



UNIVERSITAS INDONESIA

**PENGARUH GARAM PREKURSOR TERHADAP AKTIVITAS
KATALIS NiO/ γ -Al₂O₃ YANG DIGUNAKAN DALAM REAKSI
HIDROGENASI MINYAK JARAK**

SKRIPSI

**HENDRI
0806456594**

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



UNIVERSITAS INDONESIA

**PENGARUH GARAM PREKURSOR TERHADAP AKTIVITAS
KATALIS NiO/ γ -Al₂O₃ YANG DIGUNAKAN DALAM REAKSI
HIDROGENASI MINYAK JARAK**

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana

**HENDRI
0806456594**

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

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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

Nama : Hendri
NPM : 0806456594
Tanda Tangan : 
Tanggal : 15 Juni 2012

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh

Nama : Hendri
NPM : 0806456594
Program Studi : Teknik Kimia
Judul Skripsi : Pengaruh Garam Prekursor Terhadap Aktivitas Katalis NiO/ γ -Al₂O₃ 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 : Ir. Dewi Tristantini, MT., PhD.
Penguji : Bambang Heru S., ST., MT.
Penguji : Rita Arbianti, ST., Msi.



Ditetapkan di : Departemen Teknik Kimia, Universitas Indonesia, Depok

Tanggal : 15 Juni 2012

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

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

Nama : Hendri
NPM : 0806456594
Program Studi : Teknik Kimia
Departemen : Teknik Kimia
Fakultas : Teknik
Jenis karya : Skripsi

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

**Pengaruh Garam Prekursor Terhadap Aktivitas Katalis NiO/ γ -Al₂O₃ yang
Digunakan Dalam Reaksi Hidrogenasi Minyak Jarak**

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (database), mengalihmedia/formatkan, 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 : 15 Juni 2012

Yang menyatakan,



(Hendri)

KATA PENGANTAR

Puji syukur saya panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa karena berkat rahmat-Nya, saya mampu menyelesaikan penulisan skripsi ini. Penulisan skripsi dengan judul “Pengaruh Garam Prekursor Terhadap Aktivitas Katalis NiO/ γ -Al₂O₃ yang Digunakan dalam Reaksi Hidrogenasi Minyak Jarak”, dilakukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik pada Program Studi Teknik Kimia di Fakultas Teknik, Universitas Indonesia. Tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, sangatlah sulit untuk menyelesaikan penulisan skripsi ini. Oleh karena itu, saya mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Dr. Ir. Sukirno M. Eng selaku dosen pembimbing yang memberikan masukan, mengarahkan, dan tak henti-hentinya mendukung pembuatan skripsi ini;
2. Keluarga tercinta yang senantiasa memberikan doa, dukungan, dan semangat;
3. Andre, Ani, Fikri, dan Ray yang memberikan ide, saran, dan kritik yang sangat membangun;
4. Teman-teman Teknik Kimia 2008 yang telah memberikan banyak bantuan selama perkuliahan dan penyusunan skripsi ini.

Penulisan skripsi ini masih banyak memiliki kekurangan, sehingga kritik dan saran yang membangun sangat diharapkan untuk memperbaiki penulisan skripsi ini. Akhir kata, penulis mengucapkan terima kasih

Depok, Juni 2012

Penulis

ABSTRAK

Nama : Hendri
Program Studi : Teknik Kimia
Judul : Pengaruh Garam Prekursor Terhadap Aktivitas Katalis NiO/ γ -Al₂O₃ yang Digunakan dalam Reaksi Hidrogenasi Minyak Jarak

Asam 12-hidroksistearat (12-HSA) merupakan salah satu komponen utama pembuatan sabun untuk pengental (*thickener*) gemuk, yang sampai saat ini masih diimpor. 12-HSA dapat diperoleh melalui reaksi hidrogenasi minyak jarak (*castor oil*) dengan menggunakan bantuan katalis heterogen, misalnya NiO/ γ -Al₂O₃. Pada penelitian ini dilakukan preparasi katalis NiO/ γ -Al₂O₃ dengan memvariasikan larutan garam prekursor (pembawa inti aktif) untuk mengetahui dampaknya terhadap aktivitas katalis yang dihasilkan untuk reaksi hidrogenasi minyak jarak. Garam prekursor yang digunakan adalah nikel nitrat dan nikel klorida. Preparasi katalis menggunakan metode presipitasi dan hasilnya dikarakterisasi dengan metode BET dan XRD. Dari hasil penelitian diketahui bahwa garam prekursor yang digunakan memberikan pengaruh terhadap ukuran dari kristal dan luas permukaan katalis. Katalis yang di preparasi dengan menggunakan garam prekursor klorida menghasilkan luas permukaan yang lebih besar pada loading 10% maupun 20% serta menghasilkan ukuran kristal yang lebih besar pada katalis dengan loading 20%. Namun jenis garam prekursor ini tidak mempengaruhi ukuran kristal dari katalis dengan loading 10%. Aktivitas katalis pada reaksi hidrogenasi minyak jarak diketahui melalui pengukuran penurunan bilangan iod (ketidak jenuhan) asam lemak dari minyak jarak tersebut dan katalis yang lebih aktif adalah katalis 10% NiO/ γ -Al₂O₃ turunan klorida.

Kata kunci: asam 12-hidroksistearat, minyak jarak, preparasi katalis, karakterisasi, aktivitas

ABSTRACT

Name : Hendri
Study Program : Chemical Engineering
Title : The Influence of Nickel Salt Precursor to the Activity of NiO/ γ -Al₂O₃ Catalyst for Castor Oil Hydrogenation

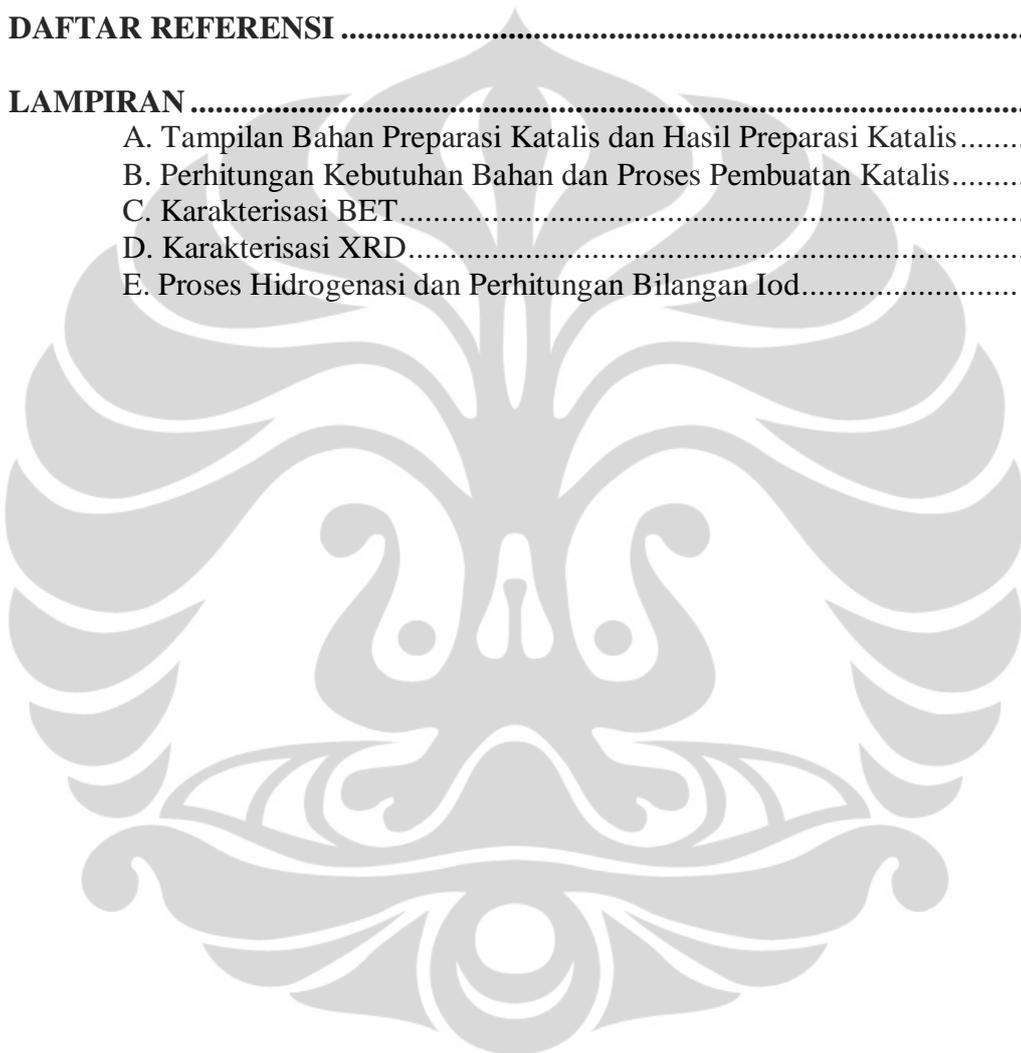
12- hydroxystearic acid (12-HSA) is one of the major components for the synthesis of grease thickener, which is still imported. 12-HSA can be obtained through castor oil hydrogenation with the presence of heterogeneous catalyst, such as NiO/ γ -Al₂O₃. In this research NiO/ γ -Al₂O₃ catalyst was prepared by varying the precursor salt solution (carrier of the active nucleus) to determine their impact on the activity of the resulting catalyst for the hydrogenation of castor oil. Precursor salts used were nickel nitrate and nickel chloride. The catalysts were prepared with precipitation method, and the results were characterized by BET and XRD method. It has been found that the precursor salt plays an important role to the size of the crystals and the surface area of catalyst. Chloride-derived catalysts produce a larger surface area on loading of 10% and 20% and also produce a larger crystal size for the catalyst with a loading of 20%. However, the vary of precursors did not affect the crystal size for the catalyst with a loading of 10%. The activity of the catalyst for castor oil hydrogenation was determined through the reduction of castor oil iodine value and it has been showed that the more active catalyst is the chloride-derived 10% NiO/ γ -Al₂O₃ catalyst.

Key words: 12-hydroxystearic acid, castor oil, catalyst preparation, characterization, activity

DAFTAR ISI

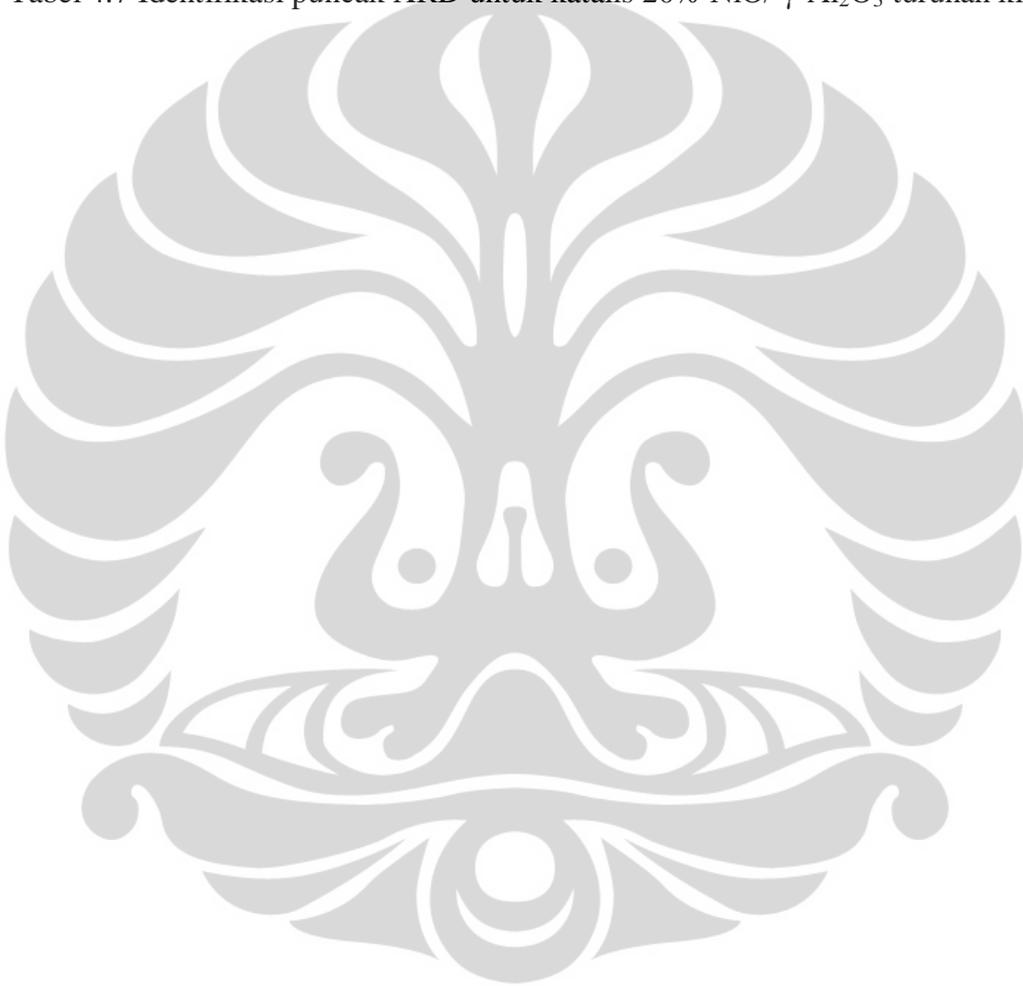
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI	iv
KATA PENGANTAR	v
ABSTRAK	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR GAMBAR	xi
BAB 1 PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang Masalah	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Batasan Masalah.....	3
1.5 Sistematika Penulisan	3
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Minyak Jarak	5
2.2 Hidrogenasi	6
2.3. Katalis	10
2.3.1 Inti Aktif Katalis	11
2.3.2 Penyangga	12
2.4. Preparasi katalis.....	13
2.4.1 Pemilihan Metode Preparasi	13
2.4.2 Mempreparasi Inti Aktif Tunggal dan Penyangga	16
2.5. Karakterisasi Katalis.....	17
2.5.1 Metode BET	17
2.5.2 Metode XRD	19
2.6. Uji Bilangan Iod	23
BAB 3 METODE PENELITIAN.....	25
3.1 Diagram Alir Penelitian	25
3.1.1 Diagram Alir Preparasi Katalis	25
3.1.2 Diagram Alir Uji Aktivitas Katalis	26
3.2 Alat dan bahan.....	27
3.2.1 Bahan-Bahan	27
3.2.2 Alat.....	27
3.3 Prosedur Penelitian.....	28
3.3.1 Variabel Penelitian	28
3.3.2 Preparasi Katalis	28
3.3.3 Hidrogenasi	30
3.3.4 Uji Iodin	30
3.4 Data Hasil Analisis	31

BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN.....	32
4.1 Preparasi Katalis.....	32
4.2 Karakterisasi Katalis.....	33
4.2.1 Karakterisasi BET.....	34
4.2.2 Karakterisasi XRD.....	35
4.3 Uji Aktivitas Katalis.....	40
BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN.....	42
DAFTAR REFERENSI	43
LAMPIRAN	45
A. Tampilan Bahan Preparasi Katalis dan Hasil Preparasi Katalis.....	45
B. Perhitungan Kebutuhan Bahan dan Proses Pembuatan Katalis.....	49
C. Karakterisasi BET.....	62
D. Karakterisasi XRD.....	71
E. Proses Hidrogenasi dan Perhitungan Bilangan Iod.....	101



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Kandungan asam lemak minyak biji jarak.....	5
Tabel 4.1 Luas permukaan setiap katalis hasil karakterisasi BET	34
Tabel 4.2 Sudut 2θ untuk puncak-puncak dengan intensitas tertinggi	35
Tabel 4.3 Sudut 2θ kristal NiO dan γ -Al ₂ O ₃ literatur	35
Tabel 4.4 Identifikasi puncak XRD untuk katalis 10% NiO/ γ -Al ₂ O ₃ turunan nitrat... 36	
Tabel 4.5 Identifikasi puncak XRD untuk katalis 20% NiO/ γ -Al ₂ O ₃ turunan nitrat... 36	
Tabel 4.6 Identifikasi puncak XRD untuk katalis 10% NiO/ γ -Al ₂ O ₃ turunan klorida 36	
Tabel 4.7 Identifikasi puncak XRD untuk katalis 20% NiO/ γ -Al ₂ O ₃ turunan klorida 37	



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Skema Mekanisme Reaksi Hidrogenasi Katalitik Minyak	17
Gambar 2.2	Lanjutan Skema Mekanisme Reaksi Hidrogenasi Katalitik Minyak ..	17
Gambar 2.3	Permukaan katalis yang tertutup adsorbat	17
Gambar 2.4	Ilustrasi proses difraksi.....	20
Gambar 2.5	Pemodelan bidang-bidang dari susunan atom di dalam kristal	21
Gambar 2.6	Contoh bidang atom dan jarak antar bidang pada kubus sederhana ...	21
Gambar 2.7	Pola difraksi sinar-X	22
Gambar 3.1	Diagram alir preparasi katalis	25
Gambar 3.2	Diagram alir uji aktivitas katalis	26
Gambar 3.3	Prosedur preparasi katalis	29
Gambar 4.1	Katalis hasil preparasi	33
Gambar 4.2	Perbandingan pola difraksi XRD untuk katalis NiO/ γ -Al ₂ O ₃ dengan variasi loading dan garam prekursor	38
Gambar 4.3	Grafik perbandingan pengaruh loading dan garam prekursor	40

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Minyak jarak hasil hidrogenasi dapat digunakan dan dimanfaatkan secara luas pada industri pelumas dan kosmetika, baik sebagai bahan baku maupun sebagai bahan pendukung (Widiarti & Rahayu, 2009). Salah satu contoh produk yang sangat potensial untuk dikembangkan adalah asam 12-hidroksistearat yang merupakan bahan baku pembuatan sabun untuk pengental (*thickener*) pelumas bio dan hingga saat ini masih di impor. Asam 12-hidroksi-stearat ini dapat diperoleh melalui reaksi hidrogenasi asam risinoleat yang banyak terkandung di dalam minyak jarak (Yao, Hammond, Wang, Bhuyan, & Sundararajan, 2010).

Dalam proses hidrogenasi minyak jarak tersebut, penggunaan katalis sangatlah penting karena proses hidrogenasi yang terjadi merupakan proses katalisis. Katalis yang umum digunakan dalam hidrogenasi minyak jarak adalah katalis nikel berpenyangga. Katalis ini digunakan secara luas dalam berbagai reaksi hidrogenasi karena biayanya yang murah dan memiliki sifat katalitik yang baik (Chen, Du, Xing, & Xu, 2007; Ren et al., 2007; Marzuki, 2010).

Telah banyak dibuktikan bahwa *loading* inti aktif, penyangga, temperatur reduksi, dan metode preparasi merupakan faktor yang paling mempengaruhi sifat katalitik dari nikel ber-penyangga (Li & Chen, 1995; Marginean & Olariu, 1996; Chokkaram, Srinivasan, Milburn, & Davis, 1997; Haerudin, Tursiloadi, Widiarti, & Rahayu, 2003; Jo, J.S. Lee, & K.H. Lee, 2004; Li, Hu, & Hill, 2006; Seo, Youn, Park, Nam, & Song, 2009). Namun telah berhasil dibuktikan pula bahwa larutan prekursor juga merupakan hal penting yang mempengaruhi sifat katalitik dari katalis nikel tersebut. Sebagai contoh, Wang & Lu. (1998) telah menemukan bahwa aktivitas katalis dan stabilitas dari nikel alumina yang di preparasi dengan larutan garam prekursor nikel nitrat lebih baik dari katalis yang di preparasi dengan nikel klorida dan nikel asetilaseton. Hal ini sejalan dengan penelitian Li et al. (2005), yang berhasil menunjukkan bahwa katalis Ni/Al₂O₃ turunan nikel

asetat dan nikel nitrat memiliki aktivitas katalitik yang lebih tinggi daripada katalis Ni/Al₂O₃ turunan nikel klorida untuk reaksi oksidasi pembentukan metana. Penelitian selanjutnya dilakukan oleh Ren et al. (2007), yang menunjukkan aktivitas katalis Ni/γ-Al₂O₃ turunan nikel asetat lebih baik dari katalis Ni/γ-Al₂O₃ turunan nikel nitrat dalam reaksi hidrogenasi menghasilkan α-pinene.

Oleh karena itu, dalam penelitian ini, akan dipelajari aktivitas katalis Ni/γ-Al₂O₃ untuk reaksi hidrogenasi minyak jarak dengan menggunakan larutan garam prekursor nikel nitrat dan nikel klorida. Uji aktivitas masing-masing katalis dilakukan dengan mengamati perubahan bilangan iodium (IV) minyak jarak hasil hidrogenasi secara katalitik.

Metode yang digunakan untuk preparasi katalis tersebut adalah metode presipitasi. Metode ini dipilih karena sebelumnya telah banyak dilakukan penelitian untuk menghasilkan katalis Ni dengan berbagai penyangga menggunakan metode impregnasi dan presipitasi. Hasil yang diperoleh adalah katalis yang di preparasi dengan menggunakan metode presipitasi lebih aktif jika dibandingkan dengan katalis yang di preparasi dengan metode impregnasi (Widiyarti & Rahayu, 2009).

Aktivitas dan selektivitas katalis yang digunakan akan sangat dipengaruhi oleh karakteristik katalis. Karakteristik katalis tersebut sangat tergantung pada metode preparasinya. Dengan dilakukannya penelitian mengenai pengaruh larutan garam prekursor pada preparasi katalis nikel-alumina dengan metode presipitasi, maka aktivitas dari katalis yang terbentuk untuk reaksi hidrogenasi minyak jarak dapat diketahui dan dikembangkan.

1.2 Rumusan Masalah

Permasalahan yang terdapat dalam penelitian ini adalah mengetahui pengaruh larutan garam prekursor nikel nitrat dan nikel klorida terhadap aktivitas katalis NiO/γ-Al₂O₃ untuk reaksi hidrogenasi minyak jarak.

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk:

- a. Menghasilkan katalis $\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang dipreparasi dengan metode presipitasi dengan larutan garam prekursor berbeda
- b. Mempelajari pengaruh larutan garam prekursor terhadap aktivitas katalis untuk reaksi hidrogenasi minyak jarak

1.4 Batasan Masalah

Penelitian yang dilakukan memiliki batasan masalah sebagai berikut:

- a. Katalis yang digunakan adalah nikel yang diimbangkan pada alumina
- b. Larutan garam prekursor yang digunakan adalah nikel nitrat dan nikel klorida
- c. Metode preparasi yang digunakan adalah presipitasi
- d. Katalis akan dikarakterisasi dengan menggunakan XRD dan BET
- e. Uji aktivitas katalis untuk memutuskan ikatan rangkap dari asam risinoleat diuji dengan analisis bilangan iod

1.5 Sistematika Penulisan

Sistematika Penulisan terdiri dari:

BAB 1 PENDAHULUAN

Bab ini berisi tentang pendahuluan secara umum yang mencakup latar belakang masalah, perumusan masalah, tujuan penelitian, batasan masalah, dan sistematika penulisan.

BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

Bab ini berisi tentang informasi dan teori-teori yang mendukung penelitian seperti bahan dasar, proses hidrogenasi, preparasi katalis, metode karakterisasi katalis, dan metode uji aktivitas katalis.

BAB 3 METODE PENELITIAN

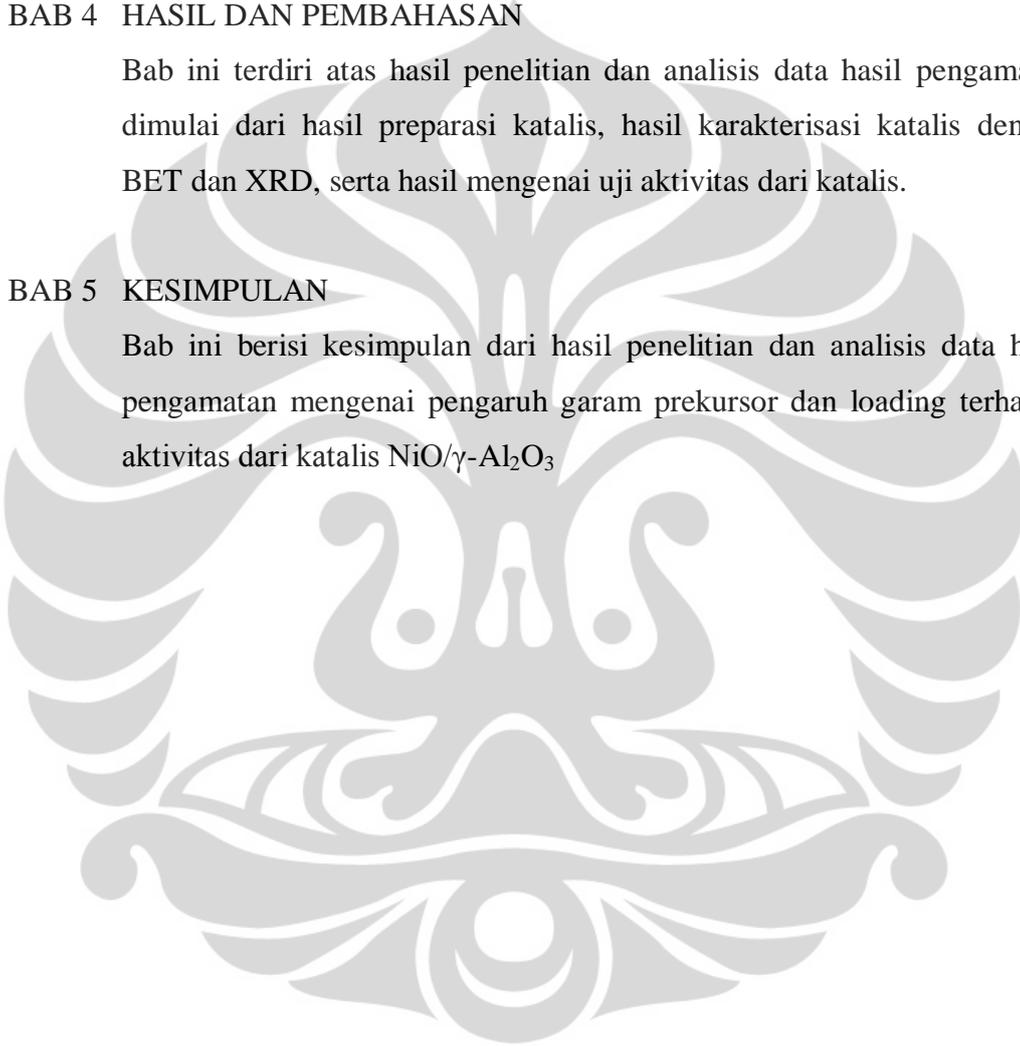
Bab ini berisi metodologi yang dipakai dalam penelitian yang mencakup tahapan-tahapan penelitian. Bagian ini juga menjelaskan diagram alir penelitian, prosedur percobaan, jenis bahan dan alat yang dipakai serta susunan dan fungsinya dalam percobaan.

BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN

Bab ini terdiri atas hasil penelitian dan analisis data hasil pengamatan dimulai dari hasil preparasi katalis, hasil karakterisasi katalis dengan BET dan XRD, serta hasil mengenai uji aktivitas dari katalis.

BAB 5 KESIMPULAN

Bab ini berisi kesimpulan dari hasil penelitian dan analisis data hasil pengamatan mengenai pengaruh garam prekursor dan loading terhadap aktivitas dari katalis $\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$



BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Minyak Jarak

Minyak jarak merupakan minyak nabati yang dapat diperoleh melalui pengolahan biji dari tanaman jarak melalui proses pengempaan atau melalui proses ekstraksi dengan pelarut maupun melalui kombinasi dari kedua cara tersebut (Kusumaningsih, Pranoto, & Saryoso, 2006). Hampir seluruh bagian dari pohon jarak beracun, dan minyaknya mengandung ester forbol yang dapat meningkatkan aktivitas tumor serta berbagai bahaya lainnya sehingga tidak dapat digunakan untuk konsumsi pangan (Goel, Makkar, Francis, & Becker, 2007). Namun, ketersediaan minyak ini di Indonesia cukup memadai dan terbarukan sehingga dapat dimanfaatkan untuk berbagai pengembangan industri menggantikan penggunaan minyak bumi. Minyak jarak ini dapat diolah menjadi berbagai produk turunannya melalui proses dehidrasi, oksidasi, hidrogenasi, sulfitasi, penyabunan dan sebagainya.

Salah satu pemanfaatan minyak jarak yang telah melalui proses hidrogenasi dapat ditemukan dalam industri pelumas dan kosmetika baik sebagai bahan baku maupun sebagai bahan pendukung, misalnya dalam menghasilkan asam 12-hidroksistearat yang merupakan asam jenuh hasil dari hidrogenasi asam risinoleat. Asam risinoleat ini merupakan komponen terbesar asam penyusun trigliserida minyak jarak. Kandungan asam lemak minyak jarak dapat dilihat pada tabel 2.1

Tabel 2.1 Kandungan asam lemak minyak biji jarak

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

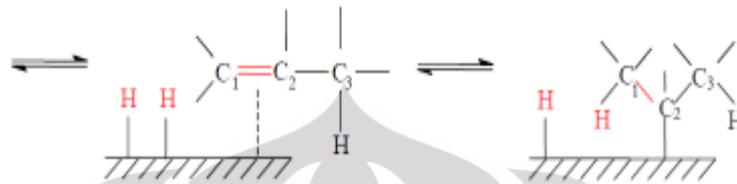
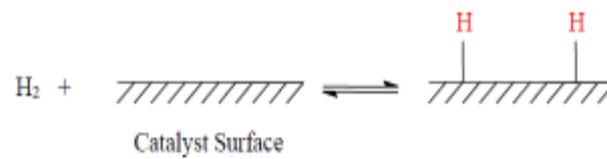
(Widiyarti & Rahayu, 2009)

Salah satu parameter pengukur mutu minyak jarak hasil hidrogenasi dapat dilihat melalui penurunan bilangan iod yang menyatakan tingkat kejenuhan atau jumlah ikatan rangkap yang terdapat dalam minyak jarak tersebut. Semakin rendah bilangan iod nya maka semakin jenuh minyak jarak tersebut dan menunjukkan semakin baiknya reaksi hidrogenasi yang terjadi. Berdasarkan standar AOAC, minyak jarak yang belum di hidrogenasi memiliki bilangan iod sebesar 81-91 mg/g (Marlina, Surdia, Radiman, & Achmad, 2004). Dalam penelitian ini akan dilakukan preparasi katalis dengan variasi garam prekursor dan aktivitas dari katalis tersebut untuk reaksi hidrogenasi minyak jarak akan diamati melalui perubahan bilangan iodium dari minyak jarak tersebut.

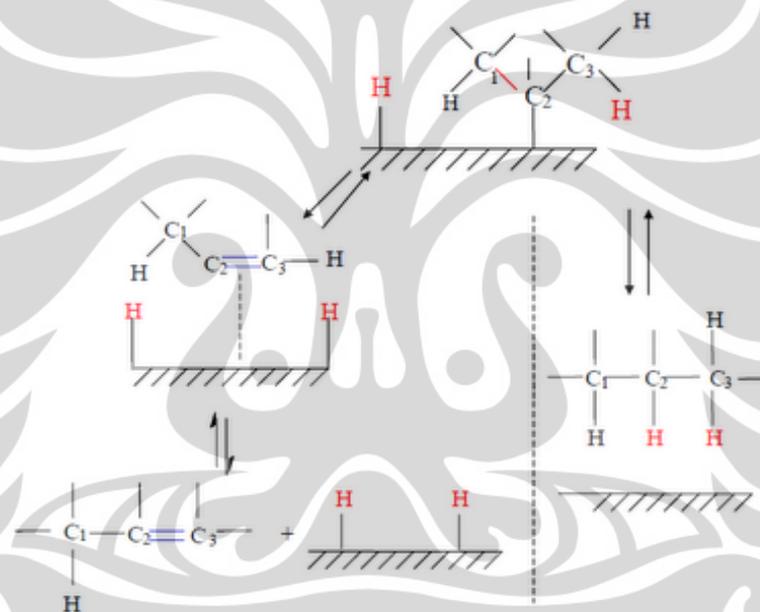
2.2 Hidrogenasi

Hidrogenasi adalah istilah yang merujuk pada reaksi kimia yang menghasilkan adisi hidrogen (H_2). Dalam hidrogenasi minyak jarak, adisi sepasang atom hidrogen terjadi pada ikatan rangkap dari asam –asam lemak dalam minyak jarak sehingga akan mengurangi ketidakjenuhan minyak atau lemak tersebut. Hal ini akan menyebabkan asam lemak tersebut lebih bersifat plastis serta memiliki titik lebur dan stabilitas oksidasi yang lebih baik (Ketaren, 1986). Penggunaan katalis diperlukan dalam reaksi ini agar reaksi berjalan secara efisien dan dapat digunakan.

Katalis yang umum digunakan untuk proses ini adalah nikel (Ni) dengan *support* alumina (Al_2O_3). Mekanisme reaksi hidrogenasi yang terjadi pada permukaan katalis diilustrasikan melalui gambar berikut:



Gambar 2.1. Skema Mekanisme Reaksi Hidrogenasi Katalitik Minyak
(Norazlan, 2010)



Gambar 2.2. Lanjutan Skema Mekanisme Reaksi Hidrogenasi Katalitik Minyak
(Norazlan, 2010)

Dalam proses hidrogenasi tersebut, reaksi berlangsung pada permukaan katalis dimana sampel minyak jarak dan gas hidrogen (H_2) diserap dan dibawa ke permukaan katalis. Oleh karena itu, setiap kondisi yang mempengaruhi permukaan katalis maupun mengganggu pasokan gas hidrogen (H_2) ke permukaan katalis akan mempengaruhi laju reaksi dari proses hidrogenasi yang terjadi (O'Brien, 2009). Berikut ini adalah faktor-faktor yang mempengaruhi laju dari reaksi hidrogenasi (Lubis, 2011):

a. Suhu (T)

Hidrogenasi akan berjalan lebih cepat seiring dengan peningkatan suhu operasi. Peningkatan suhu tersebut akan menurunkan daya larut dari gas Hidrogen (H_2) sehingga katalis $NiO/\gamma-Al_2O_3$ yang digunakan akan lebih mudah menyerap gas hidrogen. Namun, peningkatan suhu juga akan meningkatkan selektivitas serta pengembangan isomer trans. Oleh karena itu suhu yang digunakan tidak boleh terlalu tinggi. Reaksi hidrogenasi ini merupakan reaksi eksotermis sehingga panas akan terus dikeluarkan sepanjang reaksi. Penurunan 1 bilangan iod akan meningkatkan suhu reaksi dari $1,6^\circ C$ sampai dengan $1,7^\circ C$ ($2,9^\circ F$ sampai dengan $3,1^\circ F$). Suhu akan terus meningkat selama laju reaksi hingga mencapai keadaan optimum. Suhu optimum dalam reaksi Hidrogenasi beragam untuk tiap produk, namun sebagian besar minyak mencapai titik optimum hidrogenasinya pada suhu $230^\circ C$ sampai dengan $260^\circ C$ ($450^\circ F$ sampai dengan $500^\circ F$). Widiarti & Rahayu (2009) menyatakan bahwa proses hidrogenasi minyak jarak dapat berlangsung dengan baik pada suhu sebesar $140^\circ C - 180^\circ C$.

b. Tekanan

Sebagian besar minyak dan lemak hasil hidrogenasi dilakukan pada tekanan 0,7 bar - 4,0 bar (10 Psig - 60 Psig). Pada saat tekanan rendah, gas Hidrogen (H_2) yang larut dalam minyak tidak melapisi permukaan katalis, kemudian saat tekanan meningkat gas Hidrogen (H_2) sudah melapisi permukaan katalis untuk proses pemutusan ikatan ganda. Peningkatan laju saturasi (pemutusan ikatan ganda) akan menghasilkan penurunan isomer trans.

c. Agitasi

Fungsi utama agitasi adalah untuk memasok gas Hidrogen (H_2) ke permukaan katalis. Akan tetapi, keseluruhan reaksi juga tetap harus diagitasi agar terjadi distribusi panas ataupun dingin sebagai pengendali suhu serta mendistribusikan katalis dalam campuran sehingga reaksi menjadi seragam atau homogen.

d. Konsentrasi Katalis

Laju reaksi hidrogenasi meningkat seiring peningkatan konsentrasi katalis sampai suatu titik tertentu. Peningkatan laju reaksi disebabkan oleh peningkatan permukaan aktif katalis, akan tetapi saat melewati titik maksimum, gas Hidrogen (H_2) tidak dapat terlarut dengan cepat untuk menyuplai jumlah katalis yang terlalu tinggi. Selektivitas dan pembentukan isomer trans akan meningkat dengan peningkatan konsentrasi katalis, tetapi hanya sedikit.

e. Tipe Katalis

Pemilihan dari katalis memiliki pengaruh yang kuat terhadap laju reaksi, selektivitas, dan isomer geometris. Katalis nikel telah digunakan secara umum dan eksklusif untuk proses hidrogenasi minyak dan lemak.

f. Katalis Teracuni/Terkontaminasi

Minyak yang disuling dan gas Hidrogen (H_2) dapat mengandung ketidakmurnian yang dapat memodifikasi atau meracuni katalis. Katalis teracuni merupakan suatu faktor yang mempunyai pengaruh penting terhadap produk hidrogenasi. Kontaminasi tersebut sangat efektif mengurangi konsentrasi katalis dan sangat mempengaruhi laju reaksi. Gas Hidrogen (H_2) dapat mengandung Karbon monoksida, Hidrogen sulfat, atau Ammonia, sedangkan minyak yang disuling dapat mengandung sabun, komponen belerang (Sulfur), air, asam lemak bebas, asam mineral, dan material lain yang dapat mempengaruhi katalis. Pengotor sulfur misalnya, terutama mempengaruhi aktivitas yang mempercepat isomerisasi dengan menghambat kapasitas dari katalis nikel untuk menyerap dan memecah hidrogen. Fosfor dalam bentuk fosfatida dan sabun mempengaruhi selektivitas dengan menutup tempat masuk pada pori katalis nikel yang mencegah keluarnya trigliserida dengan tingkat kejenuhan yang lebih tinggi. *Moisture* dan asam lemak bebas juga merupakan *deactivator* yang dapat mengurangi kecepatan reaksi hidrogenasi karena bereaksi secara kimia dengan katalis nikel membentuk *nickel soaps*.

2.3 Katalis

Katalis $\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ditambahkan ke dalam reaksi hidrogenasi untuk mempercepat reaksi dan mengarahkan reaksi. Dalam mempercepat reaksi, katalis $\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ memberikan dampak pada efisiensi proses dan memperpendek waktu reaksi. Sedangkan dalam mengarahkan reaksi, katalis tersebut memberikan dampak pada peningkatan kemurnian produk (Nasikin & Susanto, 2010). Hal-hal tersebutlah yang menyebabkan katalis ini sangat penting diperlukan dalam mengoptimalkan dan mengefisienkan proses hidrogenasi yang terjadi. Meskipun katalis $\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ tidak secara permanen terlibat dalam reaksi, namun dalam melakukan fungsinya katalis mengalami perubahan baik secara kimiawi maupun secara fisik yang sangat mempengaruhi kinerjanya. Ada 3 parameter yang berkaitan dengan kinerja katalis (Nasikin & Susanto, 2010), yaitu:

1. Aktivitas, yaitu peran katalis dalam meningkatkan kecepatan reaksi
2. Selektivitas, yaitu peran katalis untuk meningkatkan produk yang diinginkan.
3. Deaktivasi, yaitu penurunan aktivitas dari katalis yang dihubungkan dengan masa hidup katalis.

Aktivitas reaksi merupakan faktor yang sangat penting karena berhubungan langsung dengan jumlah dan waktu untuk menghasilkan produk. Peningkatan selektivitas reaksi dapat dihubungkan dengan peningkatan kualitas produk reaksi. Sedangkan deaktivasi katalis berpengaruh secara langsung terhadap keekonomian sebuah proses karena kecepatan deaktivasi katalis secara langsung berhubungan dengan jumlah katalis yang diperlukan dalam sebuah proses.

Sedangkan dalam melakukan fungsinya pada reaksi katalisis, ada 3 faktor yang mempengaruhi kinerja dari katalis, yaitu aliran fluida (distribusi aliran, penurunan tekanan, kekuatan mekanik), aktivitas katalis (aktivitas bahan kimia, porositas), dan stabilitas katalis (ketahanan terhadap sintering, racun katalis, dan fouling). Distribusi aliran yang baik dan penurunan tekanan yang rendah dapat dicapai melalui seleksi yang tepat terhadap ukuran partikel, serta kekuatan mekanik selama pembuatan katalis. Aktivitas dan selektivitas dapat dicapai dengan pemilihan komponen atau material serta metode preparasi yang mampu memberikan luas permukaan yang optimum. Untuk kaitannya dengan stabilitas,

suatu katalis diharapkan memiliki ketahanan terhadap deaktivasi akibat sintering (hilangnya permukaan aktif akibat pertumbuhan kristal), keracunan (tertutupnya inti aktif karena adsorpsi kimia yang kuat), dan fouling (tertutupnya pori dan permukaan oleh karbon).

Sesuai dengan prinsip-prinsip di atas, maka untuk aktivitas yang baik dari reaksi hidrogenasi yang akan dilakukan, dipilih katalis nikel dengan penyangga alumina (Kapoor & Matsumura, 2002; Rautanen, Aittamaa, & Krause, 2001). Sedangkan metode preparasi yang lebih baik untuk katalis tersebut adalah metode presipitasi (Widiyarti & Rahayu, 2009). Untuk menghindari sintering, loading katalis digunakan sebesar 20% berat karena katalis komersial yang digunakan dalam industri oleokimia biasanya mengandung 20% senyawa aktif. Sebagai pembanding, akan dihasilkan juga katalis dengan loading 10% berat Ni.

2.3.1 Inti Aktif Katalis (Nikel)

Pada katalis, inti aktif bertanggung jawab terhadap prinsip jalannya reaksi. Pemilihan komponen aktif adalah langkah pertama yang harus dilakukan dalam perancangan suatu katalis. Dalam penelitian yang akan dilakukan inti aktif katalis yang digunakan harus mendukung reaksi hidrogenasi.

Secara detail, sifat katalis yang aktif dalam reaksi hidrogenasi tersebut adalah katalis dengan karakter sebagai berikut (Nasikin & Susanto, 2010):

1. Katalis harus mampu membentuk ikatan kimia dengan satu atau kedua reaktan tetapi ikatan tersebut harus tidak terlalu kuat dan tidak terlalu lemah sehingga produk reaksi masih siap didesorpsi
2. Kekuatan ikatan dengan hidrogen meningkat seiring dengan peningkatan jumlah kekosongan orbital d. Sesuai persyaratan pada butir 1, aktivitas katalitik mencapai maksimum apabila logam memiliki hanya satu orbital d kosong.
3. Sifat katalis dan daya adsorpsi dari logam pada butir 2 dapat diestimasi dari rata-rata jumlah orbital d yang kosong. Orbital kosong juga dapat terisi dengan unsur lain yang memiliki elektron bebas, sehingga sebuah logam yang pada mulanya memiliki banyak orbital d kosong dapat berkurang jumlahnya.

Oleh karena itu, inti aktif yang tepat untuk reaksi tersebut adalah inti aktif yang mampu mengadsorpsi hidrogen dengan kekuatan sedang. Inti aktif katalis yang memiliki sifat tersebut adalah logam-logam grup transisi seperti platina, nikel, palladium, dan molibdenum. Namun karena harga platina dan palladium yang mahal, logam nikel lebih banyak digunakan untuk memberikan hasil yang lebih ekonomis.

2.3.2 Penyangga (Alumina)

Penyangga alumina memiliki berbagai fungsi. Namun, fungsi utama dari penyangga ini adalah untuk menyediakan luas permukaan yang besar bagi inti aktif nikel (Nasikin & Susanto, 2010). Semakin luas permukaan inti aktif, maka akan semakin banyak gas hidrogen yang mampu diserap. Demikian pula tersedia area kontak yang luas antara zat-zat yang bereaksi, sehingga semakin banyak terjadi kontak antara reaktan dan meningkatkan kecepatan reaksi.

Fungsi lain dari penyangga adalah sebagai permukaan yang stabil agar inti aktif terdispersi sedemikian rupa sehingga *sintering* (penggumpalan/pertumbuhan kristal) dapat dikurangi (Nasikin & Susanto, 2010). Alumina dipilih sebagai penyangga karena tahan terhadap pertumbuhan kristal yang dikarenakan panas. Hal ini disebabkan karena alumina memiliki titik lebur yang tinggi dan diatas titik lebur inti aktif nikel. Alumina memiliki titik lebur pada suhu 2050 °C dan nikel pada suhu 1455 °C (Nasikin & Susanto, 2010).

Hal penting lain yang perlu diperhatikan adalah jumlah inti aktif nikel yang terdispersi pada permukaan katalis. Hal ini disebabkan walaupun inti aktif nikel terpisah satu sama lain pada permukaan alumina, namun *sintering* masih tetap mungkin terjadi. Pada katalis Ni/ γ -Al₂O₃, Ni memiliki luas permukaan yang meningkat dengan makin tingginya *loading* Ni pada penyangga (Nasikin & Susanto, 2010). Namun, pada konsentrasi di atas 50% berat, interaksi antar kristal Ni meningkat sehingga terjadi pertumbuhan kristal dan luas permukaan Ni berkurang. Aktivitas katalis per unit volume melampaui maksimum. Aktivitas maksimum ini dipengaruhi oleh teknik preparasi dan penggunaan aditif.

2.4 Preparasi Katalis

Preparasi katalis bertujuan untuk mewujudkan katalis yang secara teoritis telah sesuai dengan reaksi yang dikehendaki. Aktivitas dari suatu katalis ditentukan oleh metode preparasi yang digunakan karena metode preparasi mempengaruhi karakteristik katalis yang terbentuk seperti luas permukaan, dispersi, ukuran pori, loading inti aktif dan lainnya. Oleh karena itu, metode preparasi harus dipilih secara tepat agar karakteristik yang diinginkan dapat diperoleh.

2.4.1 Pemilihan Metode Preparasi

Di dalam penelitian yang akan dilakukan, katalis yang dipilih untuk membantu reaksi hidrogenasi minyak jarak adalah katalis Ni/ γ -Al₂O₃. Untuk mendekomposisikan inti aktif nikel pada permukaan penyangga alumina dapat dilakukan dengan 4 metode yaitu : presipitasi, adsorpsi, pertukaran ion, dan impregnasi (Nasikin & Susanto, 2010).

a. Adsorpsi

Penyangga yang berada pada larutan garam logam akan mengadsorpsi sejumlah ion garam dan mengalami kesetimbangan mengikuti aturan adsorpsi isothermis. 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. Jika dilakukan preparasi katalis NiO/ γ -Al₂O₃ dengan metode ini, hanya akan didapatkan *loading* sebesar 2-3%. Sedangkan seperti yang telah dijelaskan sebelumnya, pada katalis NiO/ γ -Al₂O₃, Ni cenderung memiliki luas permukaan yang meningkat dengan makin tingginya *loading* Ni pada penyangga (Nasikin & Susanto, 2010). Oleh karena itu metode ini tidak tepat untuk mendekomposisikan nikel pada alumina.

b. 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 (Nasikin & Susanto, 2010). Metode ini memberikan *loading* yang paling kecil di antara metode lainnya. Oleh karena itu, dengan alasan yang sama dengan metode adsorpsi, katalis NiO/ γ -Al₂O₃ tidak di preparasi dengan menggunakan metode ini.

c. Impregnasi

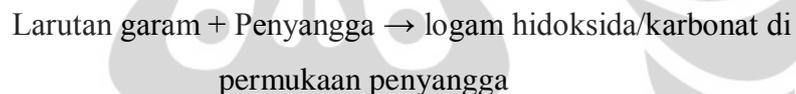
Impregnasi merupakan metode deposisi yang paling sederhana dan simpel. Tujuannya adalah untuk memenuhi pori dengan konsentrasi yang cukup untuk memberikan *loading* yang tepat. Larutan dibuat dalam jumlah yang cukup untuk mengisi pori dan harus didasarkan pada perhitungan volume pori pada preparasi oksida tunggal, hanya saja larutan garam logam tidak mengalami perlakuan pemanasan. Partikel penyangga dimasukkan dalam larutan garam logam dan setelah larutan mengisi pori penyangga, dilakukan pengeringan dan kalsinasi. Apabila *loading* yang dikehendaki belum terpenuhi, maka dilakukan perendaman penyangga lagi untuk pengisian pori kembali sampai *loading* terpenuhi. Dengan demikian, metode ini dapat memberikan *loading* sebesar volume pori yang tersedia.

Sebenarnya katalis NiO/ γ -Al₂O₃ dapat di preparasi dengan menggunakan metode ini, namun telah berhasil dibuktikan bahwa katalis NiO/ γ -Al₂O₃ yang di preparasi menggunakan metode presipitasi lebih baik dari katalis yang di preparasi dengan metode impregnasi. Widiarti & Rahayu (2009) telah berhasil menunjukkan bahwa katalis dengan inti aktif nikel yang di preparasi melalui metode presipitasi memiliki luas permukaan yang lebih

besar dibandingkan dengan katalis yang dipreparasi melalui metode impregnasi serta memiliki aktivitas yang jauh lebih baik dalam reaksi hidrogenasi minyak jarak. Keaktifan katalis tersebut dimungkinkan karena adanya perbedaan dispersi logam aktif pada permukaan bahan penyangga pada katalis hasil presipitasi yang lebih merata dibandingkan pada katalis hasil impregnasi. Pada metode presipitasi tersebut, penempelan logam aktif pada bahan penyangga dengan bantuan bahan pengendap dan pengontrol pH dapat menyebabkan penempelan logam aktif nikel pada permukaan penyangga menjadi lebih merata. Dengan dispersi yang semakin baik maka hidrogen yang dapat berikatan dengan inti aktif nikel semakin banyak dan adisi hidrogen ke ikatan asam lemak tak jenuh pada minyak jarak akan semakin baik.

d. Presipitasi

Pada presipitasi, tujuan yang ingin dicapai adalah untuk mencapai reaksi antara sumber inti aktif nikel dengan penyangga alumina seperti di bawah ini:



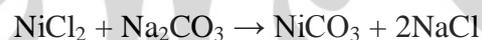
Metode ini paling umum digunakan untuk preparasi katalis NiO/ γ -Al₂O₃ karena umumnya dikehendaki loading inti aktif yang relatif besar (Widiyarti & Rahayu, 2009). Seperti terlihat pada proses deposisi inti aktif pada penyangga yang melalui proses pengendapan, maka loading yang dapat dicapai dengan metode presipitasi menjadi tidak terbatas.

Larutan garam yang digunakan dapat berbentuk larutan dari senyawa logam oksalat, nitrat, sulfat atau klorida. Untuk penelitian kali ini, larutan garam divariasikan untuk mengetahui pengaruhnya terhadap aktivitas katalis NiO/ γ -Al₂O₃ dalam reaksi hidrogenasi minyak jarak. Larutan garam yang digunakan adalah larutan nikel nitrat dan nikel klorida. Sedangkan penentuan suhu kalsinasi dipengaruhi oleh suhu dekomposisi anion. Tahap preparasi ini akan dibahas lebih jauh selanjutnya.

2.4.2 Mempreparasi Inti Aktif Tunggal dan Penyangga

Inti aktif tunggal (NiO) dan penyangga (γ -Al₂O₃) dipreparasi untuk menghasilkan karakteristik katalis yang baik dan memahami pengaruh dari karakteristik-karakteristik tersebut terhadap keaktifan katalis untuk proses hidrogenasi minyak jarak. Tahapan dari metode preparasi nya adalah sebagai berikut (Nasikin & Susanto, 2010):

1. Dari larutan senyawa logam dilakukan perubahan pH supaya terjadi pengendapan sampai kondisi lewat jenuh. Pada kondisi ini terbentuk partikel dan larutan berubah menjadi koloid. Larutan senyawa logam yang digunakan terdiri dari sejumlah tertentu alumina; 0,5 M larutan garam (larutan nikel nitrat/larutan nikel klorida); serta 0,5 M larutan urea. Larutan pengendap yang digunakan adalah 1 M larutan Sodium karbonat dan reaksi pengendapan yang terjadi adalah sebagai berikut:



Nikel karbonat yang terbentuk akan mengendap dan berikatan bersama dengan alumina

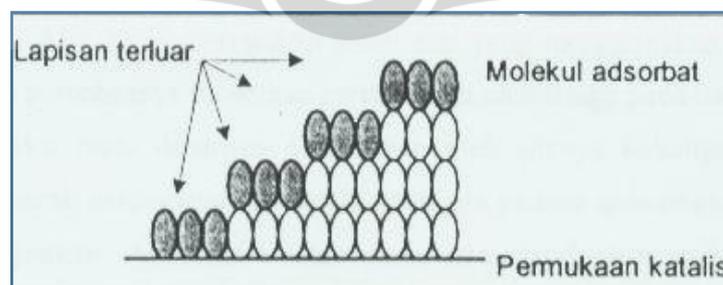
2. Tahapan partikel yang berbentuk koloid berubah menjadi hidrogel.
3. Tahap pencucian. Pencucian bertujuan untuk melarutkan senyawa-senyawa lain yang tidak diharapkan menjadi inti aktif. Senyawa-senyawa tersebut, misalnya sodium yang berasal dari larutan pengendap yang merupakan racun bagi keaktifan logam nikel (Feyzi, Mirzaei, & Bozorgzadeh, 2010; Mirzaei, Shahriari, & Arsalanfar, 2011). Pencucian biasanya dilakukan berkali-kali menggunakan air panas dan indikator selesainya pencucian tersebut adalah tercapainya angka pH=7 (Marginean & Olariu, 1996; Jo, J.S. Lee, & K.H. Lee, 2004; Li, Hu, & Hill, 2006).
4. Tahapan pengeringan. Katalis dikeringkan dari air yang masih terkandung di dalamnya dengan cara pemanasan pada suhu titik didih air dan dikalsinasi untuk mendekomposisikan anion yang masih

membentuk garam dengan logam yang nantinya menjadi inti aktif. Suhu kalsinasi maksimum yang biasa dilakukan adalah sekitar 2/3 dari titik lebur logam yang berperan sebagai inti aktif (nikel) dengan tujuan untuk mencegah penggumpalan (aglomerasi). Logam nikel memiliki titik lebur pada suhu 1728 K atau 1455 °C yang berarti kalsinasi masih dapat dilakukan hingga sekitar suhu 970 °C. Namun Chokkaram, Srinivasan, Milburn, & Davis (1997) menyebutkan bahwa pada suhu kalsinasi di atas 473 °C akan menyebabkan berkurangnya luas permukaan BET secara drastis, dan semakin terbentuknya kristal NiAl_2O_4 yang merupakan ikatan yang sangat kuat antara nikel dengan penyangga alumina, kristal ini dapat menurunkan aktivitas dari katalis $\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$

2.5 Karakterisasi Katalis

2.5.1 Metode BET

Alat yang digunakan untuk karakterisasi dengan BET adalah Sorptomatic 1800 Carlo Erba Instruments. Alat ini beroperasi dengan cara mengukur kuantitas gas yang diadsorpsi oleh permukaan padatan pada beberapa kesetimbangan tekanan uap dengan metode static volumetri. Data didapatkan dengan cara pemindahan sejumlah gas N_2 ke dalam adsorben padatan yang dijaga pada tekanan tetap dan dibawah suhu kritis gas N_2 . Data hasil dari karakterisasi ini berupa luas permukaan dari katalis yang terbentuk. Ilustrasi dari menempelnya adsorbat pada permukaan katalis ditunjukkan pada gambar 2.3



Gambar 2.3 Permukaan katalis yang tertutup adsorbat

(Susanty, 2003)

Sampel katalis yang akan dianalisis diletakkan dalam tempat yang sudah diketahui volumenya dan dipanaskan (150°C atau $350\text{-}400^{\circ}\text{C}$) di bawah vakum (10^{-4} Torr) untuk menghilangkan gas-gas yang terdapat pada sampel. Tempat sampel didinginkan 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 N_2 .

Dengan mengamati perbedaan tekanan gas terhitung dari tekanan yang diamati pada setiap penambahan, dapat ditentukan jumlah N_2 yang teradsorpsi. Pada penelitian ini dilakukan pengukuran luas permukaan katalis dengan menggunakan metode BET *multi point* dan dibutuhkan minimum tiga titik pada daerah tekanan relatif (p/p_0). Cara untuk menentukan luas permukaan menggunakan BET adalah sebagai berikut (Susanty, 2003):

1. Menentukan luas area katalis melalui persamaan umum yang menerangkan keadaan molekul yang teradsorpsi pada permukaan zat padat:

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

dengan:

P : tekanan gas saat adsorpsi (tekanan kesetimbangan)

P_0 : tekanan jenuh adsorbat gas pada temperature percobaan

V : volume gas yang diadsorpsi pada tekanan P

V_m : volume gas yang diadsorpsi untuk monolayer

C : konstanta sebagai fungsi eksponensial dari panas adsorpsi dan panas pencairan gas, yaitu

$$C = \exp(Q_a - Q_p) / R \quad (2.2)$$

dengan Q_a : panas adsorpsi pada layer pertama

Q_b : panas pencairan gas pada layer yang lain

2. Menghitung nilai V_m dengan cara memplot data $P/[V(P_0 - P)]$ vs P/P_0 dengan persamaan garis yang dapat dibuat dari persamaan 2.3 berikut

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

$$\downarrow \qquad \downarrow \qquad \downarrow \qquad \downarrow$$

$$y = a + b \cdot x \qquad (2.3)$$

Dengan hubungan diatas didapati bahwa b (slope) sebesar $(C-1)/V_m C$ sehingga harga V_m dapat dihitung.

3. Menghitung luas permukaan total sampel yang diukur dari nilai V_m yang telah diperoleh, yaitu :

$$S_{tot} = \frac{V_m N_s}{V} \qquad (2.4)$$

dengan:

V_m : Volume N_2 yang membentuk lapisan tunggal

N : bilangan Avogadro sebesar $6,02 \times 10^{23}$ partikel/mol

V : volume gas STP sebesar 22400 mL/mol

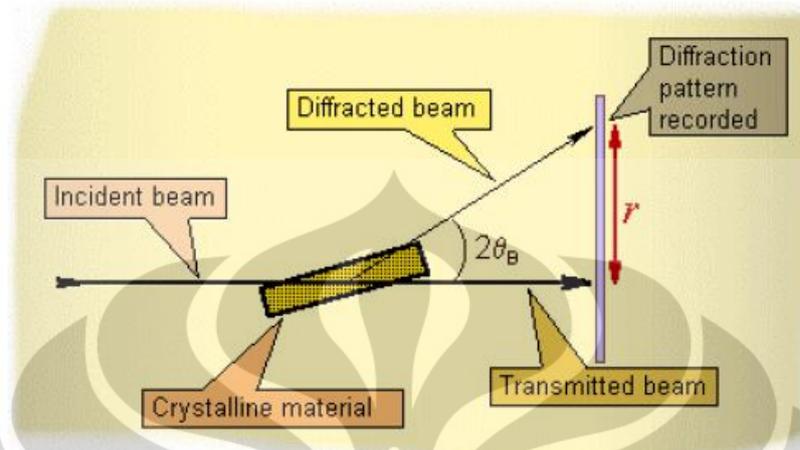
s : luas permukaan 1 molekul N_2 sebesar $16,2 \times 10^{-20} \text{ m}^2$

Pada prinsipnya persamaan BET yang digunakan dapat menggambarkan tipe adsorpsi isothermal yang dibatasi hanya pada luas permukaan. Metode BET dapat digunakan untuk gas yang mudah terkondensasi tetapi umumnya digunakan gas dengan ukuran molekul kecil seperti nitrogen, gas kripton, argon, ataupun karbondioksida (Susanty, 2003).

2.5.2 Metode XRD

Karakterisasi menggunakan XRD dilakukan untuk mengetahui sifat fisika dari katalis dan digunakan sebagai dasar untuk memprediksi atau mengidentifikasi struktur katalis secara kualitatif yang mencakup fasa alami kristal, konsentrasi dalam padatan, dan ukuran kristal (Song, Justice, Jones, Grassian, & Larsen, 2004). XRD menggunakan prinsip difraksi sinar-X dan percobaannya dilakukan

pertama kali oleh Bragg pada tahun 1914. Ilustrasi dari proses difraksi tersebut dapat dilihat pada gambar 2.4 berikut

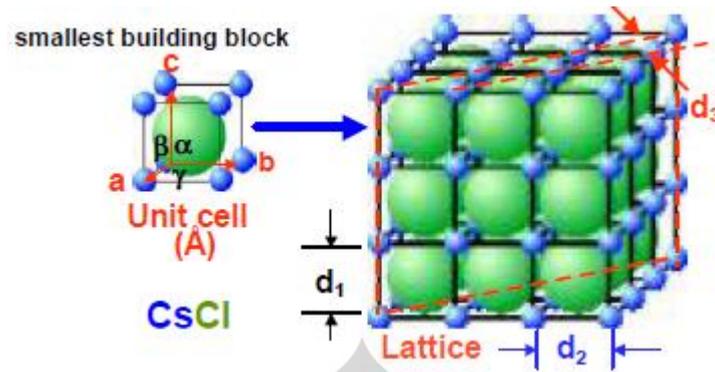


Gambar 2.4 Ilustrasi proses difraksi

(Suryanarayana & Norton, 1998)

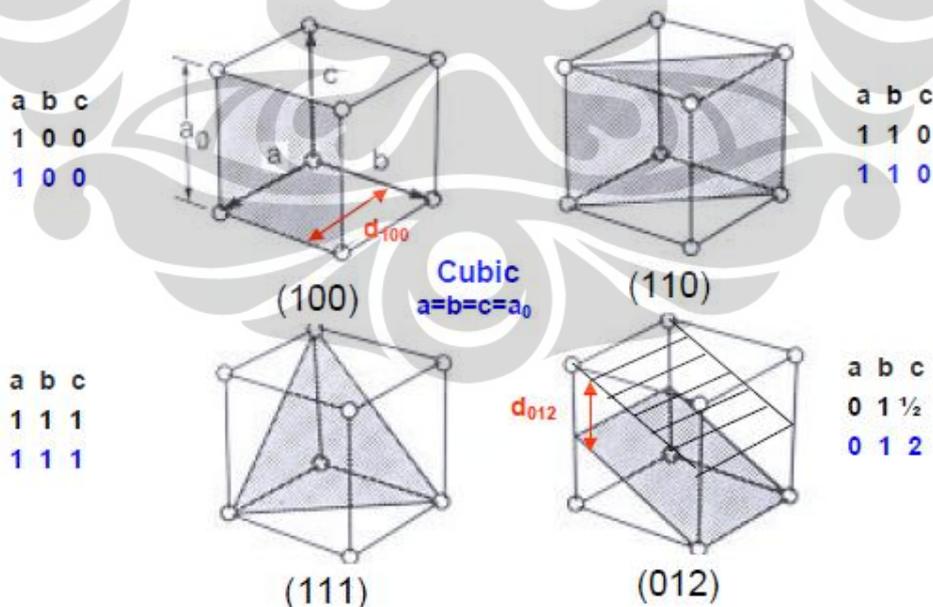
Pada dasarnya difraksi disebabkan oleh adanya hubungan fasa tertentu antara dua gerak gelombang atau lebih sehingga paduan gelombang tersebut dapat saling menguatkan atau melemahkan (Suryanarayana & Norton, 1998). Ketika sebuah berkas sinar-x dijatuhkan pada atom, elektron di sekitar atom mulai beresilasi dengan frekuensi yang sama seperti sinar yang dijatuhkan. Pada hampir di semua sudut datang dari sinar hanya akan dihasilkan interferensi destruktif, yaitu saat gabungan gelombang-gelombang sinar X yang dihamburkan berada di luar fase sehingga tidak ada energi yang dihasilkan saat meninggalkan sampel. Namun atom-atom yang terdapat dalam kristal memiliki pola yang teratur, sehingga dalam sudut yang khas akan diperoleh interferensi konstruktif dari sinar X yang terhambur.

Atom-atom yang terdapat dalam kristal tersebut dapat dipandang sebagai unsur yang membentuk susunan bidang-bidang (Song, Justice, Jones, Grassian, & Larsen, 2004). Bidang-bidang ini disebut bidang Bragg dan semua pembahasan mengenai difraksi sinar X terjadi pada susunan paralel dari bidang-bidang ini di dalam kristal. Bidang-bidang dari atom tersebut memiliki jarak antar bidang yang disimbolkan sebagai d dan nilai d ini dapat berbeda untuk setiap jarak antar bidang dalam kristal seperti ditunjukkan pada gambar 2.5 berikut ini.



Gambar 2.5 Pemodelan bidang-bidang dari susunan atom di dalam kristal
(Suryanarayana & Norton, 1998)

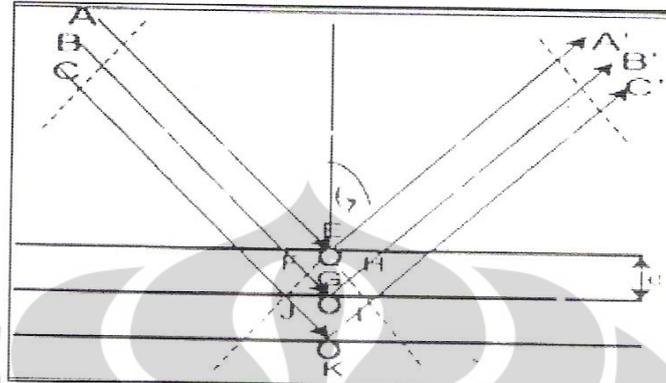
Dari gambar 2.5 di atas nilai a , b , dan c menyatakan sumbu sedangkan α , β , dan γ merupakan sudut antar sumbu tersebut yang dapat diperoleh melalui XRD. Orientasi dan jarak antar bidang dinyatakan dengan indeks Miller h , k , dan l . Bidang dengan indeks h , k , dan l menyatakan bahwa sumbu a dari unit sel dipotong pada seksi h , sumbu b dipotong pada seksi k , dan sumbu c dipotong pada seksi l . Angka 0 mengindikasikan bahwa bidang dalam posisi paralel dengan aksis. Contoh pemodelan orientasi dan jarak antar bidang dengan indeks ini dapat dilihat pada gambar 2.6 berikut



Gambar 2.6 Contoh bidang atom dan jarak antar bidang pada kubus sederhana

(Suryanarayana & Norton, 1998)

Sedangkan pola hasil dari difraksi sinar X yang dipantulkan oleh bidang-bidang tersebut dapat dijelaskan melalui gambar berikut



Gambar 2.7 Pola difraksi sinar-X

(Suryanarayana & Norton, 1998)

Gambar diatas menjelaskan bahwa sinar X dapat dipantulkan dan panjang gelombang yang sefasa di ABC akan sefasa pula pada A'B' dan C' dan menghasilkan interferensi konstruktif (Suryanarayana & Norton, 1998). Hal ini hanya mungkin terjadi bila selisih jarak AEA' dan BGB' dan CKC' merupakan kelipatan bilangan bulat dari gelombang γ . Selisih jarak antara AEA' dengan BGB' adalah FGH dan AEA' dengan CKC' adalah JKL yang merupakan kelipatan γ . Pola difraksi serbuk katalis adalah plot intensitas sinar difraksi yang menyatakan indeks Miller sebagai fungsi 2θ dimana θ sesuai dengan hukum Bragg:

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

dengan:

- γ : panjang gelombang dari berkas sinar-X yang bergantung dari tabung anoda pada generator penghasil sinar X yang dipakai.
- n : bilangan bulat yang menyatakan fasa dimana difraksi menghasilkan garis terang
- d : lebar celah
- θ : sudut pengukuran (sudut difraksi).

Dari hasil pengukuran XRD ini dapat diperoleh nilai d dan intensitas. Setiap unsur atau senyawa akan memiliki sudut θ yang spesifik. Sedangkan untuk

mengetahui ukuran dari kristal dapat dihitung dengan menggunakan persamaan Scherrer (Suryanarayana & Norton, 1998)

$$B(2\theta) = \frac{K\lambda}{L \cos \theta} \quad (2.6)$$

Keterangan: B (2 θ) = lebar puncak

K = konstanta Scherrer

L = ukuran kristal

Nilai dari konstanta Scherrer tersebut bervariasi antara 0,62 hingga 2,08 tergantung pada cara menentukan lebar puncak dan bentuk kristal. Untuk lebar puncak yang ditentukan dengan metode FWHM dan diasumsikan kristal berbentuk bola dengan simetri kubus, nilai konstanta Scherrer yang digunakan adalah 0,94 (Langford & Wilson, 1978).

Pemilihan karakterisasi XRD ini banyak digunakan untuk kebanyakan katalis berbentuk padatan kristal seperti oksida logam, dan logam berpenyangga.

2.6 Uji Bilangan Iod

Untuk menganalisa tingkat kejenuhan dari minyak jarak yang telah dihidrogenasi maka akan dilakukan pengukuran bilangan iod dari minyak jarak tersebut. Semakin rendah bilangan iod nya, maka semakin baik reaksi hidrogenasi yang telah terjadi dan semakin jenuh minyak jarak tersebut. Kejenuhan dari minyak jarak ini mengindikasikan semakin sedikitnya jumlah ikatan rangkap dalam molekul trigliserida minyak, semakin sulit minyak tersebut untuk teroksidasi, dan semakin tinggi titik cairnya. Dalam penelitian ini, metode penentuan bilangan iod dilakukan dengan metode Wijs.

$$\text{Bilangan Iod} = \frac{12,69(N)(Vb - Vs)}{W} \quad (2.7)$$

Keterangan: N = Normalitas larutan tiosulfat

Vb = Volume larutan standar tiosulfat untuk blanko (ml)

Vs = Volume larutan standar tiosulfat untuk sampel (ml)

W = Berat sampel

Adapun mekanisme yang terjadi dalam uji bilangan iod dengan metode Wijs adalah sebagai berikut. Penambahan kloroform dalam uji iod berfungsi untuk melarutkan minyak atau lemak yang akan diuji. Dalam keadaan larut, minyak atau lemak tersebut akan memiliki luas permukaan reaksi yang lebih besar sehingga lebih mudah bereaksi dengan reagen yang diberikan. Selanjutnya penambahan cairan Wijs yang merupakan persenyawaan iodin bromida akan bereaksi dengan trigliserida di mana iodin akan berikatan dengan trigliserida melalui pemecahan ikatan rangkap yang ada. Jumlah ikatan rangkap dalam trigliserida menentukan seberapa banyak atom I yang dapat bereaksi. Selanjutnya penambahan KI akan merubah atom I yang tidak bereaksi untuk membentuk senyawa I_2 . Senyawa I_2 inilah yang dijadikan representasi jumlah ikatan rangkap pada minyak atau lemak melalui titrasi dengan $Na_2S_2O_3$. Campuran yang mengandung senyawa I_2 di dalamnya cenderung memiliki warna kuning. Itulah sebab mengapa sebelum dititrasi cairan memiliki warna kekuningan. Adapun alasan penambahan amilum atau pati, adalah agar perubahan warna dapat dideteksi dengan mudah sehingga lebih akurat. Amilum akan membuat campuran yang mengandung iodin menjadi berwarna biru, sehingga perubahan warna akan lebih mudah dideteksi melalui perubahan warna biru menjadi bening daripada kuning bening menjadi bening.

BAB 3

METODE PENELITIAN

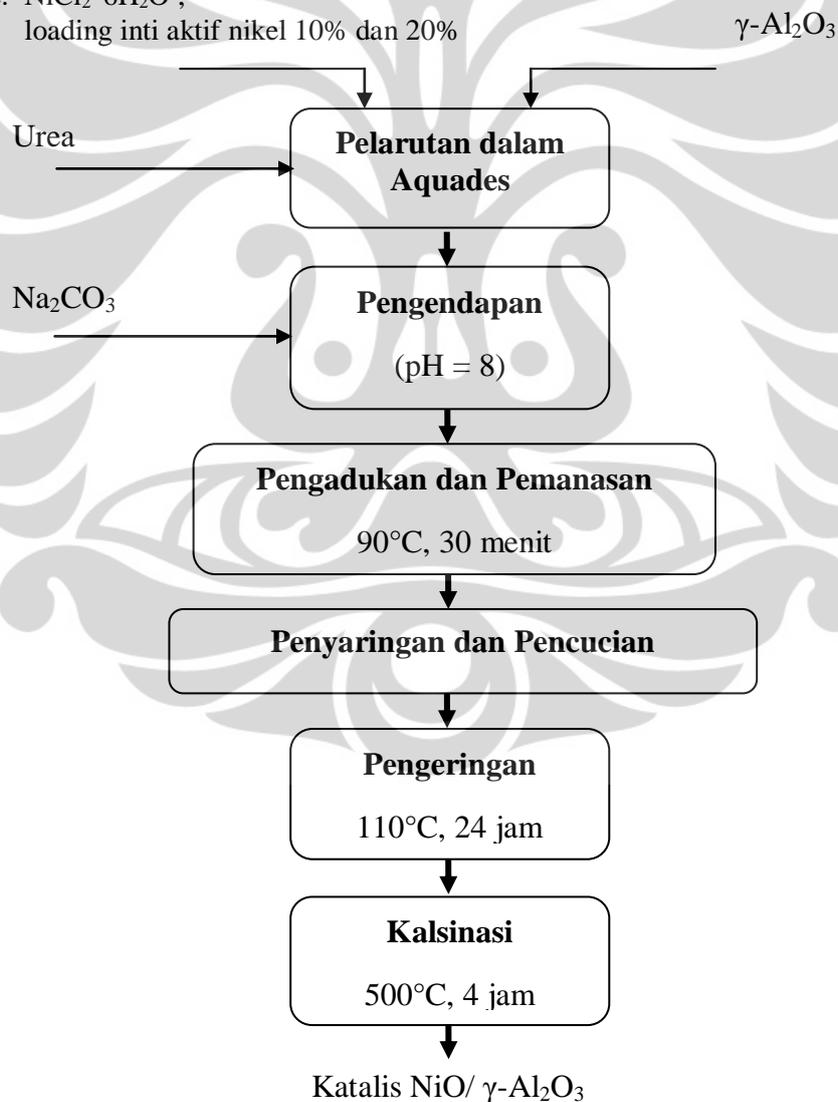
3.1 Diagram Alir Penelitian

Diagram alir dari tahap preparasi katalis dapat dilihat pada gambar dibawah ini:

Garam Prekursor

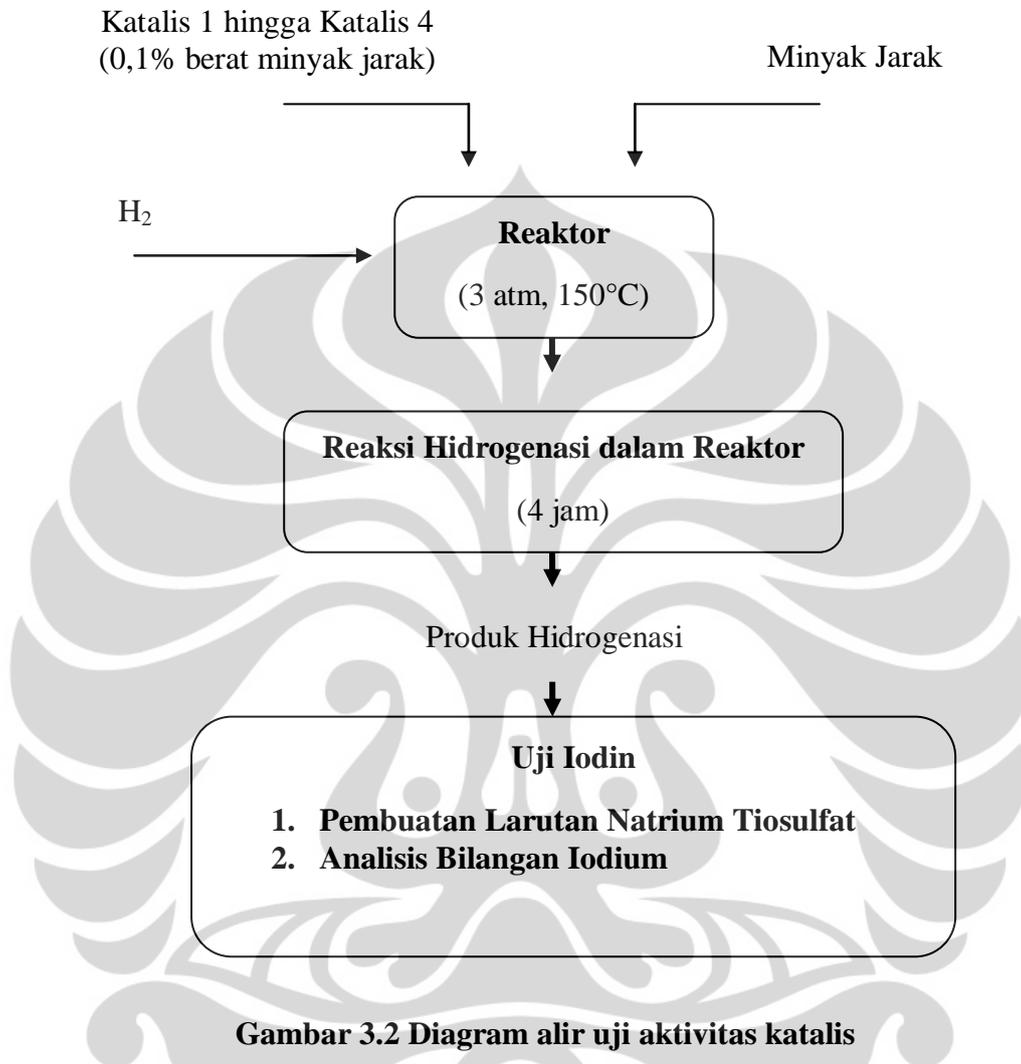
Variasi:

1. $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$;
loading inti aktif nikel 10% dan 20%
2. $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$;
loading inti aktif nikel 10% dan 20%



Gambar 3.1 Diagram alir preparasi katalis

Untuk uji aktivitas dari katalis yang telah preparasi, diagram alirnya adalah sebagai berikut:



Gambar 3.2 Diagram alir uji aktivitas katalis

Keterangan:

Katalis 1 : Katalis NiO/ γ -Al₂O₃ turunan nikel nitrat dengan loading 10% berat

Katalis 2 : Katalis NiO/ γ -Al₂O₃ turunan nikel nitrat dengan loading 20% berat

Katalis 3 : Katalis NiO/ γ -Al₂O₃ turunan nikel klorida dengan loading 10% berat

Katalis 4 : Katalis NiO/ γ -Al₂O₃ turunan nikel klorida dengan loading 20% berat

3.2 Alat dan Bahan

Pada percobaan ini, bahan-bahan dan peralatan yang digunakan adalah sebagai berikut:

3.2.1 Bahan-Bahan:

Preparasi Katalis

- a. Nikel nitrat, $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (pro analysis, Merck)
- b. Nikel klorida, $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (pro analysis, Merck)
- c. Alumina, $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (Type E 60 G neutral, pro analysis and for thin layer chromatography, Merck)
- d. Urea, $(\text{NH}_2)_2\text{CO}$
- e. Sodium karbonat, Na_2CO_3
- f. Aquades

Hidrogenasi

- g. Minyak Jarak
- h. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
- i. Larutan Wijs
- j. KI
- k. Starch (Kanji)
- l. CHCl_3

3.2.2 Peralatan

- | | |
|------------------------|----------------------|
| a. Reaktor Hidrogenasi | j. Cawan keramik |
| b. Furnace | k. Gelas kaca arloji |
| c. Oven | l. Gelas ukur |
| d. Hot Plate Stirrer | m. Beaker Glass |
| e. pH Meter | n. Labu erlenmeyer |
| f. Timbangan | o. Pipet |
| g. Buret | p. Corong pemisah |
| h. Termometer | q. Kertas Saring |
| i. Spatula besi | |

3.3 Prosedur Penelitian

3.3.1 Variabel Penelitian

Variabel bebas : larutan garam prekursor, loading inti aktif

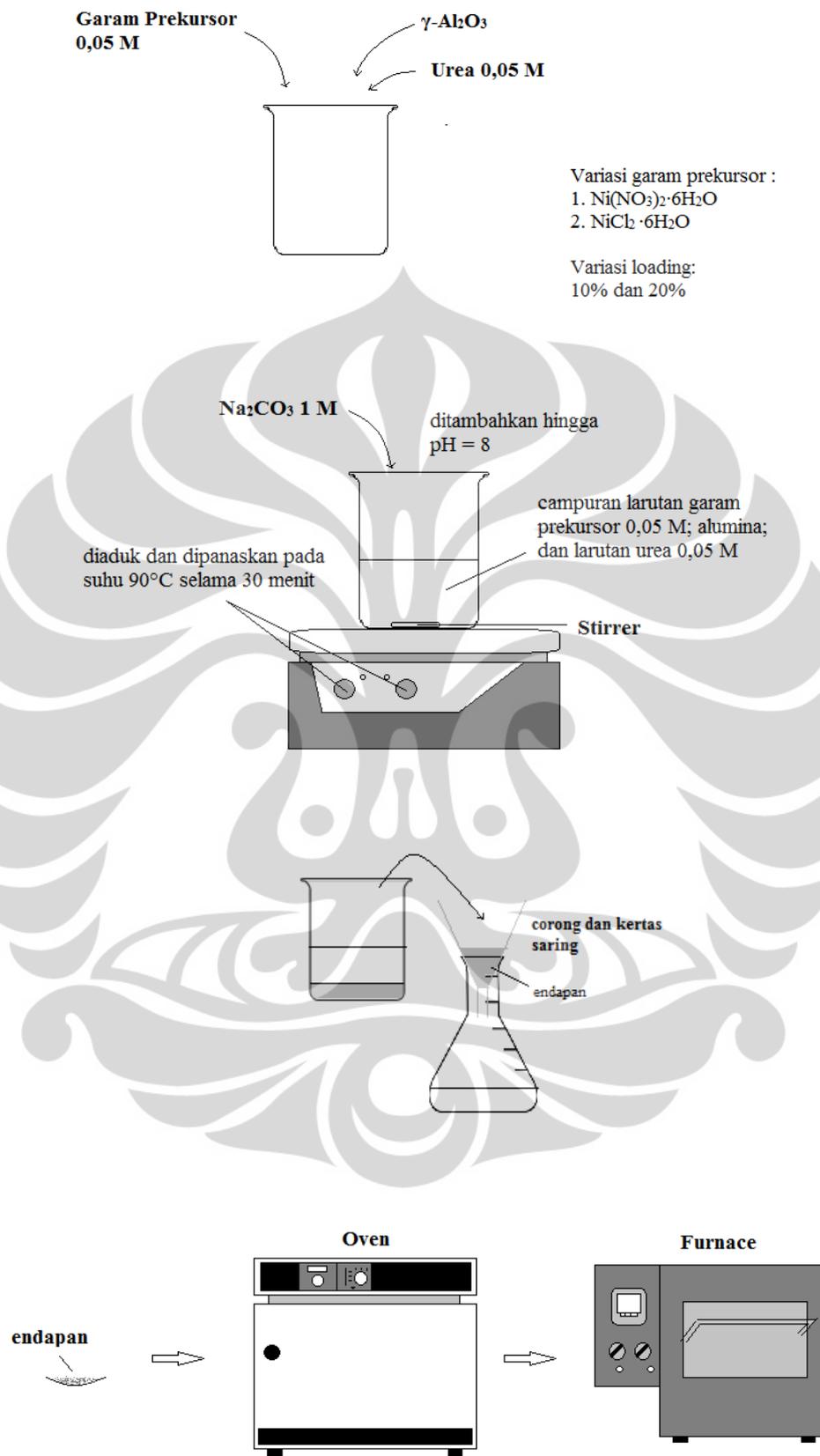
Variabel terikat: luas permukaan, dispersi, aktivitas

Garam prekursor yang digunakan adalah nikel nitrat dan nikel klorida. Loading katalis yang digunakan adalah 10% berat dan 20% berat inti aktif nikel.

3.3.2 Preparasi Katalis

Preparasi katalis dilakukan berdasarkan adaptasi prosedur kerja yang telah dikembangkan oleh beberapa literatur

1. Sebanyak 0,5 M larutan $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 0,5 M larutan urea, dan sejumlah tertentu alumina dicampur dan dilarutkan.
2. Na_2CO_3 1M ditambahkan sebagai *presipitant* (pengendap) ke dalam larutan garam nikel tersebut dengan laju penambahan tertentu hingga pH 8 disertai pengadukan dan pemanasan pada suhu 90°C .
3. Keseluruhan campuran terus diaduk dan dipanaskan pada suhu tersebut selama 30 menit.
4. Untuk menghilangkan zat, ion dan elektrolit bebas yang terbentuk sebagai produk samping reaksi, endapan yang terbentuk disaring dan dicuci dengan air panas.
5. Sampel dikeringkan pada suhu 110°C selama 24 jam
6. Dilakukan proses kalsinasi pada suhu 500°C selama 4 jam
7. Mengulang prosedur 1 sampai 6 dengan garam prekursor nikel klorida, $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$



Gambar 3.3 Prosedur preparasi katalis

3.3.3 Hidrogenasi

Uji aktivitas katalis dilakukan dalam reaktor *autoclave* berkapasitas 0,5 L dengan suhu 150°C , tekanan 3 atm. Berikut ini langkah lengkap proses hidrogenasi minyak jarak:

1. Persiapan dengan menimbang minyak jarak untuk reaksi.
2. Menimbang katalis dengan berat 0,1% dari berat minyak jarak.
3. Memasukkan katalis ke dalam stirrer dan pada dasar reaktor.
4. Hidrogen diumpankan ke dalam reaktor secara kontinyu pada tekanan 3 atm.
5. Memasang suhu reaktor pada 150 °C.
6. Melakukan reaksi dengan kecepatan pengaduk tetap selama 4 jam.
7. Produk hidrogenasi dikeluarkan ke dalam beaker glass dengan menggunakan kertas saring dan corong.
8. Melakukan analisis produk dengan menghitung bilangan iodium.

3.3.4 Uji Iodin

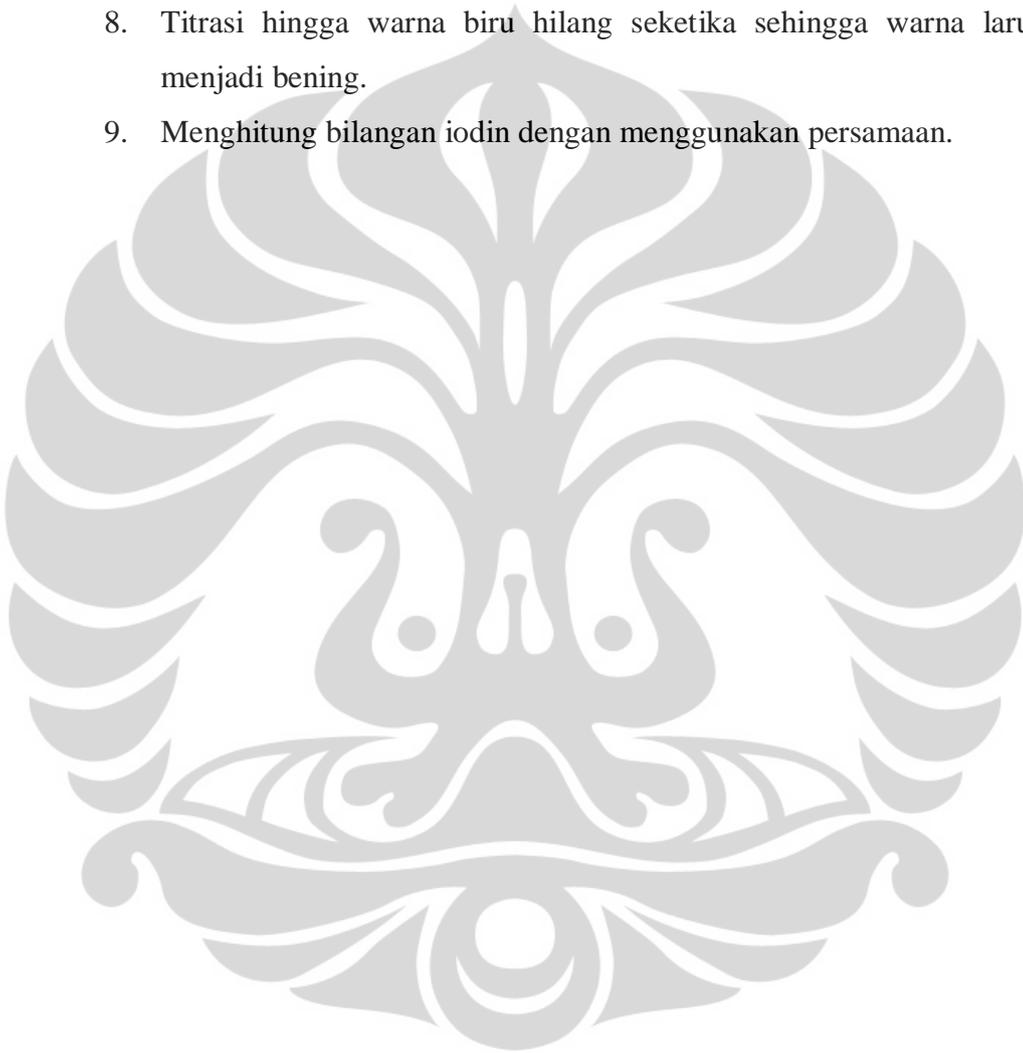
Pembuatan Larutan Natrium Tiosulfat

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 1 dalam beaker glass 250 ml.
3. Melarutkan dengan akuades dengan *magnetic stirrer*.
4. Memindahkan larutan 3 ke dalam labu ukur 1000 ml.
5. Mengencerkan dengan akuades.
6. Mengaduk hingga homogen dengan *magnetic stirrer*.

Analisis

1. Memasukkan 0,2 gram sampel minyak jarak ke dalam *Erlenmeyer* 250 mL.
2. Menambahkan 15 mL CHCl_3 untuk melarutkan sampel.
3. Menambahkan 25 mL larutan Wijs dengan menggunakan pipet ukur.
4. Menyimpan erlenmeyer yang telah berisi sampel dan larutan-larutan di atas di tempat gelap selama 1 jam.

5. Menambahkan 20 mL KI dan 150 mL aquades kemudian diaduk hingga tercampur dengan baik.
6. Melakukan titrasi dengan larutan natrium tiosulfat hingga warna kuning dari larutan sampel hampir menghilang.
7. Pada saat mendekati titik akhir titrasi, indikator kanji ditambahkan untuk memberikan warna biru.
8. Titrasi hingga warna biru hilang seketika sehingga warna larutan menjadi bening.
9. Menghitung bilangan iodin dengan menggunakan persamaan.



BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini dilakukan preparasi katalis NiO/ γ -Al₂O₃ dengan variasi loading dan garam prekursor. Katalis yang telah di preparasi di karakterisasi dengan metode BET dan XRD kemudian di uji aktivitas nya dalam reaksi hidrogenasi minyak jarak. Dari hasil karakterisasi dan uji aktivitas katalis tersebut dapat dilihat beberapa hal yaitu:

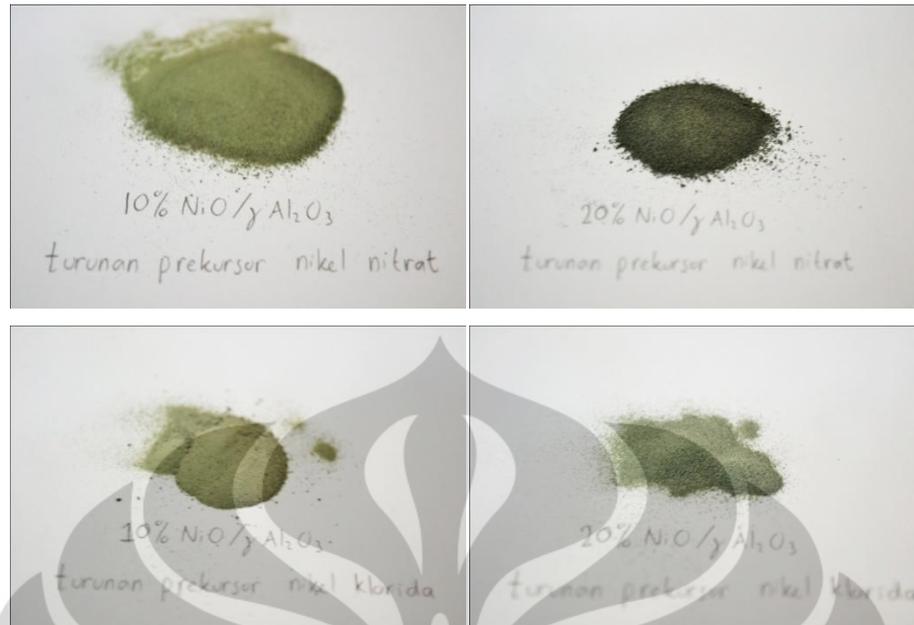
1. Pengaruh loading dan garam prekursor terhadap luas permukaan katalis
2. Pengaruh loading dan garam prekursor terhadap ukuran kristal katalis
3. Pengaruh loading dan garam prekursor terhadap keaktifan katalis dalam reaksi hidrogenasi minyak jarak

4.1 Tampilan Fisik Katalis Hasil Preparasi

Katalis NiO/ γ -Al₂O₃ dengan variasi garam prekursor dan variasi loading di preparasi dengan menggunakan metode presipitasi. Metode presipitasi dipilih berdasarkan alasan-alasan yang telah dicantumkan pada bagian tinjauan pustaka dan perhitungan pembuatan katalis serta proses pembuatannya dapat dilihat pada Lampiran B. Dari proses preparasi tersebut dihasilkan 4 buah katalis berikut:

- Katalis 10% NiO/ γ -Al₂O₃ turunan prekursor nikel nitrat
- Katalis 20% NiO/ γ -Al₂O₃ turunan prekursor nikel nitrat
- Katalis 10% NiO/ γ -Al₂O₃ turunan prekursor nikel klorida
- Katalis 20% NiO/ γ -Al₂O₃ turunan prekursor nikel klorida

Tampilan fisik katalis-katalis yang telah dipreparasi diperlihatkan pada gambar 4.1



Gambar 4.1 Katalis hasil preparasi

Dari gambar 4.1 dapat dilihat bahwa katalis $\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang dihasilkan berwarna hijau. Material pendukung (alumina) yang semula berwarna putih berubah menjadi warna hijau setelah diembankan inti aktif nikel oksida (NiO). Untuk katalis dengan loading nikel 10%, intensitas warna hijau yang dimiliki lebih rendah jika dibandingkan dengan katalis yang memiliki loading nikel sebesar 20%.

4.2 Karakterisasi Katalis

Seluruh katalis hasil preparasi dikarakterisasi untuk memberikan informasi dan data mengenai karakteristik katalis seperti luas permukaan dan ukuran kristal dari inti aktif. Karakteristik mengenai luas permukaan katalis dikarakterisasi dengan metode BET, sedangkan diameter kristal katalis dikarakterisasi dengan XRD. Hasil dari karakterisasi katalis dapat digunakan untuk menganalisis sifat fisik katalis yang terbentuk akibat pengaruh variasi larutan garam prekursor dan loading serta dapat digunakan untuk menganalisis keaktifan masing-masing katalis tersebut dalam reaksi hidrogenasi minyak jarak.

4.2.1. Karakterisasi BET

Karakterisasi BET dilakukan dengan menggunakan Sorptomatic 1800 Carlo Erba Instruments untuk melihat pengaruh variasi garam prekursor serta loading terhadap luas permukaan dari katalis yang terbentuk. Hasil dari karakterisasi BET dapat dilihat pada Lampiran C dan ringkasannya pada Tabel 4.1 berikut ini:

Tabel 4.1 Luas permukaan setiap katalis hasil karakterisasi BET

Katalis		Luas permukaan m ² /g
Prekursor	Loading	
Nitrat	10	67,1
	20	76,9
Klorida	10	87,8
	20	92,3

Dari data hasil karakterisasi BET tersebut dapat diketahui bahwa dengan semakin meningkatnya loading inti aktif maka luas permukaan dari katalis yang di preparasi akan semakin meningkat. Selain itu, katalis yang di preparasi dengan menggunakan prekursor klorida memberikan luas permukaan yang lebih besar jika dibandingkan dengan katalis hasil preparasi dengan prekursor nitrat. Hal ini disebabkan karena ukuran kristal nikel turunan klorida yang lebih besar daripada ukuran kristal nikel turunan nitrat sesuai dengan data hasil perhitungan ukuran kristal dengan metode Scherrer pada Lampiran D.

Diketahui bahwa luas permukaan γ -Al₂O₃ sebelum dipreparasi sebagai penyangga katalis adalah sebesar 103 m²/g (Kim et al., 1998), namun luas permukaannya berkurang setelah proses preparasi. Hal tersebut kemungkinan disebabkan karena temperatur pada proses kalsinasi yang menurunkan luas permukaan penyangga alumina (Yi, Sun, Gao, & Xu, 2009; Marginean & Olariu, 1996). Dengan semakin besarnya ukuran kristal dan loading inti aktif akan meningkatkan luas permukaan keseluruhan katalis.

4.2.2. Karakterisasi XRD

Karakterisasi XRD dilakukan dengan menggunakan X-Ray Diffractometer tipe XD-7000 Shimadzu dengan target radiasi Cu ($\lambda = 0,154$ nm) yang dioperasikan pada tegangan 40 kV dan arus 30 mA. Karakterisasi ini bertujuan untuk melihat pengaruh variasi garam prekursor serta loading terhadap ukuran dari kristal NiO yang terbentuk. Pola difraksi XRD dan perhitungan diameter kristal untuk setiap katalis dapat dilihat pada Lampiran D.

Identifikasi Puncak

Dari pola XRD untuk setiap katalis diperoleh sudut 2θ untuk puncak-puncak dengan intensitas tertinggi seperti dalam tabel 4.2 berikut:

Tabel 4.2 Sudut 2θ untuk puncak-puncak dengan intensitas tertinggi

Katalis		2θ				
Prekursor	Loading					
Nitrat	10%	37,3	43,4	45,7	63,3	66,9
	20%	37,3	43,4	45,6	62,9	67,0
Klorida	10%	37,3	43,5	45,7	65,5	66,9
	20%	37,3	43,4	45,6	62,9	67,1

Sudut-sudut 2θ tersebut merupakan sudut khas suatu kristal dalam menghamburkan sinar X. Dari literatur diketahui bahwa sudut 2θ untuk kristal NiO (JCPDS Card No. 73-1519) dan γ -Al₂O₃ (JCPDS Card No. 10-0425) adalah seperti pada tabel 4.3 berikut

Tabel 4.3 Sudut 2θ kristal NiO dan γ -Al₂O₃ literatur

NiO	37,3	43,2	62,9	75,3
<i>Bidang</i>	(111)	(200)	(220)	(311)
γ -Al ₂ O ₃	37,6	45,7	66,8	
<i>Bidang</i>	(311)	(400)	(440)	

Melalui data literatur pada tabel 4.3 dapat diidentifikasi sudut-sudut 2θ yang membentuk puncak-puncak untuk setiap katalis seperti terlihat pada tabel 4.4 sampai tabel 4.7 berikut.

Tabel 4.4 Identifikasi puncak XRD untuk katalis 10% NiO/ γ -Al₂O₃ turunan nitrat

2θ	Intensitas	Identifikasi	Ukuran Kristal (nm)
37,3	71	NiO (111) dan γ -Al ₂ O ₃ (311)	3,9
43,4	45	NiO (200)	4,9
45,7	50	γ -Al ₂ O ₃ (400)	3,9
63,3	27	NiO (220)	3,6
66,9	100	γ -Al ₂ O ₃ (440)	5,2

Tabel 4.5 Identifikasi puncak XRD untuk katalis 20% NiO/ γ -Al₂O₃ turunan nitrat

2θ	Intensitas	Identifikasi	Ukuran Kristal (nm)
37,3	77	NiO (111) dan γ -Al ₂ O ₃ (311)	7,9
43,4	100	NiO (200)	8,3
45,6	18	γ -Al ₂ O ₃ (400)	3,3
62,9	47	NiO (220)	8,5
67,0	37	γ -Al ₂ O ₃ (440)	5,6

Tabel 4.6 Identifikasi puncak XRD untuk katalis 10% NiO/ γ -Al₂O₃ turunan klorida

2θ	Intensitas	Identifikasi	Ukuran Kristal (nm)
37,3	67	NiO (111) dan γ -Al ₂ O ₃ (311)	4,1
43,5	41	NiO (200)	
45,7	43	γ -Al ₂ O ₃ (400)	3,4
65,5	31	NiO (220)	
66,9	100	γ -Al ₂ O ₃ (440)	5,2

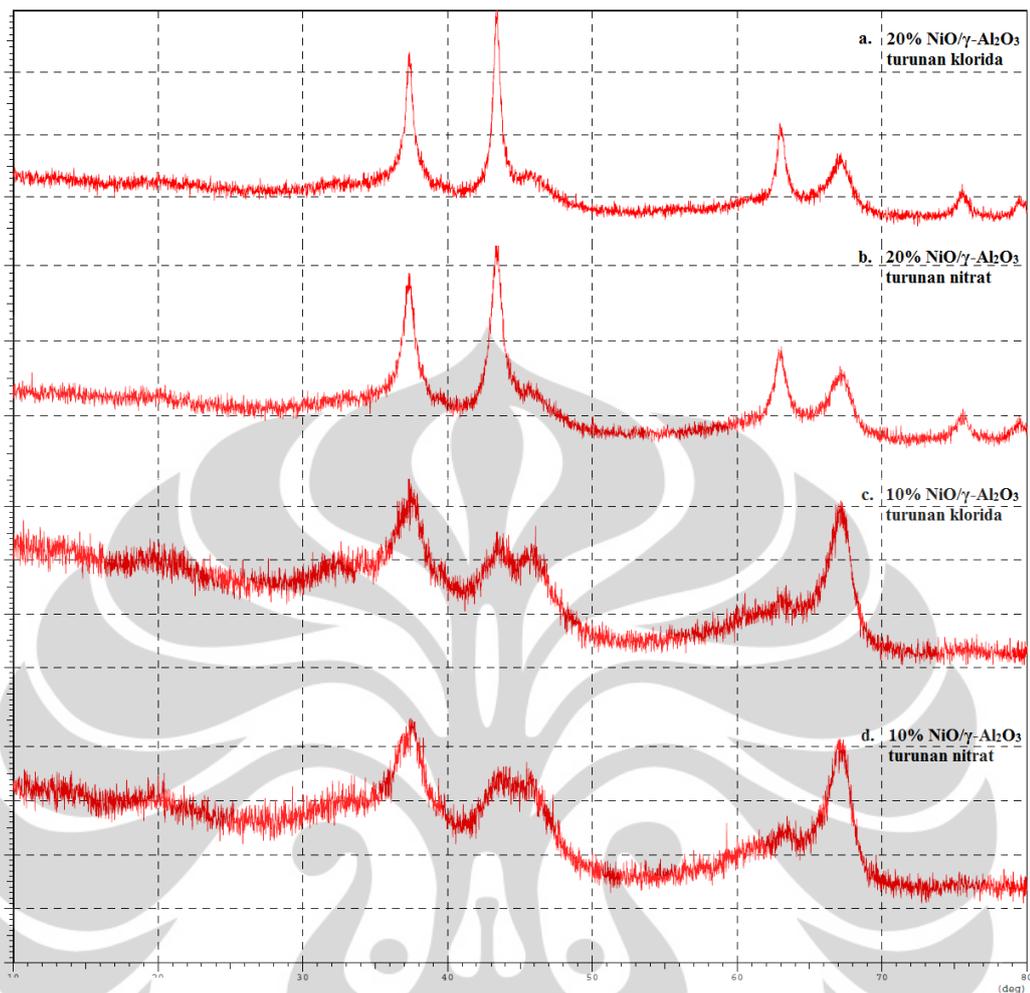
Tabel 4.7 Identifikasi puncak XRD untuk katalis 20% NiO/ γ -Al₂O₃ turunan klorida

2 θ	Intensitas	Identifikasi	Ukuran Kristal (nm)
37,3	73	NiO (111) dan γ -Al ₂ O ₃ (311)	11,8
43,4	100	NiO (200)	13,1
45,6	14	γ -Al ₂ O ₃ (400)	
62,9	46	NiO (220)	12,9
67,1	29	γ -Al ₂ O ₃ (440)	6,1

Dari tabel diatas dapat dilihat kesesuaian sudut 2 θ dari katalis yang telah dipreparasi dengan sudut 2 θ dari literatur untuk kristal NiO dan γ -Al₂O₃ sehingga dapat diidentifikasi kristal-kristal yang terbentuk pada katalis hasil preparasi. Dapat diamati bahwa kristal NiO yang terdeteksi pada setiap katalis adalah kristal NiO (111), NiO (200), dan NiO (220). Sedangkan kristal γ -Al₂O₃ yang terdeteksi adalah kristal γ -Al₂O₃ (311), γ -Al₂O₃ (400), dan γ -Al₂O₃ (440).

Pengaruh dari variasi loading dan garam prekursor

Pengaruh variasi loading dan garam prekursor terhadap ukuran kristal dari katalis yang telah di preparasi dapat diketahui dengan membandingkan pola difraksi yang terbentuk untuk setiap katalis. Perbandingan pola difraksi tersebut dapat dilihat pada gambar 4.2 berikut ini



Gambar 4.2 Perbandingan pola difraksi XRD untuk katalis NiO/ γ -Al₂O₃ dengan variasi loading dan garam prekursor

Dari gambar 4.2 dapat diketahui bahwa loading memberikan pengaruh yang sama terhadap ukuran kristal untuk kedua jenis prekursor. Pada katalis turunan nikel nitrat maupun katalis yang berasal dari turunan nikel klorida, keduanya menghasilkan puncak yang tajam pada loading 20% dan puncak yang lebih lebar pada katalis dengan loading 10%. Puncak yang lebih tajam dari katalis dengan loading 20% ini menunjukkan ukuran kristal yang lebih besar. Sehingga dapat disimpulkan bahwa dengan semakin tingginya loading, maka ukuran dari kristal yang terbentuk pada katalis akan semakin besar. Ukuran kristal tersebut dihitung dengan menggunakan persamaan Scherrer dan dapat dilihat secara lengkap pada Lampiran D.

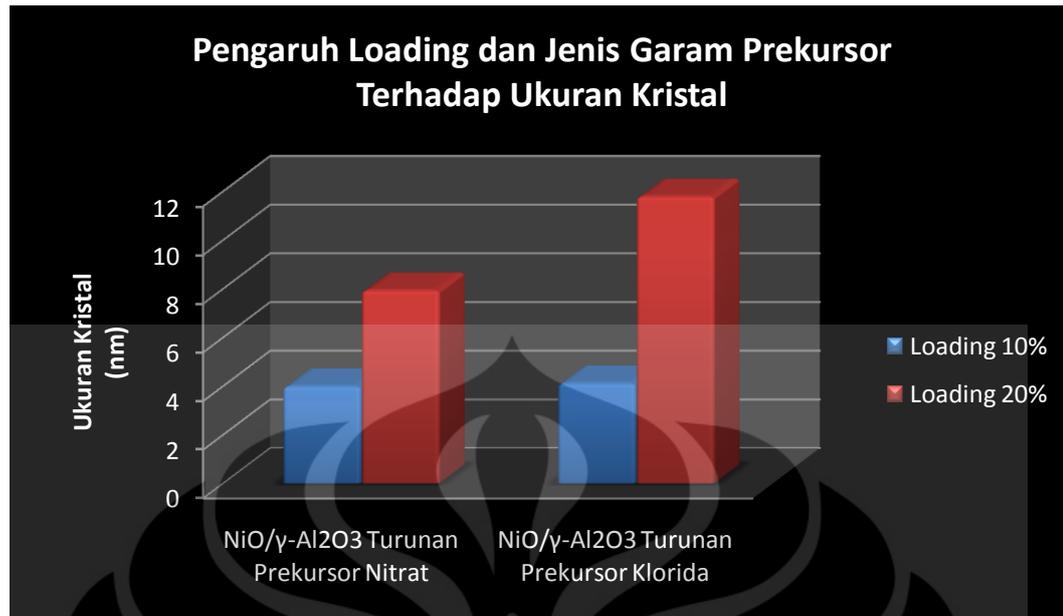
Sebagai contoh perbandingan, pada katalis turunan nitrat dengan loading 10% ukuran kristal NiO (200) adalah sebesar 4,969 nm dan ukuran kristal NiO (220) adalah 3,588 nm sedangkan pada katalis dengan loading 20% ukuran kristal NiO (200) adalah 8,313 nm dan NiO (220) adalah 8,547 nm. Demikian pula pada katalis yang berasal dari turunan klorida. Lebih besarnya ukuran kristal NiO (200) dan NiO (220) pada loading 20% baik yang berasal dari turunan nikel nitrat maupun klorida juga menyebabkan dispersi yang lebih buruk.

Sedangkan pengaruh dari variasi garam prekursor dapat diketahui dengan membandingkan katalis NiO/ γ -Al₂O₃ dengan loading yang sama namun berasal dari garam prekursor yang berbeda. Dari gambar 4.2 (a) dan (b) dapat dilihat bahwa katalis dengan loading 20% yang berasal dari turunan klorida memiliki puncak yang lebih tajam dibandingkan dengan katalis yang berasal dari turunan nitrat. Puncak yang lebih tajam ini menunjukkan ukuran kristal yang lebih besar yang dihasilkan oleh katalis turunan klorida. Hal ini dibuktikan melalui perhitungan ukuran kristal dengan menggunakan persamaan Scherrer. Pada kristal NiO (200) dan NiO (220) yang berasal dari turunan klorida, ukuran masing-masing kristal yang dimiliki adalah sebesar 13,069 nm dan 12,965 nm. Sedangkan pada katalis turunan nitrat, kristal NiO (200) memiliki ukuran sebesar 8,313 nm dan kristal NiO (220) sebesar 8,547 nm. Hal ini juga menunjukkan dispersi yang lebih buruk pada katalis turunan klorida dengan loading 20%

Namun pada perbandingan katalis dengan loading 10% seperti terlihat pada gambar 4.2 (c) dan (d), baik katalis yang berasal dari turunan nitrat maupun turunan klorida memberikan lebar puncak yang hampir serupa. Hal ini juga didukung secara kuantitatif melalui pengukuran ukuran kristal dari kedua katalis tersebut. Sehingga dapat disimpulkan bahwa garam prekursor tidak memberikan pengaruh nyata terhadap ukuran kristal dari katalis yang memiliki loading 10%.

Perbandingan Hasil Keseluruhan

Perbandingan pengaruh dari loading dan jenis garam prekursor terhadap ukuran dari kristal yang terbentuk pada katalis dapat dilihat pada gambar 4.3 berikut



Gambar 4.3 Grafik perbandingan pengaruh loading dan garam prekursor terhadap ukuran kristal katalis

Dari grafik diatas dapat disimpulkan bahwa ukuran kristal katalis semakin meningkat dengan semakin besarnya loading. Selain itu garam prekursor yang digunakan memberikan pengaruh yang cukup besar terhadap ukuran kristal katalis dengan loading 20% namun hampir tidak berpengaruh terhadap ukuran kristal dari katalis dengan loading 10%.

4.3 Uji Aktivitas Katalis

Pengujian aktivitas katalis bertujuan untuk melihat pengaruh garam prekursor serta loading katalis dalam reaksi hidrogenasi minyak jarak. Uji aktivitas katalis ini dilakukan dengan uji bilangan iod untuk melihat keberhasilan pemutusan ikatan rangkap yang terdapat dalam trigliserida minyak jarak. Hasil perhitungan bilangan iod untuk setiap katalis dapat dilihat pada Lampiran E dan ringkasannya dapat dilihat pada tabel 4.8 berikut ini

Tabel 4.8 Hasil Uji Bilangan Iod

Sampel Hasil Hidrogenasi	Bilangan Iod	Penurunan (%)
Katalis 10% NiO/ γ -Al ₂ O ₃ Turunan Prekursor Nitrat	64,2	20,9
Katalis 20% NiO/ γ -Al ₂ O ₃ Turunan Prekursor Nitrat	65,2	19,7
Katalis 10% NiO/ γ -Al ₂ O ₃ Turunan Prekursor Klorida	63,1	22,3
Katalis 20% NiO/ γ -Al ₂ O ₃ Turunan Prekursor Klorida	64,5	20,7

Dari tabel diatas dapat dilihat bahwa katalis yang lebih aktif untuk proses hidrogenasi minyak jarak adalah katalis 10% NiO/ γ -Al₂O₃ turunan prekursor klorida. Keaktifan dari katalis ini dapat dihubungkan dengan luas permukaannya yang tinggi dan dispersi inti aktif yang baik pada penyangga. Seperti telah dijelaskan sebelumnya pada hasil karakterisasi dengan XRD bahwa katalis dengan loading 10% memiliki ukuran kristal yang lebih kecil dibandingkan dengan katalis yang memiliki loading 20% sehingga dapat terdispersi lebih baik. Selain itu penggunaan prekursor nitrat maupun klorida tidak berpengaruh terhadap ukuran kristal dari katalis dengan loading 10% sehingga tidak mempengaruhi dispersinya. Keaktifan ini semakin didukung dengan luas permukaan tinggi yang diberikan oleh penggunaan prekursor klorida.

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

1. Luas permukaan dari katalis yang dihasilkan semakin meningkat dengan semakin meningkatnya loading dari katalis.
2. Untuk loading yang sama, luas permukaan yang dihasilkan dari katalis turunan prekursor nikel klorida lebih besar dibandingkan dengan katalis yang berasal dari turunan nikel nitrat.
3. Ukuran kristal dari katalis semakin meningkat dengan semakin tingginya loading katalis
4. Pada katalis dengan loading 20%, ukuran kristal dari katalis yang di preparasi dengan menggunakan prekursor nikel klorida lebih besar jika dibandingkan dengan katalis hasil preparasi menggunakan prekursor nikel nitrat
5. Pada katalis dengan loading 10%, ukuran kristal dari katalis yang di preparasi tidak dipengaruhi oleh garam prekursor yang digunakan.
6. Katalis yang paling aktif untuk reaksi hidrogenasi minyak jarak adalah katalis 10% NiO/ γ -Al₂O₃ yang dihasilkan dengan menggunakan prekursor nikel klorida

5.2. Saran

1. Diperlukan karakterisasi lebih lanjut dengan menggunakan SEM untuk melihat dispersi pada katalis
2. Diperlukan variasi kondisi operasi agar diperoleh kondisi optimum untuk proses hidrogenasi minyak jarak

DAFTAR REFERENSI

- Chen, R. Z., Du, Y., Xing, W. H., & Xu, N. P. (2007). Effect of Alumina Particle Size on Ni/Al₂O₃ Catalysts for p-nitrophenol Hydrogenation. *Chinese Journal of Chemical Engineering*, 15, 884-888.
- Chokkaram, S., Srinivasan, R., Milburn, D. R., & Davis, B. H. (1997). Conversion of 2-Octanol Over Nickel-Alumina, Cobalt-Alumina, and Alumina Catalysts. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, 121, 157-169.
- Feyzi, M., Mirzaei, A. A., & Bozorgzadeh, H. R. (2010). Effects of Preparation and Operation Conditions on Precipitated Iron Nickel Catalysts for Fischer-Tropsch Synthesis. *Journal of Natural Gas Chemistry*, 19, 341-353.
- Goel, G., Makkar, P. S., Francis, G., & Becker, K. (2007). Phorbol Esters: Structure, Biological Activity, and Toxicity in Animals. *International Journal of Technology*, 26, 279-288.
- Haerudin, H., Tursiloadi, S., Widiyarti, G., & Rahayu, W. S. (2003). Effect of Preparation Method of Ni Catalyst Using Bentonite as the Support Material. *Indonesian Journal of Chemistry*, 3, 118-125.
- Helmut, K., & Karl, K. (2002). *Heterogeneous Catalysis and Solid Catalysis*. Wiley-VCH, Weinheim, 43-51.
- Jo, D., Lee, J. S., & Lee, K. H. (2004). Enantio-Differentiating Hydrogenation of Methyl Acetoacetate Over Tartaric Acid-Modified Nickel Catalysts: Effects of Preparation Method of Supported Nickel on Activity and Selectivity of Catalysts. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, 222, 199-205.
- Kim, P., Kim, H., Joo, J. B. Kim, W., Song, I. K., & Yi, J. (2006). Effect of Nickel Precursor on the Catalytic Performance of Ni/Al₂O₃ Catalysts in the Hydrodechlorination of 1,1,2-trichloroethane. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, 256, 178-183.
- Kapoor, M. P., & Matsumura, Y. (2002). A comparative study of liquid- and gas-phase methanol decomposition catalyzed over nickel supported on silica. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, 178, 169-172.
- Ketaren, S. (1986). *Minyak dan Lemak Pangan*. UI-Press, Jakarta, 30-31.
- Kusumaningsih, T., Pranoto, & Saryoso, R. (2006). Pembuatan Bahan Bakar Biodiesel dari Minyak jarak; Pengaruh Suhu dan Konsentrasi KOH pada Reaksi Transesterifikasi Berbasis Katalis Basah. *Bioteknologi*, 3, 20-26.
- Langford, J. L., & Wilson, A. J. C. (1978). Scherrer after Sixty Years: A Survey and Some New Results in the Determination of Crystallite Size. *Journal of Applied Crystallography*, 11, 102-113.
- Li, B., Watanabe, R., Maruyama, K., Kuminori, K., & Tomishige, K. (2005). Thermographical Observation of Catalyst bed Temperature in Oxidative Steam Reforming of Methane Over Ni Supported on α -Alumina Granules: Effect of Ni Precursor. *Catalysis Today*, 104, 7-17.
- Li, C. P., & Chen, Y. W. (1995). Temperature-Programmed-Reduction Studies of Nickel Oxide/Alumina Catalysts: Effects of Preparation Method. *Thermochimica Acta*, 256, 457-465.

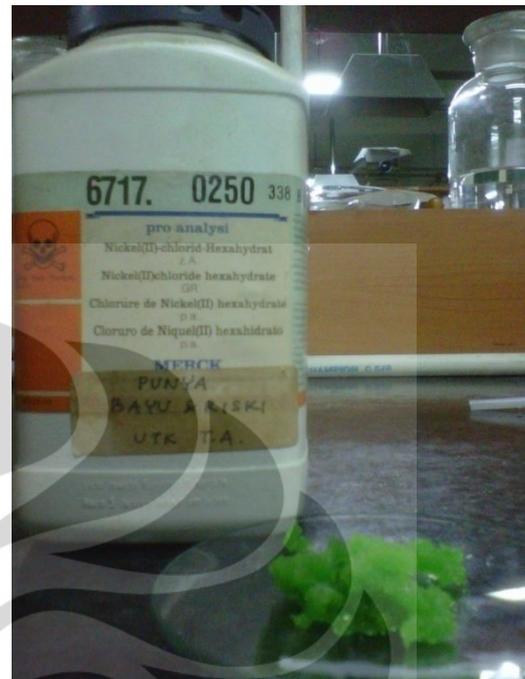
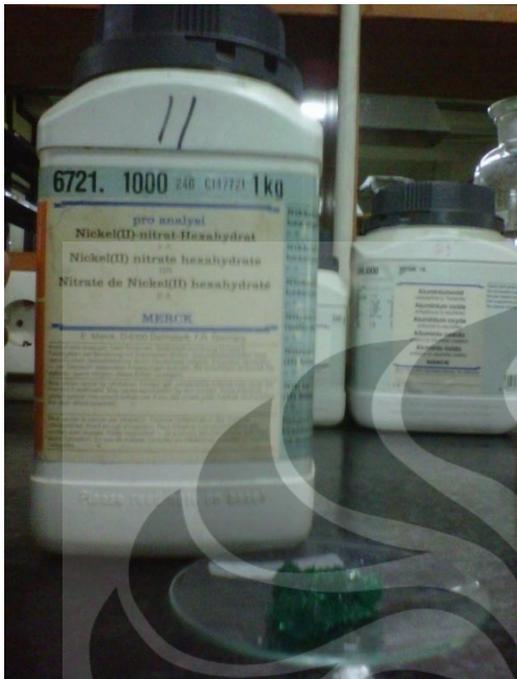
- Li, G., Hu, L., & Hill, J. M. (2006). Comparison of Reducibility and Stability of Alumina-Supported Ni Catalysts Prepared by Impregnation and Co-Precipitation. *Applied Catalysis A: General*, 301, 16-24.
- Lubis, M. A. H. (2011). Pengaruh Suhu dan Tekanan Terhadap Sifat Fisiko-Kimia Gondorukem Terhidrogenasi. *Skripsi*, 11-12.
- Marginean, P., & Olariu, A. (1996). Effect of Heat Treatment on the Properties of Nickel/Chromia and Nickel/Alumina Catalysts. *Applied Catalysis A: General*, 140, 59-72.
- Marlina, Surdia, N. M., Radiman, C. L., & Achmad, S. (2004). Pengaruh Variasi Konsentrasi Asam Sulfat pada Proses Hidroksilasi Minyak Jarak. *Jurnal Matematika dan Sains*, 9, 294-253.
- Marzuki, U. (2010). Sintesis dan Uji Aktivitas Bentonit Terpilarisasi Nikel Oksida Sebagai Katalis pada Reaksi Hydrocracking Minyak Nabati. *Skripsi*, 18-19.
- Mirzaei, A. A., Shahriari, S. & Arsalanfar, M. (2011). Effect of Preparation Conditions on The Catalytic Performance of Co/Ni Catalysts for CO Hydrogenation. *Journal of Natural Gas Science and Engineering*, 3, 537-546.
- Nasikin, M., & Susanto, B. H. (2010). *Katalisis Heterogen*. UI-Press, Jakarta, 37-55.
- Rautanen, P. A., Aittamaa, J. R., & Krause, A. O. I. (2001). Liquid Phase Hydrogenation of Tetralin on Ni/Al₂O₃. *Chemical Engineering Science*, 56, 1247-1254
- Ren, S. B., Qiu, J. H., Wang, C. Y., Xu, B. L., Fan, Y. N., & Chen, Y. (2007). Influence of Nickel Salt Precursors on the Hydrogenation Activity of Ni/ γ -Al₂O₃ Catalyst. *Chinese Journal of Catalysis*, 28, 651-656.
- Seo, J. G., Youn, M. H., Park, D. R., Nam, I., & Song, I. K. (2009). Hydrogen Production by Steam Reforming of Liquefied Natural Gas (LNG) Over Ni-Al₂O₃ Catalysts Prepared by A Sequential Precipitation Method: Effects of Precipitation Agent. *International Journal of Hydrogen Energy*, 34, 8053-8060.
- Song, W., Justice, R. E., Jones, C. A., Grassian, V. H., & Larsen, S. C. (2004). Synthesis, Characterization, and Adsorption Properties of Nanocrystalline ZSM-5. *Langmuir*, 20, 8301-8306.
- Susanty, R. (2003). Sintesis dan Uji Kinerja Katalis Ni/ γ -Al₂O₃ dengan Teknik Preparasi Sol-Gel dan Impregnasi untuk Reaksi Oksidasi Parsial Metana. *Tesis*, 30-31.
- Suryanarayana, C. & Norton, M. G. (1998). *X-Ray Diffraction, A Practical Approach*. Plenum Press, New York, 207-222
- Wang, S., & Lu, G.Q. (1998). Reforming of Methane With Carbon Dioxide Over Ni/Al₂O₃ Catalysts - Effect of Nickel Precursor. *Applied Catalysis A*, 169, 271-280.
- Widiyarti, G., & Rahayu, W. S. (2009). Preparasi dan Uji Aktivitas Katalis Ni/Kielsinguhr pada Hidrogenasi Minyak Jarak. *Sains Materi Indonesia*, 10, 250-254.
- Yao, L., Hammond, E. G., Wang, T., Bhuyan, S., & Sundararajan, S. (2010). Synthesis and Physical Properties of Potential Biolubricants based on Ricinoleic Acid. *JAOCs, Journal of the American Oil Chemists's Society*, 87, 937-945.

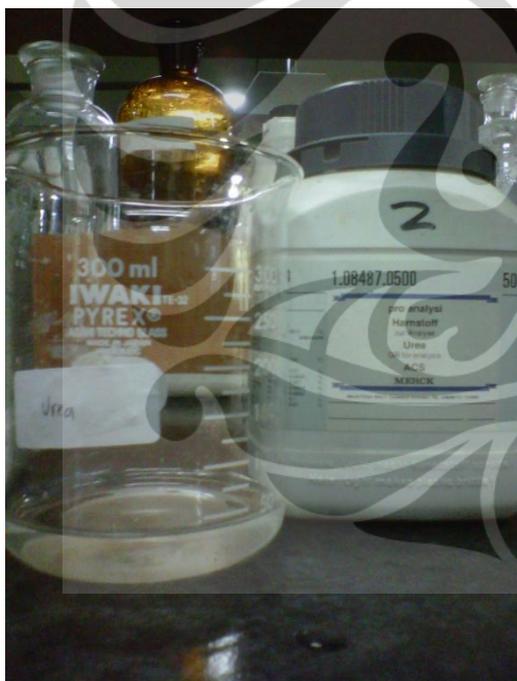
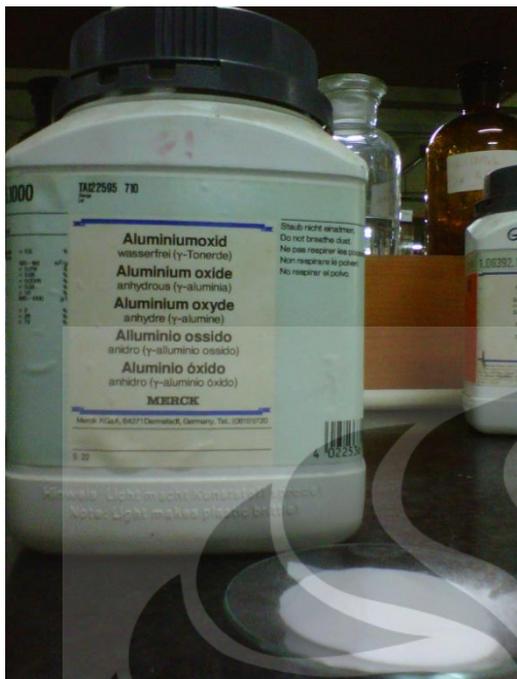


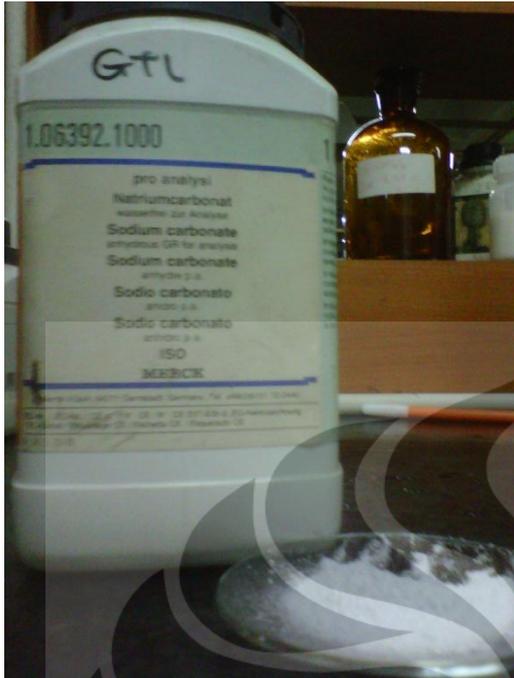
LAMPIRAN A

Tampilan Bahan Preparasi Katalis dan Hasil Preparasi Katalis

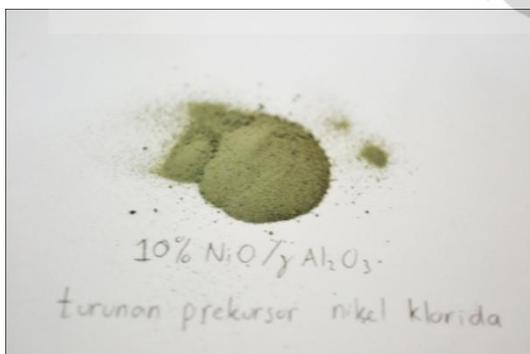
A1. Gambar Bahan Preparasi Katalis







A2. Gambar Katalis Hasil Preparasi





LAMPIRAN B

**Perhitungan Kebutuhan Bahan untuk Pembuatan Katalis dan
Proses Pembuatan Katalis**

B1. Perhitungan Kebutuhan Bahan untuk Pembuatan Katalis

$$\text{Massa Jenis Minyak Jarak} = 0,957 - 0,963 \text{ kg/L}$$

Dalam setiap reaksi akan digunakan 300 mL minyak jarak, dengan berat:

$$\begin{aligned} &= 0,963 \text{ kg/L} \cdot 0,3 \text{ L} \\ &= 0,2889 \text{ kg} = 288,9 \text{ g} \end{aligned}$$

Inti aktif nikel yang dibutuhkan untuk setiap reaksi adalah 0,1% berat minyak jarak

$$\begin{aligned} &= 0,1\% \times 288,9 \text{ g} \\ &= 0,2889 \text{ g} \end{aligned}$$

Maka dibuat inti aktif nikel sebanyak 1 gram untuk keperluan reaksi serta karakterisasi.

- **Pembuatan Katalis 10% NiO/ γ -Al₂O₃ dengan Prekursor Nikel Nitrat**

Loading 10 % :

$$\begin{aligned} \text{Ni} &= 1 \text{ g} \\ \gamma\text{-Al}_2\text{O}_3 &= \left(\frac{100}{10} \cdot 1 \text{ g}\right) - 1 \text{ g} = 9 \text{ g} \end{aligned}$$

Larutan Prekursor, Ni(NO₃)₂·6H₂O

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

$$\text{Ar Ni} = 58,6934 \text{ g/mol}$$

Jumlah Ni(NO₃)₂·6H₂O yang diperlukan untuk membuat 1 gram inti aktif nikel :

$$m = \frac{290,81}{58,6934} \times 1 \text{ g} = 4,95 \text{ g}$$

mol $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$:

$$n = \frac{4,95 \text{ g}}{290,81 \text{ g/mol}} = 0,017 \text{ mol}$$

Volume aquades untuk menghasilkan 0,5 M larutan garam prekursor :

$$V = \frac{0,017 \text{ mol}}{0,5 \text{ M}} = 0,034 \text{ L}$$

Larutan Urea, $(\text{NH}_2)_2\text{CO}$

Dibutuhkan larutan urea 0,5 M sebanyak 34 mL, maka mol urea :

$$n = 0,5 \text{ M} \times 0,034 \text{ L} = 0,017 \text{ mol}$$

Berat urea yang diperlukan :

$$m = 0,017 \text{ mol} \times 60,06 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 1 \text{ g}$$

Larutan Sodium Karbonat, Na_2CO_3

Volume Na_2CO_3 1 M yang dibutuhkan untuk bereaksi dengan 0,017 mol $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ adalah

$$V = \frac{0,017 \text{ mol}}{1 \text{ M}} = 0,017 \text{ L}$$

Maka dibuat 30 mL larutan Na_2CO_3 1 M sebagai margin penggunaan.

$$n = 1 \text{ M} \times 0,03 \text{ L} = 0,03 \text{ mol}$$

$$m = 0,03 \text{ mol} \times 106 \text{ g/mol} = 3,18 \text{ g}$$

• **Pembuatan Katalis 20% $\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan Prekursor Nikel Nitrat**

Loading 20 % :

$$\text{Ni} = 1 \text{ g}$$

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

Larutan Prekursor, Urea, dan Sodium Karbonat

Perhitungan kebutuhan berat bahan dan pelarut untuk membuat larutan prekursor nikel nitrat, larutan urea, serta larutan sodium karbonat sama dengan perhitungan sebelumnya

• **Pembuatan Katalis 10% NiO/ γ -Al₂O₃ dengan Prekursor Nikel Klorida**

Loading 10 % :

$$\begin{aligned} \text{Ni} &= 1 \text{ g} \\ \gamma\text{-Al}_2\text{O}_3 &= \left(\frac{100}{10} \cdot 1\text{g}\right) - 1\text{g} = 9\text{g} \end{aligned}$$

Prekursor

$$\begin{aligned} \text{Mr NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= 237,71 \text{ g/mol} \\ \text{Ar Ni} &= 58,6934 \text{ g/mol} \end{aligned}$$

Jumlah NiCl₂·6H₂O yang diperlukan untuk membuat 1 gram inti aktif nikel :

$$m = \frac{237,71}{58,6934} \times 1\text{g} = 4,05\text{g}$$

mol NiCl₂·6H₂O:

$$n = \frac{4,05 \text{ g}}{237,71 \text{ g/mol}} = 0,017 \text{ mol}$$

Volume aquades untuk menghasilkan 0,5 M larutan garam prekursor :

$$V = \frac{0,017 \text{ mol}}{0,5 \text{ M}} = 0,034 \text{ L}$$

Urea

Dibutuhkan larutan urea 0,5 M sebanyak 34 mL, maka mol urea :

$$n = 0,5 \text{ M} \times 0,034 \text{ L} = 0,017 \text{ mol}$$

Berat urea yang diperlukan :

$$m = 0,017 \text{ mol} \times 60,06 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 1 \text{ g}$$

Sodium Karbonat

Volume Na_2CO_3 1 M yang dibutuhkan untuk bereaksi dengan 0,017 mol $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ adalah

$$V = \frac{0,017 \text{ mol}}{1 \text{ M}} = 0,017 \text{ L}$$

Maka dibuat 30 mL larutan Na_2CO_3 1 M sebagai margin penggunaan.

$$n = 1 \text{ M} \times 0,03 \text{ L} = 0,03 \text{ mol}$$

$$m = 0,03 \text{ mol} \times 106 \text{ g/mol} = 3,18 \text{ g}$$

- **Pembuatan Katalis 20% $\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan Prekursor Nikel Klorida**

Loading 20 % :

$$\text{Ni} = 1 \text{ g}$$

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

Larutan Prekursor, Urea, dan Sodium Karbonat

Perhitungan kebutuhan berat bahan dan pelarut untuk membuat larutan prekursor nikel nitrat, larutan urea, serta larutan sodium karbonat sama dengan perhitungan sebelumnya.

B2. Proses Pembuatan Katalis

- Pembuatan Katalis 10% NiO/ γ -Al₂O₃ dengan Prekursor Nikel Nitrat

Pelarutan

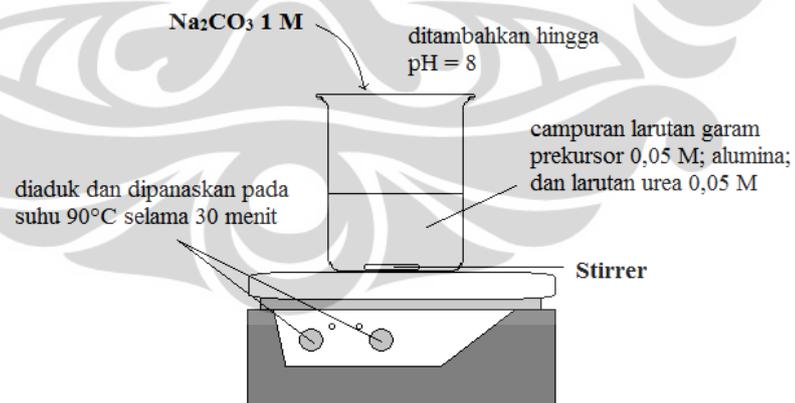
Larutan Garam Prekursor

Bahan	Molaritas	Berat	Volume
Ni(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O	0,5 M	5 g	34 mL
γ -Al ₂ O ₃	n/a	9 g	n/a
(NH ₂) ₂ CO	0,5 M	1 g	34 mL

Larutan pengendap (presipitan)

Bahan	Molaritas	Berat	Volume
Na ₂ CO ₃	1 M	3,18 g	30 mL

Pengendapan, Pengadukan dan Pemanasan



Jumlah Na₂CO₃ yang diperlukan hingga mencapai pH = 8 adalah 25 mL

Pemanasan dan pengadukan dilakukan selama 30 menit

Pencucian

pH aquades = 7,3

Volume aquades setiap pencucian = 250mL

pH larutan cucian I = 9,1	pH larutan cucian V = 7,8
pH larutan cucian II = 8,9	pH larutan cucian VI = 7,7
pH larutan cucian III = 8,5	pH larutan cucian VII = 7,5
pH larutan cucian IV = 8,1	

Pengeringan

Sebelum Pengeringan : Berat cawan dan katalis basah = 110,65 g

Berat cawan = 82,00 g

Berat katalis basah = 28,65 g

Setelah Pengeringan : Berat cawan dan katalis kering = 96,30 g

Berat cawan = 82,00 g

Berat katalis kering = 14,3 g

Kalsinasi

Berat cawan dan katalis hasil kalsinasi = 92,00 g

Berat cawan = 82,00 g

Berat katalis hasil kalsinasi = 10,00 g

- **Pembuatan Katalis 20% NiO/ γ -Al₂O₃ dengan Prekursor Nikel Nitrat**

Pelarutan

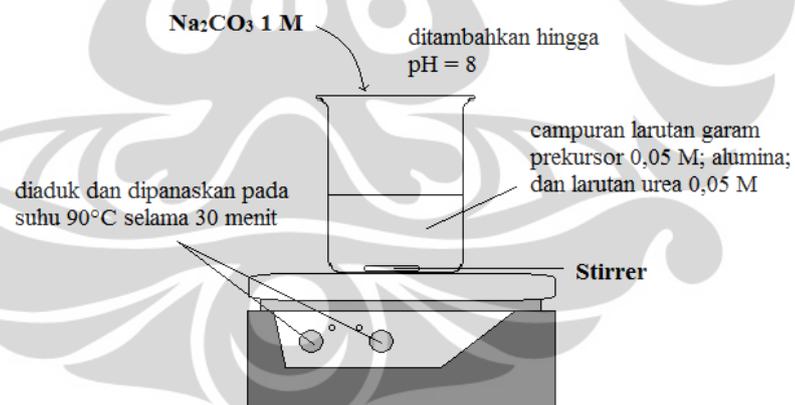
Larutan Garam Prekursor

Bahan	Molaritas	Berat	Volume
Ni(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O	0,5 M	5 g	34 mL
γ -Al ₂ O ₃	n/a	4 g	n/a
(NH ₂) ₂ CO	0,5 M	1 g	34 mL

Larutan pengendap (presipitant)

Bahan	Molaritas	Berat	Volume
Na ₂ CO ₃	1 M	3,18 g	30 mL

Pengendapan, Pengadukan dan Pemanasan



Jumlah Na₂CO₃ yang diperlukan hingga mencapai pH = 8 adalah 22 mL

Pemanasan dan pengadukan dilakukan selama 30 menit

Pencucian

pH aquades = 7,2

Volume aquades setiap pencucian = 250 mL

pH larutan cucian I	= 8,7	pH larutan cucian V	= 7,4
pH larutan cucian II	= 8,2	pH larutan cucian VI	= 7,2
pH larutan cucian III	= 8,0	pH larutan cucian VII	= 7,2
pH larutan cucian IV	= 7,7		

Pengeringan

Sebelum Pengeringan: Berat cawan dan katalis basah = 126,08 g
 Berat cawan = 92,22 g
 Berat katalis basah = 33,86 g

Setelah Pengeringan : Berat cawan dan katalis kering = 97,63 g
 Berat cawan = 92,22 g
 Berat katalis kering = 5,41 g

Kalsinasi

Berat cawan dan katalis hasil kalsinasi = 97,21 g
 Berat cawan = 92,22 g
 Berat katalis hasil kalsinasi = 4,99 g

- **Pembuatan Katalis 10% NiO/ γ -Al₂O₃ dengan Prekursor Nikel Klorida**

Pelarutan

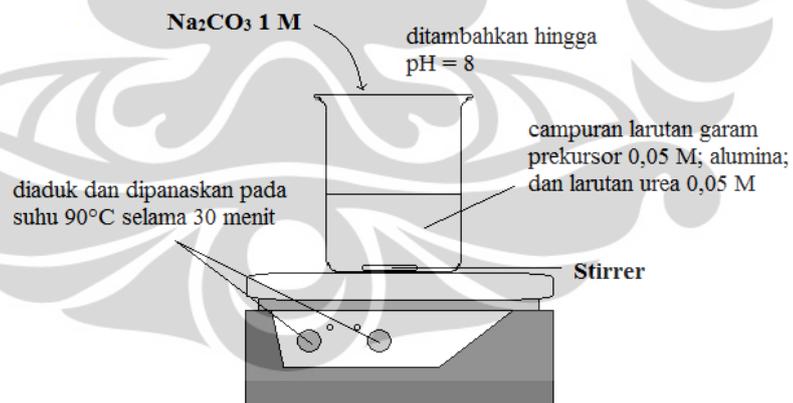
Larutan Garam Prekursor

Bahan	Molaritas	Berat	Volume
NiCl ₂ ·6H ₂ O	0,5 M	4,05 g	34 mL
γ -Al ₂ O ₃	n/a	9 g	n/a
(NH ₂) ₂ CO	0,5 M	1 g	34 mL

Larutan pengendap (presipitan)

Bahan	Molaritas	Berat	Volume
Na ₂ CO ₃	1 M	3,18 g	30 mL

Pengendapan, Pengadukan dan Pemanasan



Jumlah Na₂CO₃ yang diperlukan hingga mencapai pH = 8 adalah 25 mL

Pemanasan dan pengadukan dilakukan selama 30 menit

Pencucian

pH aquades = 7,3

Volume aquades setiap pencucian = 250 mL

pH larutan cucian I	= 8,9	pH larutan cucian V	= 7,8
pH larutan cucian II	= 8,8	pH larutan cucian VI	= 7,4
pH larutan cucian III	= 8,7	pH larutan cucian VII	= 7,4
pH larutan cucian IV	= 8,4		

Pengeringan

Sebelum Pengeringan: Berat cawan dan katalis basah = 110,51 g
 Berat cawan = 82,00 g
 Berat katalis basah = 28,51 g

Setelah Pengeringan : Berat cawan dan katalis kering = 96,13 g
 Berat cawan = 82,00 g
 Berat katalis kering = 14,13 g

Kalsinasi

Berat cawan dan katalis hasil kalsinasi = 91,99 g
 Berat cawan = 82,00 g
 Berat katalis hasil kalsinasi = 9,99 g

- **Pembuatan Katalis 20% NiO/ γ -Al₂O₃ dengan Prekursor Nikel Klorida**

Pelarutan

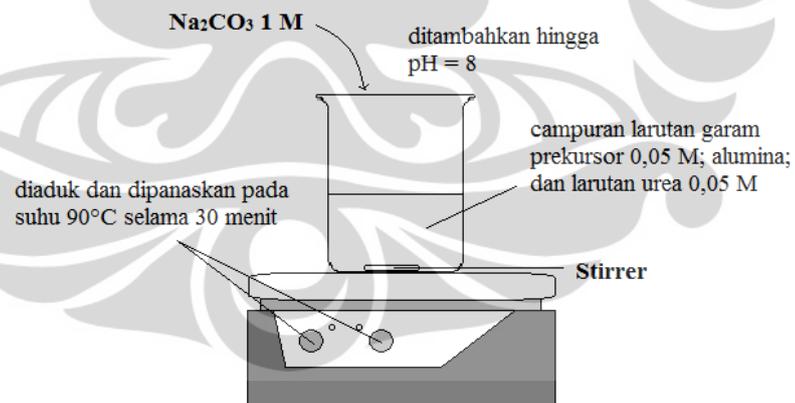
Larutan Garam Prekursor

Bahan	Molaritas	Berat	Volume
NiCl ₂ ·6H ₂ O	0,5 M	4,05 g	34 mL
γ -Al ₂ O ₃	n/a	4 g	n/a
(NH ₂) ₂ CO	0,5 M	1 g	34 mL

Larutan pengendap (presipitan)

Bahan	Molaritas	Berat	Volume
Na ₂ CO ₃	1 M	3,18 g	30 mL

Pengendapan, Pengadukan dan Pemanasan



Jumlah Na₂CO₃ yang diperlukan hingga mencapai pH = 8 adalah 22 mL

Pemanasan dan pengadukan dilakukan selama 30 menit

Pencucian

pH aquades = 7,2

Volume aquades setiap pencucian = 250mL

pH larutan cucian I	= 10,5	pH larutan cucian V	= 8,7
pH larutan cucian II	= 10,2	pH larutan cucian VI	= 8,3
pH larutan cucian III	= 9,6	pH larutan cucian VII	= 7,6
pH larutan cucian IV	= 8,9	pH larutan cucian VIII	= 7,3

Pengeringan

Sebelum Pengeringan: Berat cawan dan katalis basah = 109,57 g
 Berat cawan = 82,00 g
 Berat katalis basah = 27,57 g

Setelah Pengeringan : Berat cawan dan katalis kering = 87,56 g
 Berat cawan = 82,00 g
 Berat katalis kering = 5,56 g

Kalsinasi

Berat cawan dan katalis hasil kalsinasi = 86,99 g
 Berat cawan = 82,00 g
 Berat katalis hasil kalsinasi = 4,99 g



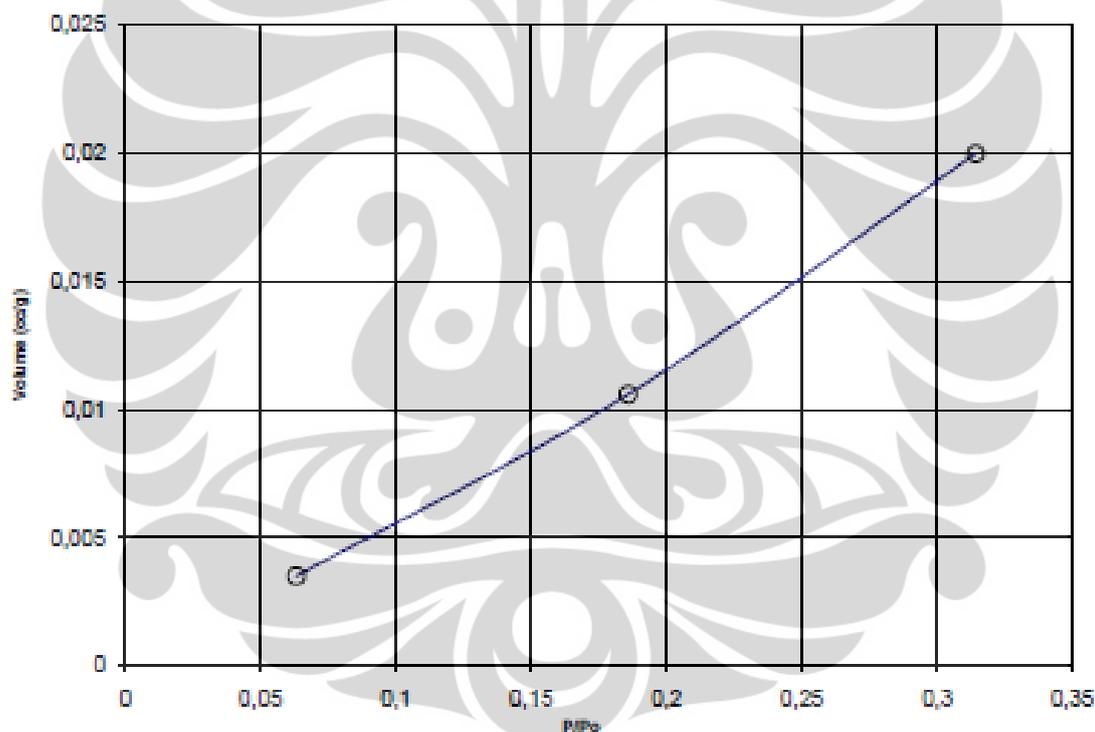
LAMPIRAN C

Karakterisasi BET

Sorptomatic 1800 Carlo Erba Instruments
Surface Area Analysis System Report
 File Name = Hendri8.dat

User ID	▪ Hendri	User Setup	▪ 4
Sample ID	▪ B1-Al ₂ O ₃ -10%Nitrat	Sample Cell Number	▪ 2
Sample Weight	▪ 0.4244 g	Sample Volume	▪
Sample Density	▪ 1.0000 g/cc		
Po Type	▪ User	Po	▪ 700.7540 mm Hg
Adsorbate	▪ N ₂	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	▪ Rabu 12 June 2012	Analysis End Time	▪ Rabu 12 June 2012, 01:20:16 AM

BET Plot



Sorptomatic 1800 Carlo Erba Instruments
Surface Area Analysis System Report
File Name = Hendri3.dat

Analysis

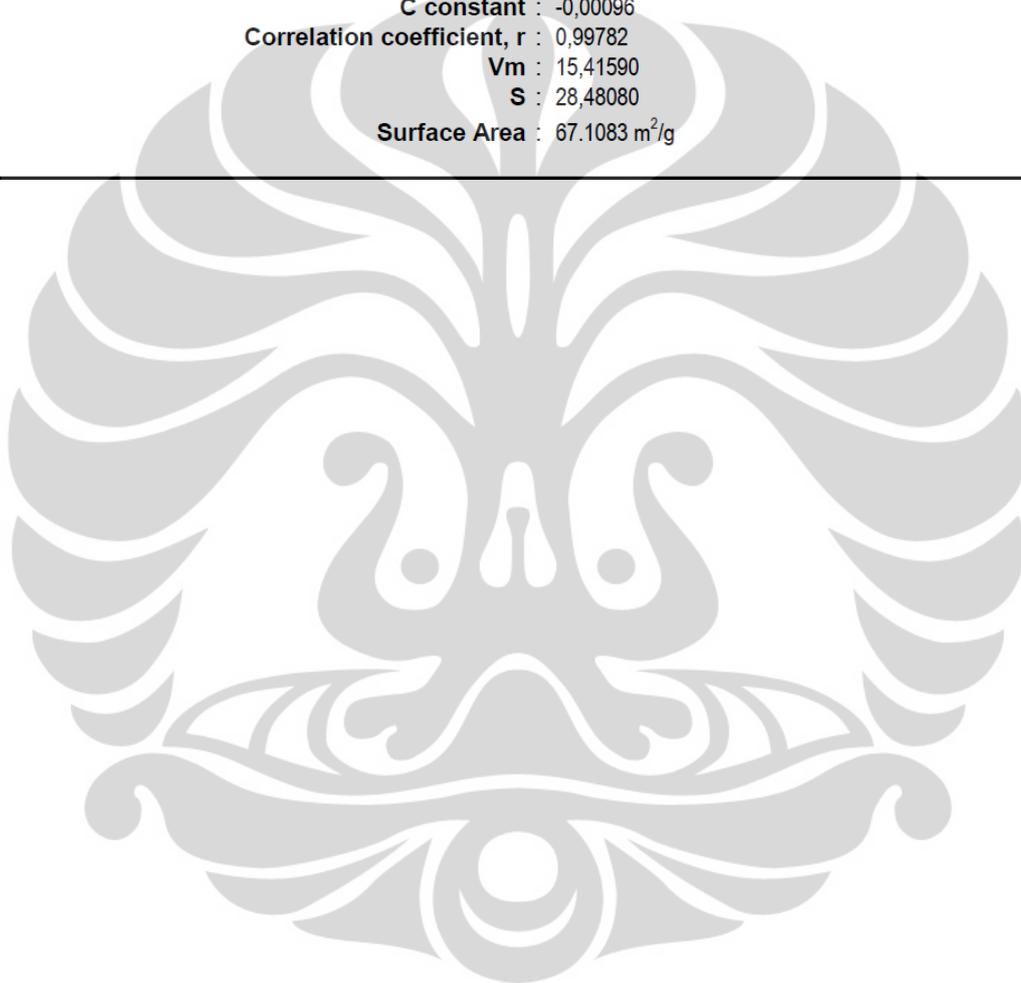
Operator : MUJINEM Date : 2012/6/12
Sample ID : B1-AI2O3-10%Nit Filename

Report

Operator : MUJINEM Date : 2012/6/12
: C:\data\BET\Hendri3.dat

BET summary

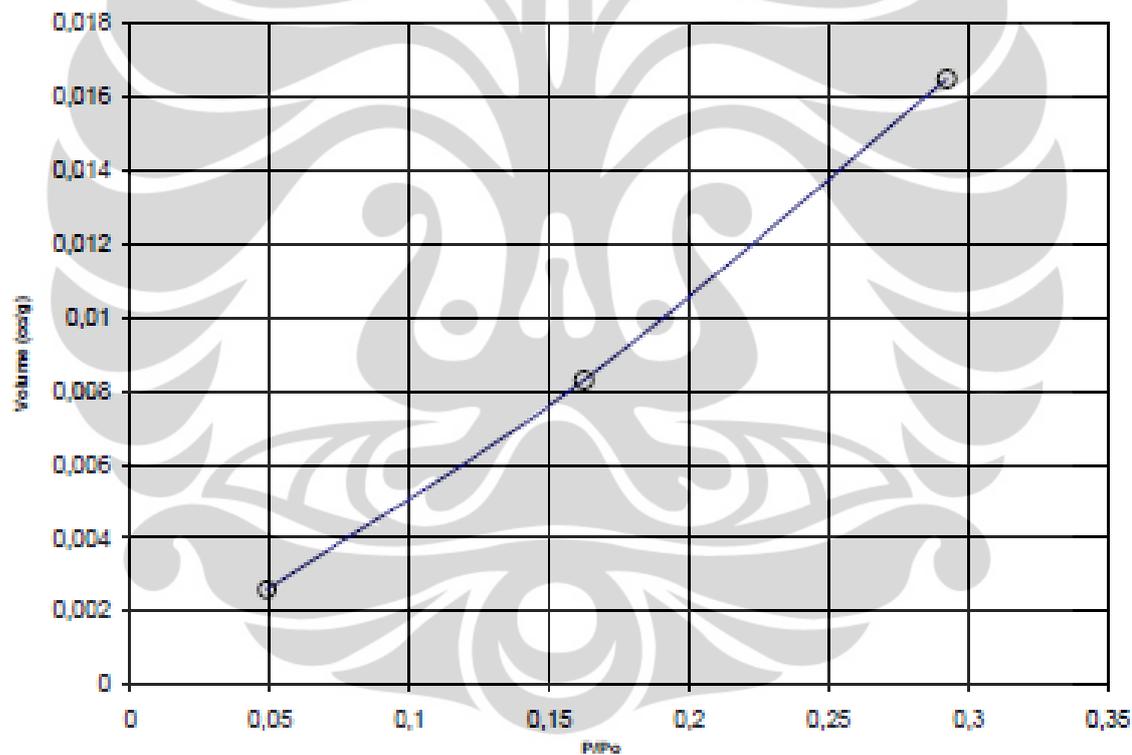
Slope : 0,06580
C constant : -0,00096
Correlation coefficient, r : 0,99782
Vm : 15,41590
S : 28,48080
Surface Area : 67.1083 m²/g



Sorptomatflo 1800 Carlo Erba Instruments
Surface Area Analysis System Report
File Name = Hendri4.dat

User ID	▪ Hendri	User Setup	▪ 4
Sample ID	▪ B4-Ni2O3-20%Nitrat	Sample Cell Number	▪ 2
Sample Weight	▪ 0.4717 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	▪ Rabu 12 June 2012	Analysis End Time	▪ Rabu 12 June 2012, 01:20:6 AM

BET Plot



Sorptomatic 1800 Carlo Erba Instruments
Surface Area Analysis System Report
File Name = Hendri4.dat

Analysis

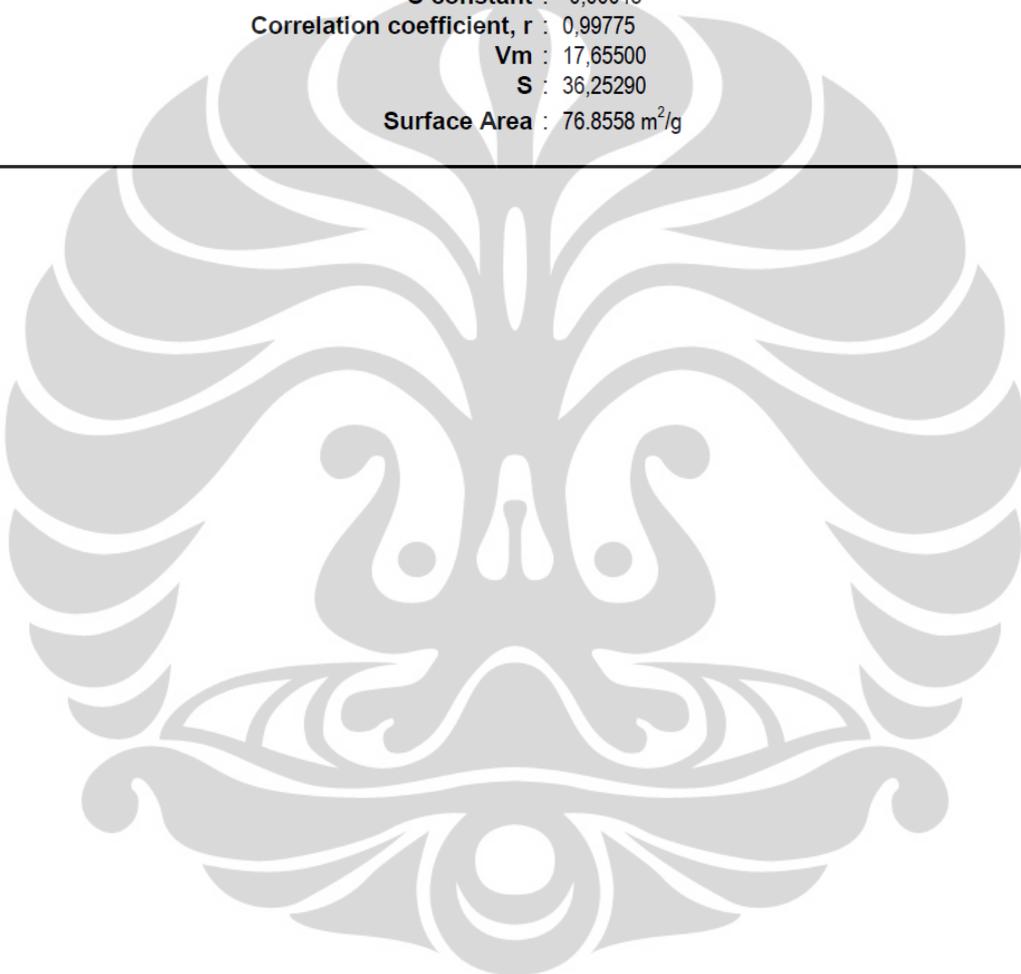
Operator : MUJINEM Date : 2012/6/12
Sample ID : B4-Al2O3-20%Nit Filename

Report

Operator : MUJINEM Date : 2012/6/12
: C:\data\BET\Hendri4.dat

BET summary

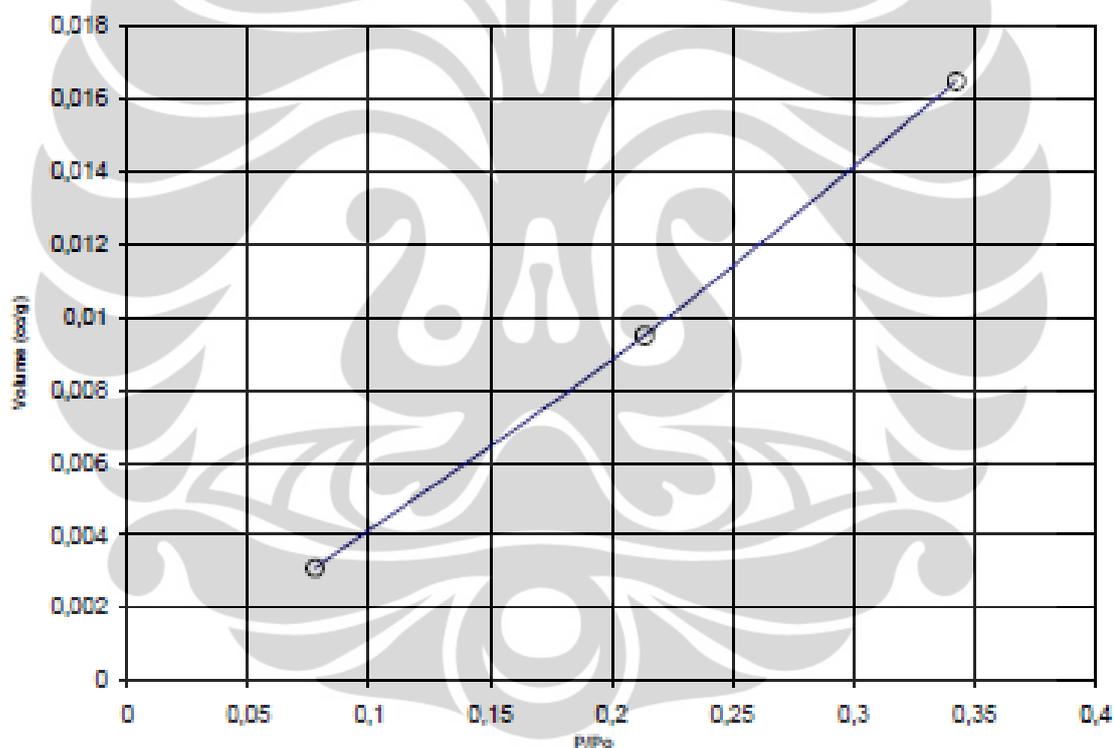
Slope : 0,05710
C constant : -0,00048
Correlation coefficient, r : 0,99775
Vm : 17,65500
S : 36,25290
Surface Area : 76.8558 m²/g



Sorptomatic 1800 Carlo Erba Instruments
Surface Area Analysis System Report
File Name = Hendri1.dat

User ID	▪ Hendri	User Setup	▪ 4
Sample ID	▪ B4-Al ₂ O ₃ -10%Cl	Sample Cell Number	▪ 2
Sample Weight	▪ 0.2763 g	Sample Volume	▪
Sample Density	▪ 1.0000 g/cc		
Po Type	▪ User	Po	▪ 700.7540 mm Hg
Adsorbate	▪ N ₂	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	▪ Rabu 12 June 2012	Analysis End Time	▪ Rabu 12 June 2012, 01:20:6 AM

BET Plot



Sorptomatic 1800 Carlo Erba Instruments
Surface Area Analysis System Report
File Name = Hendri1.dat

Analysis

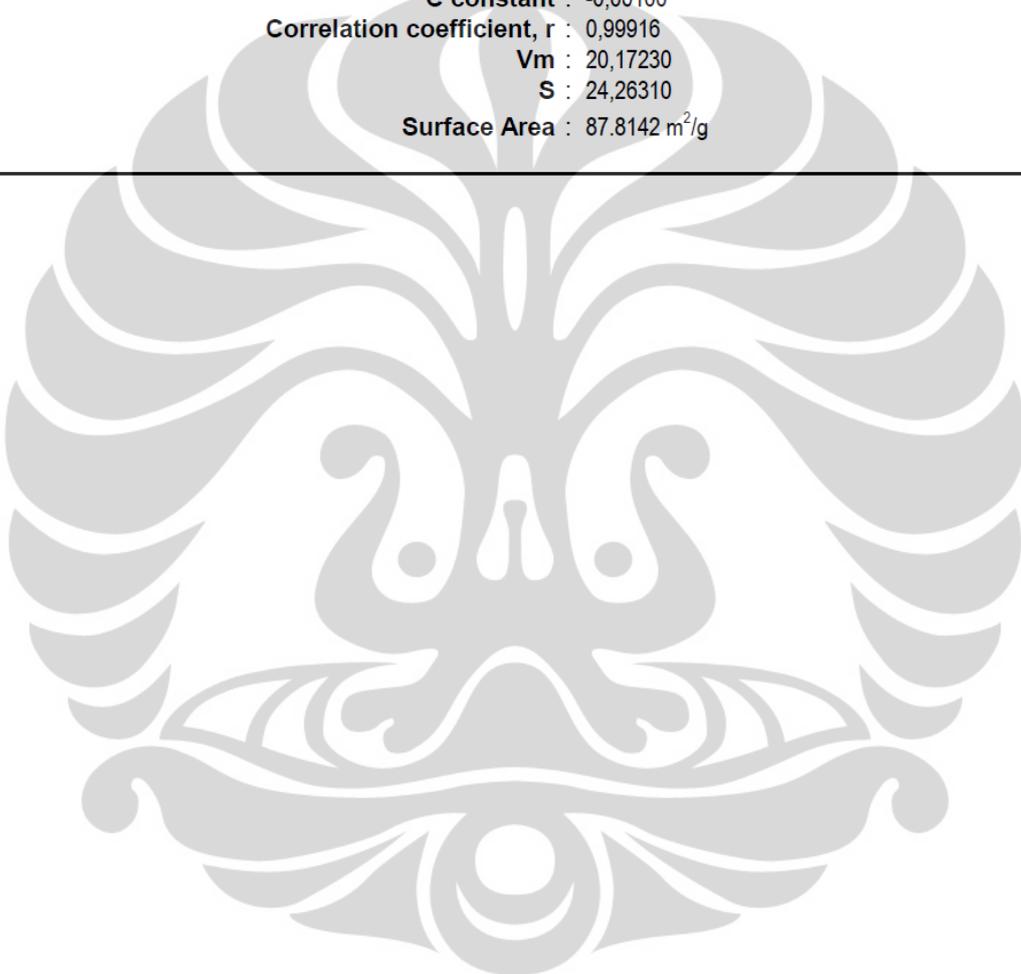
Operator : MUJINEM Date : 2012/6/12
Sample ID : B4-AI2O3-10%Cl Filename

Report

Operator : MUJINEM Date : 2012/6/12
: C:\data\BET\Hendri1.dat

BET summary

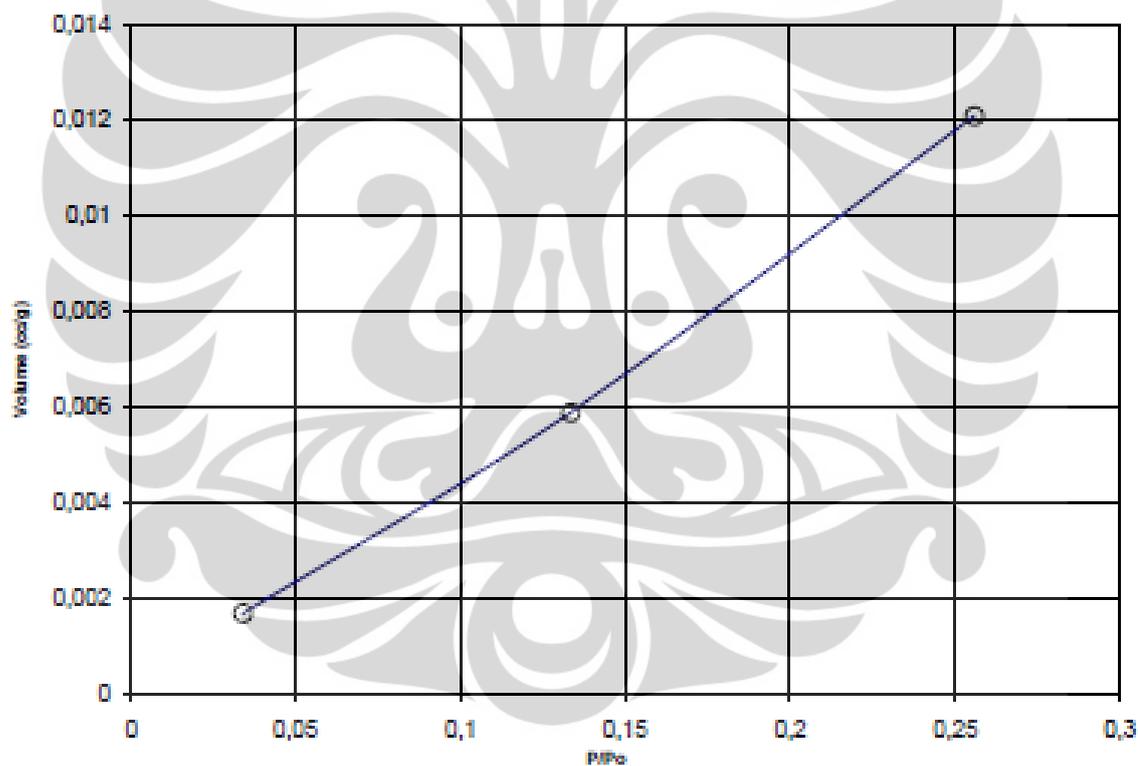
Slope : 0,05060
C constant : -0,00100
Correlation coefficient, r : 0,99916
Vm : 20,17230
S : 24,26310
Surface Area : 87.8142 m²/g



Sorptomatic 1800 Carlo Erba Instruments
Surface Area Analysis System Report
File Name = Hendri2.dat

User ID	▪ Hendri	User Setup	▪ 4
Sample ID	▪ B1-AI2O3-20%Cl	Sample Cell Number	▪ 2
Sample Weight	▪ 0.4730 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	▪ Rabu 12 June 2012	Analysis End Time	▪ Rabu 12 June 2012, 01:20:6 AM

BET Plot

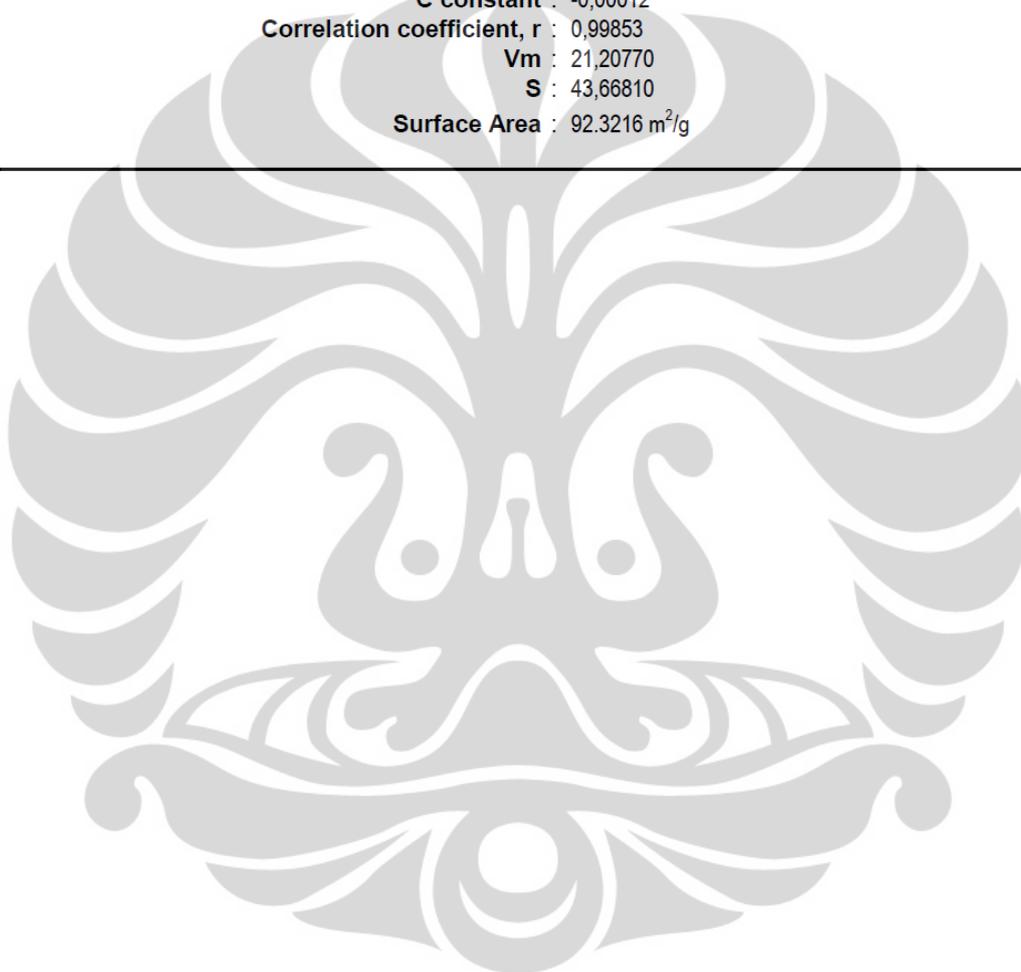


Sorptomatic 1800 Carlo Erba Instruments
Surface Area Analysis System Report
File Name = Hendri2.dat

<u>Analysis</u>			<u>Report</u>	
Operator	: MUJINEM	Date : 2012/6/12	Operator : MUJINEM	Date : 2012/6/12
Sample ID	: B4-AI2O3-20%Cl	Filename	: C:\data\BET\Hendri2.dat	

BET summary

Slope : 0,04730
C constant : -0,00012
Correlation coefficient, r : 0,99853
Vm : 21,20770
S : 43,66810
Surface Area : 92.3216 m²/g

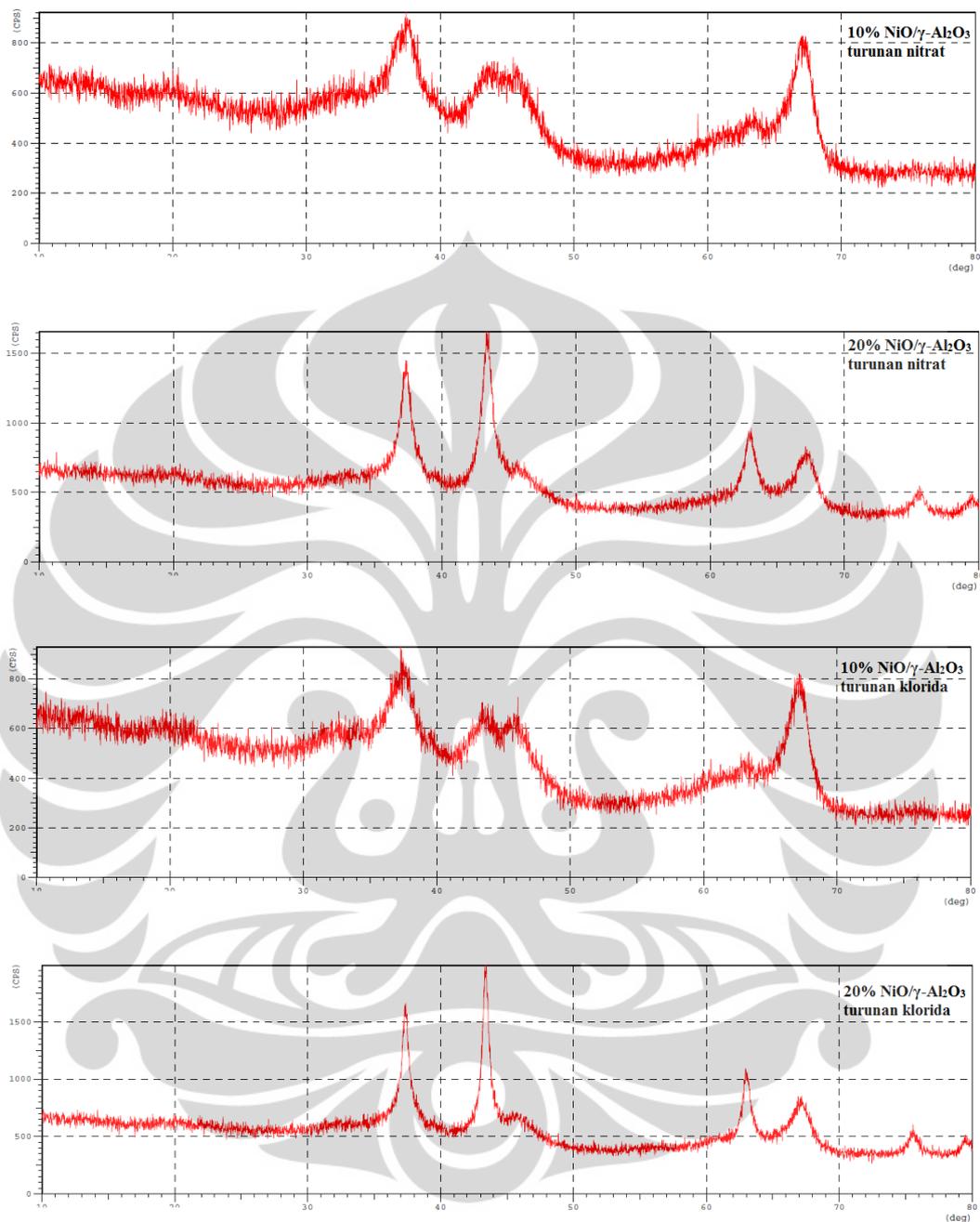




LAMPIRAN D

Karakterisasi XRD

D1. Pola Difraksi Tiap Katalis



Katalis		2θ				
Prekursor	Loading					
Nitrat	10%	37,3133	43,4200	45,7400	63,3200	66,9900
	20%	37,2889	43,3504	45,5600	62,9286	67,0383
Klorida	10%	37,2735	43,4800	45,7200	65,4800	66,9725
	20%	37,3225	43,3637	45,6000	62,9758	67,0600

D2. Perhitungan Diameter Kristal

Diameter kristal dari katalis yang telah di preparasi dihitung dengan metode Scherrer melalui persamaan

$$B(2\theta) = \frac{K\lambda}{L \cos \theta}$$

Keterangan: B (2 θ) = lebar puncak

K = konstanta Scherrer

L = diameter kristal

λ = panjang gelombang

Nilai konstanta Scherrer yang digunakan adalah 0,94 dan panjang gelombang (λ) dari sinar X yang digunakan adalah 0,154 nm

- **Katalis 10% NiO/ γ -Al₂O₃ Turunan Prekursor Nikel Nitrat**

2 θ	I/I ₂	θ	FWHM (deg)	FWHM (rad)	cos θ	Diameter Partikel (nm)
12,50	4	6,250	0,08	0,0014	0,994	99,86
14,77	6	7,385	0,50	0,0087	0,992	16,02
17,02	5	8,508	0,19	0,0033	0,989	42,26
18,52	6	9,260	1,28	0,0223	0,987	6,29
19,94	11	9,970	1,52	0,0265	0,985	5,30
21,92	6	10,960	0,68	0,0119	0,982	11,90
23,15	5	11,575	0,42	0,0073	0,980	19,30
28,70	4	14,350	0,16	0,0028	0,969	51,23
29,98	3	14,990	0,72	0,0126	0,966	11,42
31,02	8	15,510	0,94	0,0164	0,964	8,77
32,44	12	16,220	1,76	0,0307	0,960	4,70
33,30	15	16,650	0,00	0,0000	0,958	0,00
35,24	18	17,620	2,75	0,0479	0,953	3,03
37,31	71	18,657	2,11	0,0368	0,947	3,98
39,62	11	19,810	0,60	0,0105	0,941	14,07
43,42	45	21,710	1,72	0,0300	0,929	4,97
45,74	50	22,870	2,18	0,0380	0,921	3,95
56,36	5	28,180	0,32	0,0056	0,881	28,15
57,62	6	28,810	0,16	0,0028	0,876	56,64
59,38	11	29,690	0,76	0,0133	0,869	12,03
61,38	17	30,690	2,84	0,0496	0,860	3,25
63,32	27	31,660	2,60	0,0454	0,851	3,59
66,99	100	33,495	1,82	0,0318	0,834	5,23

(sambungan)

69,06	4	34,530	0,08	0,0014	0,824	120,49
69,45	5	34,725	0,26	0,0045	0,822	37,16
75,56	4	37,780	0,44	0,0077	0,790	22,84
77,25	3	38,625	0,18	0,0031	0,781	56,47

- **Katalis 20% NiO/ γ -Al₂O₃ Turunan Prekursor Nikel Nitrat**

2 θ	I/I ₂	θ	FWHM (deg)	FWHM (rad)	cos θ	Diameter Partikel (nm)
10,34	4	5,170	0,34	0,0059	0,996	23,45
10,98	4	5,490	0,84	0,0147	0,995	9,50
12,71	3	6,355	0,54	0,0094	0,994	14,80
13,86	3	6,928	0,85	0,0148	0,993	9,41
19,02	3	9,510	0,52	0,0091	0,986	15,48
20,15	4	10,075	1,22	0,0213	0,985	6,61
21,94	3	10,972	0,47	0,0083	0,982	17,09
30,15	3	15,073	0,39	0,0068	0,966	21,09
31,56	4	15,780	0,52	0,0091	0,962	15,87
32,97	6	16,485	1,30	0,0227	0,959	6,37
34,16	5	17,080	0,00	0,0000	0,956	0,00
35,10	8	17,550	1,24	0,0216	0,953	6,72
37,29	77	18,644	1,06	0,0185	0,948	7,92
38,40	17	19,200	0,59	0,0103	0,944	14,25
39,38	6	19,690	1,10	0,0192	0,942	7,67
41,32	3	20,660	0,50	0,0087	0,936	16,97
42,20	14	21,100	0,64	0,0112	0,933	13,30
43,35	100	21,675	1,03	0,0179	0,929	8,31
45,56	18	22,780	2,62	0,0457	0,922	3,29
47,28	7	23,640	0,00	0,0000	0,916	0,00
47,96	4	23,980	0,40	0,0070	0,914	21,73
59,36	3	29,680	0,40	0,0070	0,869	22,85
60,20	5	30,100	0,00	0,0000	0,865	0,00
60,36	4	30,180	0,00	0,0000	0,864	0,00
61,12	7	30,560	0,00	0,0000	0,861	0,00
62,93	47	31,464	1,09	0,0190	0,853	8,55
65,66	13	32,830	0,00	0,0000	0,840	0,00
67,04	37	33,519	1,70	0,0296	0,834	5,61
75,51	13	37,753	1,01	0,0176	0,791	9,94
79,32	9	39,660	0,84	0,0147	0,770	12,28

- **Katalis 10% NiO/ γ -Al₂O₃ Turunan Prekursor Nikel Klorida**

2 θ	I/I₂	θ	FWHM (deg)	FWHM (rad)	cos θ	Diameter Partikel (nm)
10,33	5	5,165	0,22	0,0038	0,996	36,24
11,27	4	5,637	0,15	0,0026	0,995	54,40
13,16	6	6,580	0,40	0,0070	0,993	19,98
14,08	6	7,040	0,28	0,0049	0,992	28,58
18,86	7	9,430	0,68	0,0119	0,986	11,84
19,60	10	9,798	0,87	0,0152	0,985	9,26
20,82	7	10,410	0,00	0,0000	0,984	0,00
21,64	7	10,820	0,76	0,0133	0,982	10,64
26,52	4	13,260	0,12	0,0021	0,973	67,99
27,37	4	13,683	0,09	0,0016	0,972	90,81
30,78	4	15,390	0,24	0,0042	0,964	34,32
31,74	11	15,870	1,10	0,0192	0,962	7,51
32,48	14	16,240	1,36	0,0237	0,960	6,08
34,02	15	17,010	1,28	0,0223	0,956	6,49
35,36	20	17,680	0,99	0,0172	0,953	8,45
37,27	67	18,637	2,04	0,0357	0,948	4,10
39,64	11	19,820	0,40	0,0070	0,941	21,10
41,82	7	20,910	0,44	0,0077	0,934	19,32
42,00	7	21,000	0,00	0,0000	0,934	0,00
42,58	22	21,290	0,84	0,0147	0,932	10,15
43,48	41	21,740	0,00	0,0000	0,929	0,00
45,72	43	22,860	2,54	0,0443	0,921	3,39
47,50	16	23,750	0,75	0,0130	0,915	11,62
48,58	6	24,290	0,44	0,0077	0,911	19,80
54,04	4	27,020	0,20	0,0035	0,891	44,57
55,34	4	27,670	0,36	0,0063	0,886	24,91
56,98	3	28,490	0,24	0,0042	0,879	37,65
58,06	4	29,030	0,32	0,0056	0,874	28,38
59,62	7	29,810	0,85	0,0149	0,868	10,72
60,52	14	30,260	1,08	0,0188	0,864	8,51
61,36	14	30,680	0,00	0,0000	0,860	0,00
62,96	24	31,480	1,76	0,0307	0,853	5,29
64,30	21	32,150	0,00	0,0000	0,847	0,00
65,48	31	32,740	0,00	0,0000	0,841	0,00
66,97	100	33,486	1,85	0,0322	0,834	5,16
69,16	5	34,580	0,12	0,0021	0,823	80,38
70,39	3	35,197	0,11	0,0019	0,817	91,08
75,08	3	37,540	0,28	0,0049	0,793	35,77
75,76	3	37,880	0,36	0,0063	0,789	27,95
75,96	3	37,980	0,50	0,0087	0,788	20,15

- Katalis 20% NiO/ γ -Al₂O₃ Turunan Prekursor Nikel Klorida

2 θ	I/I ₂	θ	FWHM (deg)	FWHM (rad)	cos θ	Diameter Partikel (nm)
20,29	3	10,145	0,98	0,0171	0,984	8,23
32,38	3	16,190	0,44	0,0077	0,960	18,79
34,20	3	17,100	0,39	0,0068	0,956	21,40
34,92	4	17,460	0,62	0,0108	0,954	13,51
35,56	7	17,780	1,00	0,0175	0,952	8,34
36,32	13	18,160	1,00	0,0175	0,950	8,36
37,32	73	18,661	0,71	0,0124	0,947	11,78
38,44	11	19,220	0,44	0,0077	0,944	19,11
39,26	4	19,628	0,75	0,0131	0,942	11,24
42,08	5	21,040	0,42	0,0073	0,933	20,26
43,36	100	21,682	0,65	0,0114	0,929	13,07
44,74	12	22,370	0,00	0,0000	0,925	0,00
45,60	14	22,800	0,00	0,0000	0,922	0,00
46,38	10	23,190	0,00	0,0000	0,919	0,00
46,94	8	23,470	0,70	0,0122	0,917	12,37
47,54	4	23,770	0,92	0,0161	0,915	9,43
60,38	4	30,190	0,32	0,0056	0,864	28,71
60,84	4	30,420	0,00	0,0000	0,862	0,00
61,76	5	30,880	0,00	0,0000	0,858	0,00
62,98	46	31,488	0,72	0,0125	0,853	12,96
64,62	5	32,310	0,00	0,0000	0,845	0,00
65,12	8	32,560	0,00	0,0000	0,843	0,00
65,88	11	32,940	0,00	0,0000	0,839	0,00
66,30	16	33,150	0,00	0,0000	0,837	0,00
67,06	29	33,530	1,56	0,0272	0,834	6,11
68,22	8	34,110	0,51	0,0089	0,828	18,73
68,98	3	34,490	0,44	0,0077	0,824	21,90
75,50	14	37,750	0,77	0,0134	0,791	13,04
79,51	10	39,755	0,80	0,0140	0,769	12,91

*** Basic Data Process ***

Group : 30
Data : H-NO3_10

# Strongest 3 peaks							
no.	peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	23	66.9900	1.39581	100	1.82000	190	18183
2	14	37.3133	2.40797	71	2.10670	134	12207
3	17	45.7400	1.98203	50	2.18000	95	11476

# Peak Data List							
peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)	
1	12.5000	7.07561	4	0.08000	7	71	
2	14.7700	5.99287	6	0.50000	12	698	
3	17.0150	5.20688	5	0.19000	9	178	
4	18.5200	4.78700	6	1.28000	12	793	
5	19.9400	4.44919	11	1.52000	21	1513	
6	21.8200	4.05157	6	0.68000	11	492	
7	23.1500	3.83901	5	0.42000	10	275	
8	28.7000	3.10800	4	0.16000	8	124	
9	29.9800	2.97815	3	0.72000	6	276	
10	31.0200	2.88053	8	0.94000	15	630	
11	32.4400	2.75771	12	1.76000	23	1806	
12	33.3000	2.68843	15	0.00000	28	0	
13	35.2400	2.54474	18	2.74660	34	5366	
14	37.3133	2.40797	71	2.10670	134	12207	
15	39.6200	2.27293	11	0.60000	21	987	
16	43.4200	2.08240	45	1.72000	86	8448	
17	45.7400	1.98203	50	2.18000	95	11476	
18	56.3600	1.63115	5	0.32000	9	337	
19	57.6200	1.59844	6	0.16000	11	236	
20	59.3800	1.55520	11	0.76000	20	767	
21	61.3800	1.50923	17	2.84000	33	3342	
22	63.3200	1.46758	27	2.60000	52	6880	
23	66.9900	1.39581	100	1.82000	190	18183	
24	69.0600	1.35894	4	0.08000	7	61	
25	69.4500	1.35226	5	0.26000	10	170	
26	75.5600	1.25736	4	0.44000	8	434	
27	77.2500	1.23402	3	0.18000	6	82	

```
*** Basic Data Process ***

# Data Information
  Group           : 30
  Data            : H-NO3_10
  Sample Name     : NiWO3/Al2O3_10%
  Comment         :
  Date & Time     : 04-10-12 13:19:20

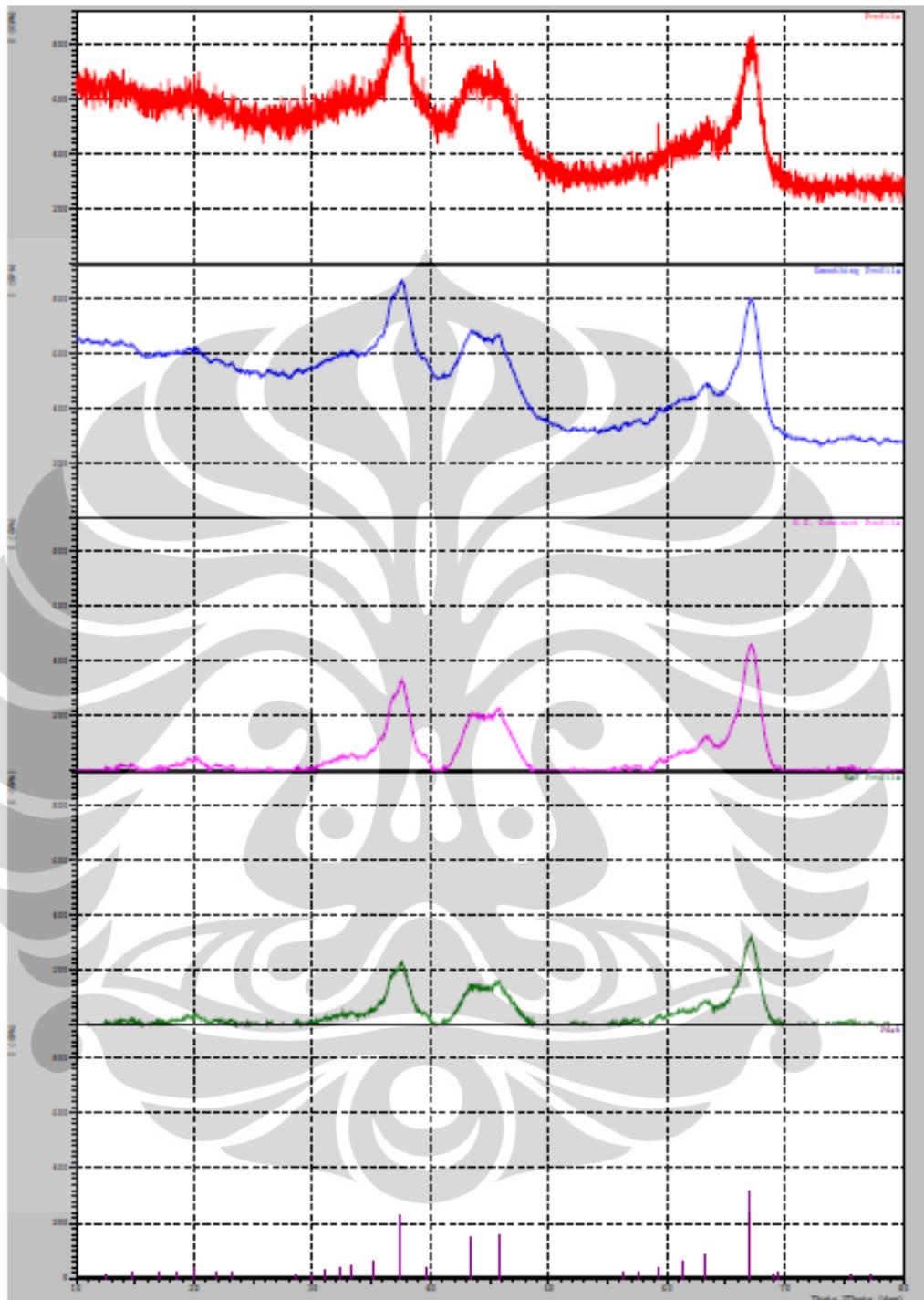
# Measurement Condition
  X-ray tube
    target        : Cu
    voltage       : 40.0 (kV)
    current       : 30.0 (mA)

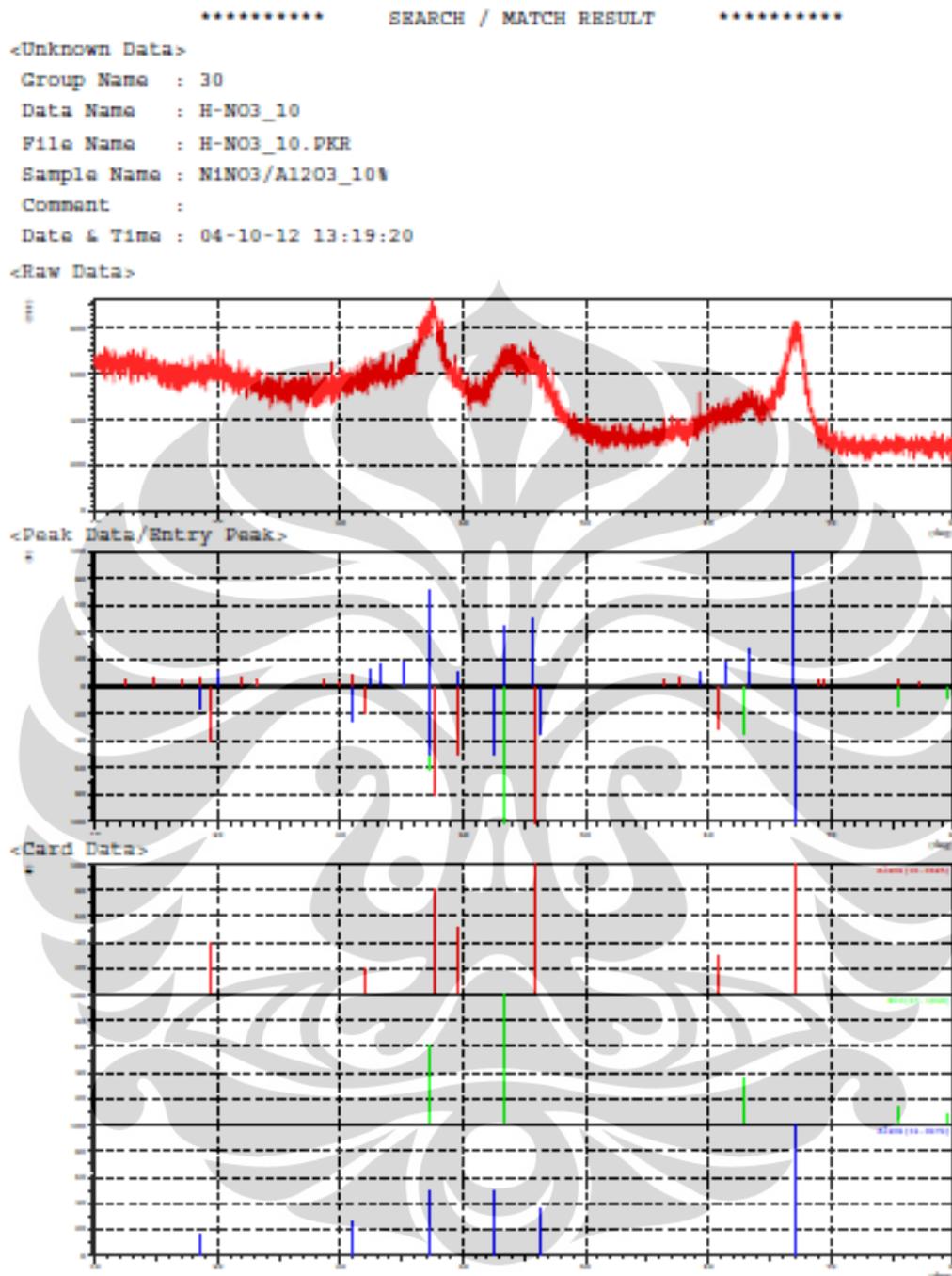
  Slits
    Auto Slit     : not Used
    divergence slit : 1.00000 (deg)
    scatter slit  : 1.00000 (deg)
    receiving slit : 0.30000 (mm)

  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 : 51
  B.G.Subtraction [ AUTO ]
    sampling points  : 51
    repeat times     : 30
  Kal-a2 Separate [ MANUAL ]
    Kal a2 ratio     : 50 (%)
  Peak Search    [ MANUAL ]
    differential points : 81
    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: E-NO3_10 >



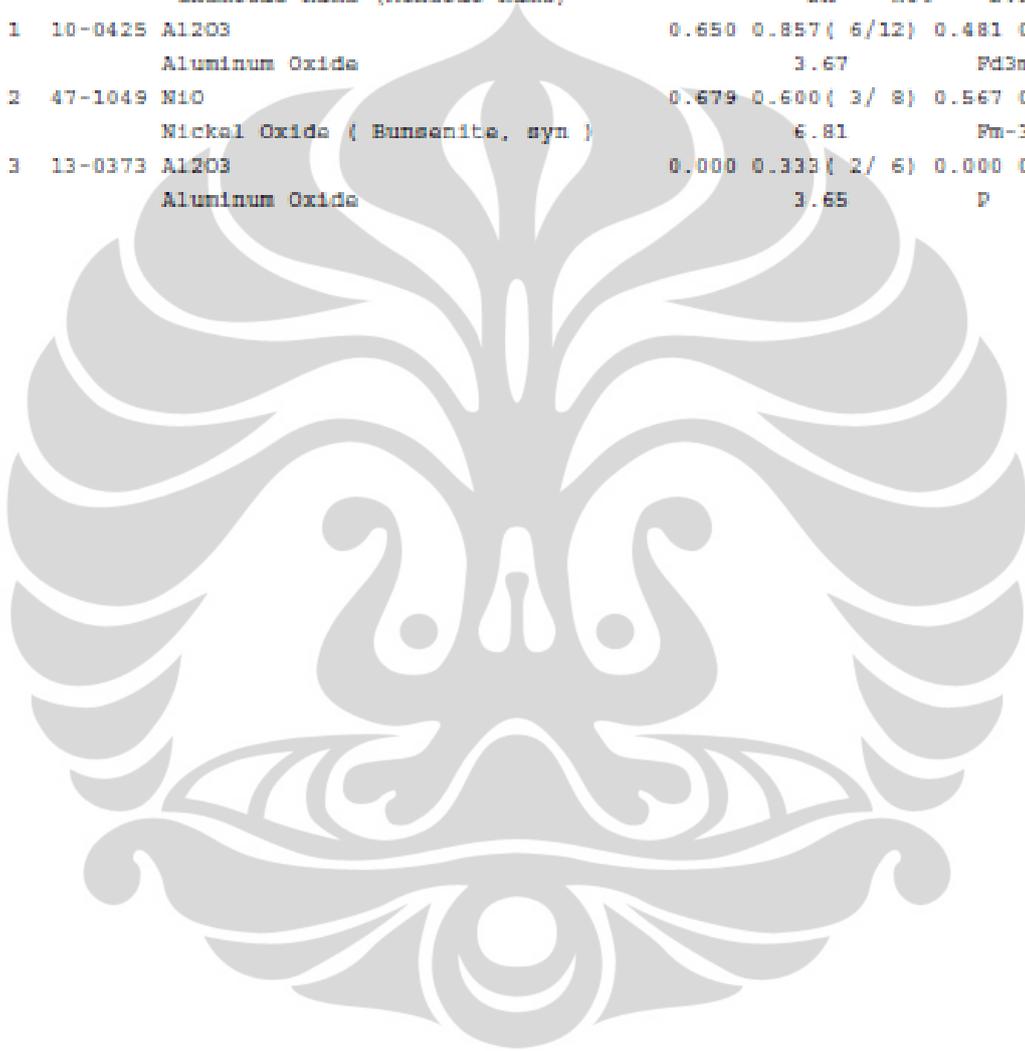


***** SEARCH / MATCH RESULT *****

Group Name : 30
 Data Name : H-NO3_10
 File Name : H-NO3_10.PKR
 Sample Name : NiNO3/Al2O3_10%
 Comment :

<Entry Card>

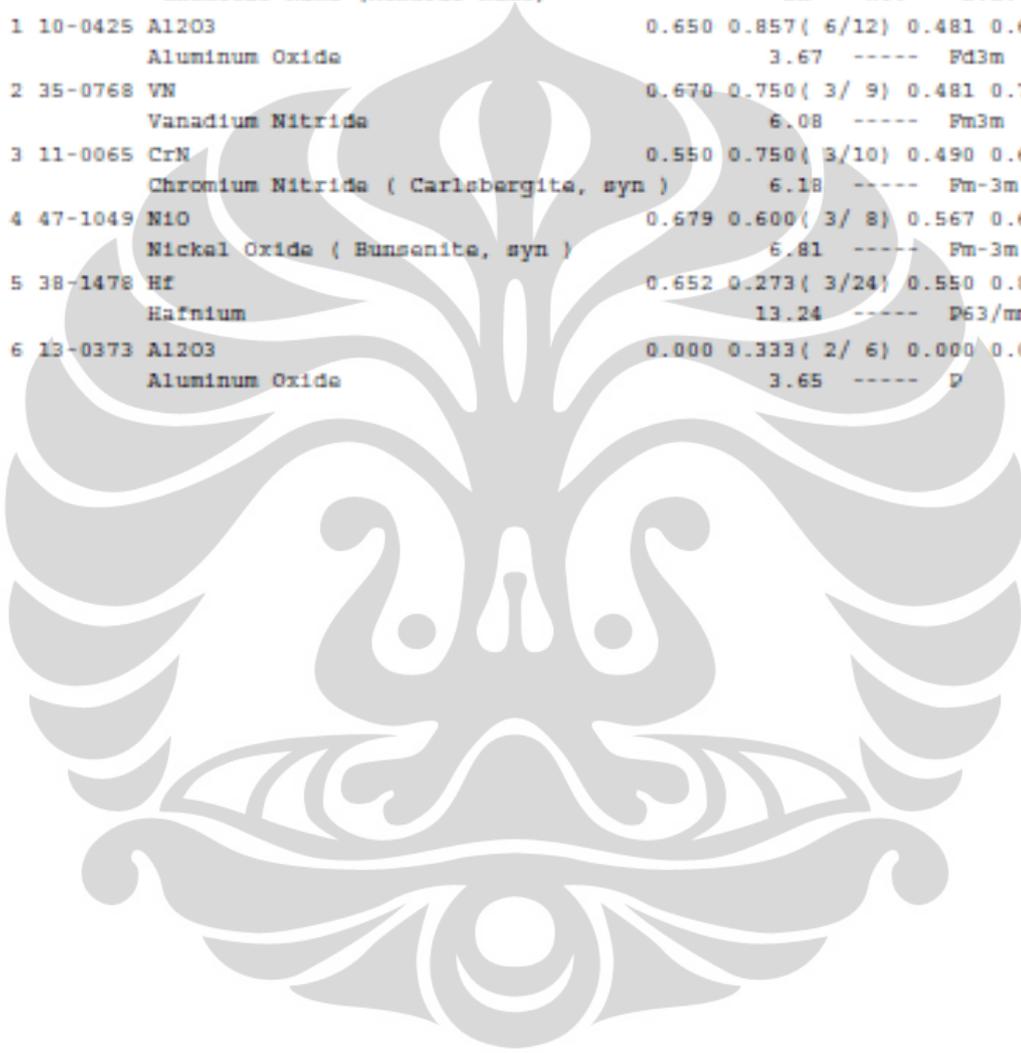
No.	Card	Chemical Formula	S	L	d	I	R
		Chemical Name (Mineral Name)	Dx		WT%	S.G.	
1	10-0425	Al2O3 Aluminum Oxide	0.650	0.857 (6/12)	0.481	0.656	0.270
2	47-1049	NiO Nickel Oxide (Bunsenite, syn)	0.579	0.600 (3/ 8)	0.567	0.664	0.226
3	13-0373	Al2O3 Aluminum Oxide	0.000	0.333 (2/ 6)	0.000	0.000	0.000



```

***** SEARCH / MATCH RESULT *****
Group Name : 30
Data Name : H-NO3_10
File Name : H-NO3_10.PKR
Sample Name : NiNO3/Al2O3_10%
Comment :
<Card List>
No. Card Chemical Formula S L d I R
      Chemical Name (Mineral Name) Dx WT% S.C.
1 10-0425 Al2O3 0.650 0.857 ( 6/12) 0.481 0.656 0.270
      Aluminum Oxide 3.67 ----- Pd3m
2 35-0768 VN 0.670 0.750 ( 3/ 9) 0.481 0.703 0.254
      Vanadium Nitride 6.08 ----- Pm3m
3 11-0065 CrN 0.550 0.750 ( 3/10) 0.490 0.682 0.251
      Chromium Nitride ( Carlsbergite, syn ) 6.18 ----- Pm-3m
4 47-1049 NiO 0.679 0.600 ( 3/ 8) 0.567 0.664 0.226
      Nickel Oxide ( Bunsenite, syn ) 6.81 ----- Pm-3m
5 38-1478 Hf 0.652 0.273 ( 3/24) 0.550 0.891 0.134
      Hafnium 13.24 ----- P63/mmc
6 13-0373 Al2O3 0.000 0.333 ( 2/ 6) 0.000 0.000 0.000
      Aluminum Oxide 3.65 ----- P

```



*** Basic Data Process ***

Group : 30
Data : H-W03_20

Strongest 3 peaks

no. peak	2 θ beta (deg)	d (Å)	I/I ₁	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	18	43.3504	2.08559	100	1.02800	414
2	13	37.2889	2.40949	77	1.05780	320
3	26	62.9286	1.47576	47	1.08930	195

Peak Data List

peak no.	2 θ beta (deg)	d (Å)	I/I ₁	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	10.3400	8.54833	4	0.34000	15	255
2	10.9800	8.05147	4	0.84000	15	696
3	12.7100	6.95918	3	0.54000	14	484
4	13.8550	6.38653	3	0.85000	13	846
5	19.0200	4.66228	3	0.52000	14	694
6	20.1500	4.40330	4	1.22000	18	1057
7	21.9433	4.04732	3	0.47330	12	344
8	30.1450	2.96222	3	0.39000	13	457
9	31.5600	2.83256	4	0.52000	16	559
10	32.9700	2.71458	6	1.30000	23	1785
11	34.1600	2.62268	5	0.00000	20	0
12	35.1000	2.55457	8	1.24000	34	3996
13	37.2889	2.40949	77	1.05780	320	17206
14	38.4000	2.34229	17	0.59000	69	2719
15	39.3800	2.28623	6	1.10000	24	1435
16	41.3200	2.18326	3	0.50000	13	494
17	42.2000	2.13974	14	0.64000	60	2845
18	43.3504	2.08559	100	1.02800	414	19678
19	45.5600	1.98944	18	2.62000	76	11777
20	47.2800	1.92100	7	0.00000	29	0
21	47.9600	1.89534	4	0.40000	18	1091
22	59.3600	1.55567	3	0.40000	14	959
23	60.2000	1.53596	5	0.00000	19	0
24	60.3600	1.53227	4	0.00000	15	0
25	61.1200	1.51503	7	0.00000	29	0
26	62.9286	1.47576	47	1.08930	195	16530
27	65.6600	1.42083	13	0.00000	52	0
28	67.0383	1.39493	37	1.69670	152	14011
29	75.5050	1.25814	13	1.01000	55	3189
30	79.3200	1.20693	9	0.84000	36	1860

```
*** Basic Data Process ***

# Data Information
  Group           : 30
  Data            : H-MO3_20
  Sample Name    : NiMO3/Al2O3_20%
  Comment        :
  Date & Time    : 04-10-12 12:06:26

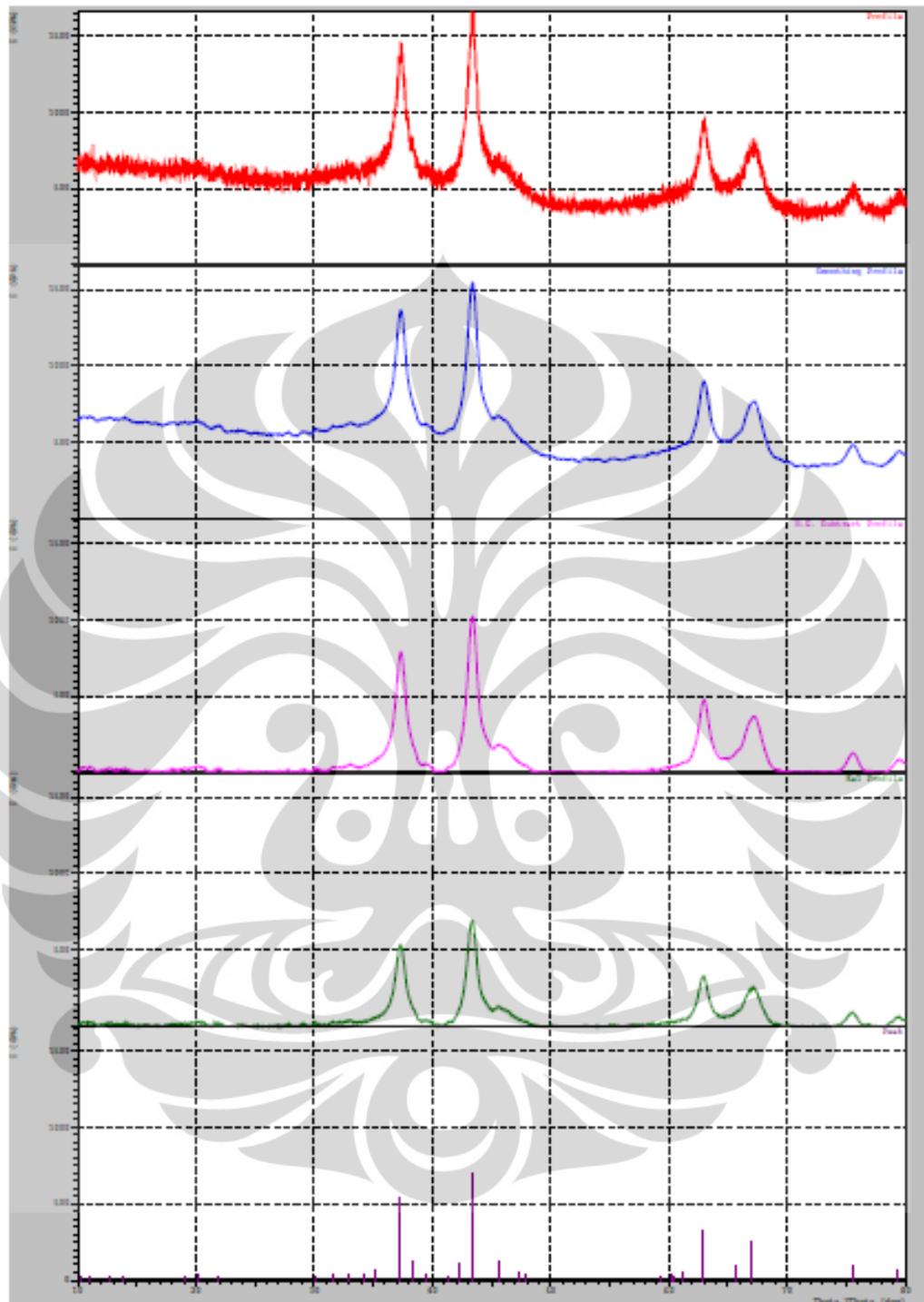
# Measurement Condition
  X-ray tube
  target         : Cu
  voltage        : 40.0 (kv)
  current        : 30.0 (mA)

  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 : 51
  B.G.Subtraction [ AUTO ]
  sampling points : 51
  repeat times : 30
  Kal-a2 Separate [ MANUAL ]
  Kal a2 ratio : 50 (%)
  Peak Search [ AUTO ]
  differential points : 51
  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: H-NO3_20 >

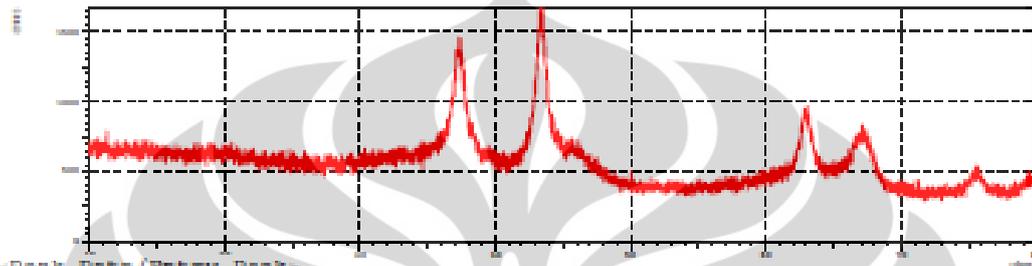


***** SEARCH / MATCH RESULT *****

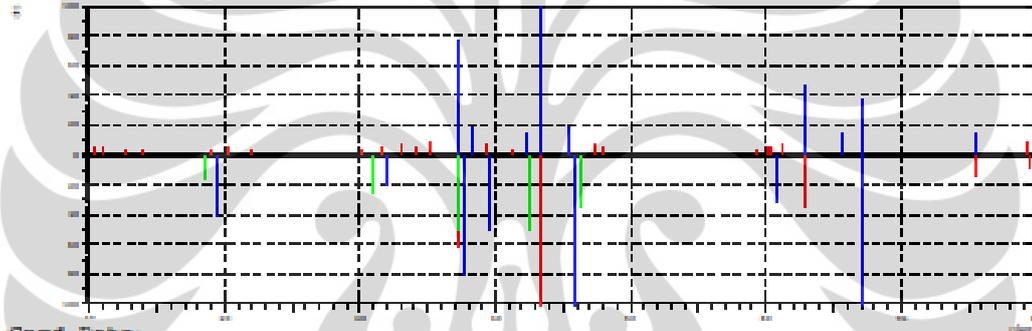
<Unknown Data>

Group Name : 30
 Data Name : H-N03_20
 File Name : H-N03_20.PKR
 Sample Name : NiNO3/Al2O3_20%
 Comment :
 Date & Time : 04-10-12 12:06:26

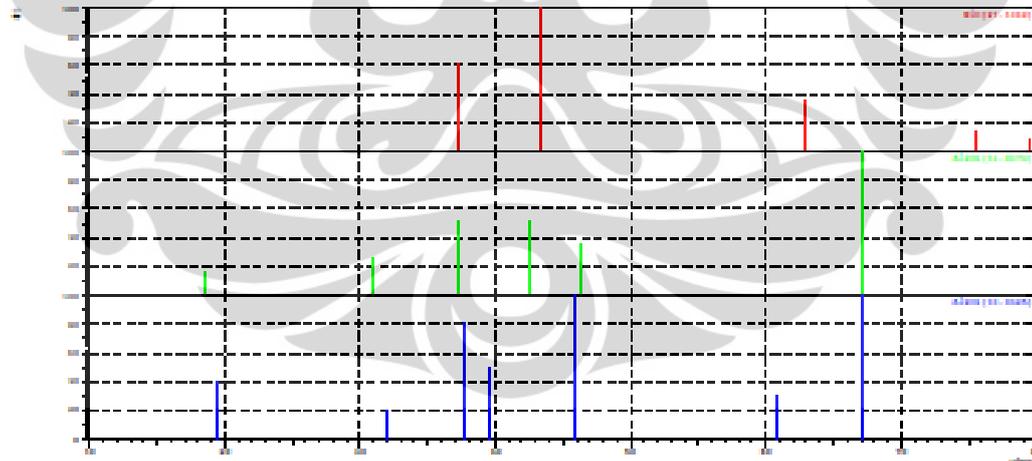
<Raw Data>



<Peak Data/Entry Peak>



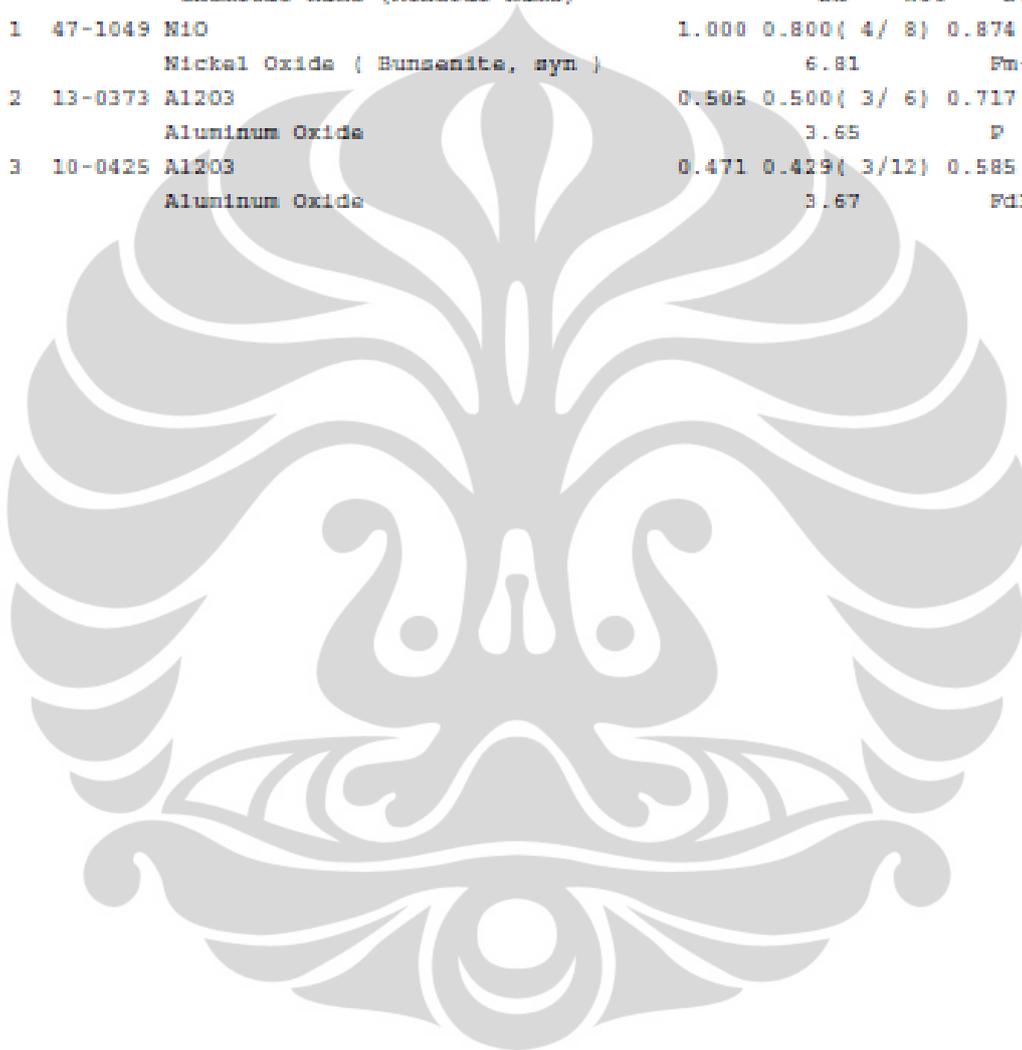
<Card Data>



```

***** SEARCH / MATCH RESULT *****
Group Name : 30
Data Name : H-NO3_20
File Name : H-NO3_20.PKR
Sample Name : NiNO3/Al2O3_20%
Comment :
<Entry Card>
No. Card Chemical Formula S L d I R
      Chemical Name (Mineral Name) Dx Wt% S.G.
1 47-1049 NiO 1.000 0.800( 4/ 8) 0.874 0.882 0.617
      Nickel Oxide ( Bunsenite, syn ) 6.81 Pm-3m
2 13-0373 Al2O3 0.505 0.500( 3/ 6) 0.717 0.499 0.179
      Aluminum Oxide 3.65 P
3 10-0425 Al2O3 0.471 0.429( 3/12) 0.585 0.541 0.136
      Aluminum Oxide 3.67 Fd3m

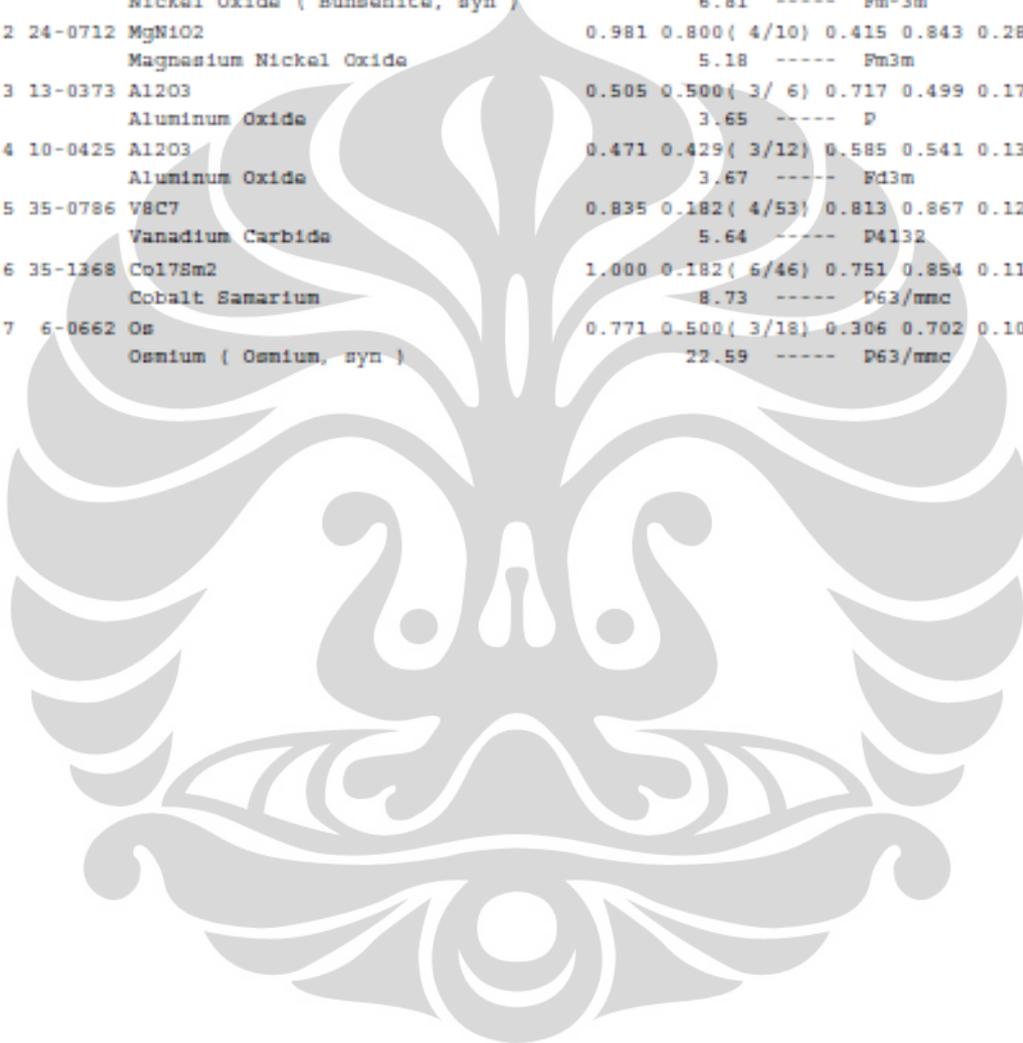
```



```

***** SEARCH / MATCH RESULT *****
Group Name : 30
Data Name : H-NO3_20
File Name : H-NO3_20.PKR
Sample Name : NiNO3/Al2O3_20%
Comment :
<Card List>
No. Card Chemical Formula S L d I R
      Chemical Name (Mineral Name) Dx WT% S.G.
1 47-1049 NiO 1.000 0.800( 4/ 8) 0.874 0.882 0.617
      Nickel Oxide ( Bunsenite, syn ) 6.81 ----- Fm-3m
2 24-0712 MgNiO2 0.981 0.800( 4/10) 0.415 0.843 0.280
      Magnesium Nickel Oxide 5.18 ----- Fm3m
3 13-0373 Al2O3 0.505 0.500( 3/ 6) 0.717 0.499 0.179
      Aluminum Oxide 3.65 ----- P
4 10-0425 Al2O3 0.471 0.429( 3/12) 0.585 0.541 0.136
      Aluminum Oxide 3.67 ----- Fd3m
5 35-0786 V8C7 0.835 0.182( 4/53) 0.813 0.867 0.128
      Vanadium Carbide 5.64 ----- P4132
6 35-1368 Co17Sm2 1.000 0.182( 6/46) 0.751 0.854 0.117
      Cobalt Samarium 8.73 ----- P63/mmc
7 6-0662 Os 0.771 0.500( 3/18) 0.306 0.702 0.107
      Osmium ( Osmium, syn ) 22.59 ----- P63/mmc

```



*** Basic Data Process ***

Group : 30
Data : H-Cl2_10

# Strongest 3 peaks							
no.	peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	35	66.9725	1.39614	100	1.84500	189	18287
2	16	37.2735	2.41045	67	2.04300	126	12470
3	22	45.7200	1.98285	43	2.54000	82	11976

# Peak Data List							
peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)	Int
1	10.3300	8.55659	5	0.22000	9	173	
2	11.2733	7.84264	4	0.14670	8	141	
3	13.1600	6.72220	6	0.40000	11	371	
4	14.0800	6.28497	6	0.28000	11	289	
5	18.8600	4.70147	7	0.68000	14	439	
6	19.5950	4.52674	10	0.87000	18	983	
7	20.8200	4.26308	7	0.00000	13	0	
8	21.6400	4.10336	7	0.76000	13	795	
9	26.5200	3.35833	4	0.12000	8	117	
10	27.3650	3.25651	4	0.09000	7	73	
11	30.7800	2.90254	4	0.24000	8	165	
12	31.7400	2.81691	11	1.10000	20	854	
13	32.4800	2.75440	14	1.36000	26	1214	
14	34.0200	2.63316	15	1.28000	28	1479	
15	35.3600	2.53638	20	0.98660	37	1922	
16	37.2735	2.41045	67	2.04300	126	12470	
17	39.6400	2.27183	11	0.40000	21	699	
18	41.8200	2.15830	7	0.44000	13	283	
19	42.0000	2.14947	7	0.00000	13	0	
20	42.5800	2.12152	22	0.84000	42	3444	
21	43.4800	2.07967	41	0.00000	78	0	
22	45.7200	1.98285	43	2.54000	82	11976	
23	47.5000	1.91262	16	0.74660	30	1315	
24	48.5800	1.87259	6	0.44000	12	351	
25	54.0400	1.69557	4	0.20000	7	151	
26	55.3400	1.65878	4	0.36000	8	214	
27	56.9800	1.61487	3	0.24000	6	112	
28	58.0600	1.58737	4	0.32000	8	194	
29	59.6200	1.54951	7	0.85340	14	683	
30	60.5200	1.52860	14	1.08000	27	1548	
31	61.3600	1.50967	14	0.00000	27	0	
32	62.9600	1.47510	24	1.76000	46	4834	
33	64.3000	1.44756	21	0.00000	39	0	
34	65.4800	1.42430	31	0.00000	59	0	
35	66.9725	1.39614	100	1.84500	189	18287	
36	69.1600	1.35722	5	0.12000	10	129	
37	70.3933	1.33643	3	0.10670	6	64	
38	75.0800	1.26421	3	0.28000	6	167	
39	75.7600	1.25454	3	0.36000	6	105	
40	75.9600	1.25173	3	0.50000	6	234	

```
*** Basic Data Process ***

# Data Information
  Group           : 30
  Data            : H-cl2_10
  Sample Name    : Hic12/al2o3_10%
  Comment        :
  Date & Time    : 04-10-12 14:05:32

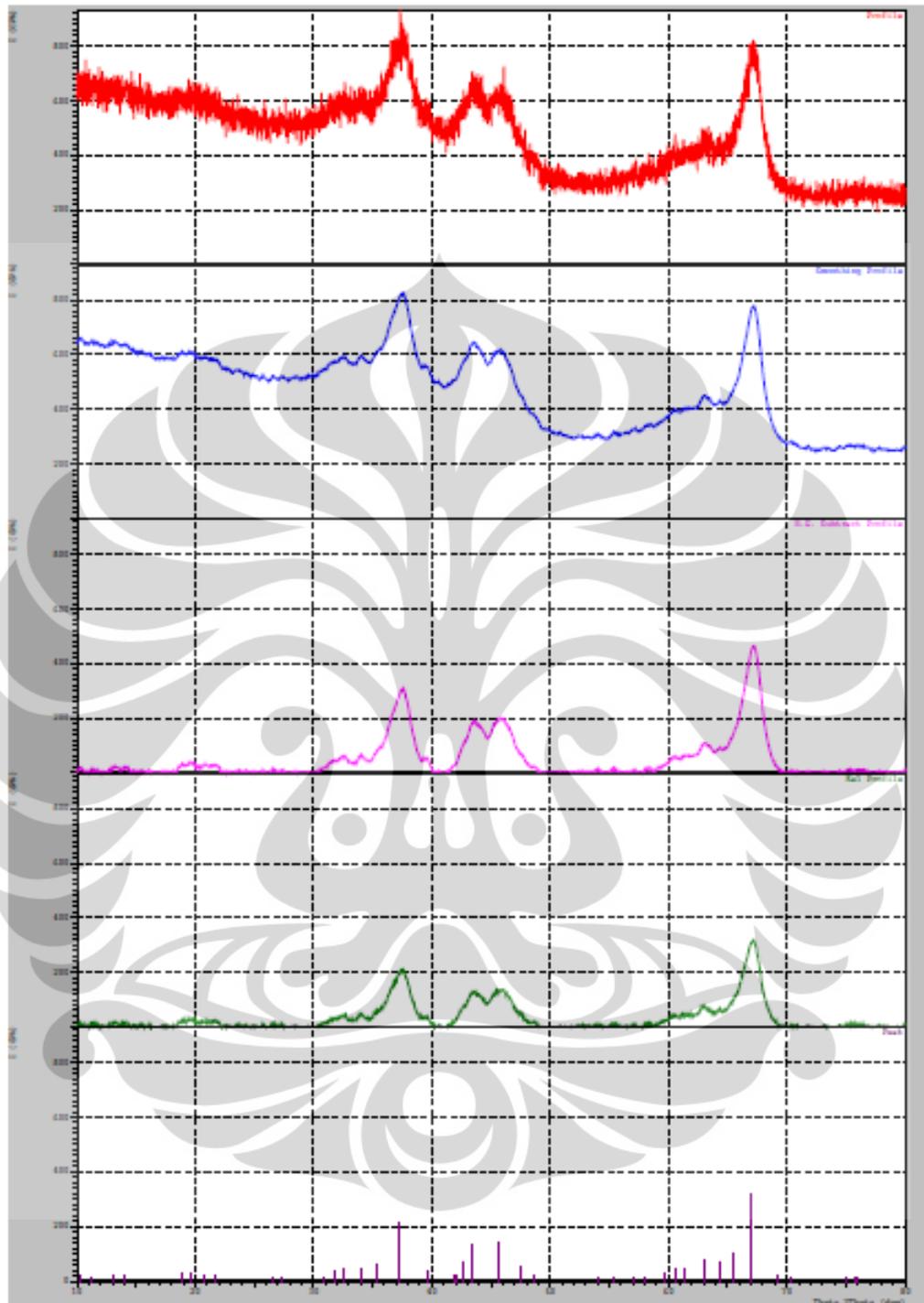
# Measurement Condition
  X-ray tube
  target         : Cu
  voltage        : 40.0 (kV)
  current        : 30.0 (mA)

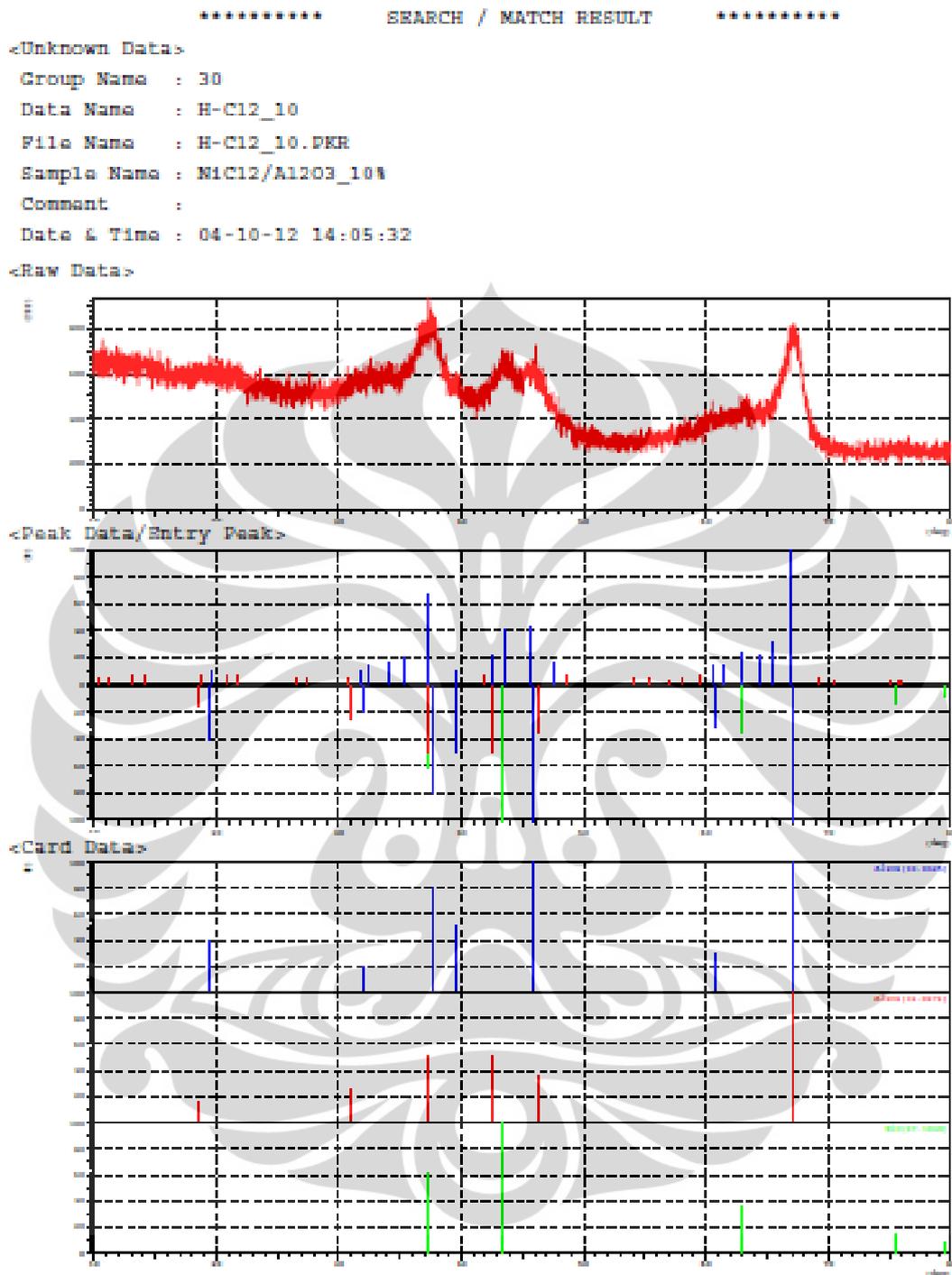
  Slits
  Auto Slit     : not Used
  divergence slit : 1.00000 (deg)
  scatter slit  : 1.00000 (deg)
  receiving slit : 0.30000 (mm)

  Scanning
  drive axis    : Theta-2Theta
  scan range    : 10.0000 - 90.0000 (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 : 51
  B.G.Subtraction [ AUTO ]
  sampling points : 51
  repeat times   : 30
  Kal-a2 Separate [ MANUAL ]
  Kal a2 ratio   : 50 (%)
  Peak Search    [ AUTO ]
  differential points : 51
  FWHM threshold : 0.050 (deg)
  intensity threshold : 30 (par ml)
  FWHM ratio (n-1)/n : 2
  System error Correction [ NO ]
  Precise peak Correction [ NO ]
```

< Group: 30 Data: H-C12_10 >

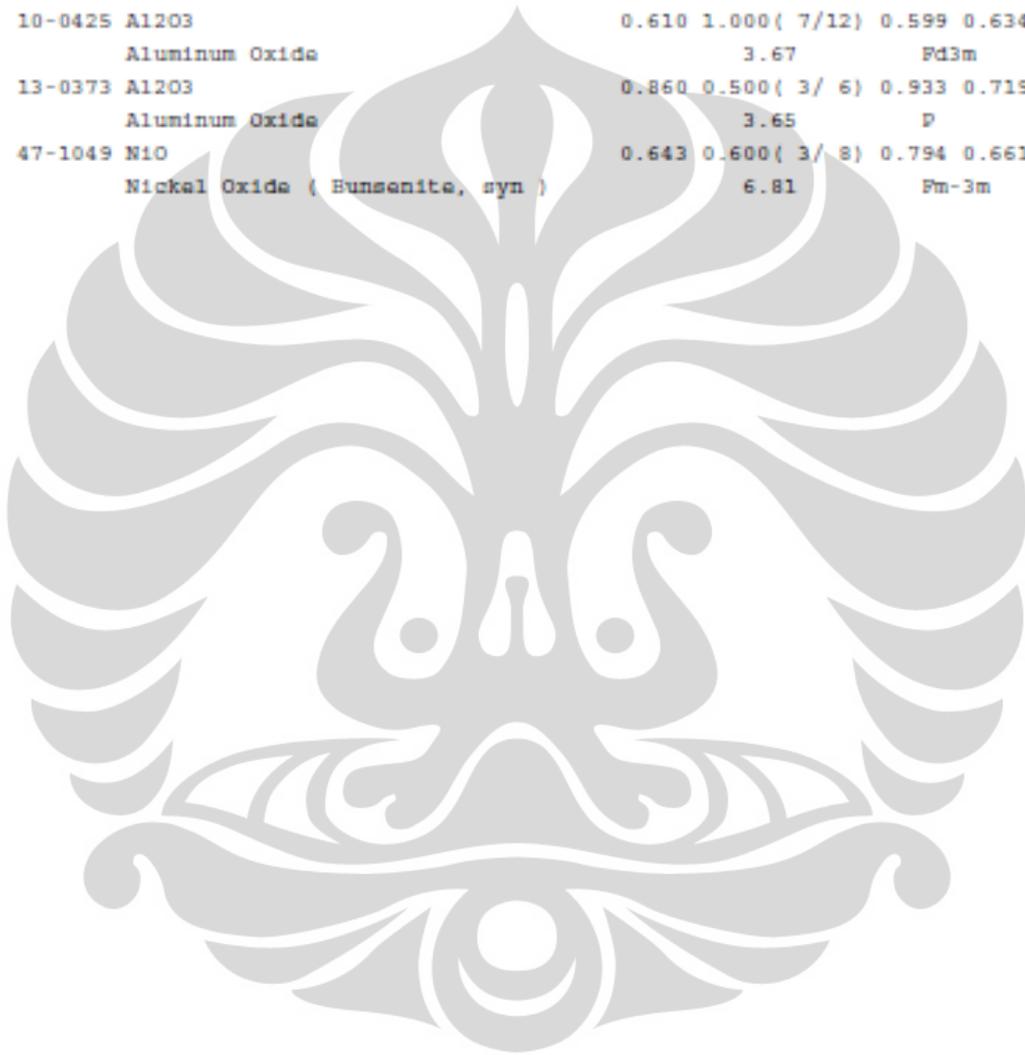




```

***** SEARCH / MATCH RESULT *****
Group Name : 30
Data Name : H-C12_10
File Name : H-C12_10.PKR
Sample Name : NiCl2/Al2O3_10%
Comment :
<Entry Card>
No. Card Chemical Formula S L d I R
      Chemical Name (Mineral Name) Dx Wt% S.G.
1 10-0425 Al2O3 0.610 1.000( 7/12) 0.599 0.634 0.380
Aluminum Oxide 3.67 Fd3m
2 13-0373 Al2O3 0.860 0.500( 3/ 6) 0.933 0.719 0.335
Aluminum Oxide 3.65 P
3 47-1049 NiO 0.643 0.600( 3/ 8) 0.794 0.661 0.315
Nickel Oxide ( Bunsenite, syn ) 6.81 Fm-3m

```

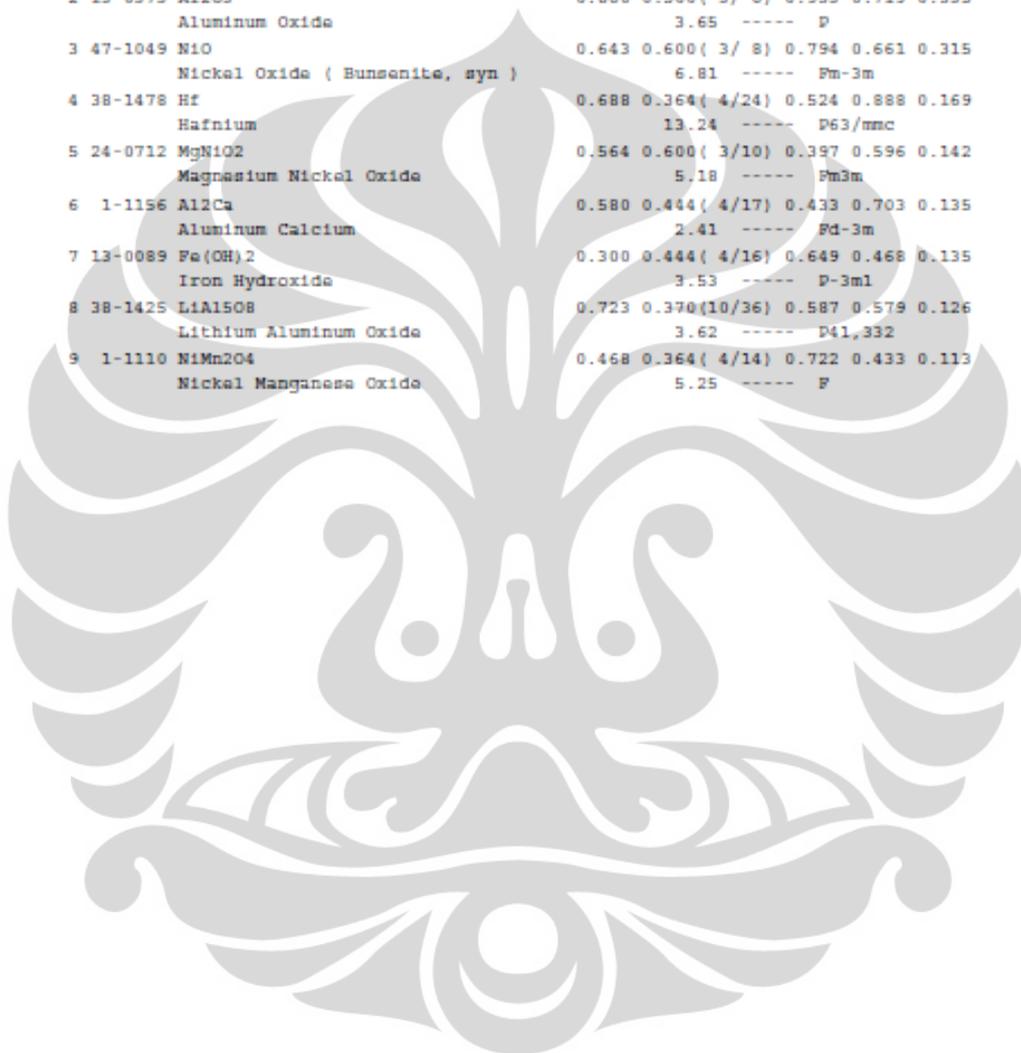


***** SEARCH / MATCH RESULT *****

Group Name : 30
 Data Name : H-C12_10
 File Name : H-C12_10.PKR
 Sample Name : NiCl2/Al2O3_10%
 Comment :

<Card List>

No.	Card	Chemical Formula	S	L	d	I	R
		Chemical Name (Mineral Name)	Dx		WT%	S.C.	
1	10-0425	Al2O3 Aluminum Oxide	0.610	1.000(7/12)	0.599	0.634	0.380
				3.67	-----		Pd3m
2	13-0373	Al2O3 Aluminum Oxide	0.860	0.500(3/ 6)	0.933	0.719	0.335
				3.65	-----		P
3	47-1049	NiO Nickel Oxide (Bunsenite, syn)	0.643	0.600(3/ 8)	0.794	0.661	0.315
				6.81	-----		Pm-3m
4	38-1478	Hf Hafnium	0.688	0.364(4/24)	0.524	0.888	0.169
				13.24	-----		P63/mmc
5	24-0712	MgNiO2 Magnesium Nickel Oxide	0.564	0.600(3/10)	0.397	0.596	0.142
				5.18	-----		Pm3m
6	1-1156	Al2Ca Aluminum Calcium	0.580	0.444(4/17)	0.433	0.703	0.135
				2.41	-----		Pd-3m
7	13-0089	Fe(OH)2 Iron Hydroxide	0.300	0.444(4/16)	0.649	0.468	0.135
				3.53	-----		P-3m1
8	38-1425	LiAl5O8 Lithium Aluminum Oxide	0.723	0.370(10/36)	0.587	0.579	0.126
				3.62	-----		P41,332
9	1-1110	NiMn2O4 Nickel Manganese Oxide	0.468	0.364(4/14)	0.722	0.433	0.113
				5.25	-----		F



*** Basic Data Process ***

Group : 30
Data : H-cl2_20

Strongest 3 peaks

no.	peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	11	43.3637	2.08498	100	0.65390	543	23623
2	7	37.3225	2.40740	73	0.71160	394	13904
3	20	62.9758	1.47477	46	0.71830	250	12429

Peak Data List

peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	20.2900	4.37323	3	0.98000	16	1940
2	32.3800	2.76268	3	0.44000	17	982
3	34.2008	2.61965	3	0.38830	16	412
4	34.9200	2.56733	4	0.61600	22	568
5	35.5600	2.52257	7	1.00000	36	1276
6	36.3200	2.47161	13	1.00000	69	4104
7	37.3225	2.40740	73	0.71160	394	13904
8	38.4400	2.33994	11	0.44000	61	2366
9	39.2550	2.29322	4	0.75000	21	899
10	42.0800	2.14557	5	0.42000	29	1568
11	43.3637	2.08498	100	0.65390	543	23623
12	44.7400	2.02398	12	0.00000	65	0
13	45.6000	1.98779	14	0.00000	77	0
14	46.3800	1.95616	10	0.00000	56	0
15	46.9400	1.93412	8	0.70000	44	1785
16	47.5400	1.91110	4	0.92000	20	1027
17	60.3800	1.53181	4	0.32000	21	943
18	60.8400	1.52133	4	0.00000	24	0
19	61.7600	1.50085	5	0.00000	29	0
20	62.9758	1.47477	46	0.71830	250	12429
21	64.6200	1.44116	5	0.00000	28	0
22	65.1200	1.43130	8	0.00000	41	0
23	65.8800	1.41662	11	0.00000	61	0
24	66.3000	1.40866	16	0.00000	89	0
25	67.0600	1.39453	29	1.56000	160	10059
26	68.2200	1.37361	8	0.51200	43	1393
27	68.9800	1.36032	3	0.44000	19	589
28	75.5000	1.25821	14	0.77000	75	3708
29	79.5100	1.20452	10	0.80000	54	2155

```
*** Basic Data Process ***

# Data Information
  Group           : 30
  Data            : H-cl2_20
  Sample Name    : NiCl2/Al2O3_20%
  Comment        :
  Date & Time    : 04-10-12 15:14:07

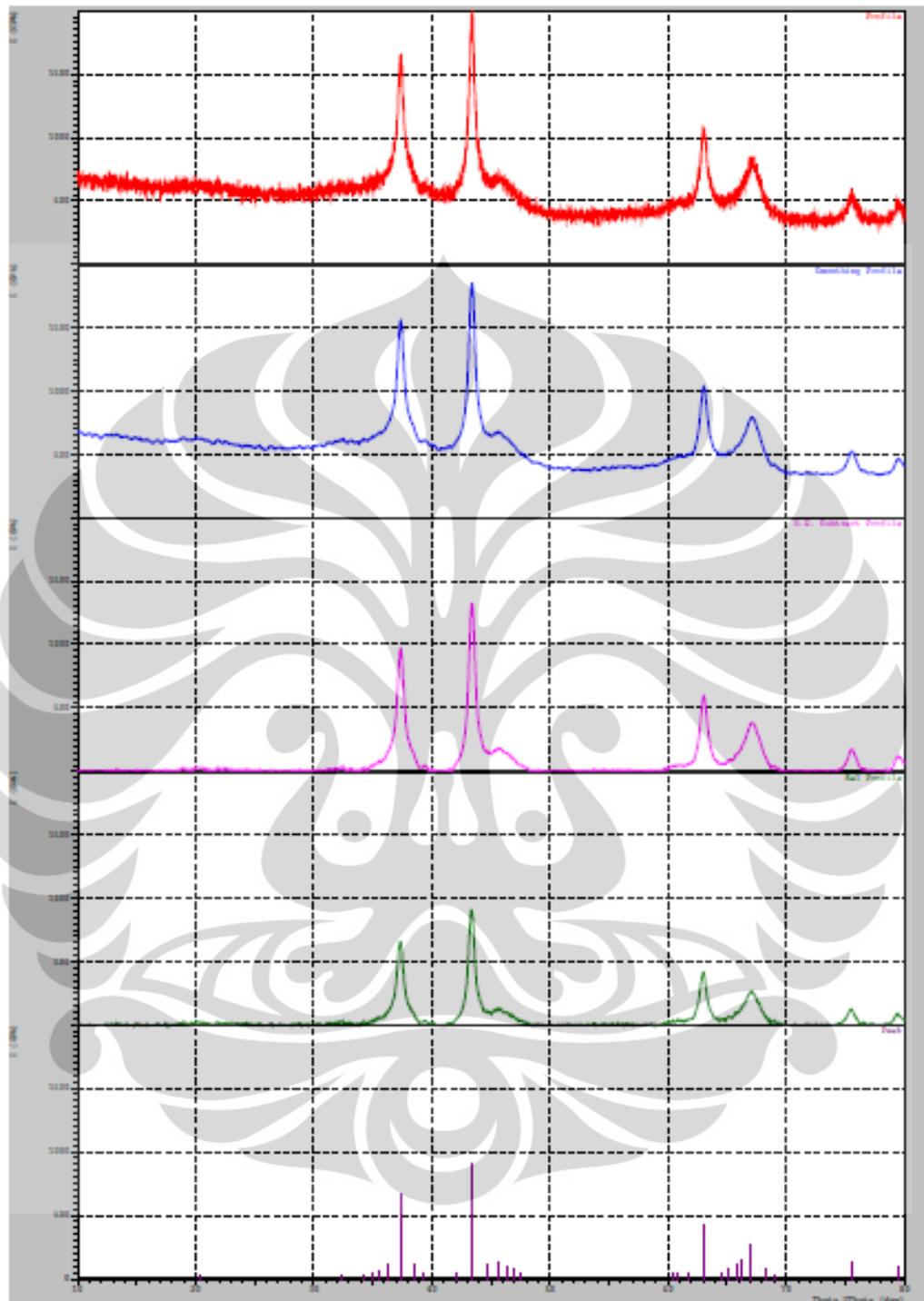
# Measurement Condition
  X-ray tube
  target         : Cu
  voltage        : 40.0 (kV)
  current        : 30.0 (mA)

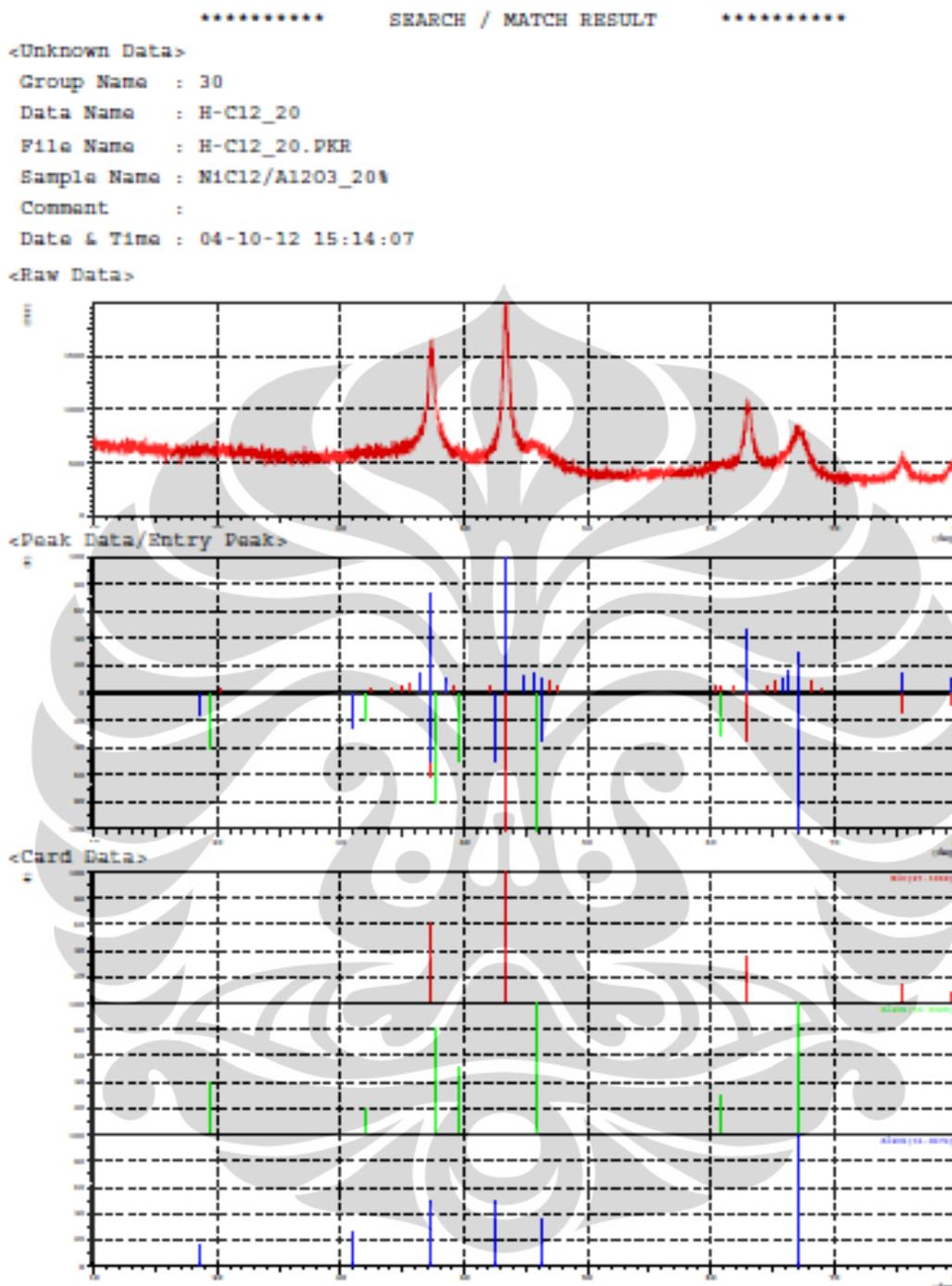
  Slits
  Auto Slit     : not Used
  divergence slit : 1.00000 (deg)
  scatter slit  : 1.00000 (deg)
  receiving slit : 0.30000 (mm)

  Scanning
  drive axis    : Theta-2Theta
  scan range    : 10.0000 - 90.0000 (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 : 37
  B.G.Subtraction [ AUTO ]
  sampling points : 41
  repeat times   : 30
  Kal-a2 Separate [ MANUAL ]
  Kal a2 ratio   : 50 (%)
  Peak Search    [ AUTO ]
  differential points : 35
  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: E-C12_20 >

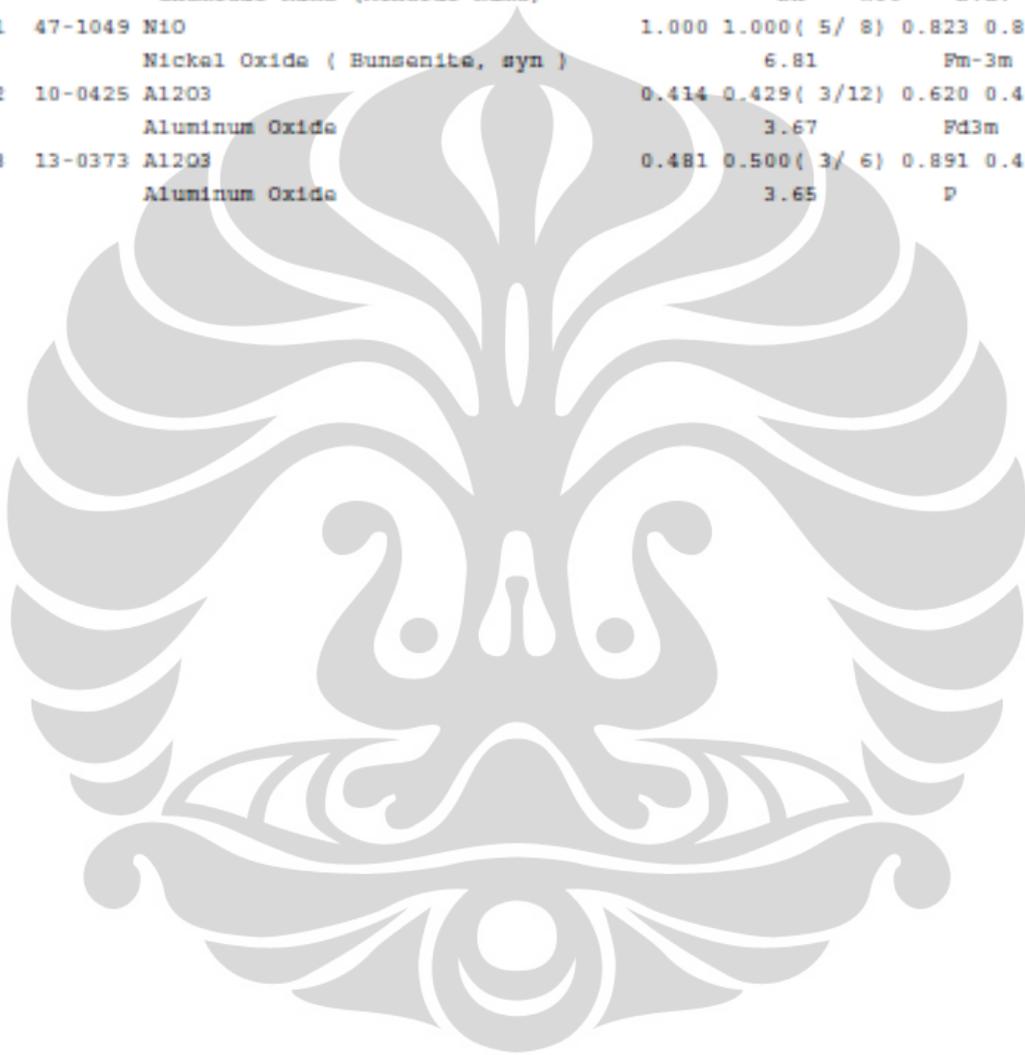




```

***** SEARCH / MATCH RESULT *****
Group Name : 30
Data Name : H-C12_20
File Name : H-C12_20.PKR
Sample Name : NiCl2/Al2O3_20%
Comment :
<Entry Card>
No. Card Chemical Formula S L d I R
      Chemical Name (Mineral Name) Dx WT% S.G.
1 47-1049 NiO 1.000 1.000( 5/ 8) 0.823 0.893 0.735
   Nickel Oxide ( Bunsenite, syn ) 6.81 Fm-3m
2 10-0425 Al2O3 0.414 0.429( 3/12) 0.620 0.489 0.130
   Aluminum Oxide 3.67 Fd3m
3 13-0373 Al2O3 0.481 0.500( 3/ 6) 0.891 0.457 0.204
   Aluminum Oxide 3.65 P

```



***** SEARCH / MATCH RESULT *****

Group Name : 30
 Data Name : H-C12_20
 File Name : H-C12_20.PKR
 Sample Name : NiCl2/Al2O3_20%
 Comment :

<Card List>

No.	Card	Chemical Formula	S	L	d	I	R
		Chemical Name (Mineral Name)	Dx	WT%	S.G.		
1	47-1049	NiO Nickel Oxide (Bunsenite, syn)	1.000	1.000(5/ 8)	0.823	0.893	0.735
2	2-1231	CuZn Copper Zinc (Zhanghengite, syn)	0.868	0.500(3/13)	0.822	0.642	0.264
3	24-0712	MgNiO2 Magnesium Nickel Oxide	0.960	1.000(5/10)	0.315	0.836	0.263
4	4-0857	LiF Lithium Fluoride (Griceite, syn)	0.140	0.750(3/ 9)	0.401	0.776	0.233
5	35-0786	VBC7 Vanadium Carbide	0.808	0.273(6/53)	0.791	0.819	0.177
6	10-0425	Al2O3 Aluminum Oxide	0.414	0.429(3/12)	0.620	0.489	0.130
7	13-0373	Al2O3 Aluminum Oxide	0.481	0.500(3/ 6)	0.891	0.457	0.204



LAMPIRAN E

Proses Hidrogenasi dan Perhitungan Bilangan Iod

E1. Proses Hidrogenasi

Proses hidrogenasi dilakukan untuk 300 mL minyak jarak dengan kondisi operasi sebagai berikut:

$$P = 3 \text{ atm}$$

$$T = 150 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

$$\text{rpm pengaduk} = 100 \text{ rpm}$$

$$\text{laju gas hidrogen} = 20 \text{ mL/menit}$$

Seperti telah dihitung sebelumnya, kebutuhan inti aktif nikel untuk setiap reaksi adalah 0,2889 g, maka jumlah katalis turunan nikel nitrat maupun turunan nikel klorida yang dibutuhkan untuk satu kali reaksi adalah sebagai berikut:

Katalis	Jumlah
10% NiO/ γ -Al ₂ O ₃	$= \frac{100}{10} \times 0,2889 \text{ g} = 2,88 \text{ g}$
20% NiO/ γ -Al ₂ O ₃	$= \frac{100}{20} \times 0,2889 \text{ g} = 1,44 \text{ g}$

E2. Perhitungan Bilangan Iod

Penentuan bilangan iod dilakukan berdasarkan metode Wijs dengan persamaan berikut:

$$\text{Bilangan Iod} = \frac{12,69(N)(Vb - Vs)}{W}$$

Keterangan: N = Normalitas larutan tiosulfat

Vb = Volume larutan standar tiosulfat untuk blanko (ml)

Vs = Volume larutan standar tiosulfat untuk sampel (ml)

W = Berat sampel

Volume blanko diperoleh = 43,3 mL

Normalitas larutan standar tiosulfat = 0,1 N

- Minyak Jarak yang Belum Dihidrogenasi**

Sampel	W	Vs
Sampel 1	0,2321	28,5
Sampel 2	0,2615	26,6
Sampel 3	0,2251	28,8

$$\text{Bilangan Iod Sampel 1} = \frac{12,69 \times 0,1 \times (43,3 - 28,5)}{0,2321} = 80,919$$

$$\text{Bilangan Iod Sampel 2} = \frac{12,69 \times 0,1 \times (43,3 - 26,6)}{0,2615} = 81,041$$

$$\text{Bilangan Iod Sampel 3} = \frac{12,69 \times 0,1 \times (43,3 - 28,8)}{0,2251} = 81,744$$

$$\text{Rata - Rata Bilangan Iod} = \frac{80,919 + 81,041 + 81,744}{3} = 81,235$$

- Minyak Jarak Hasil Hidrogenasi**

Sampel Hasil Hidrogenasi	W	Vs
Katalis 10% NiO/ γ -Al ₂ O ₃ Turunan	0,2426	31,0
Prekursor Nitrat	0,2258	31,9
Katalis 20% NiO/ γ -Al ₂ O ₃ Turunan	0,2218	31,9
Prekursor Nitrat	0,2411	30,9
Katalis 10% NiO/ γ -Al ₂ O ₃ Turunan	0,2314	31,8
Prekursor Klorida	0,2149	32,6
Katalis 20% NiO/ γ -Al ₂ O ₃ Turunan	0,2572	30,2
Prekursor Klorida	0,2251	31,9

Katalis 10% NiO/ γ -Al₂O₃ Turunan Prekursor Nitrat

Bilangan Iod I =

$$\frac{12,69 \times 0,1 \times (43,3 - 31)}{0,2426} = 64,339$$

Bilangan Iod II =

$$\frac{12,69 \times 0,1 \times (43,3 - 31,9)}{0,2258} = 64,068$$

Rata-rata =

$$\frac{64,339 + 64,068}{2} = 64,204$$

Katalis 20% NiO/ γ -Al₂O₃ Turunan Prekursor Nitrat

Bilangan Iod I =

$$\frac{12,69 \times 0,1 \times (43,3 - 31,9)}{0,2218} = 65,224$$

Bilangan Iod II =

$$\frac{12,69 \times 0,1 \times (43,3 - 30,9)}{0,2411} = 65,266$$

Rata-rata =

$$\frac{65,244 + 65,266}{2} = 65,245$$

Katalis 10% NiO/ γ -Al₂O₃ Turunan Prekursor Klorida

Bilangan Iod I =

$$\frac{12,69 \times 0,1 \times (43,3 - 31,8)}{0,2314} = 63,066$$

Bilangan Iod II =

$$\frac{12,69 \times 0,1 \times (43,3 - 32,6)}{0,2149} = 63,184$$

Rata-rata =

$$\frac{63,066 + 63,184}{2} = 63,125$$

Katalis 20% NiO/ γ -Al₂O₃ Turunan Prekursor Klorida

Bilangan Iod I =

$$\frac{12,69 \times 0,1 \times (43,3 - 30,2)}{0,2572} = 64,634$$

Bilangan Iod II =

$$\frac{12,69 \times 0,1 \times (43,3 - 31,9)}{0,2251} = 64,267$$

Rata-rata =

$$\frac{64,634 + 64,267}{2} = 64,451$$

Sehingga dapat disimpulkan penurunan bilangan iod untuk setiap katalis adalah sebagai berikut:

Sampel Hasil Hidrogenasi	Bilangan Iod	Penurunan (%)
Katalis 10% NiO/ γ -Al ₂ O ₃ Turunan Prekursor Nitrat	64,204	20,965
Katalis 20% NiO/ γ -Al ₂ O ₃ Turunan Prekursor Nitrat	65,245	19,683
Katalis 10% NiO/ γ -Al ₂ O ₃ Turunan Prekursor Klorida	63,125	22,292
Katalis 20% NiO/ γ -Al ₂ O ₃ Turunan Prekursor Klorida	64,451	20,661