dengan persamaan.

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini, katalis $\text{CuO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan variasi *loading* sebesar 10% dan 20% dipreparasi dengan metode impregnasi. Katalis ini selanjutnya diteliti karakteristik dan aktivitasnya pada reaktor berpengaduk dengan temperatur 150°C dan tekanan 3 atm. Dari hasil uji aktivitas yang dilakukan dapat dilihat pengaruh jenis prekursor katalis $\text{CuO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan variasi *loading* katalis terhadap produk minyak jarak yang dihasilkan.

4.1 Hasil Karakterisasi Katalis

Semua katalis hasil preparasi dengan metode impregnasi, selanjutnya dikarakterisasi untuk mengetahui karakter dan efektivitas dari setiap katalis. Adapun karakterisasi yang dilakukan adalah dengan menggunakan metode BET untuk mendapatkan luas permukaan spesifik katalis dan volume pori, dan metode XRD untuk mendapatkan ukuran partikel kristal katalis.

4.1.1 Karakterisasi BET

Karakterisasi BET dilakukan dengan instrumen *Sorptomatic 1800 Carlo Erba Instruments* pada Laboratorium Teknologi Batan, Serpong. Karakterisasi ini bertujuan untuk mengetahui luas permukaan spesifik katalis yang telah dipreparasi dengan metode multi point. Hasil karakterisasi BET dapat dilihat pada Tabel 4.1 berikut ini.

Tabel 4.1 Hasil Karakterisasi BET Katalis yang Dipreparasi

Prekursor	Katalis	Luas Permukaan Spesifik (m²/g)
Cu(NO ₃) ₂ . 3 H ₂ O	10% CuO/γ-Al ₂ O ₃	54,52
	20% CuO/γ-Al ₂ O ₃	52,19
Cu(CH ₃ COO) ₂ . H ₂ O	10% CuO/γ-Al ₂ O ₃	67,20
	20% CuO/γ-Al ₂ O ₃	63,84
CuCl ₂ . 2 H ₂ O	10% CuO/γ-Al ₂ O ₃	69,54
	20% CuO/γ-Al ₂ O ₃	68,43

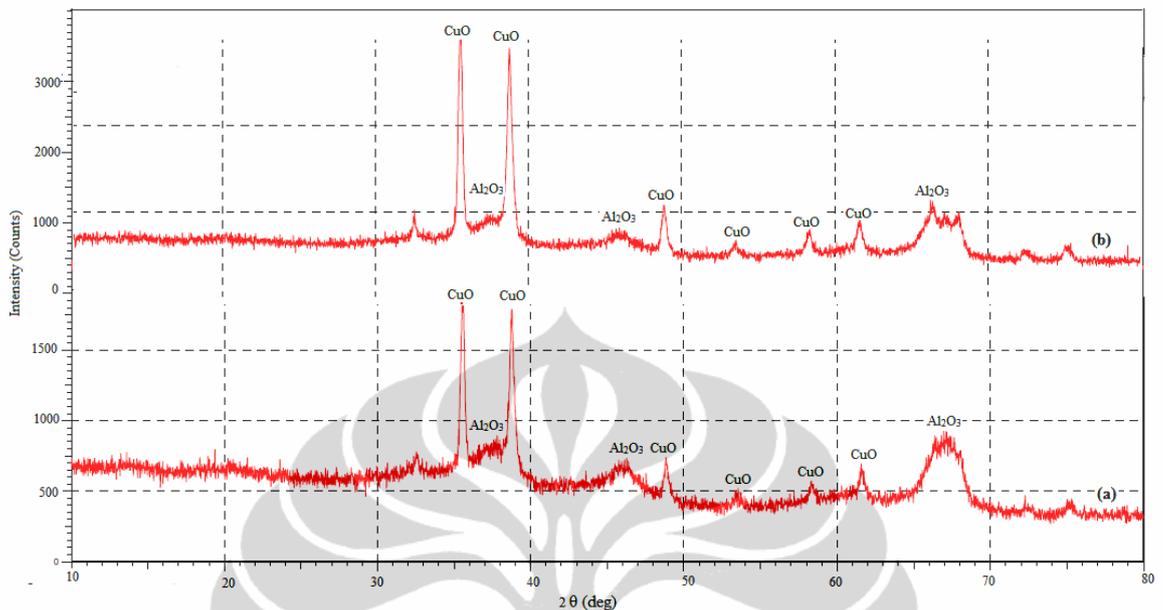
Tabel 4.1 memperlihatkan luas permukaan spesifik katalis hasil karakterisasi BET. Luas permukaan γ -Al₂O₃ dari literatur adalah 149 m²/g (Garcia et al, 1985). Dengan penambahan inti aktif CuO ke dalam penyangga γ -Al₂O₃ menyebabkan luas permukaan katalis berkurang. Penurunan luas permukaan ini disebabkan oleh penyumbatan pori oleh partikel-partikel inti aktif, dan berubahnya struktur kristal alumina akibat pemanasan proses kalsinasi.

Dari hasil karakterisasi BET di atas, dapat dilihat kecenderungan penurunan luas permukaan spesifik katalis seiring dengan penambahan *loading* katalis. Hal ini disebabkan oleh terbentuknya agregat inti aktif CuO lebih besar dengan diameter partikel yang lebih besar sehingga menutupi pori penyangga yang akan menurunkan luas permukaan spesifik katalis. Katalis yang memberikan luas permukaan spesifik paling besar adalah 10% CuO/γ-Al₂O₃ dengan prekursor tembaga klorida, dan yang memberikan luas permukaan spesifik yang paling kecil adalah 20% CuO/γ-Al₂O₃ dengan prekursor tembaga nitrat.

4.1.2 Karakterisasi X-Ray Diffraction (XRD)

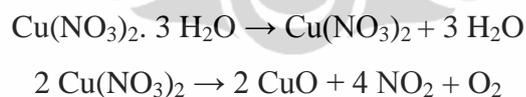
Karakterisasi XRD dilakukan untuk mengetahui senyawa yang terdapat pada katalis dan pengaruh variasi *loading* katalis terhadap ukuran partikel kristal katalis. Hasil karakterisasi XRD pada katalis CuO/γ-Al₂O₃ dengan prekursor

tembaga nitrat dengan variasi *loading* 10% berat dan 20% berat, dapat dilihat pada gambar 4.1 berikut ini.



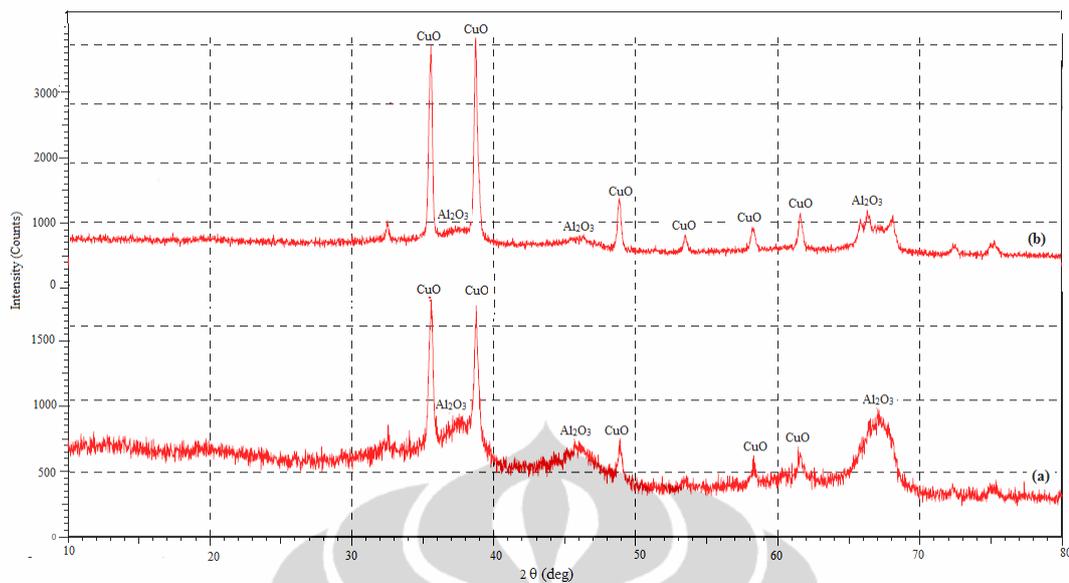
Gambar 4.1 Hasil Karakterisasi XRD untuk Katalis CuO/Al₂O₃ dengan prekursor tembaga nitrat dengan variasi *loading*: (a) 10% dan (b) 20%

Dapat dilihat dari gambar, puncak-puncak difraksi yang muncul mengindikasikan adanya senyawa CuO dan Al₂O₃ pada katalis. Puncak-puncak ini akan muncul pada nilai 2 θ tertentu, sesuai dengan ASTM pola difraksi untuk senyawa CuO dan Al₂O₃. Hal ini menunjukkan bahwa katalis dari prekursor tembaga nitrat mengalami reaksi dekomposisi menjadi CuO sesuai dengan reaksi:



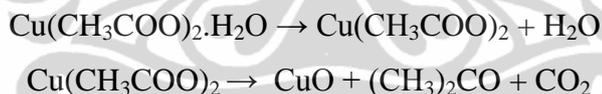
Dari gambar juga dapat dilihat, hubungan antara sudut difraksi (2θ) terhadap intensitas katalis CuO/γ-Al₂O₃ dengan prekursor tembaga nitrat 10% dan 20% menunjukkan bahwa *loading* katalis berpengaruh terhadap intensitas puncak pola difraksi. Semakin tinggi *loading* katalis, maka semakin tinggi intensitas yang dihasilkan dari pola XRD. Intensitas ini akan berpengaruh terhadap ukuran partikel kristal katalis, yang akan dijelaskan pada Tabel 4.2.

Untuk hasil karakterisasi XRD dari katalis CuO/γ-Al₂O₃ dengan prekursor tembaga asetat 10% dan 20% diberikan pada gambar 4.2.



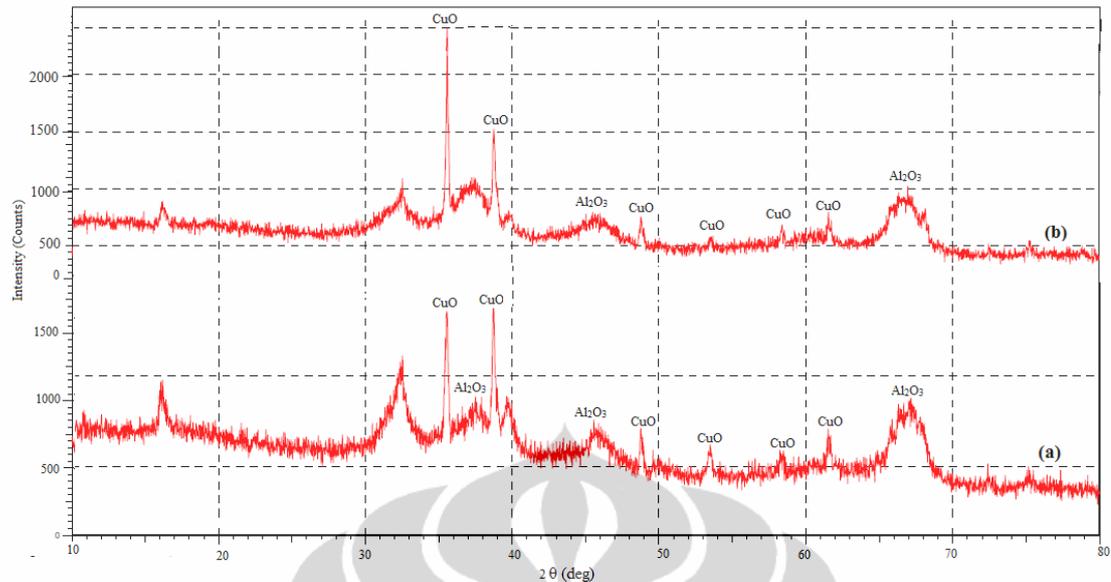
Gambar 4.2 Hasil Karakterisasi XRD untuk Katalis CuO/Al₂O₃ dengan prekursor tembaga asetat dengan variasi *loading*: (a) 10% dan (b) 20%

Dapat dilihat pada Gambar 4.2 diatas, terdapat puncak-puncak yang mengindikasikan adanya senyawa CuO dan Al₂O₃ yang terbentuk pada katalis. Hal ini menunjukkan bahwa katalis dari prekursor tembaga asetat mengalami reaksi dekomposisi menjadi CuO seperti pada reaksi di bawah ini:



Hasil karakterisasi XRD katalis CuO/ γ -Al₂O₃ dengan prekursor tembaga asetat dengan variasi *loading* 10% (grafik a) dan 20% (grafik b) menunjukkan bahwa *loading* yang lebih tinggi akan memberikan intensitas yang lebih tinggi pula, sehingga akan berpengaruh terhadap ukuran partikel kristal katalis yang akan ditunjukkan pada Tabel 4.2.

Untuk hasil karakterisasi katalis CuO/ γ -Al₂O₃ dengan prekursor tembaga klorida dengan *loading* 10% dan 20% ditunjukkan pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Hasil Karakterisasi XRD untuk Katalis CuO/Al₂O₃ dengan prekursor tembaga klorida dengan variasi *loading*: (a) 10% dan (b) 20%

Pada Gambar 4.3 diatas, terdapat puncak-puncak yang mengindikasikan adanya senyawa CuO dan Al₂O₃ yang terbentuk pada katalis. Hal ini menunjukkan bahwa katalis dari prekursor tembaga klorida mengalami reaksi dekomposisi menjadi CuO seperti pada reaksi di bawah ini:



Dari ketiga hasil karakterisasi XRD untuk katalis CuO/ γ -Al₂O₃ dengan prekursor tembaga nitrat, tembaga asetat, dan tembaga klorida menunjukkan kenaikan *loading* katalis menghasilkan puncak CuO yang semakin tinggi intensitasnya. Intensitas yang semakin tinggi ini menunjukkan ukuran partikel kristal yang semakin besar. Hasil dari perhitungan ukuran partikel kristal ditunjukkan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Hasil Perhitungan Ukuran Partikel Kristal dari Data Karakterisasi XRD

Prekursor	Katalis	Ukuran Partikel Kristal (nm)
Cu(NO ₃) ₂ . 3 H ₂ O	10% CuO/ γ -Al ₂ O ₃	26,20
	20% CuO/ γ -Al ₂ O ₃	26,46
Cu(CH ₃ COO) ₂ . H ₂ O	10% CuO/ γ -Al ₂ O ₃	23,83
	20% CuO/ γ -Al ₂ O ₃	31,61
CuCl ₂ . 2 H ₂ O	10% CuO/ γ -Al ₂ O ₃	32,38
	20% CuO/ γ -Al ₂ O ₃	47,93

Dari Tabel 4.2 diatas dapat dilihat kecenderungan dengan kenaikan *loading* katalis, maka ukuran partikel kristal CuO juga akan meningkat. Penyebab bertambahnya ukuran partikel kristal seiring dengan bertambahnya *loading* katalis adalah karena terjadinya penggerombolan atau penumpukan kristal CuO yang kemudian membentuk partikel kristal CuO dengan ukuran yang lebih besar, sehingga partikel CuO ini tidak terdispersi atau tersebar ke dalam pori-pori penyangga.

4.2 Uji Aktivitas Katalis

Aktivitas katalis diukur secara tidak langsung dengan menghitung bilangan iodium dari asam lemak yang terkandung dalam minyak jarak hasil hidrogenasi dengan metode Wijs. Proses hidrogenasi minyak jarak dilakukan dalam reaktor batch beraliran kontinu berpengaduk dengan kapasitas 300 mL pada tekanan 3 bar, suhu 150°C, dan waktu reaksi 4 jam. Semua katalis yang telah dipreparasi dengan variasi prekursor dan variasi *loading* pada katalis CuO/ γ -Al₂O₃ diuji keaktifannya dalam reaksi hidrogenasi minyak jarak.

Tabel 4.3 Hasil Uji Aktivitas Katalis untuk Reaksi Hidrogenasi Minyak Jarak

Prekursor	Katalis	Bilangan Iodium	Konversi (%)
Cu(NO ₃) ₂ . 3 H ₂ O	10% CuO/γ-Al ₂ O ₃	72,78	10,38
	20% CuO/γ-Al ₂ O ₃	73,66	9,30
Cu(CH ₃ COO) ₂ . H ₂ O	10% CuO/γ-Al ₂ O ₃	66,57	18,03
	20% CuO/γ-Al ₂ O ₃	71,90	11,47
CuCl ₂ . 2 H ₂ O	10% CuO/γ-Al ₂ O ₃	64,33	20,79
	20% CuO/γ-Al ₂ O ₃	71,53	11,93

Konversi bilangan iodium yang didapatkan merupakan perbandingan bilangan iodium dari minyak jarak yang telah dihidrogenasi dengan bilangan iodium dari minyak jarak sebelum dihidrogenasi, yaitu sebesar 81,22. Penurunan bilangan iodium tersebut berhubungan dengan pemutusan ikatan rangkap (ikatan tidak jenuh) menjadi ikatan tunggal (ikatan jenuh). Bilangan iodium menurun jika ikatan jenuh yang terbentuk semakin banyak.

Aktivitas katalis yang berbeda-beda ini dapat dihubungkan dengan luas permukaan spesifik katalis yang ditunjukkan pada Tabel 4.1. Katalis 10% CuO/γ-Al₂O₃ dengan prekursor tembaga klorida memberikan luas permukaan spesifik katalis terbesar dibandingkan katalis dengan garam prekursor lainnya, sehingga konversi bilangan iodin yang dihasilkan juga yang paling banyak. Hal ini sesuai dengan teori yang menyatakan bahwa aktivitas katalis pada umumnya akan meningkat dengan meningkatnya luas permukaan, karena berarti situs aktif tempat terjadinya adsorpsi reaktan semakin banyak (Sinfelt, 1972).

Hasil uji aktivitas katalis pada Tabel 4.3 di atas juga menunjukkan bahwa kandungan logam aktif katalis berpengaruh terhadap aktivitas katalis. Makin tinggi *loading* katalis, maka penurunan bilangan iodium semakin berkurang. Hal ini berhubungan dengan hasil XRD yang menyatakan bahwa semakin tinggi *loading* katalis, maka ukuran partikel kristal semakin besar, sehingga inti aktif CuO tidak terdispersi secara merata pada pori-pori penyangga.

Penyebab perubahan bilangan iodin yang masih menunjukkan banyaknya ikatan rangkap pada minyak jarak yang telah dihidrogenasi dapat disebabkan oleh

beberapa hal, yaitu pengaruh desain reaktor yang tidak tepat dan kondisi operasi yang tidak sesuai. Pada reaksi hidrogenasi fasa cair dengan katalis heterogen dibutuhkan reaktor yang memungkinkan terjadinya kontak antara reaktan dan katalis secara merata. Katalis yang digunakan harus dijaga supaya tetap tersuspensi dengan cara pengadukan. Metode yang digunakan dalam pengadukan harus dapat memastikan terjadinya tumbukan yang merata antara ketiga fasa tersebut. Pada hidrogenasi menggunakan reaktor *batch* dengan aliran kontinyu, gas hidrogen dialirkan melalui pipa yang masuk melalui lubang pada *shaft stirrer*. Dengan demikian saat terjadi pengadukan, gas yang keluar melalui lubang *stirrer* akan tersebar lebih merata.

Pengadukan yang kurang merata pada reaksi hidrogenasi fasa cair akan menyebabkan masalah dalam perpindahan massa pada reaksi yang terjadi. Hal ini terjadi karena apabila gas H_2 dalam reaksi tidak mengalami kontak dengan katalis, maka gas H_2 tidak akan teradsorp pada permukaan inti aktif katalis sehingga yang terjadi pemutusan ikatan rangkap dari minyak jarak hanya sedikit. Tekanan yang digunakan pada reaksi hidrogenasi ini sangat rendah (3 bar), sedangkan tekanan yang umumnya digunakan untuk reaksi hidrogenasi adalah (10-15 bar). Hal ini disebabkan karena kapasitas reaktor yang digunakan tidak bisa mencapai tekanan yang tinggi.

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Garam prekursor yang berbeda memberikan luas permukaan dan ukuran kristal inti aktif yang berbeda pula.
2. Katalis yang menunjukkan aktivitas terbaik pada penelitian ini adalah katalis dengan prekursor tembaga klorida dengan *loading* 10%.
3. Konversi tertinggi bilangan iodin yang didapatkan adalah 20,79% dengan katalis tembaga klorida dengan *loading* 10%.
4. Semakin meningkatnya *loading* katalis menunjukkan semakin berkurang aktivitas katalis.

5.2 Saran

Saran untuk penelitian ini adalah:

1. Analisis morfologi katalis dengan menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) sehingga dispersi logam aktif pada bahan penyangga tampak lebih jelas.
2. Analisis *Temperatur Programme Reduction* (TPR) sehingga dapat diketahui suhu reduksi yang sesuai untuk katalis yang dipreparasi.
3. Analisis kandungan asam lemak minyak jarak hasil hidrogenasi perlu dilakukan dengan menggunakan *Gas Chromatography* (GC) sehingga dapat diketahui jumlah dari asam lemak tidak jenuh yang terhidrogenasi menjadi asam lemak jenuh.

DAFTAR PUSTAKA

- Afzal, M., Butt, P.K., Ahmad, H (1991), *Kinetics of Thermal Decomposition of Metal Acetates*, Journal of Thermal Analysis, 37, 1013-1023.
- Bokhimi, O.N. (1999), *Copper Precursor Effect on Reducibility and Titania Phases Concentration of Sol-Gel Cu/TiO₂ Catalyst*, 144, 349-353.
- Diesen, R.W., Burdett, K.A., Dixit, R.S., King, S.S (1998), *Copper-Impregnated Zeolite Composition*, (United States Patent: 5488020).
- Diosady, H.F (1985), *Homogeneous Catalytic Hydrogenation of Canola Oil Using A Ruthenium Catalyst*, JAOCS, 63-66.
- Domokos (2010), *Catalyst Composition, it's preparation and use*, (United States Patent: **7749937**)
- Garcia, M.A.V., Platero, E.E., Colinas, J.M.F., Arean, C.O (1985)**, *Variation of surface area during isothermal sintering of mesoporous gamma-alumina*, Thermochemica Acta, 90, ISSN 0040-6031, 195-199
- Gates, B. C. (1979), *Chemistry and Catalytic Process*, (Mc Graw Hill: New York), 801-802
- Kompas (2011), *Perkembangan Minyak Jarak*, (Kompas:Jakarta), 4.
- Nasikin, M. (2007), *Katalisis Heterogen*, (Universitas Indonesia: Depok), 20-25, 46-49.
- Nasikin, M., Eliyanti, A., Arto, D. (2004), *Karakterisasi Katalis CuO/ZnO/Al₂O₃*, Jurnal Teknologi, 2, 120-126.
- Nasikin, M., Susanto, B. H. (2010), *Katalisis Heterogen (1; Universitas Indonesia: Depok)* 185.
- Neimark, A.V, Kheifez, L.L, Fendonov, V.B (1981), *Theory of Preparation of Supported Catalysts*, 20, 439-450.
- Nishimura, S (2001), *Handbook of Heterogeneous Catalytic Hydrogenation for Organic Synthesis*, (John Wiley & Sons: New York), 24-26.
- Norazlan, R. (2010), *Lipid*, <http://redzuannorazlan.blogspot.com/2010/08/bbc1-k22-lipid.html>, accessed 27 Mei 2011
- Nugraha, A. (2007), *Pembuatan Gemuk Lumas Dari Minyak Jarak Castor Via Catalytic Transfer Hydrogenation*. Skripsi. (ITB:Bandung), 1.

- Nuriman (1998), *Preparasi dan Karakterisasi Katalis Logam Cu Berpenyangga untuk Reaksi Hidrogenasi CO₂ Menjadi Methanol*. Thesis. (Universitas Indonesia: Depok), 31-35, 40-43
- Nurofik (2008). *Reaksi Oksidasi Katalitik gugus OH Sekunder Pada 2-Butanol Menggunakan Katalis TiO₂-Al₂O₃*. Skripsi. (Universitas Indonesia: Depok), 15-17, 32.
- Palm, C. (2011), *DL-12-hydroxystearic acid*, http://www.coleparmer.com/catalog/product_index.asp?cls=34923, accessed 21 Mei 2011.
- Ren, S., Qiu, J., Wang, C., Xu, B., Fan, Y., Chen, Y. (2007), *Influence of Nickel Salt Precursors on the Hydrogenation Activity of Ni/[gamma]-Al₂O₃ Catalyst*, Chinese Journal of Catalysis, 28 (7), 651-656.
- Satterfield, C.N. (1980), *Heterogeneous Catalysis in Practice* (Mc Graw Hill: New York), 225-227.
- Sinfelt, J.H. (1972), *Highly Dispersed Catalytic Material*, Corporate Research Laboratories, New Jersey, 531-532.
- Sleeter, R. (2006), *Copper Composition and Their Use as Hydrogenation Catalysts*, (United States Patent: 20060241313).
- Soenardi, S. R. (2011), *Jarak dan Kegunaannya*, Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian, 1.
- Statistik, Badan Pusat (2011), *Statistik Perdagangan Ekspor/Impor Indonesia, 2010-2011* (Jakarta), 2
- Sreenivasan, B., Kamath, N., and Kane, J. (1957), *Studies on castor oil. II. Hydrogenation of castor oil*, Journal of the American Oil Chemists' Society, 34 (6), 302-307.
- Susanty, R. (2003), *Sintesis dan Uji Kinerja Katalis Ni-γ-Al₂O₃ Dengan Teknik Preparasi Sol-Gel dan Impregnasi Untuk Reaksi Oksidasi Parsial Metana: Variasi Promotor CeO₂, La₂O₃, dan MgO Serta Perlakuan Ultrasonik*. Thesis. (Universitas Indonesia: Depok), 36-38, 41-43
- Taufiq, A. (1995), *Sifat Katalitik dan Kimia Permukaan Sistem ZnO/Al₂O₃ Untuk Dekomposisi Methanol*. Skripsi. (Universitas Indonesia: Depok), 15-16
- Warren, B.E. (1969), *X-Ray Diffraction*, (Addison-Wesley: London), 312

Widiyarti, G. (2000), *Pembuatan dan Karakterisasi Katalis Cu-Cr/Kiehlsguhr Serta Uji Aktivitas*, Pusat Penelitian Kimia-LIPI, 1-3.

Wuryaningsih, S., and Widyarti, G. (2009), *Preparasi dan Uji Aktivitas Katalis Ni/Kielsguhr pada Hidrogenasi Tanaman Jarak*, Pusat Penelitian Kawasan Puspitek Serpong, 10, 250-254.



Lampiran 1: Perhitungan Preparasi Katalis dengan Metode Impregnasi

Perhitungan massa prekursor dan penyangga γ -Al₂O₃ untuk preparasi katalis CuO/ γ -Al₂O₃ dengan loading 10% dan 20% dari garam prekursor Cu nitrat, Cu asetat, dan Cu klorida adalah sebagai berikut:

1. Katalis CuO/ γ -Al₂O₃ prekursor Cu nitrat loading 10%

massa Cu(NO₃)₂ · 3 H₂O = 1 gram

massa γ -Al₂O₃ = ($\frac{100}{10}$ - 1 gram) = 9 gram

Mr Cu(NO₃)₂ · 3 H₂O = 241,6 g/mol

Ar Cu = 63,55 g/mol

$$\begin{aligned} \text{Jumlah Cu(NO}_3)_2 \cdot 3 \text{H}_2\text{O} &= \frac{\text{Mr Cu(NO}_3)_2 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}}{\text{Ar Cu}} \times 1 \text{ g} \\ &= \frac{241,6 \text{ g/mol}}{63,55 \text{ g/mol}} \times 1 \text{ g} \\ &= 3,801 \text{ g} \end{aligned}$$

$$n = \frac{m}{Mr} = \frac{3,801 \text{ g}}{241,6 \text{ g/mol}} = 0,01573 \text{ mol}$$

$$M = \frac{n}{V} \rightarrow 0,2 \text{ M} = \frac{0,01573 \text{ mol}}{V}$$

$$V = \frac{0,01573 \text{ mol}}{0,2 \text{ mol/L}} = 0,07865 \text{ L} = 78,65 \text{ mL}$$

2. Katalis CuO/ γ -Al₂O₃ prekursor Cu nitrat loading 20%

massa Cu(NO₃)₂ · 3 H₂O = 1 gram

massa γ -Al₂O₃ = ($\frac{100}{20}$ - 1 gram) = 4 gram

Mr Cu(NO₃)₂ · 3 H₂O = 241,6 g/mol

Ar Cu = 63,55 g/mol

$$\begin{aligned} \text{Jumlah Cu(NO}_3)_2 \cdot 3 \text{H}_2\text{O} &= \frac{\text{Mr Cu(NO}_3)_2 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}}{\text{Ar Cu}} \times 1 \text{ g} \\ &= \frac{241,6 \text{ g/mol}}{63,55 \text{ g/mol}} \times 1 \text{ g} \\ &= 3,801 \text{ g} \end{aligned}$$

$$n = \frac{m}{Mr} = \frac{3,801 \text{ g}}{241,6 \text{ g/mol}} = 0,01573 \text{ mol}$$

$$M = \frac{n}{V} \rightarrow 0,2 \text{ M} = \frac{0,01573 \text{ mol}}{V}$$

$$V = \frac{0,01573 \text{ mol}}{0,2 \text{ mol/L}} = 0,07865 \text{ L} = 78,65 \text{ mL}$$

3. Katalis CuO/ γ -Al₂O₃ prekursor Cu asetat loading 20%

massa $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O} = 1 \text{ gram}$

massa $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3 = \left(\frac{100}{10} - 1 \text{ gram}\right) = 9 \text{ gram}$

Mr $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O} = 199,65 \text{ g/mol}$

Ar Cu = 63,55 g/mol

$$\begin{aligned}\text{Jumlah } \text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O} &= \frac{\text{Mr } \text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}}{\text{Ar Cu}} \times 1 \text{ g} \\ &= \frac{199,65 \text{ g/mol}}{63,55 \text{ g/mol}} \times 1 \text{ g} \\ &= 3,142 \text{ g}\end{aligned}$$

$$n = \frac{m}{Mr} = \frac{3,142 \text{ g}}{199,65 \text{ g/mol}} = 0,0157 \text{ mol}$$

$$M = \frac{n}{V} \rightarrow 0,2 \text{ M} = \frac{0,0157 \text{ mol}}{V}$$

$$V = \frac{0,0157 \text{ mol}}{0,2 \text{ mol/L}} = 0,0785 \text{ L} = 78,50 \text{ mL}$$

4. Katalis $\text{CuO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ prekursor Cu asetat loading 10%

massa $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O} = 1 \text{ gram}$

massa $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3 = \left(\frac{100}{20} - 1 \text{ gram}\right) = 4 \text{ gram}$

Mr $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O} = 199,65 \text{ g/mol}$

Ar Cu = 63,55 g/mol

$$\begin{aligned}\text{Jumlah } \text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O} &= \frac{\text{Mr } \text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}}{\text{Ar Cu}} \times 1 \text{ g} \\ &= \frac{199,65 \text{ g/mol}}{63,55 \text{ g/mol}} \times 1 \text{ g} \\ &= 3,142 \text{ g}\end{aligned}$$

$$n = \frac{m}{Mr} = \frac{3,142 \text{ g}}{199,65 \text{ g/mol}} = 0,0157 \text{ mol}$$

$$M = \frac{n}{V} \rightarrow 0,2 \text{ M} = \frac{0,0157 \text{ mol}}{V}$$

$$V = \frac{0,0157 \text{ mol}}{0,2 \text{ mol/L}} = 0,0785 \text{ L} = 78,50 \text{ mL}$$

5. Katalis $\text{CuO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ prekursor Cu klorida loading 10%

massa $\text{CuCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O} = 1 \text{ gram}$

massa $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3 = \left(\frac{100}{10} - 1 \text{ gram}\right) = 9 \text{ gram}$

Mr $\text{CuCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O} = 170,48 \text{ g/mol}$

Ar Cu = 63,55 g/mol

$$\text{Jumlah } \text{CuCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O} = \frac{\text{Mr } \text{CuCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}}{\text{Ar Cu}} \times 1 \text{ g}$$

$$= \frac{170,48 \text{ g/mol}}{63,55 \text{ g/mol}} \times 1 \text{ g}$$

$$= 2,683 \text{ g}$$

$$n = \frac{m}{Mr} = \frac{2,683 \text{ g}}{170,48 \text{ g/mol}} = 0,01574 \text{ mol}$$

$$M = \frac{n}{V} \rightarrow 0,2 \text{ M} = \frac{0,01574 \text{ mol}}{V}$$

$$V = \frac{0,01574 \text{ mol}}{0,2 \text{ mol/L}} = 0,0787 \text{ L} = 78,70 \text{ L}$$

6. Katalis CuO/ γ -Al₂O₃ prekursor Cu klorida loading 20%

massa CuCl₂ · 2 H₂O = 1 gram

massa γ -Al₂O₃ = ($\frac{100}{20}$ - 1 gram) = 4 gram

Mr CuCl₂ · 2 H₂O = 170,48 g/mol

Ar Cu = 63,55 g/mol

$$\text{Jumlah CuCl}_2 \cdot 2 \text{ H}_2\text{O} = \frac{Mr \text{ CuCl}_2 \cdot 2 \text{ H}_2\text{O}}{Ar \text{ Cu}} \times 1 \text{ g}$$

$$= \frac{170,48 \text{ g/mol}}{63,55 \text{ g/mol}} \times 1 \text{ g}$$

$$= 2,683 \text{ g}$$

$$n = \frac{m}{Mr} = \frac{2,683 \text{ g}}{170,48 \text{ g/mol}} = 0,01574 \text{ mol}$$

$$M = \frac{n}{V} \rightarrow 0,2 \text{ M} = \frac{0,01574 \text{ mol}}{V}$$

$$V = \frac{0,01574 \text{ mol}}{0,2 \text{ mol/L}} = 0,0787 \text{ L} = 78,70 \text{ L}$$

Lampiran 2: Hasil Karakterisasi BET

Surface Area Analysis System Report
File Name = Ani5.dat

User ID	= Ani	User Setup	= 4
Sample ID	= B4-Cu-10%Nitrat	Sample Cell Number	= 2
Sample Weight	= 0.6293 g	Sample Volume	=
Sample Density	= 1.0000 g/cc		
Po Type	= User	Po	= 700.7540 mm Hg
Adsorbate	= N2	Bath Temperature	= 77.40 deg K
Adsorption Tolerance	= 0.1000 mm Hg	Desorption Tolerance	= 0.0000 mm Hg
Adsorption Equil Time	= 6 min	Desorption Equil Time	= 0 sec
Adsorption Dwell Time	= 180 sec	Desorption Dwell Time	= 0 sec
Analysis Start Time	= Kamis 13 June 2012	Analysis End Time	= Kamis 13 June 2012, 01:23:12 AM

Analysis

Operator : MUJINEM
Sample ID : B4-Cu-10%Nitrat

Date : 2012/6/13

Filename

Report

Operator : MUJINEM

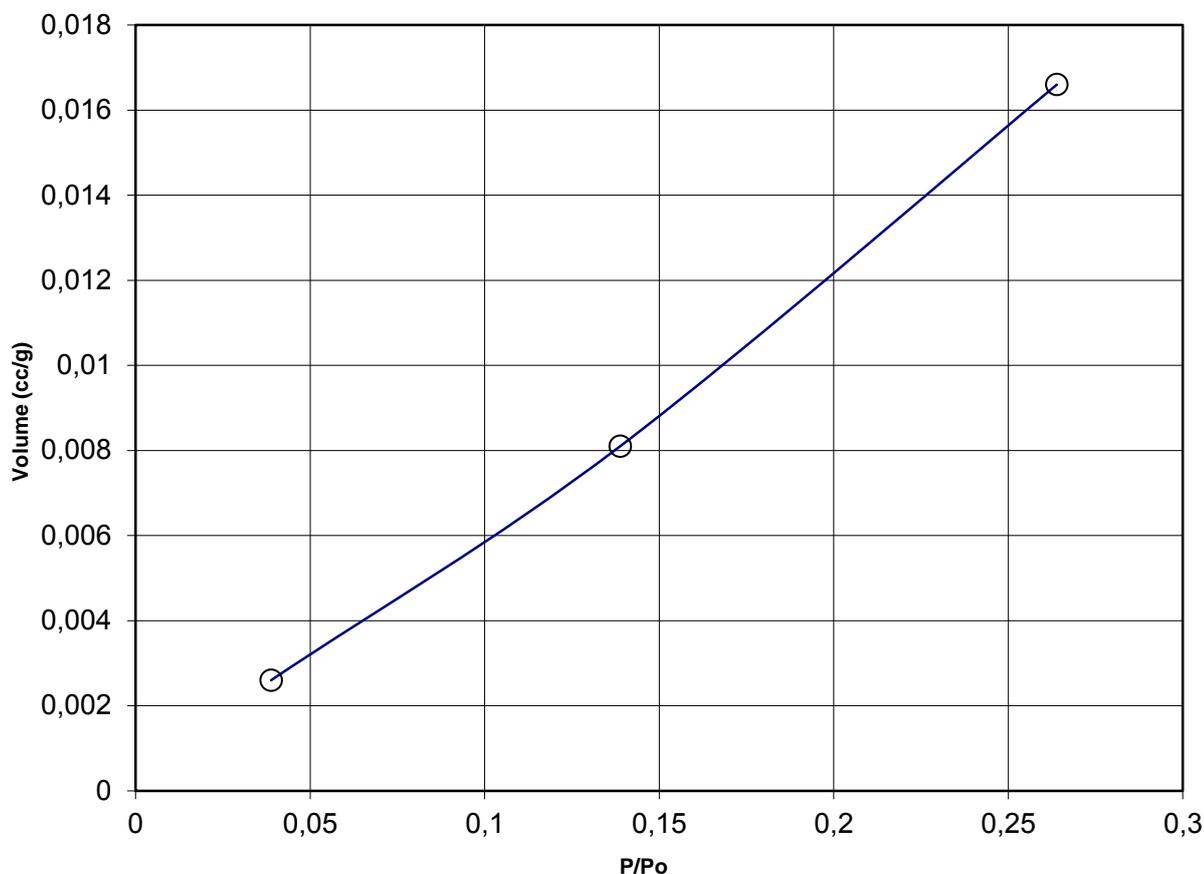
Filename : C:\data\BET\Ani5.dat

Date : 2012/6/13

BET summary

Slope	: 0.06270
C constant	: -0.00014
Correlation coefficient, r	: 0.99835
Vm	: 15.97540
S	: 43.76420
Surface Area	: 54.5203 m ² /g

BET Plot



Surface Area Analysis System Report File Name = Ani6.dat

User ID	= Ani	User Setup	= 4
Sample ID	= B4-Cu-20%Nitrat	Sample Cell Number	= 2
Sample Weight	= 0.6102 g	Sample Volume	=
Sample Density	= 1.0000 g/cc		
Po Type	= User	Po	= 700.7540 mm Hg
Adsorbate	= N2	Bath Temperature	= 77.40 deg K
Adsorption Tolerance	= 0.1000 mm Hg	Desorption Tolerance	= 0.0000 mm Hg
Adsorption Equil Time	= 6 min	Desorption Equil Time	= 0 sec
Adsorption Dwell Time	= 180 sec	Desorption Dwell Time	= 0 sec
Analysis Start Time	= Kamis 13 June 2012	Analysis End Time	= Kamis 13 June 2012, 01:23:12 AM

Analysis

Operator : MUJINEM
Sample : B4-Cu-
ID : 20%Nitrat

Date : 2012/6/13

Filename

Report

Operator : MUJINEM

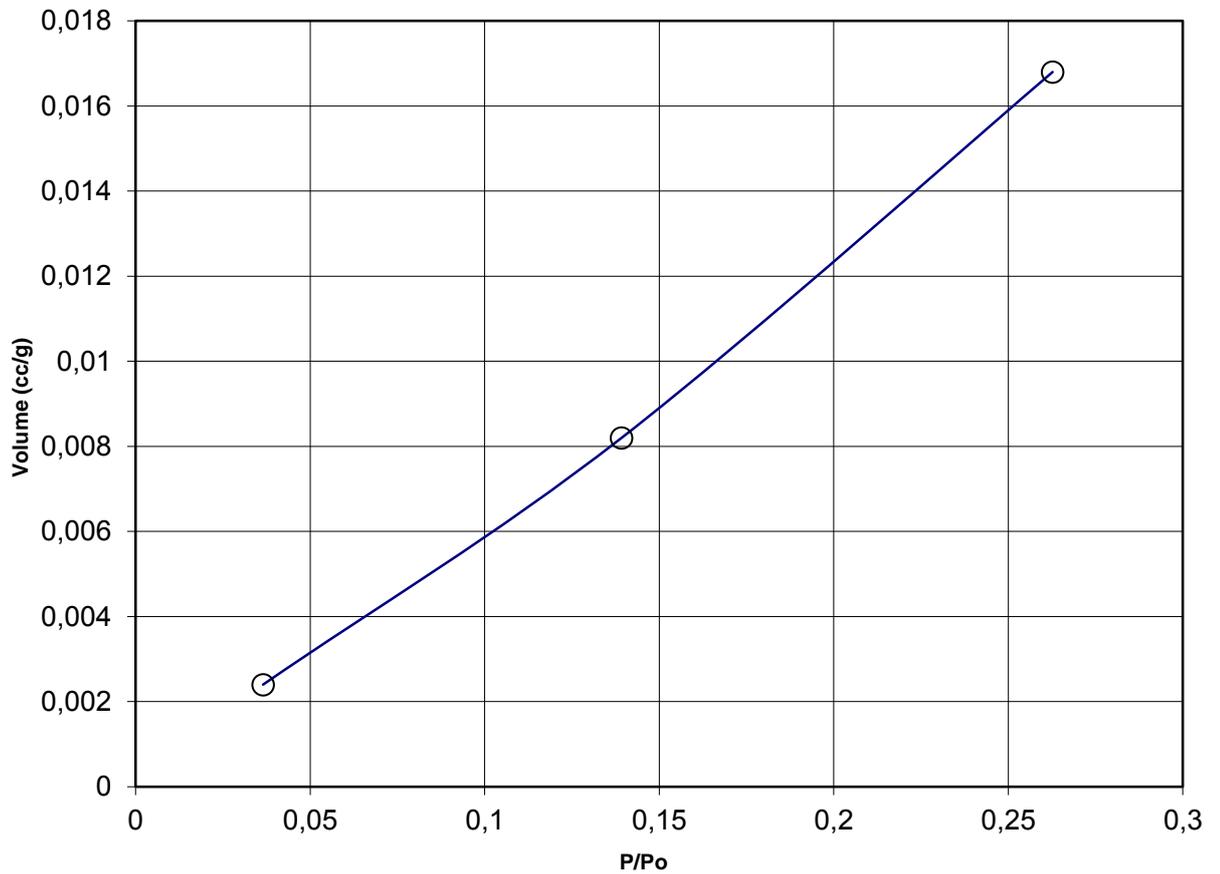
: C:\data\BET\Ani6.dat

Date :
2012/6/13

BET summary

Slope : 0.06380
C constant : -0.00023
Correlation coefficient, r : 0.99841
Vm : 15.71940
S : 43.76420
Surface Area : 52.1896 m²/g

BET Plot



Surface Area Analysis System Report
File Name = Ani3.dat

User ID	= Ani	User Setup	= 4
Sample ID	= B1-Cu-10%Asetat	Sample Cell Number	= 2
Sample Weight	= 0.6702 g	Sample Volume	=
Sample Density	= 1.0000 g/cc		
Po Type	= User	Po	= 700.7540 mm Hg
Adsorbate	= N2	Bath Temperature	= 77.40 deg K
Adsorption Tolerance	= 0.1000 mm Hg	Desorption Tolerance	= 0.0000 mm Hg
Adsorption Equil Time	= 6 min	Desorption Equil Time	= 0 sec
Adsorption Dwell Time	= 180 sec	Desorption Dwell Time	= 0 sec
Analysis Start Time	= Kamis 13 June 2012	Analysis End Time	= Kamis 13 June 2012, 01:23:12 AM

Analysis

Operator : MUJINEM **Date** : 2012/6/13
Sample : B1-Cu-
ID : 10%asetat **Filename** :

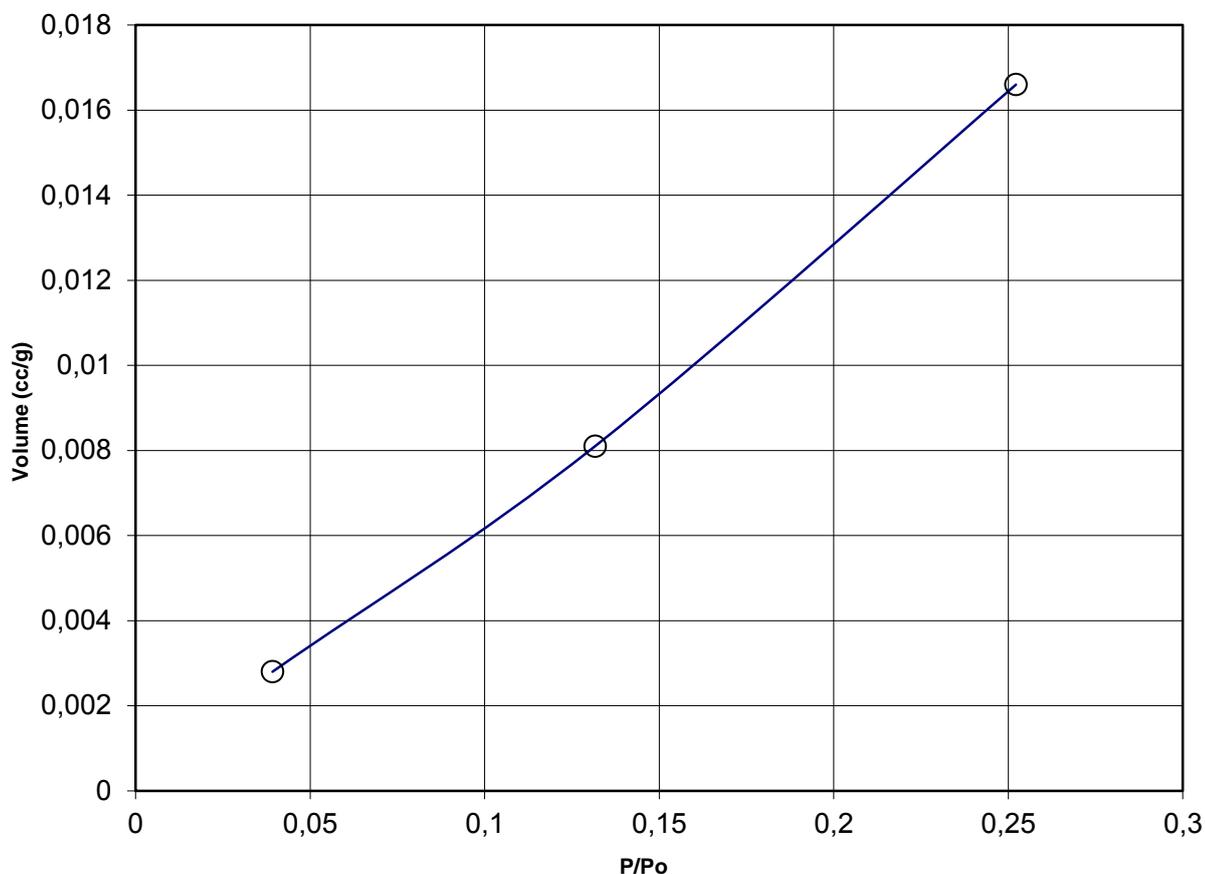
Report

Operator : MUJINEM **Date** : 2012/6/13
Filename : C:\data\BET\Ani3.dat

BET summary

Slope : 0.06480
C constant : 0.00004
Correlation coefficient, r : 0.99835
Vm : 15.43440
S : 45.030230
Surface Area : 67.1892 m²/g

BET Plot



Surface Area Analysis System Report File Name = Ani4.dat

User ID	= Ani	User Setup	= 4
Sample ID	= B1-Cu-20%Asetat	Sample Cell Number	= 2
Sample Weight	= 0.5697 g	Sample Volume	=
Sample Density	= 1.0000 g/cc		
Po Type	= User	Po	= 700.7540 mm Hg
Adsorbate	= N2	Bath Temperature	= 77.40 deg K
Adsorption Tolerance	= 0.1000 mm Hg	Desorption Tolerance	= 0.0000 mm Hg
Adsorption Equil Time	= 6 min	Desorption Equil Time	= 0 sec
Adsorption Dwell Time	= 180 sec	Desorption Dwell Time	= 0 sec
Analysis Start Time	= Kamis 13 June 2012	Analysis End Time	= Kamis 13 June 2012, 01:23:12 AM

Analysis

Operator : MUJINEM
Sample : B1-Cu-
ID : 20%asetat

Date : 2012/6/13

Filename

Report

Operator : MUJINEM

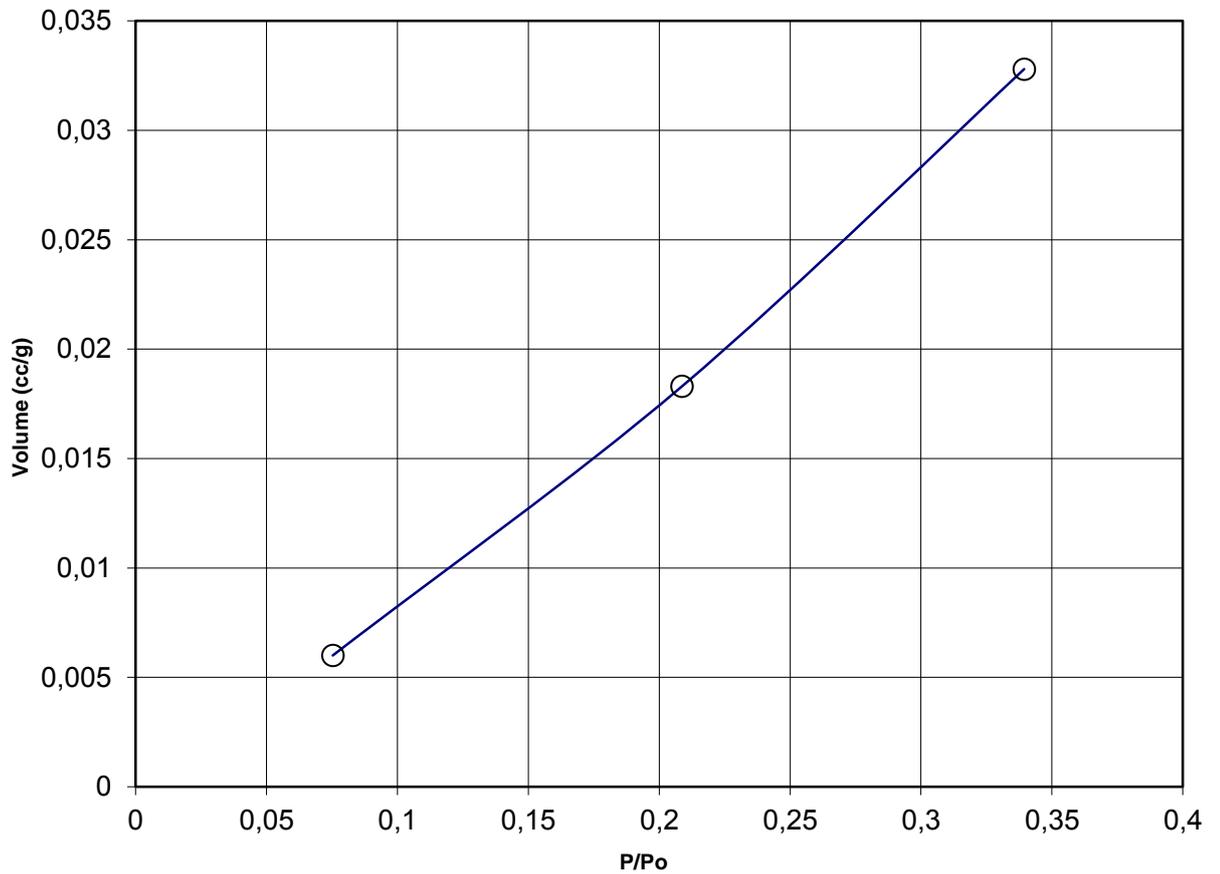
: C:\data\BET\Ani4.dat

Date :
2012/6/13

BET summary

Slope : 0.10130
C constant : -0.00201
Correlation coefficient, r : 0.99851
Vm : 10.07620
S : 24.98900
Surface Area : 63.8365 m²/g

BET Plot



Surface Area Analysis System Report
File Name = Ani1.dat

User ID	= Ani	User Setup	= 4
Sample ID	= B1-Cu-10%klorida	Sample Cell Number	= 2
Sample Weight	= 0.7136 g	Sample Volume	=

Sample Density	=	1.0000 g/cc			
Po Type	=	User	Po	=	700.7540 mm Hg
Adsorbate	=	N2	Bath Temperature	=	77.40 deg K
Adsorption Tolerance	=	0.1000 mm Hg	Desorption Tolerance	=	0.0000 mm Hg
Adsorption Equil Time	=	6 min	Desorption Equil Time	=	0 sec
Adsorption Dwell Time	=	180 sec	Desorption Dwell Time	=	0 sec
Analysis Start Time	=	Kamis 13 June 2012	Analysis End Time	=	Kamis 13 June 2012, 01:23:12 AM

Analysis

Operator : MUJINEM Date : 2012/6/13
Sample B1-Cu-
ID : 10%klorida Filename

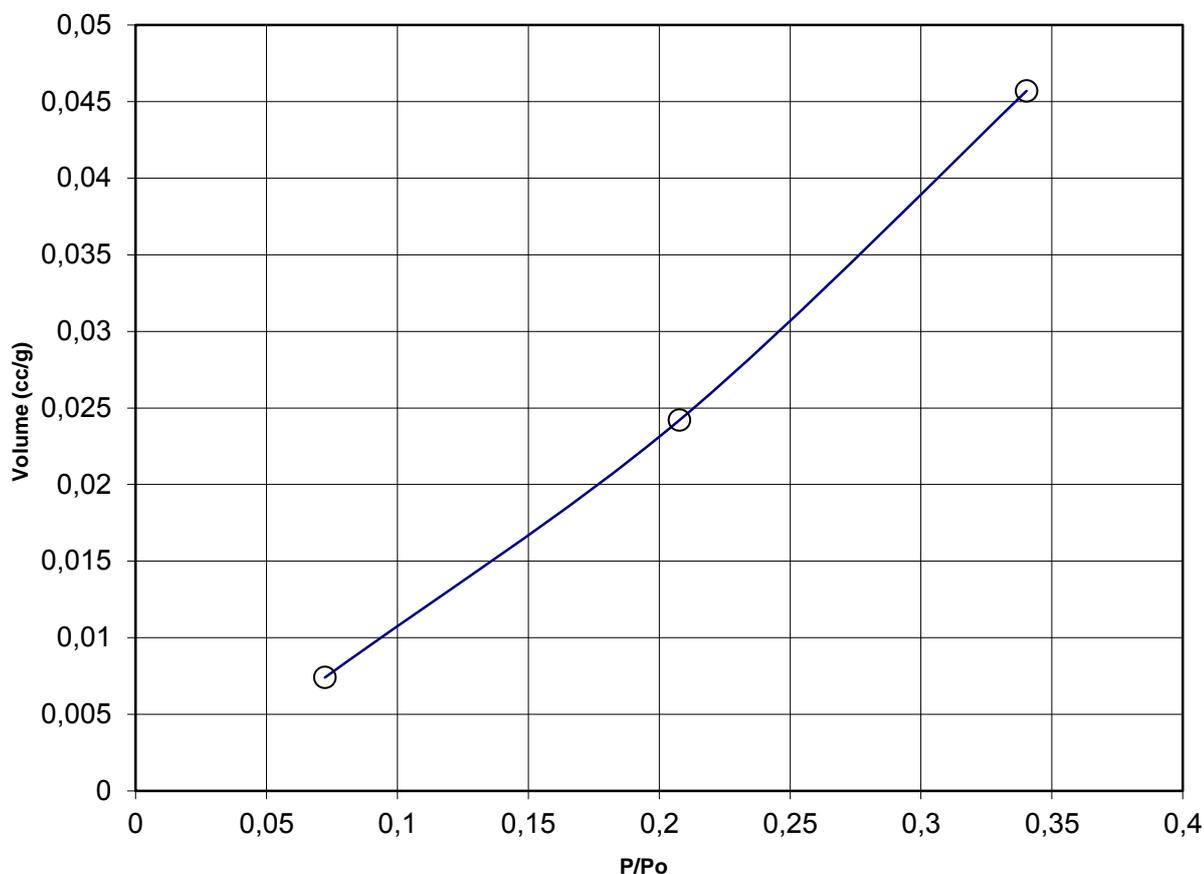
Report

Operator : MUJINEM Date : 2012/6/13
: C:\data\BET\Ani1.dat

BET summary

Slope : 0.14280
C constant : -0.00378
Correlation coefficient, r : 0.99721
Vm : 7.19180
S : 22.34090
Surface Area : 69.5433 m²/g

BET Plot



Surface Area Analysis System Report File Name = Ani2.dat

User ID	= Ani	User Setup	= 4
Sample ID	= B1-Cu-10%klorida	Sample Cell Number	= 2
Sample Weight	= 0.8450 g	Sample Volume	=
Sample Density	= 1.0000 g/cc		
Po Type	= User	Po	= 700.7540 mm Hg
Adsorbate	= N2	Bath Temperature	= 77.40 deg K
Adsorption Tolerance	= 0.1000 mm Hg	Desorption Tolerance	= 0.0000 mm Hg
Adsorption Equil Time	= 6 min	Desorption Equil Time	= 0 sec
Adsorption Dwell Time	= 180 sec	Desorption Dwell Time	= 0 sec
Analysis Start Time	= Kamis 13 June 2012	Analysis End Time	= Kamis 13 June 2012, 01:23:12 AM

Analysis

Operator : MUJINEM
Sample : B1-Cu-
ID : 10%klorida

Date : 2012/6/13

Filename

Report

Operator : MUJINEM

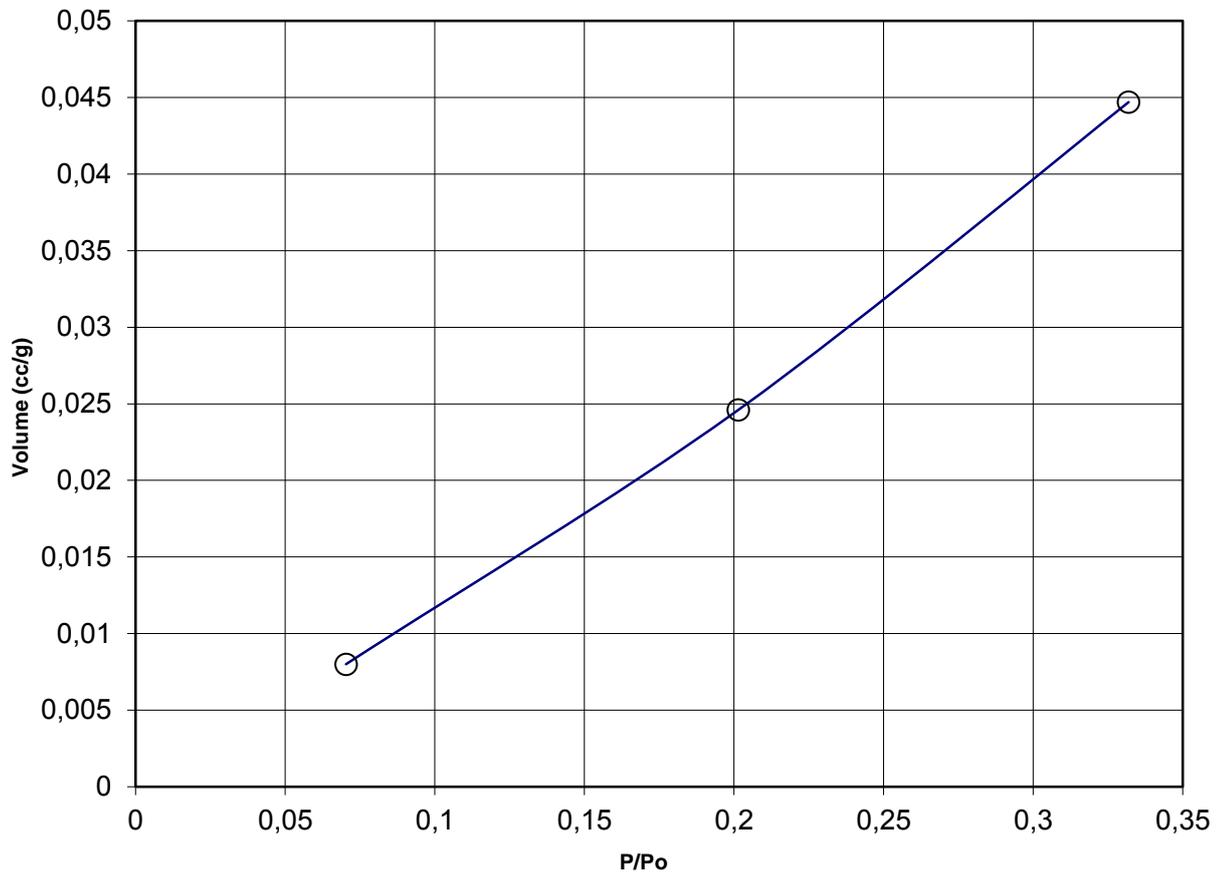
: C:\data\BET\Ani2.dat

Date :
2012/6/13

BET summary

Slope : 0.14040
C constant : -0.00249
Correlation coefficient, r : 0.99836
Vm : 7.24890
S : 26.66460
Surface Area : 68.4325 m²/g

BET Plot



Lampiran 3: Hasil Karakterisasi XRD dan Perhitungan Ukuran Kristal Katalis

Ukuran kristal partikel CuO dihitung dari hasil karakterisasi XRD dengan persamaan berikut ini:

$$n \lambda = 2d \sin \theta \quad (\text{E.1})$$

Dengan:

λ = panjang gelombang dari berkas sinar X yang tergantung dari tabung anoda dari generator penghasil sinar X yang dipakai (CuK α = 0,01548 nm)

n = bilangan bulat yang menyatakan fasa dimana fraksi menghasilkan terang = 1

d = lebar celah

θ = sudut pengukuran (sudut difraksi, °)

$$L = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} \quad (\text{E.2})$$

Dengan:

L = ukuran kristal (nm)

λ = panjang gelombang radiasi sinar X-ray (CuK α = 0,15148 nm)

K = 0,89

β = lebar setengah puncak gelombang tertinggi (FWHM)

Jenis prekursor	Katalis	λ (nm)	K	Cos θ	β (rad)	L (nm)
Cu nitrat	10% CuO/ γ -Al ₂ O ₃	0,15148	0,89	0,95234	0,00555	26,1890
	20% CuO/ γ -Al ₂ O ₃	0,15148	0,89	0,95234	0,00543	26,4633
Cu asetat	10% CuO/ γ -Al ₂ O ₃	0,15148	0,89	0,9523	0,0061	23,833
	20% CuO/ γ -Al ₂ O ₃	0,15148	0,89	0,94353	0,004647	31,6052
Cu klorida	10% CuO/ γ -Al ₂ O ₃	0,15148	0,89	0,94351	0,004536	32,3842
	20% CuO/ γ -Al ₂ O ₃	0,15148	0,89	0,9523	0,003037	47,927

Data Karakterisasi XRD untuk katalis 10% CuO/ γ -Al₂O₃ dengan prekursor cuprit:

```

*** Basic Data Process ***

Group      : 30
Data       : A-NO3_10

# Strongest 3 peaks
no. peak   2Theta      d      I/I1    FWHM      Intensity  Integrated Int
no.        (deg)         (Å)                    (deg)      (Counts)   (Counts)
  1      14      35.5213    2.52523  100    0.31160    483      8144
  2      16      38.7268    2.32327   95    0.37240    457      8551
  3      29      67.2000    1.39196   34    0.00000    164         0

# Peak Data List
peak       2Theta      d      I/I1    FWHM      Intensity  Integrated Int
no.        (deg)         (Å)                    (deg)      (Counts)   (Counts)
  1      12.6295    7.00335    3    0.24760    16      284
  2      13.2800    6.66173    3    0.28000    15      574
  3      18.1933    4.87222    3    0.22670    15      327
  4      19.2800    4.59999    4    0.12000    18      215
  5      20.4066    4.34850    4    0.50670    18      630
  6      21.3900    4.15075    3    0.14000    14      246
  7      22.7016    3.91382    3    0.32330    16      374
  8      23.8766    3.72381    3    0.08670    16      199
  9      27.3233    3.26139    3    0.24670    16      325
 10      28.2650    3.15483    4    0.27000    18      327
 11      29.8225    2.99352    4    0.24500    17      410
 12      31.1440    2.86945    3    0.20800    14      306
 13      32.5054    2.75231   11    0.30420    52     1295
 14      35.5213    2.52523  100    0.31160    483     8144
 15      37.6600    2.38659   15    1.80000    72     7552
 16      38.7268    2.32327   95    0.37240    457     8551
 17      39.8860    2.25838    4    0.41200    21      792
 18      42.5833    2.12136    3    0.12670    16      123
 19      44.3300    2.04175    4    0.19600    17      262
 20      46.0180    1.97070   12    1.32400    60     5217
 21      48.8074    1.86440   23    0.34070   109     2471
 22      51.3733    1.77714    3    0.09330    14      140
 23      53.3655    1.71540    6    0.34100    29      820
 24      58.2875    1.58172   11    0.29500    52     1016
 25      60.3000    1.53365    3    0.16000    14      300
 26      61.5644    1.50515   18    0.32310    89     2184
 27      62.7575    1.47937    3    0.15500    16      204
 28      66.3200    1.40828   31    1.29500   149    11014
 29      67.2000    1.39196   34    0.00000   164         0
 30      67.6600    1.38361   27    1.10800   132     7463
 31      70.6150    1.33278    3    0.15000    14      127
 32      71.4666    1.31898    3    0.13330    15      142
 33      72.2516    1.30657    6    0.23670    29      630
 34      75.0600    1.26449    9    0.36000    42     1234
 35      76.6080    1.24275    4    0.19200    21      429
 36      77.4900    1.23080    4    0.20000    17      251
 37      78.6927    1.21497    4    0.15050    21      234

```

*** Basic Data Process ***

Data Information

Group : 30
Data : A-NO3_10
Sample Name : Cu(NO₃)₂-10%
Comment :
Date & Time : 04-09-12 13:16:43

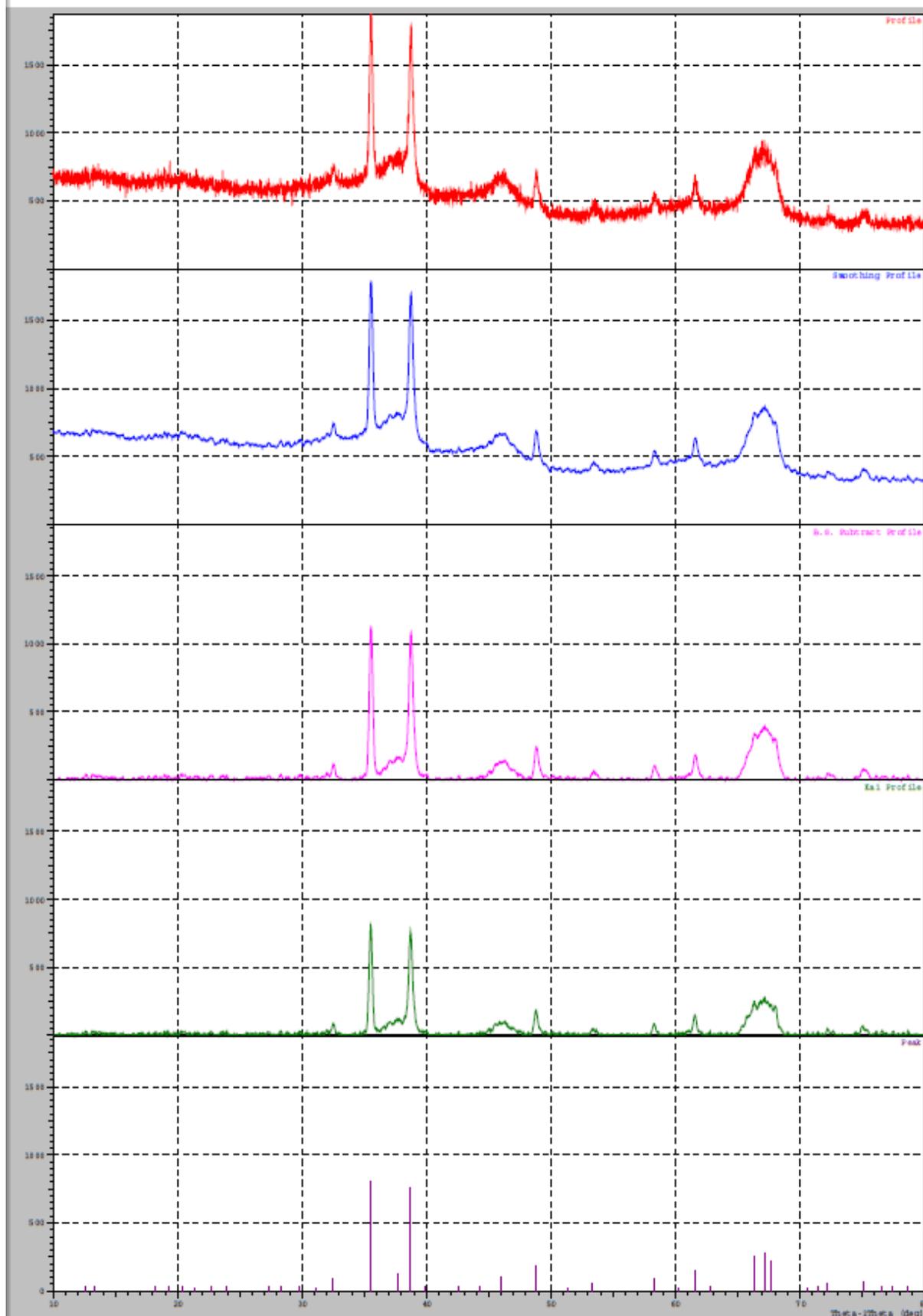
Measurement Condition

X-ray tube
target : Cu
voltage : 40.0 (kV)
current : 30.0 (mA)
Slits
Auto Slit : not Used
divergence slit : 1.00000 (deg)
scatter slit : 1.00000 (deg)
receiving slit : 0.30000 (mm)
Scanning
drive axis : Theta-2Theta
scan range : 10.0000 - 80.0000 (deg)
scan mode : Continuous Scan
scan speed : 2.0000 (deg/min)
sampling pitch : 0.0200 (deg)
preset time : 0.60 (sec)

Data Process Condition

Smoothing [AUTO]
smoothing points : 21
B.G.Subtraction [AUTO]
sampling points : 21
repeat times : 30
Kal-a2 Separate [MANUAL]
Kal a2 ratio : 50 (%)
Peak Search [MANUAL]
differential points : 57
FWHM threshold : 0.050 (deg)
intensity threshold : 30 (par mil)
FWHM ratio (n-1)/n : 2
System error Correction [NO]
Precise peak Correction [NO]

Group: 30 Data: A-NO3_10 >



Data Karakterisasi XRD untuk katalis 20% CuO/ γ -Al₂O₃ dengan prekursor cuprit:

*** Basic Data Process ***

Group : 30
Data : A-NO3_20

Strongest 3 peaks

no.	peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	2	35.5196	2.52535	100	0.31840	949	16947
2	4	38.7242	2.32342	91	0.38620	864	18950
3	7	48.8038	1.86453	22	0.36770	212	4713

Peak Data List

peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	32.5133	2.75166	11	0.26670	100	2011
2	35.5196	2.52535	100	0.31840	949	16947
3	37.5400	2.39395	7	1.16000	71	6732
4	38.7242	2.32342	91	0.38620	864	18950
5	45.9783	1.97231	6	1.05670	56	3616
6	47.0200	1.93102	3	0.40000	28	722
7	48.8038	1.86453	22	0.36770	212	4713
8	53.3928	1.71459	7	0.44850	65	1976
9	58.2598	1.58240	12	0.35170	110	2542
10	61.5515	1.50544	16	0.38310	150	3806
11	66.2800	1.40903	22	0.96880	207	11655
12	67.1600	1.39269	16	0.00000	154	0
13	68.0800	1.37610	16	0.40000	154	7974
14	72.3425	1.30515	5	0.35500	45	1087
15	75.1580	1.26309	7	0.61200	71	2308

*** Basic Data Process ***

Data Information

Group : 30
Data : A-NO3_20
Sample Name : Cu(NO3)2-20%
Comment :
Date & Time : 04-09-12 12:32:45

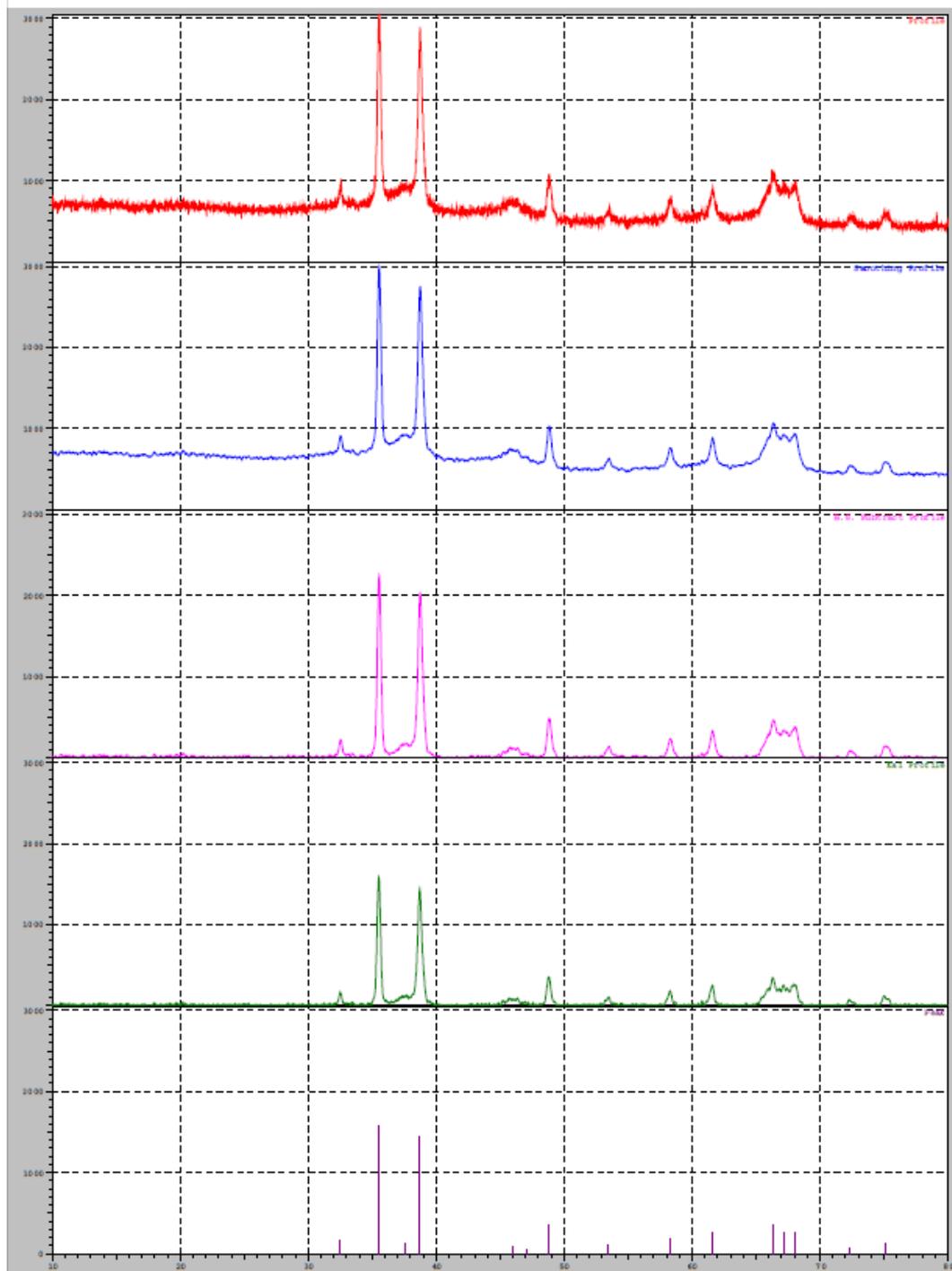
Measurement Condition

X-ray tube
target : Cu
voltage : 40.0 (kV)
current : 30.0 (mA)
Slits
Auto Slit : not Used
divergence slit : 1.00000 (deg)
scatter slit : 1.00000 (deg)
receiving slit : 0.30000 (mm)
Scanning
drive axis : Theta-2Theta
scan range : 10.0000 - 80.0000 (deg)
scan mode : Continuous Scan
scan speed : 2.0000 (deg/min)
sampling pitch : 0.0200 (deg)
preset time : 0.60 (sec)

Data Process Condition

Smoothing [AUTO]
smoothing points : 19
B.G.Subtraction [AUTO]
sampling points : 19
repeat times : 30
Kal-a2 Separate [MANUAL]
Kal a2 ratio : 50 (%)
Peak Search [MANUAL]
differential points : 59
FWHM threshold : 0.050 (deg)
intensity threshold : 30 (par mil)
FWHM ratio (n-1)/n : 2
System error Correction [NO]
Precise peak Correction [NO]

Group: 30 Data: A-NO3_20 >



Data Karakterisasi XRD untuk katalis 10% CuO/ γ -Al₂O₃ dengan prekursor cu-asetat:

```

*** Basic Data Process ***

Group      : 30
Data       : A-CH3COO_10

# Strongest 3 peaks
no. peak   2Theta      d      I/I1    FWHM      Intensity  Integrated Int
no.        (deg)         (A)                    (deg)      (Counts)  (Counts)
  1    12    35.5418    2.52382    100    0.34990    385    8405
  2    15    38.7266    2.32328    96     0.41330    369    7340
  3    31    67.1180    1.39346    48     2.11600    185    18905

# Peak Data List
peak       2Theta      d      I/I1    FWHM      Intensity  Integrated Int
no.        (deg)         (A)                    (deg)      (Counts)  (Counts)
  1    11.1155    7.95362     4     0.36100     17     512
  2    11.8800    7.44345     3     0.04000     13      60
  3    12.7333    6.94649     5     0.57330     21     871
  4    13.9458    6.34515     7     0.24170     28     556
  5    17.7520    4.99233     4     0.10400     17     241
  6    19.0590    4.65282     4     0.38200     16     717
  7    23.3875    3.80056     3     0.06500     12      83
  8    25.9966    3.42474     5     0.40670     18     464
  9    26.8066    3.32307     4     0.25330     15     312
 10    29.2360    3.05222     4     0.20800     16     279
 11    32.5222    2.75092     9     0.27560     36     814
 12    35.5418    2.52382    100    0.34990    385    8405
 13    36.8600    2.43653    13     0.00000     49      0
 14    37.6200    2.38904    22     1.47000     83    6137
 15    38.7266    2.32328    96     0.41330    369    7340
 16    39.5800    2.27513     9     0.49340     34    1621
 17    41.4783    2.17529     4     0.25670     15     377
 18    43.4241    2.08222     5     0.33830     18     401
 19    44.3633    2.04029     7     0.67330     26     801
 20    45.0800    2.00950    12     0.36000     45     757
 21    46.0400    1.96981    17     1.39000     65    3180
 22    46.8200    1.93880    10     1.07200     40    2142
 23    48.8512    1.86283    25     0.34250     98    2075
 24    53.4140    1.71396     6     0.50800     22     679
 25    56.5141    1.62707     3     0.15830     12     157
 26    58.2633    1.58232    15     0.32670     56    1279
 27    60.3450    1.53261     6     0.43000     24     831
 28    61.5400    1.50569    20     0.40000     78    1947
 29    62.3195    1.48872     4     0.31100     17     418
 30    64.8200    1.43720     6     0.57340     23    1323
 31    67.1180    1.39346    48     2.11600    185    18905
 32    69.5340    1.35083     4     0.18800     15     153
 33    72.3050    1.30573     7     0.27000     27     532
 34    74.9693    1.26580     9     0.32530     33    1050
 35    76.2800    1.24728     4     0.20000     14     218
 36    77.3200    1.23308     4     0.28000     14     399

```

*** Basic Data Process ***

Data Information

Group : 30
Data : A-CH3COO_10
Sample Name : Cu(CH3COO)2-10%
Comment :
Date & Time : 04-09-12 10:09:47

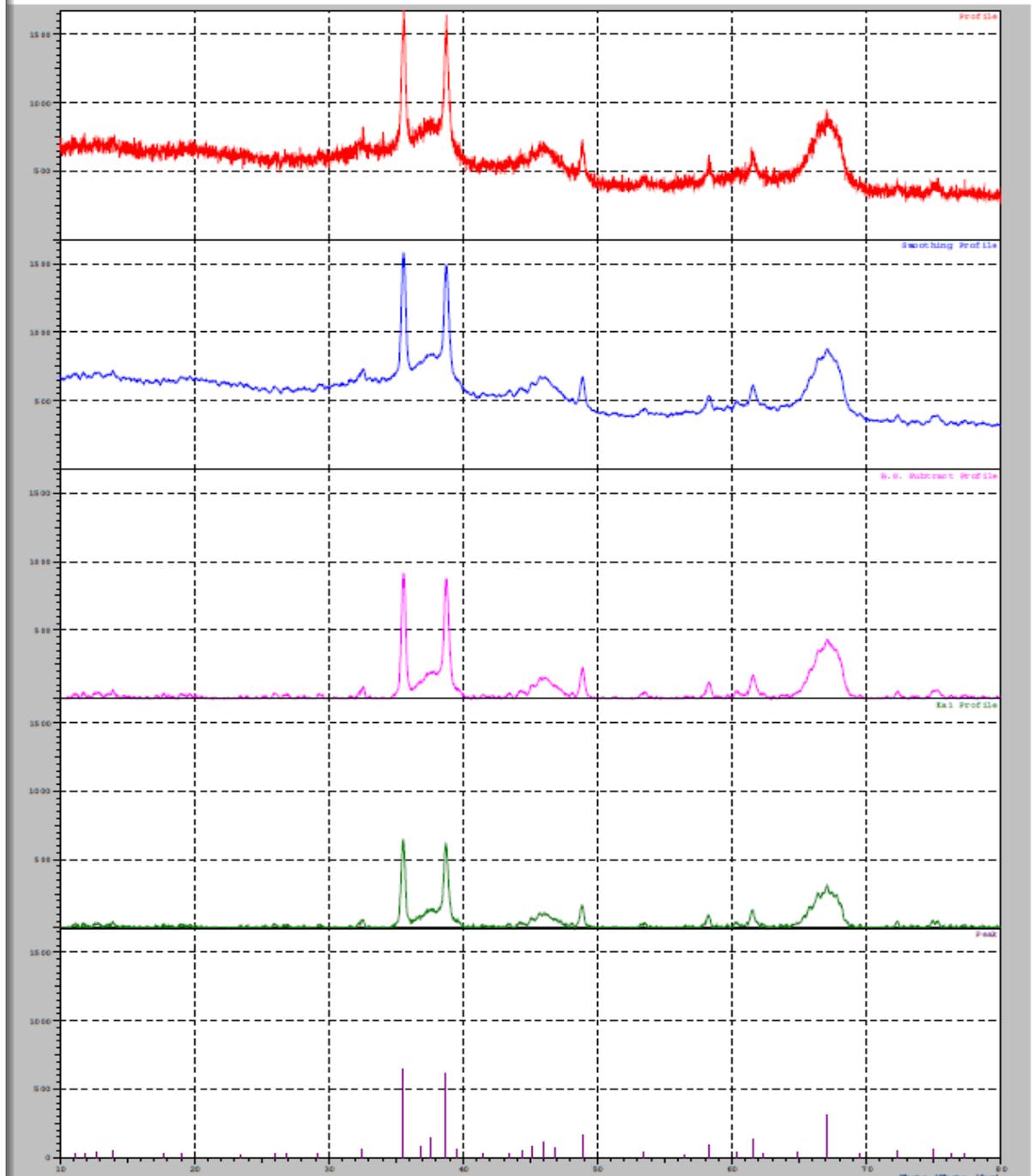
Measurement Condition

X-ray tube
target : Cu
voltage : 40.0 (kV)
current : 30.0 (mA)
slits
Auto slit : not Used
divergence slit : 1.00000 (deg)
scatter slit : 1.00000 (deg)
receiving slit : 0.30000 (mm)
Scanning
drive axis : Theta-2Theta
scan range : 10.0000 - 80.0000 (deg)
scan mode : Continuous Scan
scan speed : 2.0000 (deg/min)
sampling pitch : 0.0200 (deg)
preset time : 0.60 (sec)

Data Process Condition

Smoothing [AUTO]
smoothing points : 23
B.G. Subtraction [AUTO]
sampling points : 25
repeat times : 30
K α 1- α 2 Separate [MANUAL]
K α 1 α 2 ratio : 50 (%)
Peak Search [MANUAL]
differential points : 59
FWHM threshold : 0.050 (deg)
intensity threshold : 30 (par mil)
FWHM ratio (n-1)/n : 2
System error Correction [NO]
Precise peak Correction [NO]

Group: 30 Data: A-CH3COO_10 >



Data Karakterisasi XRD untuk katalis 20% CuO/ γ -Al₂O₃ dengan prekursor cu-asetat:

```

*** Basic Data Process ***

Group      : 30
Data       : A-CH3COO_20

# Strongest 3 peaks
no. peak  2Theta      d      I/I1  FWHM      Intensity  Integrated Int
no.      (deg)        (A)                (deg)      (Counts)   (Counts)
  1      4      38.6932    2.32521  100    0.26630    1401    22429
  2      2      35.5154    2.52564   92    0.27900    1290    19766
  3      7      48.7957    1.86482   27    0.26250     382     5678

# Peak Data List
peak      2Theta      d      I/I1  FWHM      Intensity  Integrated Int
no.      (deg)        (A)                (deg)      (Counts)   (Counts)
  1      32.4936    2.75328   9     0.23930    123     2134
  2      35.5154    2.52564  92     0.27900    1290    19766
  3      37.5400    2.39395   4     0.84000     59     5050
  4      38.6932    2.32521  100    0.26630    1401    22429
  5      39.1600    2.29856   3     0.00000     49      0
  6      46.1960    1.96352   4     0.47200     56     3084
  7      48.7957    1.86482  27     0.26250     382     5678
  8      53.4506    1.71287   9     0.24880    124     2026
  9      58.2122    1.58358  12     0.30210    170     3105
 10      61.5599    1.50525  20     0.25360    277     4274
 11      66.3075    1.40852  18     0.42130    251    12411
 12      67.1800    1.39233  10     0.00000    135      0
 13      67.8804    1.37966  15     0.67690    217     8403
 14      72.3933    1.30436   5     0.38670     65     1522
 15      75.1312    1.26347   6     0.55750     85     2649

```

```

*** Basic Data Process ***

# Data Information
Group      : 30
Data       : A-CH3COO_20
Sample Name : Cu(CH3COO)2-20%
Comment    :
Date & Time : 04-09-12 11:46:39

# Measurement Condition
X-ray tube
target     : Cu
voltage    : 40.0 (kV)
current    : 30.0 (mA)

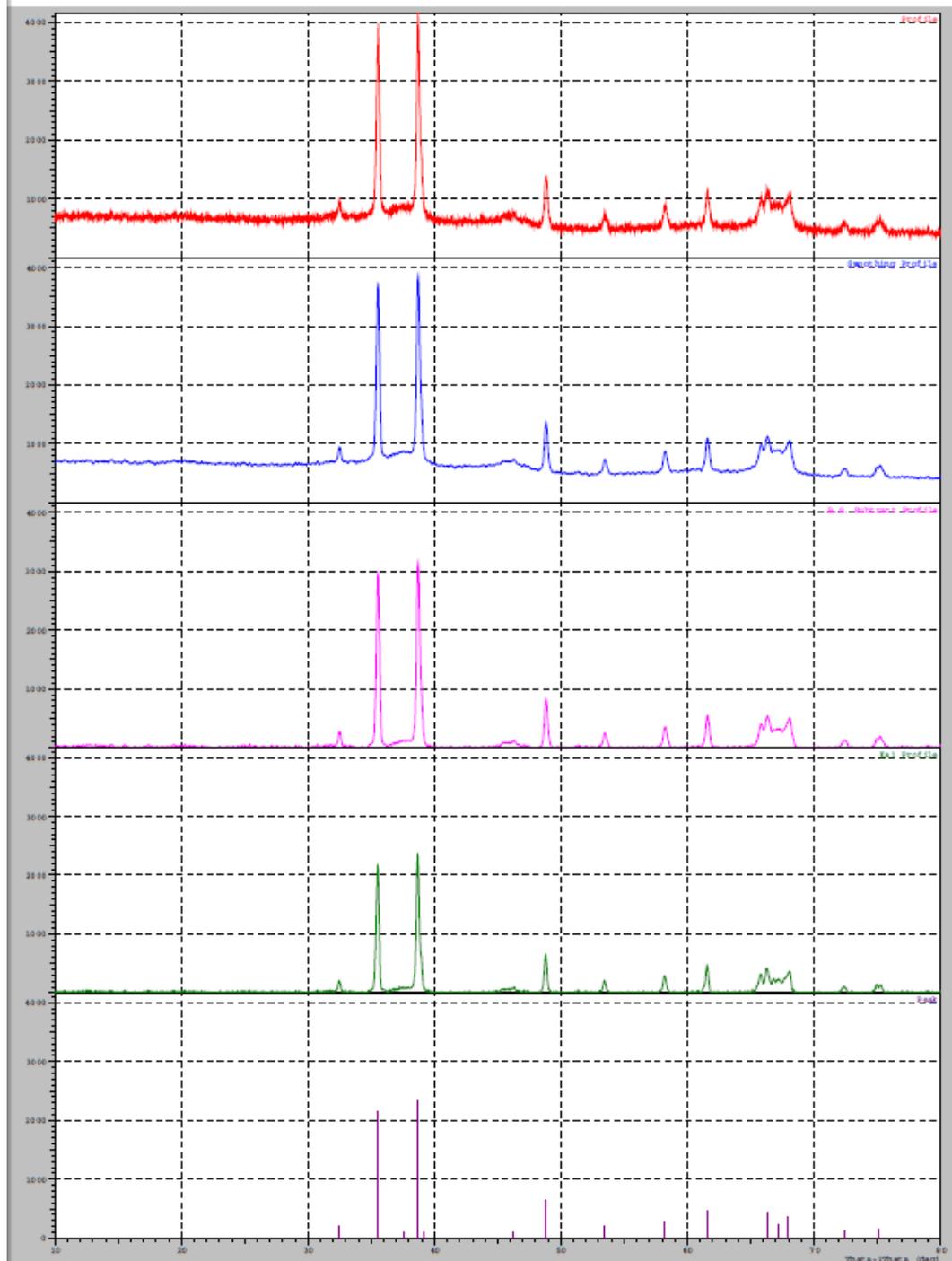
Slits
Auto slit  : not Used
divergence slit : 1.00000 (deg)
scatter slit : 1.00000 (deg)
receiving slit : 0.30000 (mm)

Scanning
drive axis : Theta-2Theta
scan range : 10.0000 - 80.0000 (deg)
scan mode  : Continuous Scan
scan speed : 2.0000 (deg/min)
sampling pitch : 0.0200 (deg)
preset time : 0.60 (sec)

# Data Process Condition
Smoothing [ AUTO ]
smoothing points : 17
B.G.Subtraction [ AUTO ]
sampling points : 19
repeat times : 30
Kal-a2 Separate [ MANUAL ]
Kal a2 ratio : 50 (%)
Peak Search [ MANUAL ]
differential points : 59
FWHM threshold : 0.050 (deg)
intensity threshold : 30 (par mil)
FWHM ratio (n-1)/n : 2
System error Correction [ NO ]
Precise peak Correction [ NO ]

```

Group: 30 Data: A-CH3COO_20 >



Data Karakterisasi XRD untuk katalis 10% CuO/ γ -Al₂O₃ dengan prekursor Cu-klorida:

```

*** Basic Data Process ***

Group      : 30
Data       : A-C12_10

# Strongest 3 peaks
no. peak   2Theta      d      I/I1    FWHM      Intensity   Integrated Int
no.        (deg)         (A)      (deg)    (Counts)  (Counts)
  1      21      38.7013    2.32474  100    0.25990    289    4180
  2      18      35.5082    2.52613   95    0.25990    274    3776
  3      15      32.2950    2.76976   55    0.83000    159    6234

# Peak Data List
peak       2Theta      d      I/I1    FWHM      Intensity   Integrated Int
no.        (deg)         (A)      (deg)    (Counts)  (Counts)
  1      10.2450    8.62739    9    0.37000    25    459
  2      10.7893    8.19334   11    0.23470    32    657
  3      12.3300    7.17278    8    0.26000    22    654
  4      12.8383    6.88992    5    0.43670    15    489
  5      13.9600    6.33872    6    0.24000    17    370
  6      14.6275    6.05093    6    0.22500    16    250
  7      16.1211    5.49353   31    0.43420    91    2748
  8      17.4650    5.07372    5    0.11000    14    168
  9      19.7475    4.49213    4    0.17500    12    97
 10      22.5500    3.93979    4    0.10000    11    151
 11      23.2016    3.83059    6    0.22330    16    218
 12      24.5295    3.62615    4    0.08760    12    108
 13      26.0150    3.42236    5    0.13000    15    194
 14      31.4800    2.83958   22    1.04580    65    3247
 15      32.2950    2.76976   55    0.83000   159    6234
 16      33.5200    2.67128    9    0.24000    26    587
 17      34.7500    2.57949    6    0.14000    17    227
 18      35.5082    2.52613   95    0.25990   274    3776
 19      36.3600    2.46888   11    0.48000    31    1119
 20      37.4716    2.39816   25    1.02330    73    4143
 21      38.7013    2.32474  100    0.25990   289    4180
 22      39.6500    2.27128   33    0.68000    96    4373
 23      42.4633    2.12708    4    0.16670    11    114
 24      43.3600    2.08515    5    0.05720    14    130
 25      43.7200    2.06881    4    0.05340    12    106
 26      45.0309    2.01158   12    0.17820    34    457
 27      45.8850    1.97611   21    1.27000    62    3383
 28      46.8600    1.93724   11    0.36000    33    662
 29      47.5600    1.91034    6    0.32000    17    331
 30      48.7575    1.86619   30    0.21840    88    1081
 31      49.5958    1.83659   10    0.17830    30    573
 32      50.8120    1.79545    5    0.33600    15    631
 33      52.2125    1.75053    4    0.10500    11    83
 34      53.4277    1.71355   23    0.32740    67    1331
 35      54.1300    1.69296    4    0.22000    11    288
 36      54.9075    1.67082    4    0.14500    12    118
 37      55.5218    1.65377    5    0.14640    15    139
 38      56.4833    1.62788    6    0.40670    16    441
 39      56.7900    1.61982    4    0.14000    11    114
 40      57.4764    1.60209    6    0.21290    17    203
 41      58.3305    1.58065   14    0.33310    41    868
 42      59.5125    1.55205    6    0.14500    17    196
 43      60.2233    1.53542    9    0.16670    25    284
 44      60.5525    1.52786    8    0.17500    23    387
 45      61.5442    1.50560   33    0.24580    96    1623
 46      62.3000    1.48913    4    0.05340    11    99
 47      63.4375    1.46514    7    0.14500    20    234
 48      65.7400    1.41929   31    0.49500    91    2990
 49      66.3200    1.40828   49    0.53340   142    6113

```

peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
50	67.0400	1.39489	54	0.00000	157	0
51	67.7800	1.38146	44	0.81000	128	7530
52	69.0466	1.35917	7	0.25330	19	310
53	69.6816	1.34833	5	0.24330	14	190
54	72.3766	1.30462	10	0.24670	28	556
55	73.5640	1.28647	3	0.19200	10	176
56	74.5400	1.27202	4	0.20000	13	165
57	75.0950	1.26399	10	0.36000	29	657
58	76.1125	1.24960	3	0.18500	10	144

*** Basic Data Process ***

Data Information

Group : 30
 Data : A-cl2_10
 Sample Name : CuCl2 10%
 Comment :
 Date & Time : 04-09-12 09:25:16

Measurement Condition

X-ray tube
 target : Cu
 voltage : 40.0 (kV)
 current : 30.0 (mA)

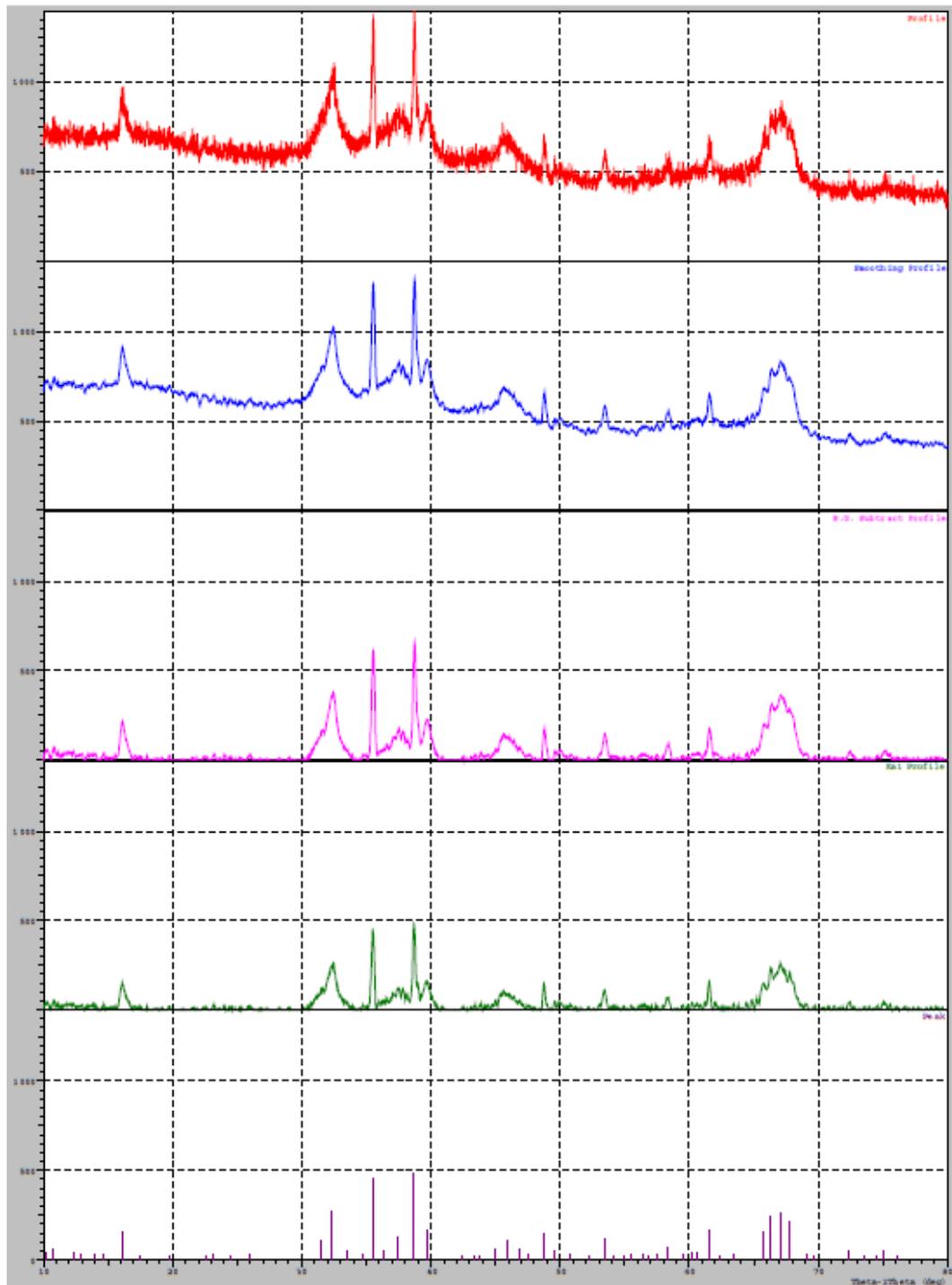
Slits
 Auto Slit : not Used
 divergence slit : 1.00000 (deg)
 scatter slit : 1.00000 (deg)
 receiving slit : 0.30000(mm)

Scanning
 drive axis : Theta-2Theta
 scan range : 10.0000 - 80.0000 (deg)
 scan mode : Continuous Scan
 scan speed : 2.0000 (deg/min)
 sampling pitch : 0.0200 (deg)
 preset time : 0.60 (sec)

Data Process Condition

Smoothing [AUTO]
 smoothing points : 19
 B.G.Subtruction [AUTO]
 sampling points : 27
 repeat times : 30
 Kal-a2 Separate [MANUAL]
 Kal a2 ratio : 50 (%)
 Peak Search [MANUAL]
 differential points : 49
 FWHM threshold : 0.050 (deg)
 intensity threshold : 30 (par mil)
 FWHM ratio (n-1)/n : 2
 System error Correction [NO]
 Precise peak Correction [NO]

Group: 30 Data: A-C12_10 >



*** Basic Data Process ***

Group : 30
Data : A-C12_20

# Strongest 3 peaks							
no.	peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	19	35.5507	2.52321	100	0.17400	556	5814
2	22	38.7230	2.32349	63	0.18960	351	4271
3	48	67.0000	1.39563	25	0.86800	141	7329

# Peak Data List							
peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)	
1	12.3913	7.13744	4	0.20930	21	419	
2	13.1500	6.72729	4	0.14000	24	411	
3	14.0480	6.29921	4	0.20610	24	554	
4	16.2233	5.45915	13	0.44000	71	1881	
5	16.9964	5.21254	4	0.08280	20	152	
6	18.2945	4.84550	4	0.13090	23	193	
7	19.3741	4.57785	3	0.15830	17	367	
8	21.0740	4.21227	4	0.12800	24	340	
9	22.0820	4.02222	5	0.10400	27	249	
10	26.1096	3.41017	4	0.11420	21	174	
11	27.7750	3.20937	4	0.09000	21	183	
12	28.4866	3.13079	3	0.10670	19	186	
13	29.3783	3.03776	4	0.08330	24	179	
14	30.9044	2.89114	5	0.15550	26	426	
15	31.4800	2.83958	10	0.56580	54	1674	
16	32.3694	2.76356	22	0.53880	121	3467	
17	33.1000	2.70421	8	0.15420	42	657	
18	34.6000	2.59033	6	0.10000	31	228	
19	35.5507	2.52321	100	0.17400	556	5814	
20	36.7200	2.44550	16	0.19640	90	1753	
21	37.4200	2.40135	18	1.16700	102	5790	
22	38.7230	2.32349	63	0.18960	351	4271	
23	39.8240	2.26175	9	0.36000	49	1258	
24	40.7387	2.21306	4	0.15750	25	331	
25	41.4077	2.17883	3	0.12050	17	160	
26	42.5917	2.12096	4	0.15000	23	262	
27	44.0863	2.05247	3	0.13850	18	150	
28	44.8866	2.01771	7	0.34670	41	1206	
29	45.6341	1.98638	12	0.20030	67	1226	
30	46.2800	1.96015	10	0.24000	53	1289	
31	47.0640	1.92931	5	0.23200	28	589	
32	48.7412	1.86677	18	0.21240	102	1373	
33	49.7644	1.83076	4	0.15110	22	380	
34	52.5187	1.74105	4	0.12750	22	192	
35	53.4605	1.71257	8	0.25240	43	729	
36	56.0731	1.63882	3	0.15770	18	262	
37	57.4963	1.60159	3	0.11270	18	183	
38	58.3453	1.58029	15	0.15820	82	866	
39	59.2616	1.55802	6	0.10870	34	228	
40	59.5490	1.55119	7	0.12200	38	275	
41	60.2715	1.53431	6	0.22310	35	615	
42	60.8452	1.52121	5	0.17850	30	407	
43	61.5358	1.50578	19	0.18170	106	1340	
44	62.1600	1.49215	4	0.06660	20	165	
45	63.1014	1.47214	4	0.11710	23	195	
46	65.7600	1.41891	20	0.29120	113	4162	
47	66.3200	1.40828	25	0.00000	138	0	
48	67.0000	1.39563	25	0.86800	141	7329	
49	68.0301	1.37698	19	0.39850	105	2419	

peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
50	69.0221	1.35960	5	0.17570	26	287
51	70.1341	1.34074	3	0.12170	19	163
52	72.4707	1.30316	6	0.17270	31	358
53	75.2366	1.26196	8	0.19330	44	651
54	76.6400	1.24231	3	0.16000	17	274
55	78.8480	1.21297	5	0.25600	29	561
56	79.7015	1.20211	5	0.13410	27	236

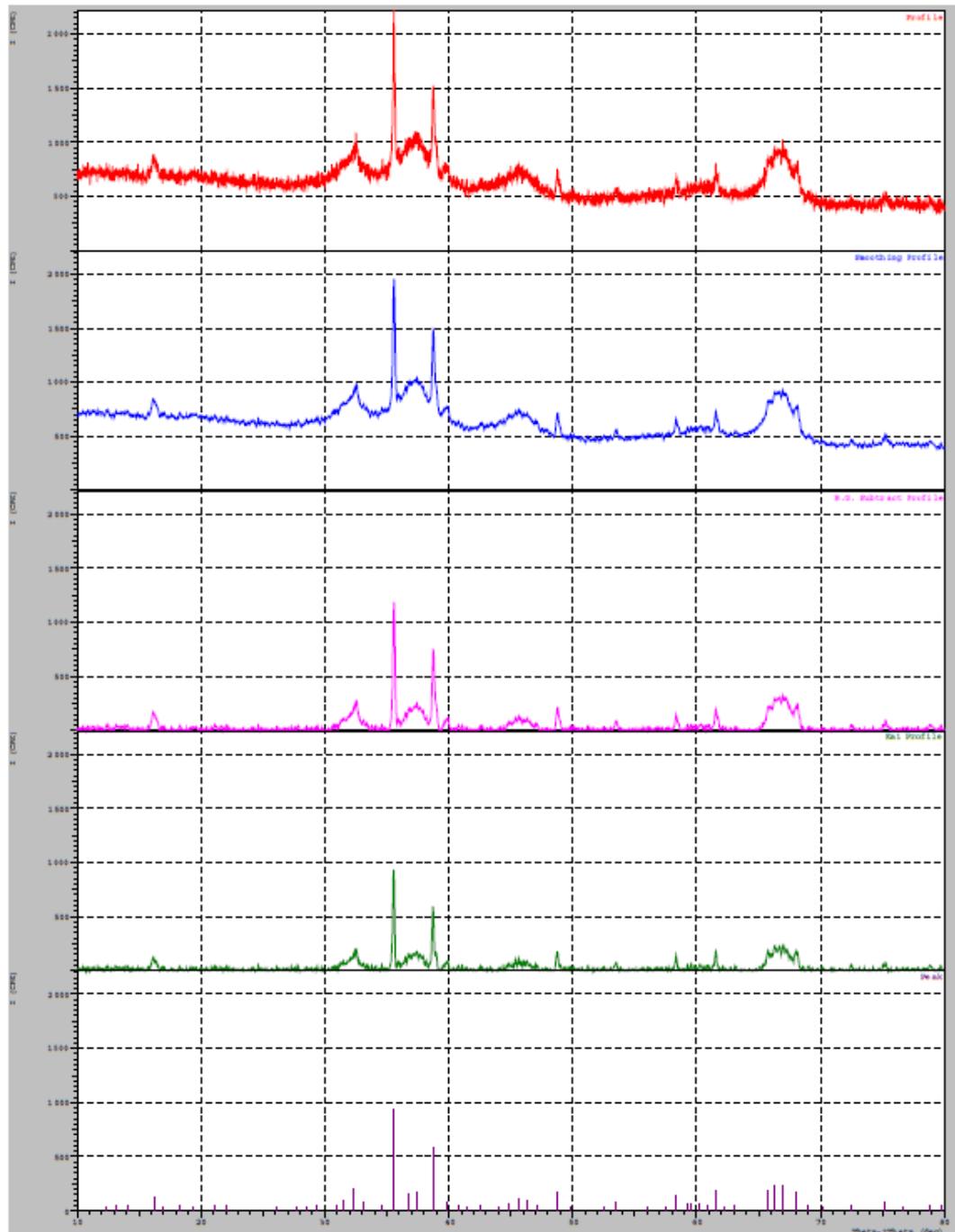
*** Basic Data Process ***

```
# Data Information
  Group           : 30
  Data            : A-C12_20
  Sample Name     : CuCl2 20%
  Comment         :
  Date & Time     : 04-09-12 08:44:37

# Measurement Condition
  X-ray tube
    target        : Cu
    voltage       : 40.0 (kV)
    current       : 30.0 (mA)
  Slits
    Auto Slit    : not Used
    divergence slit : 1.00000 (deg)
    scatter slit  : 1.00000 (deg)
    receiving slit : 0.30000(mm)
  Scanning
    drive axis   : Theta-2Theta
    scan range   : 10.0000 - 80.0000 (deg)
    scan mode    : Continuous Scan
    scan speed   : 2.0000 (deg/min)
    sampling pitch : 0.0200 (deg)
    preset time  : 0.60 (sec)

# Data Process Condition
  Smoothing [ AUTO ]
    smoothing points : 13
  B.G.Subtraction [ AUTO ]
    sampling points : 15
    repeat times    : 30
  Kal-a2 Separate [ MANUAL ]
    Kal a2 ratio    : 50 (%)
  Peak Search [ MANUAL ]
    differential points : 49
    FWHM threshold   : 0.050 (deg)
    intensity threshold : 30 (par mil)
    FWHM ratio (n-1)/n : 2
  System error Correction [ NO ]
  Precise peak Correction [ NO ]
```

< Group: 30 Data: A-C12_20 >



Lampiran 4: Perhitungan Bilangan Iodin untuk Uji Aktivitas Katalis

Uji aktivitas katalis diketahui dengan uji bilangan iodine dengan metode Wijs. Perhitungan untuk mendapatkan bilangan iodine adalah sebagai berikut:

$$\text{Bilangan Iodin, g I}_2/100 \text{ g} = \frac{(V_b - V_s) \times N \times 12,69}{W} \quad (\text{E.3})$$

Dimana:

V_b = volume $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N dipakai pada titrasi blanko (mL)

V_s = volume $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N dipakai pada titrasi *sample* (mL)

N = normalitas $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = 0,1 \text{ N}$

W = berat *sample* (g)

Jenis prekursor	Katalis	Vb (mL)	Vs (mL)	W (g)	Bilangan Iodine	Konversi (%)
Cu nitrat	10% CuO/ γ -Al ₂ O ₃	43,3	25	0,261	72,7879	10,3836
		43,3	26,7	0,301		
	20% CuO/ γ -Al ₂ O ₃	43,3	26,3	0,287	73,6648	9,3039
		43,3	29,5	0,231		
Cu asetat	10% CuO/ γ -Al ₂ O ₃	43,3	31,3	0,2195	66,572	18,0366
		43,3	28,4	0,2751		
	20% CuO/ γ -Al ₂ O ₃	43,3	27,6	0,2563	71,90352	11,4725
		43,3	25,1	0,2965		
Cu klorida	10% CuO/ γ -Al ₂ O ₃	43,3	28	0,262	64,3345	20,7930
		43,3	25,1	0,268		
	20% CuO/ γ -Al ₂ O ₃	43,3	26	0,2584	71,5344	11,9267
		43,3	26,8	0,2486		
Castor Oil		43,3	27,967	0,2397	81,22163	