Ko. Dok. Sogo
Copy : 1

D
660.2
Kur
P

LAPORAN PENELITIAN

PREPARASI KATALIS BERBASIS HIDROTALSIT DENGAN VARIASI LOGAM Co, Ni, Cu, Zn DAN Sn

TUGAS AKHIR

Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Penyelesaian Gelar Diploma IV (D-IV) Program Studi Teknologi Kimia Industri Pada Sekolah Tinggi Manajemen Industri

Disusun oleh :

FAMILIA NURVITASARI	**1511027**
HIJRATIN AYU SARAH	**1511040**

TEKNOLOGI KIMIA INDUSTRI

SEKOLAH TINGGI MANAJEMEN INDUSTRI

KEMENTERIAN PERINDUSTRIAN RI

2015

DATA BUKU PERPUSTAKAAN
Tgl. Terima 31/01/2019
No. Induk Buku 22/TKP/SB/19

LEMBAR PERSETUJUAN DOSEN PEMBIMBING

SEKOLAH TINGGI MANAJEMEN INDUSTRI

KEMENTERIAN PERINDUSTRIAN RI

JUDUL	:	PREPARASI KATALIS BERBASIS HIDROTALSIT DENGAN VARIASI LOGAM Co, Ni, Cu, Zn DAN Sn
NAMA/NIM	:	FAMILIA NURVITASARI (1511027) HIJRATIN AYU SARAH (1511040)
PROGRAM STUDI	:	TEKNOLOGI KIMIA INDUSTRI

Telah diperiksa dan disetujui untuk diajukan serta dipertahankan dalam sidang tugas akhir Sekolah Tinggi Manajemen Industri Kementerian Republik Indonesia

Ketua Program Studi Teknologi Kimia Industri	Dosen Pembimbing
DR. Ir. Gatot Ibnusantosa, DEA	**DR. Ir. Gatot Ibnusantosa, DEA**

LEMBAR PENGESAHAN

KEMENTERIAN PERINDUSTRIAN REPUBLIK INDONESIA
SEKOLAH TINGGI MANAJEMEN INDUSTRI

JUDUL TUGAS AKHIR : **PREPARASI KATALIS BERBASIS HIDROTALSIT DENGAN VARIASI LOGAM Co, Ni, Cu, Zn danSn**

DISUSUN OLEH :

NAMA/NIM : Familia Nurvitasari (1511027)

Hijratin Ayu Sarah (1511040)

PROGRAM STUDI : TEKNOLOGI KIMIA INDUSTRI

Telah diuji oleh Tim Penguji Sidang Tugas Akhir
Program Studi Teknologi Kimia Industri
Sekolah Tinggi Manajemen Industri pada hari Kamis, 27 Agustus 2015

Jakarta, 1 September 2015

Penguji,

Ir. Parulian Leonard Marpaung, MM

Penguji,

Dr. Ir. Gatot Ibnusantosa, DEA

Penguji,

Dr. Ir. Agus Mundiyono

Penguji,

Ir. Roosmariharso, MBA

Kementerian Perindustrian

SEKOLAH TINGGI MANAJEMEN INDUSTRI
Jl. Letjen Suprapto No. 26 Cempaka Putih, Jakarta 10510
Telp. (021) 42886064 Fax. (021) 42883206
www.stmi.ac.id

LEMBAR BIMBINGAN PENYUSUNAN TUGAS AKHIR

Nama : Familia Nurvitasari ; Hijratin Ayu Sarah
NIM : 1511027 ; 1511040
Judul TA : Preparasi Katalis Berbasis Hidrotalsit dengan Variasi Logam Ni, Cu, Co, Zn dan Sn
Pembimbing : Dr.Ir. Gatot Ibnusantosa, DEA
Asisten Pembimbing :

Tanggal	BAB	Keterangan	Paraf
07/04/2015	BAB I	Penyerahan BAB I	
14/04/2015	BAB I	revisi BAB I, konsultasi	
21/04/2015	BAB II	Penyerahan BAB II	
28/04/2015	BAB II	revisi BAB II, konsultasi	
05/05/2015	BAB III	Penyerahan BAB III	
12/05/2015	BAB III	revisi BAB III, konsultasi Pembahasan	
19/05/2015	BAB IV	Penyerahan BAB IV, konsultasi BAB V	
16/06/2015	BAB V	Penyerahan BAB V	
18/06/2015	Keseluruhan BAB dan Abstrak	konsultasi laporan fix dan presentasi	

Mengetahui,
Ka Prodi TKI

Dr.Ir.Gatot Ibnusantosa, DEA
NIP. 195105219800031003

Pembimbing,

Dr.Ir. Gatot Ibnusantosa, DEA
NIP. 195105219800031003

LEMBAR PERNYATAAN KEASLIAN TUGAS AKHIR

Saya Mahasiswa program studi Teknologi Kimia Industri, Sekolah Tinggi Manajemen Industri, Kementerian Perindustrian Republik Indonesia.

Nama : Familia Nurvitasari

NIM : 1511027

Program Studi : Teknologi Kimia Industri

Dengan ini menyatakan bahwa hasil karya Tugas Akhir yang saya buat dengan judul :

PREPARASI KATALIS BERBASIS HIDROTALSIT DENGAN VARIASI LOGAM Ni, Cu, Co, Zn DAN Sn

- Dibuat dan diselesaikan sendiri, dengan menggunakan literatur hasil kuliah, survei lapangan, bimbingan dengan dosen pembimbing dan pembimbing penelitian, melalui tanya jawab maupun asistensi serta buku-buku jurnal acuan yang tertera dalam referensi pada karya tulis Tugas Akhir ini.
- Bukan merupakan duplikasi yang sudah dipublikasikan atau yang pernah dipakai untuk mendapatkan gelar sarjana di Universitas/Perguruan Tinggi lain, kecuali pada bagian-bagian tertentu digunakan referensi pendukung untuk melengkapi informasi dan sumber informasi dengan dicantumkan melalui referensi yang semestinya.
- Bukan merupakan karya tulis terjemahan dari kumpulan buku atau jurnal acuan yang tertera dalam referensi, pada karya Tugas Akhir saya.

Jika terbukti saya tidak memenuhi apa yang telah saya nyatakan seperti yang diatas, maka karya Tugas Akhir saya ini dibatalkan.

Jakarta, Juni 2015

Yang Membuat Pernyataan

Familia Nurvitasari

LEMBAR PERNYATAAN KEASLIAN TUGAS AKHIR

Saya Mahasiswa program studi Teknologi Kimia Industri, Sekolah Tinggi Manajemen Industri, Kementerian Perindustrian Republik Indonesia.

Nama : Hijratin Ayu Sarah

NIM : 1511040

Program Studi : Teknologi Kimia Industri

Dengan ini menyatakan bahwa hasil karya Tugas Akhir yang saya buat dengan judul :

PREPARASI KATALIS BERBASIS HIDROTALSIT
DENGAN VARIASI LOGAM Ni, Cu, Co, Zn DAN Sn

- Dibuat dan diselesaikan sendiri, dengan menggunakan literatur hasil kuliah, survei lapangan, bimbingan dengan dosen pembimbing dan pembimbing penelitian, melalui tanya jawab maupun asistensi serta buku-buku jurnal acuan yang tertera dalam referensi pada karya tulis Tugas Akhir ini.
- Bukan merupakan duplikasi yang sudah dipublikasikan atau yang pernah dipakai untuk mendapatkan gelar sarjana di Universitas/Perguruan Tinggi lain, kecuali pada bagian-bagian tertentu digunakan referensi pendukung untuk melengkapi informasi dan sumber informasi dengan dicantumkan melalui referensi yang semestinya.
- Bukan merupakan karya tulis terjemahan dari kumpulan buku atau jurnal acuan yang tertera dalam referensi, pada karya Tugas Akhir saya.

Jika terbukti saya tidak memenuhi apa yang telah saya nyatakan seperti yang diatas, maka karya Tugas Akhir saya ini dibatalkan.

Jakarta, Juni 2015

Yang Membuat Pernyataan

Hijratin Ayu Sarah

ABSTRAK

Sumber energi fosil bersifat tidak dapat diperbaharui, karena pembentukannya membutuhkan waktu jutaan tahun, sehingga apabila dieksploitasi terus maka akan habis dan berakibat terjadinya krisis energi. Krisis energi mendorong manusia untuk mencari sumber energi alternatif. Salah satu sumber energi alternatif yang dikembangkan di Indonesia adalah biodiesel. Indonesia mempunyai potensi yang sangat besar untuk produksi biodiesel karena sumber bahan baku minyak nabati ini dapat diperoleh dari berbagai tanaman yang tersedia di Indonesia. Kegiatan penelitian yang kami lakukan berdasar pada proyeksi produksi biodiesel yang akan meningkat di tahun 2025 (diperkirakan sebanyak 10,22 juta kilo liter), yaitu tentang pemanfaatan limbah biodiesel yang mengandung gliserol menjadi gas sintetik yang kaya hidrogen. Proses konversi menggunakan dengan katalis logam melalui reaksi reformasi fasa-cair dengan katalis padat. Keuntungan penelitian ini diharapkan dapat mengurangi limbah biodiesel. Penelitian yang dilakukan meliputi preparasi katalis padat dengan media pengemban hidrotalsit, karakterisasi katalis, dan pengujian aktivitas katalis. Preparasi katalis padat dilakukan dengan memvariasikan jenis logam, yaitu Ni, Cu, Sn, Co dan Zn, dengan metode impregnasi. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa pengembanan logam pada hidrotalsit mempengaruhi kinerja katalis dan mempengaruhi produk gas sintetik yang dihasilkan.

Kata kunci : Katalis, hidrotalsit, Ni, Cu, Sn, Co, Zn, reaksi reformasi fasa cair, gliserol, gas sintetik.

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum, Wr. Wb.

Puji syukur penyusun ucapkan kehadirat Allah SWT atas segala rahmat dan karunia yang telah diberikan sehingga laporan penelitian ini dapat penyusun selesaikan dengan baik. Laporan penelitian ini dilakukan oleh dua orang yaitu Familia Nurvitasari dan Hijratin Ayu Sarah. Keberhasilan penyelesaian laporan ini tidak terlepas dari orang – orang disekitar penyusun yang telah memberikan bimbingan, bantuan dan dorongan semangat yang diberikan hingga terselesaikannya laporan penelitian ini. Rasa terima kasih penyusun ucapkan kepada :

- Orang tua penyusun yang tidak henti-hentinya memberikan dukungan secara moral, materi dan do'a sehingga laporan ini dapat diselesaikan dengan baik.
- Bapak Drs.Achmad Zawawi,MA,MM selaku Ketua Sekolah Tinggi Manajemen Industri Kemenperin Republik Indonesia.
- Bapak DR.Ir.Gatot Ibnusantosa,DEA selaku Ketua Program Studi Teknologi Kimia Industri STMI sekaligus Dosen Pembimbing Kami. Terima kasih atas bimbingan dan masukan dalam penyelesaian laporan penelitian ini.
- Ibu Kiky Corneliasari Sembiring, M.Eng selaku Pembimbing di Pusat Penelitian Kimia – LIPI. Terima kasih atas ilmu dan masukan yang bijaksana untuk dapat menambah pengetahuan penyusun.
- Mba Lutfi selaku Pembimbing Lapangan. Terimakasih telah sangat membantu dalam pelaksanaan penelitian ini.
- Fahri Ashar yang menjadi *partner* setia walau beda Institusi, Rekan-rekan Institusi dari UIN (Lutfi, Didik, Agung) yang setia manjadi teman sharing di laboratorium.

- Sahabat seperjuangan Teknologi Kimia Industri Angkatan 2011 yang selalu memberikan motivasi dan dukungan yang luar biasa. Semoga kita semua lulus bersama tahun ini. Aamiin
- Semua pihak yang telah membantu penyusunan laporan ini yang tidak dapat disebutkan satu persatu.

Penyusun menyadari bahwa laporan ini masih sangat jauh dari kata sempurna, oleh karena itu penyusun mengharapkan saran dan kritik yang membangun agar lebih baik lagi di masa yang akan datang. Akhir kata, penyusun mengharapkan agar semua tugas yang penyusun laksanakan selama ini mendapat pahala dari Allah SWT dan semoga laporan ini dapat bermanfaat bagi kita semua. *Aamiin Yaa Robbal Alaamiin.*

Serpong, 10 Juni 2015

Penyusun

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN	ii
KATA PENGANTAR	iii
DAFTAR ISI	v
DAFTAR GAMBAR	viii
DAFTAR TABEL	ix
BAB I PENDAHULUAN	1
I.1 Latar Belakang	1
I.2 Rumusan Masalah	3
I.3 Batasan Masalah	3
I.4 Tujuan Penelitian	3
I.5 Manfaat Penelitian	4
I.6 Ruang Lingkup Penelitian	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
II.1 Katalis	5
II.1.1 Parameter Katalis	5
II.1.2 Jenis Katalis	6
II.1.3 Katalis Heterogen	6
II.2 Preparasi Katalis	8

II.1.5 Impregnasi 8

II.1.6 Presipitasi 8

II.2 Hidrotalsit 8

II.2.1 Struktur dan Sifat Hidrotalsit 10

II.3 Logam Transisi [illegible]

II.3.1 Nikel (Ni) [illegible]

II.3.2 Tembaga (Cu) [illegible]

II.3.3 Kobalt (Co) [illegible]

II.3.4 *Zinc* (Zn) [illegible]

II.3.5 Timah (Sn) [illegible]

II.4 Gliserol [illegible]

II.5 Poliester (Polioester) [illegible]

II.6 Reaksi Polimerisasi [illegible] [illegible]

II.7 Karakterisasi dan Analisa Hidrotalsit [illegible]

II.7.1 Spektrofotometri IR (FTIR) [illegible]

II.7.2 *Brunauer Emmet and Teller* (BET) [illegible]

II.7.3 *X-Ray Diffractometer* (XRD) [illegible]

II.7.4 *Thermogravimetric Differential Thermal Analyses* (TG/DTA) [illegible]

BAB III METODOLOGI PENELITIAN 29

III.1 Metodologi 29

III.2 Peralatan 29

III.2.1 Bahan 29

III.2.2 Alat 29

III.2.3 Prosedur 30

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN 33

IV.1 Karakterisasi Katalis 33

IV.1.1 Absorpsi CO_2 33

IV.1.2 Metode BET (*Brunauer Emmet and Teller*) 36

IV.1.3 Metode Karakterisasi XRD (*X-Ray Diffractometer*) 39

IV.1.4 Metode TGA (*Thermogravimetric Analysis*) 41

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN 48

V.1 Kesimpulan 48

V.2 Saran 48

DAFTAR PUSTAKA

LAMPIRAN

DAFTAR GAMBAR

		Halaman
Gambar II-1	Hubungan Katalis dengan Energi Aktivasi	5
Gambar II-2	(a) Struktur *brucite*; (b) Struktur Hidrotalsit	10
Gambar II-3	(a) Struktur LSH, (b) Struktur LDH	11
Gambar II-4	Struktur Lapisan Kristal Hidrotalsit	11
Gambar II-5	Struktur Gliserol	19
Gambar II-6	Struktur Etanol	20
Gambar II-7	Proses APR	21
Gambar III-1	Prosedur Pembuatan Katalis	31
Gambar IV-1	Absorpsi CO_2 Hidrotalsit dengan Variasi Logam	34
Gambar IV-2	Hasil Analisis XRD	40
Gambar IV-3	Termogram Katalis HTLC TGA/DSC	42
Gambar IV-4	Termogram Katalis Co/HTLC TGA/DSC	44
Gambar IV-5	Termogram Katalis Cu/HTLC TGA/DSC	44
Gambar IV-6	Termogram Katalis Ni/HTLC TGA/DSC	45
Gambar IV-7	Termogram Katalis Sn/HTLC TGA/DSC	45
Gambar IV-8	Termogram Katalis Zn/HTLC TGA/DSC	46

DAFTAR TABEL

		Halaman
Tabel IV-1	Data BET Hidrotalsit dengan Variasi Logam	39
Tabel IV-2	Analisis TGA Hidrotalsit Komersial (HTLC)	42
Tabel IV-3	Hasil Uji Aktivasi	50

MILIK PERPUSTAKAAN STMI
Membaca : Ibadah, Mengambil : Dosa

BAB I
PENDAHULUAN

I.1 Latar Belakang

Kebutuhan energi dunia selama ini sebagian besar bertumpu pada jenis bahan bakar minyak dan gas bumi, dengan minyak sebagai prioritas utama. Pemanfaatan bahan bakar minyak (BBM) yang meluas sebagai sumber energi pada berbagai bidang baik industri maupun rumah tangga mengakibatkan eksploitasi minyak mentah dari sumbernya dilakukan secara terus-menerus dan besar-besaran. Minyak mentah atau disebut juga bahan bakar fosil merupakan salah satu sumber daya alam yang tidak dapat diperbaharui, karena pembentukannya membutuhkan waktu jutaan tahun, sehingga apabila dieksploitasi terus maka lama kelamaan akan habis dan berakibat terjadinya krisis terhadap BBM. Krisis BBM mendorong manusia untuk mencari sumber energi alternatif lainnya.

Berdasarkan hasil kajian Departemen Energi dan Sumber Daya Mineral (ESDM), menunjukkan bahwa dengan persediaan minyak mentah di Indonesia, yaitu sekitar 9 milyar barrel, dan dengan laju produksi rata – rata 500 juta barrel per tahun, persediaan tersebut akan habis dalam 18 tahun. Untuk mengurangi ketergantungan terhadap minyak bumi, satu – satunya cara adalah dengan mengembangkan bahan bakar alternatif ramah lingkungan dan salah satu sumber energi alternatif tersebut adalah biodiesel. Dalam *road map blueprint* Pengelolaan Energi Nasional, pada tahun 2025 pasokan biodiesel ditargetkan mencapai 10,22 juta kilo liter atau setara dengan mensubstitusi minyak solar sebanyak 20 % dari kebutuhan energi nasional (Biofuel National Team, 2006).

Dengan perkiraan rata – rata konversi biodiesel 90 %, maka gliserol yang dihasilkan adalah 10 % dari produksi. Sehingga akan dihasilkan gliserol yang akan terus bertambah disetiap tahunnya. Peraturan Presiden No. 5/2006 tentang Kebijakan

Energi Nasional menyebutkan kuota bahan bakar nabati (BBN) jenis biodiesel pada tahun 2011 – 2015 sebesar 3 % dari konsumsi energi nasional atau setara dengan 1,5 juta kilo liter. Padahal kapasitas produksi biodiesel dalam negeri baru mencapai 680 ribu kilo liter, itu berarti produksi biodiesel di Indonesia masih kurang 820 ribu kilo liter lagi. Melihat kondisi ini menjadikan peluang bisnis biodiesel masih sangat menjanjikan (Budiman, 2012). Namun bila proses pengolahan gliserol tidak dikembangkan secara baik maka bukan tidak mungkin gliserol tersebut akan menjadi limbah yang nantinya membahayakan bagi lingkungan. Oleh karena itu penting untuk mengaplikasikan strategi inovasi proses yang baru sehingga meningkatkan jumlah produksi pengolahan gliserol menjadi produk lain yang lebih beguna dan memiliki nilai jual (Iwan dkk).

Sejak lima tahun terakhir Indonesia mengalami penurunan produksi minyak nasional yang disebabkan menurunnya secara alamiah (*nature decline*) cadangan minyak pada sumur-sumur yang berproduksi. Di lain pihak, pertambahan jumlah penduduk telah meningkatkan kebutuhan sarana transportasi dan aktivitas industri yang berakibat pada peningkatan kebutuhan dan konsumsi Bahan Bakar Minyak (BBM) nasional. Untuk memenuhi kebutuhan tersebut pemerintah mengimpor sebagian BBM. Besarnya ketergantungan Indonesia pada BBM impor semakin memberatkan pemerintah ketika harga minyak dunia terus meningkat yang mencapai di atas US $ 70 per barrel pada Agustus 2005, karena semakin besarnya subsidi yang harus diberikan pemerintah terhadap harga BBM nasional.

Melihat kondisi tersebut, pemerintah telah mengumumkan rencana untuk mengurangi ketergantungan Indonesia pada bahan bakar minyak, dengan meluncurkan Peraturan Presiden Republik Indonesia Nomor 2006 tentang Kebijakan Energi Nasional untuk mengembangkan sumber energi alternatif sebagai pengganti Bahan Bakar Minyak. Walaupun kebijakan tersebut menekankan penggunaan batu bara dan gas sebagai pengganti BBM, kebijakan tersebut juga menetapkan sumber

daya yang dapat diperbaharui seperti bahan bakar nabati sebagai alternatif pengganti BBM.

Beberapa bahan bakar nabati yang dapat dikembangkan adalah biodiesel. Indonesia mempunyai potensi yang sangat besar untuk menghasilkan biodiesel mengingat bahan bakar nabati ini dapat memanfaatkan kondisi grafis dan sumber bahan baku minyak nabati dari berbagain tanaman yang tersedia di Indonesia. Dengan adanya produksi biodiesel yang akan meningkat di tahun 2025 (diperkirakan sebanyak 10,22 juta kilo liter). Dari studi limbah biodiesel yang mengandung gliserol sebesar 10% tersebut dengan itu kami melakukan penelitian tentang pemanfaatan limbah biodiesel yang mengandung gliserol menggunakan reformasi fasa-cair dengan katalis padat (hidrotalsit dengan variasi logam Co, Ni, Cu, Zn dan Sn). Keuntungan penelitian ini akan mengurangi limbah biodiesel di Indonesia dengan cara mengubah gliserol menjadi gas sintetis.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian diatas maka dapat dirumuskan permasalahan sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh penambahan logam pada hidrotalsit.
2. Bagaimana unjuk kerja katalis untuk reaksi reformasi fasa cair.

1.3. Batasan Masalah

Dalam penelitian ini permasalahan dibatasi pada :

1. Gliserol yang digunakan adalah gliserol murni.
2. Hidrotalsit yang digunakan adalah hidrotalsit komersil.

1.4. Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah mempelajari pengembanan logam pada hidrotalsit dan unjuk kerjanya untuk reaksi reformasi fasa cair.

1.5. Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah mengetahui karakteristik katalis dan pemanfaatannya untuk reaksi reformasi fasa cair dalam memproses gliserol untuk menghasilkan gas sintesis.

I.6. Ruang Lingkup Penelitian

Penelitian ini dilakukan dalam skala laboratorium Katalis, Pusat Penelitian Kimia-Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (P2KIMIA-LIPI) Serpong, dengan bahan-bahan yang digunakan antara lain katalis hidrotalsit, gliserol murni dan variasi logam Ni, Cu, Co, Zn dan Sn.

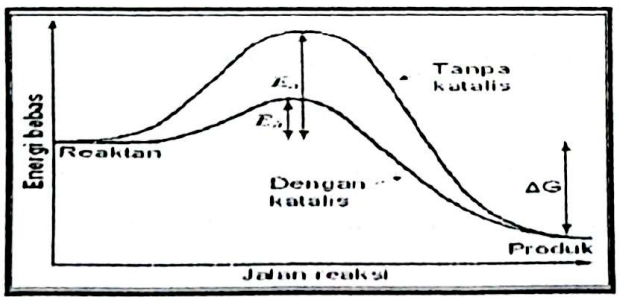
MILIK PERPUSTAKAAN STMI
Membaca : Ibadah, Mengambil : Dosa

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

II.1 Katalis

Katalis merupakan suatu senyawa yang dapat menyebabkan suatu reaksi berlangsung lebih cepat mencapai kesetimbangan kimianya. Katalis terlibat dalam proses reaksi, namun dihasilkan kembali pada akhir reaksi tanpa tergabung dengan senyawa produk reaksi. Katalis dapat mempercepat reaksi dengan memberikan mekanisme alternatif yang berbeda dengan mekanisme reaksi tanpa katalis. Mekanisme alternatif tersebut mempunyai energi aktivasi yang lebih rendah daripada reaksi tanpa katalis, seperti terlihat dalam gambar II-1. Energi aktivasi adalah energi minimum yang dibutuhkan campuran reaksi untuk menghasilkan produk (Farida, 2008).



Gambar II-1 Hubungan Katalis dengan Energi Aktivasi

II.1.1 Parameter Katalis

Untuk menilai baik tidaknya suatu katalis, ada beberapa parameter yang harus diperhatikan, antara lain (Nurhayati, 2008) :

a. Aktivitas, yaitu kemampuam katalis untuk mengkonversi reaktan menjadi produk yang diinginkan.
b. Selektivitas, yaitu kemampuan katalis mempercepat suatu reaksi di antara beberapa reaksi yang terjadi sehingga produk yang diinginkan dapat diperoleh dengan produk sampingan seminimal mungkin.
c. Kestabilan, yaitu lamanya katalis memiliki aktivitas dan selektivitas seperti pada keadaan semula.
d. Rendemen katalis / Yield, yaitu jumlah produk tertentu yang terbentuk untuk setiap satuan reaktan yang terkonsumsi.
e. Kemudahan diregenerasi, yaitu proses mengembalikan aktivitas dan selektivitas katalis seperti semula.

II.1.2 Jenis Katalis

Berdasarkan fasanya, katalis dapat digolongkan menjadi tiga jenis, yaitu katalis homogen, katalis heterogen, dan katalis enzim. Katalis homogen adalah katalis yang mempunyai fasa yang sama dengan fasa substrat, dimana interaksi yang terjadi antara substrat dan katalis biasanya merupakan interaksi cair – cair. Katalis heterogen adalah katalis yang mempunyai fasa yang berbeda dengan fasa substrat. Sedangkan katalis enzim merupakan molekul protein dengan ukuran koloid. Katalis ini memiliki fasa yang berada diantara katalis homogen dan heterogen (Nurhayati, 2008).

II.1.3 Katalis Heterogen

Katalis heterogen merupakan katalis yang berupa padatan / fasa padat, dan berinteraksi dengan reaktan yang berbeda fasa, yaitu cair atau gas, sehingga interaksi yang mungkin terjadi dapat berupa padat-gas atau padat-cair. Reaksi antara reaktan dengan katalis heterogen umumnya terjadi di permukaan katalis dan disebut kontak katalis.

Pada proses katalisis heterogen terjadi tahapan reaksi (siklus katalitik) tertentu. Siklus katalitik tersebut didahului dengan terjadinya transfer reaktan menuju permukaan katalis. Reaktan kemudian berinteraksi dengan katalis sehingga terjadi proses adsorpsi pada permukaan katalis. Spesies yang teradsorpsi akan bereaksi untuk menghasilkan produk. Pada tahap ini terjadi penurunan energi aktivasi reaksi. Setelah reaksi selesai, produk yang terbentuk akan terdesorpsi dari permukaan katalis, lalu menjauhi katalis.

Transfer reaktan menuju katalis maupun produk menjauhi katalis hanya merupakan suatu transport fisik. Sedangkan proses adsorpsi dan desorpsi telah melibatkan perubahan kimia, dimana terjadinya interaksi antara reaktan dan katalis.

Katalis heterogen banyak digunakan pada industri kimia karena mempunyai kelebihan dibandingakan jenis katalis lainnya. Katalis heterogen mempunyai aktivitas katalitik dan selektivitas yang tinggi, serta tidak mudah mengkorosi / merusak reaktor. Katalis heterogen juga mudah dipisahkan dari produk reaksi maupun reaktan setelah proses reaksi selesai. Selain itu, katalis dapat diregenerasi dan digunakan berulang kali, serta aman bagi lingkungan.

Suatu katalis heterogen mempunyai dua komponen utama, yaitu fasa aktif dan penyangga. Fasa aktif berfungsi untuk mempercepat dan mengarahkan reaksi. Fasa aktif dari katalis bisa menjadi tidak aktif (terdeaktivasi) karena beberapa sebab seperti kehadiran CO, CO_2, dan senyawa – senyawa sulfur, serta suhu reaksi yang terlalu tinggi. Sedangkan penyangga atau *support* berfungsi untuk memberikan luas permukaan yang lebih besar bagi fasa aktif, memperbaiki kekuatan mekanik, serta meningkatkan stabilitas termal dan efektivitas katalis (Nurhayati, 2008).

II.2 Preparasi Katalis

Tujuan utama dari suatu metode preparasi adalah untuk mendistribusikan fasa aktif dengan cara yang paling efisien (misalnya dalam bentuk terdispersi, yaitu untuk memperoleh luas permukaan spesifik yang besar dan juga aktivitas maksimum persatuan berat dari senyawa aktif). Pada permukaan padatan penyangga (Figueras, 1988).

Secara garis besar, pembuatan katalis yang banyak digunakan adalah metode impregnasi dan metode presipitasi (Moulijin, 1993).

II.2.1 Impregnasi

Menurut teknik pembuatannya, preparasi katalis dengan metode impregnasi dibagi menjadi dua, yaitu :

a. Impregnasi Basah

Pada metode ini penyangga dibasahi dengan sejumlah larutan yang mengandung senyawa logam yang sesuai dengan volume pori – pori penyangga, setelah itu dikeringkan. Keuntungan cara ini adalah proses pembuatannya sederhana, murah, dan pemuatan logam dapat dilakukan berulang kali. Sedangkan kelemahannya adalah jumlah logam yang terimpregnasi sangat tergantung pada kelarutan senyawa logam tersebut.

b. Impregnasi Rendam

Pada metode ini penyangga dicelupkan dalam suatu larutan senyawa logam. Larutan diaduk selama beberapa waktu tertentu, disaring, dan hasilnya dikeringkan. Sedangkan cairan induknya dapat dimanfaatkan kembali. Cara ini sering digunakan pada jenis prekursor yang berinteraksi dengan

penyangga. Secara industri, proses ini lebih mahal karena produktivitasnya rendah dan sistem daur ulang cairan induknya cukup rumit.

II.2.2 Presipitasi

Secara umum prosedur presipitasi adalah mengontakkan larutan garam logam dengan larutan alkali, ammonium hidroksida atau natrium karbonat untuk mengendapkan logam hidroksida atau logam karbonat. Dasar pemilihan senyawa yang akan digunakan dalam metode presipitasi berdasarkan pada kemudahan perolehanya dan sifat kelarutannya dalam air.

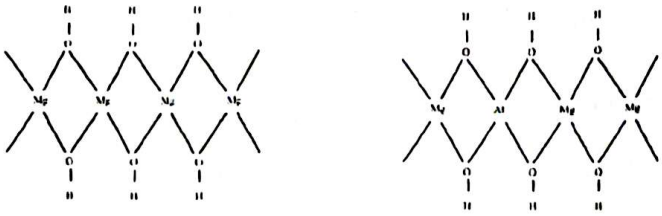
II.3 Hidrotalsit

Hidrotalsit merupakan suatu lempung anionik yang dapat terbentuk secara alami. Dalam bentuk naturalnya adalah suatu hidrokarbonat dari magnesium dan alumunium yang keberadaannya di alam sangat jarang dibandingkan dengan lempung kationik yang melimpah (Bejoy, 2001). Hidrotalsit pertama kali ditemukan di Swedia sekitar tahun 1842. Sintesis hidrotalsit merupakan subyek riset yang diminati karena adanya kemudahan dalam mengontrol komposisi kimia, kemungkinan peningkatan luas permukaan aktif serta volume *interlayer* dari anion terinterkalasi sehingga dapat diaplikasikan sebagai sorben dan katalis atau pengemban katalis yang unggul.

Senyawa hidrotalsit mempunyai formula umum $[M^{II}_{1-x}M_x^{III}(OH)_2]^{x+}[A^{m-}_{x/m}.nH_2O]^{x-}$, dengan M^{II} berupa kation divalen seperti Mg^{2+}, Ca^{2+}, Zn^{2+}, Mn^{2+}, Fe^{2+}, Co^{2+}, atau Zn^{2+}, M^{III} berupa kation trivalen seperti Al^{3+}, Fe^{3+}, Cr^{3+}, Mn^{3+}, Co^{3+}, Ni^{3+}, atau La^{3+}, sedangkan A^{m-} berupa anion organik maupun anorganik yang mengisi ruang antar lapis dapat berupa OH^-, Cl^-, NO_3^-, CO_3^-, atau SO_4^{2-} (Zhiqiang Yang et. al., 2007).

II.3.1 Struktur dan Sifat Hidrotalsit

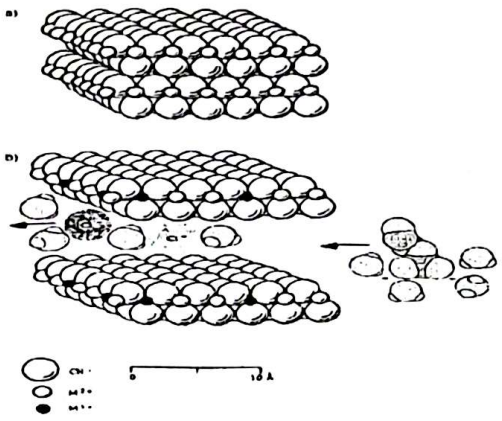
Hidrotalsit dalam bentuk naturalnya adalah suatu hidroksikarbonat dari magnesium dan alumunium dengan formula $[Mg_6Al_2(OH)_{16}]^{2+}$ $CO_3^{2-}.4H_2O$. Struktur kimia hidrotalsit didasarkan pada struktur senyawa *brucite*, $Mg(OH)_2$. Senyawa *brucite* adalah senyawa yang tersusun atas tatanan heksagonal dari ion hidroksida. Lembaran – lembaran dari situs oktahedral ditempati oleh ion-ion Mg^{2+}, seperti terlihat dalam gambar II-2.



(a) (b)

Gambar II-2 (a) Struktur *Brucite*; (b) Struktur Hidrotalsit (Hickey, 2001)

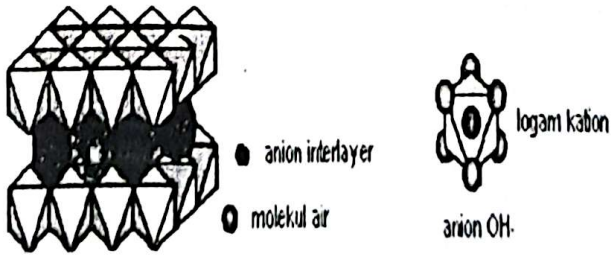
Struktur *Layered Single Hydroxide* (LSH) seperti $Mg(OH)_2$ (*brucite*), memiliki lapisan hidroksida dengan ikatan yang sama kuat sehingga dapat dipisahkan dan diinteraksi dengan molekul polar yang tidak bermuatan. Adapun struktur LDH terbentuk dengan menggantikan sepertiga bagian dari kation divalen pada lapisan hidroksida logam dengan ion trivalen seperti Al^{3+}, Fe^{3+}, Cr^{3+}. Penggantian ini menyebabkan kelebihan muatan positif pada lapisan hidroksida logam. Daerah antarlapisan hidroksida logam yang satu dengan yang lain akan dipisahkan oleh suatu interlayer yang merupakan gabungan antara anion dengan empat molekul H_2O yang terikat lemah pada sisi muatan positif yang berlebih (Arrhenius, 2003). Struktur LSH dan LDH dapat dilihat pada Gambar II-3.



Gambar II-3 (a) Struktur LSH, (b) Struktur LDH (Arrhenius, 2003)

Dengan dasar senyawa *brucite* ini, beberapa ion Mg^{2+} pada senyawa hidrotalsit digantikan oleh alumunium yang bermuatan positif lebih besar tetapi jari-jarinya tidak jauh berbeda. Hal ini menjadikan *brucite* sebagai jaringan muatan positif.

Hidrotalsit terdiri dari tumpukan lapisan-lapisan hidroksida dari magnesium dan alumunium yang bermuatan positif sehingga membutuhkan anion di antara lapisan tersebut (anion interlayer) untuk menyeimbangkan muatannya (Orthman et al., 2000). Struktur hidrotalsit dengan anion interlayer ditunjukkan pada Gambar II-4.



Gambar II-4 Struktur Lapisan Kristal Hidrotalsit

Senyawa hidrotalsit sekarang ini telah banyak dikembangkan karena potensi yang dimilikinya baik untuk adsorben (Wright, 2002), penukar ion dan sebagai

katalis (Kishore *and* Kannan, 2002; 2004). Wright (2002) menyebutkan bahwa hidrotalsit memiliki sejumlah sifat, diantaranya adalah :

1. Luas permukaan yang cukup besar (100-300 m^2/gram).
2. Padatan pendukung yang dapat disisipi oleh logam katalis dengan dispersi logam pada struktur hidrotalsit yang cukup tinggi.
3. Memiliki efek sinergis antar lapisan.
4. Memiliki *memory effect* (dapat diregenerasi).

Hidrotalsit sebagai katalis mempunyai beberapa keuntungan diantaranya proses penanganannya mudah, mudah dipisahkan dengan produk, ramah lingkungan dan menghasilkan produk yang bagus (Kishore *and* Kannan, 2002). Perannya sebagai katalis, senyawa hidrotalsit banyak digunakan dalam berbagai reaksi yang berkataliskan basa seperti, kondensasi aldol, isomerasi ikatan rangkap alkena, dan dehidrogenasi 2-propanol (Kishore *and* Kannan, 2004).

II.4 Variasi Logam

II.4.1 Nikel (Ni)

Nikel merupakan unsur kimia metalik dalam tabel periodik yang memiliki simbol Ni dan nomor atom 28. Nikel mempunyai sifat tahan karat. Dalam keadaan murni, nikel bersifat lembek, tetapi jika dipadukan dengan besi, krom dan logam lainnya, dapat membentuk baja tahan karat yang keras, mudah ditempa, dan merupakan konduktor yang agak baik terhadap panas dan listrik.

Logam putih keperak – perakan yang dapat ditempa dan ditarik ini memiliki massa atom relatif 58,6934 $g.mol^{-1}$, masa jenis sebesar 8,91 $g.cm^{-3}$, dengan titik lebur 1453 °C, dan titik didih 2732 °C. Logam ini juga memiliki struktur kristal pemusatan kubik *(face-centered cubic).*

Pada suhu kamar nikel bereaksi lambat dengan udara, tetapi jika dibakar reaksi berlangsung cepat membentuk oksida NiO, sedangkan dengan Cl_2 akan membentuk klorida ($NiCl_2$). Nikel akan mudah larut dalam asam nitrat dan jika bereaksi dengan H_2S akan menghasilkan endapan berwarna hitam. Dalam kehidupan sehari – hari nikel seringkali digunakan sebagai katalis untuk menghidrogenasi minyak sayur sehingga menjadikannya padat.

II.4.2 Tembaga (Cu)

Cu atau tembaga merupakan logam berwarna kemerahan dengan nomor atom 29 yang dapat mengkilap bila digosok, dapat ditempa, penghantar panas pada listrik yang baik, tidak mudah berkarat tetapi bila terkena udara warnanya akan berubah menjadi hijau oleh terbentuknya tembaga karbonat.

Secara fisik tembaga berwarna kuning dan apabila dilihat dengan menggunakan mikroskop bijih akan berwarna pink kecoklatan sampai keabuan, mempunyai sistem kristal kubik, melebur pada 1083 °C, dan memiliki titik didih 2595 °C, dengan massa atom relatif 63,546 $g.mol^{-1}$ serta massa jenis sebesar 8,92 $g.cm^{-3}$ (Wikipedia). Tembaga tidak larut dalam asam klorida dan asam sulfat encer, meskipun dengan adanya oksigen bisa larut sedikit.

Selama ini tembaga sudah banyak digunakan dalam kehidupan sehari – hari, seperti untuk kabel listrik karena sifatnya yang baik sebagai penghantar panas pada listrik. Namun saat ini kegunaan tembaga sudah lebih berkembang, salah satunya dimanfaatkan sebagai katalis untuk mengaplikasikan konversi metanol menjadi hidrogen (Mikrajuddin dkk, 2008). Hidrogen itulah yang nantinya akan dijadikan sebagai bahan bakar alternatif yang ramah lingkungan, guna mengatasi masalah bahan bakar fosil yang kian langka.

II.4.3 Kobalt (Co)

Kobalt adalah suatu unsur kimia dalam tabel periodik yang memiliki lambang Co dan nomor atom 27. Warna kobalt sedikit berkilauan, metalik, keabu - abuan. Kobalt dengan massa atom relatif 58,933195 $g.mol^{-1}$ dan massa jenisnya 8,9 $g.cm^{-3}$ akan melebur pada suhu 1495°C dan mendidih pada suhu 2870°C (Wikipedia). Memiliki struktur kristal heksagonal. Kobalt relatif tidak reaktif, meskipun ia larut lambat sekali dalam asam mineral encer. Unsur kimia kobalt juga merupakan suatu unsur dengan sifat rapuh agak keras dan mengandung metal serta kaya sifat magnetis.

Secara kimia kobalt mudah larut dalam asam – asam mineral encer, namun kurang reaktif, dan dapat membentuk senyawa kompleks. Kobalt yang bereaksi dengan hidrogen sulfida akan membentuk endapan berwarna hitam. Selain itu, logam ini juga memiliki sifat yakni tahan terhadap korosi.

Semakin berkembangnya penelitian yang dilakukan, kini kobalt tidak hanya dapat digunakan sebagai campuran pigmen cat, bahan baja tahan karat atau digunakan dalam penyepuhan listrik oleh karena penampilannya, kekerasannya, dan perlawanannya terhadap oksidasi saja. Namun saat ini kobalt sudah bisa dimanfaatkan sebagai katalis guna memanfaatkan gliserol sebagai hasil samping biodiesel menjadi produk kimia lain, seperti etanol, metanol, dan asetaldehid yang memiliki nilai ekonomis (Yuyun dkk, 2010).

II.4.4 *Zinc* (Zn)

Zinc merupakan salah satu unsur kimia dengan simbol Zn dan bernomor atom 30 di dalam tabel periodik, dengan massa atom relatif 65,39 $g.mol^{-1}$ dan massa jenisnya 7,14 $g.cm^{-3}$. *Zinc* adalah logam putih-kebiruan, berkilau, dan cukup mudah untuk ditempa. *Zinc* melebur pada 410°C dan mendidih pada 906°C. Dibandingkan dengan logam – logam lainnya, *zinc* memiliki titik lebur dan titik didih yang relatif

rendah. Dan sebenarnya pun, titik lebur *zinc* merupakan yang terendah di antara semua logam – logam transisi.

Zinc sedikit kurang padat daripada besi dan berstruktur kristal heksagonal. Logam ini keras dan rapuh pada kebanyakan suhu, namun menjadi dapat ditempa antara 100 sampai 150 °C. Di atas 210 °C, logam ini kembali menjadi rapuh dan dapat dihancurkan menjadi bubuk dengan memukul – mukulnya. Pada umumnya, *zinc* berada di alam dalam bentuk persenyawaan sulfida yaitu *zinc* sulfida (ZnS).

Zinc cukup rektif dan merupakan reduktor kuat. Permukaan logam *zinc* murni akan cepat mengusam, membentuk lapisan *zinc* karbonat ($Zn_5(OH)_6CO_3$), seketika berkontak dengan karbon dioksida. Lapisan ini membantu mencegah reaksi lebih lanjut dengan udara dan air. *Zinc* bereaksi dengan asam, basa, dan non-logam lainnya. *Zinc* yang sangat murni hanya akan bereaksi secara lambat dengan asam pada suhu kamar. Asam kuat seperti asam klorida maupun asam sulfat dapat menghilangkan lapisan pelindung *zinc* karbonat dan reaksi *zinc* dengan air yang ada akan melepaskan gas hidrogen.

Zinc juga mampu menghantarkan listrik, walaupun tidak seefektif tembaga dan terbakar di udara pada suhu tinggi merah menyala. Unsur ini juga menunjukkan sifat yang sangat mudah dibentuk *(superplasticity)*.

Selama ini ZnS digunakan sebagai pengubah berkas elektron menjadi cahaya tampak dalam layar TV. Namun kini manfaat Zn telah dikembangkan sebagai katalis untuk membantu reaksi konversi gliserol sebagai hasil samping dari biodiesel menjadi produk kimia lain yang memiliki nilai ekonomis seperti halnya logam Co (Yuyun dkk, 2010).

II.4.5 Timah (Sn)

Timah adalah sebuah unsur kimia dalam tabel periodik yang memiliki simbol Sn dan nomor atom 50. Timah merupakan logam berwarna putih keperakan, dengan kekerasan yang rendah, dapat ditempa *(melleable)*, mempunyai sifat konduktivitas panas dan listrik yang tinggi, relatif lunak, tahan karat dan memiliki titik leleh yang rendah, serta memiliki struktur kristal yang tinggi. Jika struktur ini dipatahkan, terdengar suara yang sering disebut tangisan timah ketika sebatang unsur ini dibengkokan. Dalam keadaan normal 13°C – 160°C, logam ini bersifat mengkilap dan mudah dibentuk. Timah juga tidak mudah teroksidasi dalam udara sehingga tahan karat (Ghanie, 2011).

Timah memiliki titik lebur 232°C, titik didih 2270°C dengan masing – masing massa atom relatif dan massa jenisnya adalah 118,710 $g.mol^{-1}$ dan 7,29 $g.cm^{-3}$. Timah merupakan logam lunak, fleksibel, dan berwarna abu – abu metalik yang tidak mudah dioksidasi dan tahan terhadap korosi disebabkan terbentuknya lapisan oksida timah yang menghambat proses oksidasi lebih jauh. Timah tahan terhadap korosi air distilasi dan air laut, akan tetapi dapat diserang oleh asam kuat, basa, dan garam asam. Proses oksidasi dipercepat dengan meningkatnya kandungan oksigen dalam larutan (Ghanie, 2011).

Jika timah dipanaskan dengan adanya udara maka akan terbentuk SnO_2. Timah larut dalam HCl, HNO_3, H_2SO_4, dan beberapa pelarut organik seperti asam asetat, asam oksalat, dan asam sitrat. Timah juga larut dalam basa kuat seperti NaOH dan KOH (Ghanie, 2011).

Logam timah banyak dipakai untuk pembuatan berbagai macam senyawaan kimia. Salah satu senyawa kimia yang sangat penting adalah SnO_2 yang dipakai untuk resistor dan dielektrik (Ghanie, 2011).

Selain itu logam ini juga banyak dipakai untuk pembuatan kapasitor karena ketahanan terhadap panas serta listriknya yang cukup tinggi. Dan tentu juga sering dipakai untuk pembuatan katalis (Ghanie, 2011).

II.5 Gliserol

Gliserol dengan nama lain propana-1,2,3-triol, atau gliserin, merupakan senyawa alkohol trihidrat dengan rumus kimia $C_3H_8O_3$, pada temperatur kamar berbentuk cairan memiliki warna bening seperti air, kental, higroskopis dengan rasa yang manis (Kem, 1966). Gliserol terdapat secara alami dalam persenyawaan sebagai gliserida didalam semua jenis minyak dan lemak baik dari tumbuhan maupun hewan, dan gliserol didapatkan dari proses saponifikasi minyak pada pembuatan sabun, atau pemisahan secara langsung dari lemak pada pemroduksian asam lemak. Sejak 1949 gliserol juga diproduksi secara sintesis dari propilen. Dan proses secara sintesis tercatat kurang lebih sekitar 50 % dari total gliserol di pasaran.

Cairan kental dengan densitas 1,261 g/cm^3, memiliki bobot molekul 92,09382 g/mol, titik beku 17,9 °C, titik leleh 18,2 °C, dan titik didih 290 °C. Gliserol merupakan asam lemak tak jenuh yang larut dengan sempurna dalam air dan mudah terhidrogenasi (Kem, 1966).

Berdasarkan hasil kajian Departemen Energi dan Sumber Daya Mineral (ESDM), menunjukkan bahwa dengan persediaan minyak mentah di Indonesia, yaitu sekitar 9 milyar barrel, dan dengan laju produksi rata – rata 500 juta barrel per tahun, persediaan tersebut akan habis dalam 18 tahun. Untuk mengurangi ketergantungan terhadap minyak bumi, satu – satunya cara adalah dengan mengembangkan bahan bakar alternatif ramah lingkungan dan salah satu sumber energi alternatif tersebut adalah biodiesel. Dalam *road map blueprint* Pengelolaan Energi Nasional, pada tahun 2025 pasokan biodiesel ditargetkan mencapai 10,22 juta kilo liter atau setara dengan

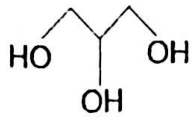
mensubstitusi minyak solar sebanyak 20 % dari kebutuhan energi nasional (Biofuel National Team, 2006).

Dengan perkiraan rata – rata konversi biodiesel 90 %, maka gliserol yang dihasilkan adalah 10 % dari produksi. Sehingga akan dihasilkan gliserol yang akan terus bertambah disetiap tahunnya. Peraturan Presiden No. 5/2006 tentang Kebijakan Energi Nasional menyebutkan kuota bahan bakar nabati (BBN) jenis biodiesel pada tahun 2011 – 2015 sebesar 3 % dari konsumsi energi nasional atau setara dengan 1,5 juta kilo liter. Padahal kapasitas produksi biodiesel dalam negeri baru mencapai 680 ribu kilo liter, itu berarti produksi biodiesel di Indonesia masih kurang 820 ribu kilo liter lagi. Melihat kondisi ini menjadikan peluang bisnis biodiesel masih sangat menjanjikan (Budiman, 2012). Namun bila proses pengolahan gliserol tidak dikembangkan secara baik maka bukan tidak mungkin gliserol tersebut akan menjadi limbah yang nantinya membahayakan bagi lingkungan. Oleh karena itu penting untuk mengaplikasikan strategi inovasi proses yang baru sehingga meningkatkan jumlah produksi pengolahan gliserol menjadi produk lain yang lebih beguna dan memiliki nilai jual (Iwan dkk).

Kegunaan dari gliserol sangatlah banyak tetapi kebutuhan yang paling besar pada pembuatan resin sintesis dan ester *gums*, obat – obatan, kosmetika, dan pasta gigi. Pemrosesan tembakau dan makanan juga membutuhkan gliserol dalam jumlah yang besar. Selain itu, gliserol dapat didegradasi menjadi senyawa lain yang bernilai ekonomis seperti hidrogen atau metanol.

Hidrogen merupakan bahan bakar yang ramah lingkungan karena tidak menghasilkan polutan atau gas rumah kaca seperti NO_x, CO, dan CO_2 ketika dibakar. Gliserol dimanfaatkan sebagai sumber terbarukan *(renewable)* untuk memproduksi hidrogen. Dibanding dengan gas alam (CH_4) atau etanol (C_2H_5OH), penggunaan gliserol sebagai bahan baku produksi hidrogen lebih baik, mengingat secara struktur

kimia gliserol ($C_3H_8O_3$) memiliki jumlah atom hidrogen yang jauh lebih besar, sehingga gas hidrogen yang dihasilkan akan lebih banyak (Fitria, dkk, 2014).



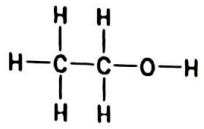
Gambar II-5 Struktur Gliserol

II.6 Pelarut *(Solvent)*

Solvent adalah fluida yang mempunyai sifat atau karakteristik tertentu yang dapat melarutkan material lain. Untuk beberapa industri, seperti cat, farmasi, kosmetik, dan tinta. *Solvent* berperan penting baik sebagai bahan utama maupun pendukung. Beberapa sifat penting *Solvent,* antara lain : kemampuan melarutkan *(solubility)*, kecepatan menguap, titik didih, berat jenis, dan titik nyala *(flash point)*.

Salah satu contoh pelarut yang paling banyak digunakan dalam kehidupan sehari – hari adalah etanol. Etanol yang juga sering disebut etil alkohol, alkohol murni, alkohol absolut, atau alkohol saja merupakan sejenis cairan yang mudah menguap, mudah terbakar, dan tak berwarna, memiliki massa molar 46,07 g/mol, densitas 0,789 g/cm^3, titik lebur -114,3 °C, titik didih 78,4 °C, serta larut dalam air dengan sempurna. Etanol termasuk ke dalam alkohol rantai tunggal, dengan rumus kimia C_2H_5OH dan rumus empiris C_2H_6O.

Etanol banyak digunakan sebagai pelarut berbagai bahan-bahan kimia yang ditujukan untuk konsumsi dan kegunaan manusia. Contohnya adalah pada parfum, perasa, pewarna makanan, dan obat-obatan. Dalam kimia, etanol adalah pelarut yang penting sekaligus sebagai stok umpan untuk sintesis senyawa kimia lainnya.

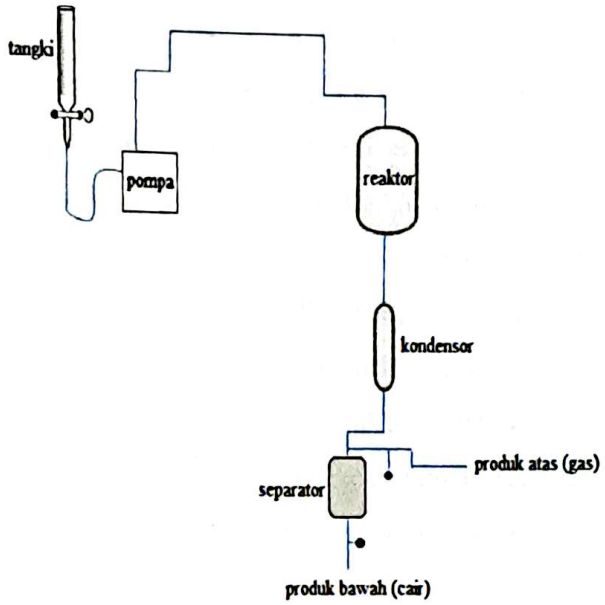


Gambar II-6 Struktur Etanol

II.7 Reaksi Reformasi Fasa Cair *(Aqueous Phae Reforming /* APR)

Saat ini telah banyak proses yang ditemukan untuk mengkonversi biomassa seperti gliserol menjadi hidrogen. Salah satu prosesnya yang efektif adalah reformasi fasa cair *(Aqueous Phase Reforming / APR).* Proses ini telah dikembangkan oleh Virent Energy System, Inc.

Proses APR adalah metode yang unik untuk memproduksi hidrogen dari larutan senyawa beroksigen dalam satu tahap proses reaktor dibandingkan dengan tiga atau lebih tahap yang diperlukan untuk memproduksi hidrogen melalui proses konvensional yang mempergunakan bahan bakar fosil yang tak terbarukan. Kunci dari proses APR ini adalah reformasi larutan dilakukan dalam fasa cair (Saepul, 2009). Gliserol dapat dicampur dengan air untuk dijadikan sebagai umpan dari proses reformasi fasa cair ini. Skema prosesnya dapat dilihat pada gambar II-7 berikut :



Gambar II-7 Proses APR

Pada proses ini, reaksi yang terjadi adalah (Guodong, 2008) :

$$C_3H_8O_3 + 3H_2O \longrightarrow 3CO_2 + 7H_2$$

Dua reaksi berikut akan terjadi selama kondisi reaksi :

$$C_3H_8O_3 \longrightarrow 3CO + 4H_2$$

$$CO + H_2O \longrightarrow CO_2 + H_2$$

Reaksi reformasi fasa cair terjadi dalam reaktor tunggal pada temperatur antara 200 °C hingga 250 °C dan pada tekanan di atas *buble point air* (16 – 40 bar). Reaksi yang terjadi merupakan reaksi endotermis sehingga membutuhkan pasokan kalor dari luar (Saepul, 2009).

Katalis logam sering digunakan untuk proses *Aqueous Phase Reforming.* Logam seperti Pt, Pd, dan campuran logam Ni-Sn menunjukkan selektivitas yang tinggi untuk produksi hidrogen dan kecenderungan untuk membentuk alkana yang sangat rendah. Di sisi lain, logam seperti Ru dan Rh lebih aktif untuk membentuk alkana. Penyangga asam memiliki selektivitas tinggi untuk reaksi ini, sedangkan penyangga basa/netral menyukai produksi hidrogen. Lebih dari itu, penyangga oksida memainkan aturan kunci dalam aktivasi molekul air, menghasilkan inhibitor atau promotor dalam WGSR *(Water Gas Shift Reaction).* Keasaman larutan juga berpengaruh pada unjuk kerja *Aqueous Phase Reforming.* Secara jelas dapat disimpulkan bahwa larutan basa dan netral menghasilkan selektivitas hidrogen yang tinggi dan selektivitas alkana yang rendah. Sebaliknya larutan asam menghasilkan selektivitas hidrogen yang rendah dan selektivitas alkana yang tinggi (Saepul, 2009).

A. Pemutusan Ikatan C-C dan *Water Gas Shift Reaction* (WGSR)

Pada reaktor, reaksi reformasi fasa cair berjalan paralel dengan pergeseran karbonmonoksida (WGSR) dan kedua reaksi merupakan reaksi kesetimbangan. Reformasi fasa cair merupakan reaksi endotermis sedangkan reaksi pergeseran CO merupakan reaksi eksotermis.

Sesuai dengan prinsip Le Chatelier, kesetimbangan akan bergeser apabila terjadi perubahan konsentrasi, temperatur, dan tekanan. Pada temperatur reaksi yang semakin meningkat, reaksi reformasi fasa cair akan bergeser ke arah kanan sedangkan reaksi pergeseran CO akan bergeser ke arah kiri. Hal ini menyebabkan penurunan perolehan hidrogen dan peningkatan produksi gas karbonmonoksida seiring dengan kenaikan temperatur suhu reaksi. Reaksi keseluruhan reformasi fasa cair gliserol menjadi hidrogen dapat digambarkan dengan persamaan reaksi berikut :

- Pemutusan Ikatan C-C

$$C_3H_8O_3 \longrightarrow 3CO + 4H_2 \quad \text{..... (1)}$$

- *Water Gas Shift Reaction*

$$CO + H_2O \longrightarrow CO_2 + H_2 \quad \text{..... (2)}$$

- Sehingga reaksi keseluruhan reformasi fasa cair berdasarkan persamaan (1) dan (2) adalah :

$$C_3H_8O_3 + 3H_2O \longrightarrow 3CO_2 + 7H_2$$

(Lercher, Heiz. 2008. *Aqueous Phase Reforming Of Glycerol over Supported Catalysts*)

II.8 Karakterisasi dan Analisis Hidrotalsit

II.8.1 Spektrofotometer IR (FTIR)

Spektrofotometer infra merah biasanya merupakan spektrofotometer berkas ganda yang terdiri dari bagian utama, yaitu sumber radiasi, daerah cuplikan, kisi difraksi (monokromator), dan detektor. Penggunaan spektrum infra merah untuk penentuan struktur senyawa organik biasanya antara 650 – 4.000 cm^{-1}. Daerah di bawah frekuensi 650 cm^{-1} dinamakan infra merah jauh dan daerah di atas frekuensi 4.000 cm^{-1} dinamakan infra merah dekat (Sudjadi, 1985).

Spektra FTIR Mg-Al/Hidrotalsit menunjukkan adanya pita lebar pada bilangan gelombang (v) 3400 – 3500 cm^{-1} yang merupakan serapan uluran OH lapisan hidroksida Mg-Al/Hidrotalsit dan serapan ion CO_3^{2-} antar lapisan diindikasikan oleh puncak pada v sekitar 1385 cm^{-1} yang merupakan serapan uluran

O=C-O dan 650 cm^{-1} yang merupakan serapan tekukan O=C-O. Puncak pada v ± 550 cm^{-1} merupakan uluran Al-O sehingga v 416,6 cm^{-1} dimungkinkan merupakan uluran Mg-O (Heraldy, 2006).

II.8.2 *Brunauer Emmet and Teller* (BET)

Metode yang sering digunakan dalam pengukuran luas permukaan suatu padatan berpori adalah *Brunauer Emmet and Teller* (BET). BET juga dapat digunakan untuk menentukan ukuran dan volume pori suatu padatan berpori. Dasar pengukuran BET adalah fisisorpsi gas N_2 pada permukaan padatan berpori. Penentuan luas permukaan padatan total dilakukan melalui penentuan banyaknya gas yang diperlukan untuk menutup seluruh permukaan padatan (Farida, 2008).

Pada prosedur BET, sampel yang akan dianalisis diletakkan dalam tabung bervolume tertentu dan dipanaskan pada tekanan di atas 1 atm. Tempat sampel didinginkan dalam nitrogen cair kemudian sejumlah gas N_2 yang diketahui jumlahnya dimasukkan ke tempat tersebut. Apabila kesetimbangan tercapai, maka tekanan diukur, dan diketahui volume sistem, suhu serta nitrogen yang ditambahkan setiap saat (Farida, 2008). Luas permukaan katalis dapat dibagi menjadi beberapa kriteria, yaitu :

- Rendah *(low surface area)*, apabila kurang dari 10 m2/g
- Sedang *(moderate surface area)*, apabila antara 50 – 100 m2/g
- Tinggi *(high surface area)*, apabila antara 200 – 500 m2/g
- Sangat tinggi *(very high surface area)*, apabila lebih besar dari 800 m2/g

Kemudian distribusi kelompok pori dikelompokkan menjadi :

- Mikropori (berpori kecil), apabila kurang dari 0,5 nm
- Mesopori (berpori sedang), apabila antara 1,0 – 3,0 nm
- Makropori (berpori besar), apabila lebih besar dari 5,0 nm

II.8.3 *X-Ray Diffractometer* (XRD)

A. Identifikasi dan Kandungan Mineral

Metode yang digunakan untuk menganalisis zat padat berupa kristal secara kualitatif dan kuantitatif adalah XRD atau difraksi sinar X. Analisis secara kualitatif bertujuan untuk mengidentifikasi senyawa utama dalam sampel, sedangkan analisis kuantitatif bertujuan untuk mengetahui persentase kandungan senyawa utama tersebut dalam sampel.

Dasar penggunaan sinar X adalah pemantulan sinar X oleh susunan sistematik atom atom atau ion – ion dalam bidang kristal yang menghasilkan pola – pola difragtogram khas bila direkam. Pola ini digunakan sebagai sidik jari dalam identifikasi spesies mineral (Tan, 1982).

Pola difraksi dapat diperoleh apabila sinar X yang dipantulkan mengalami penguatan pada arah tertentu. Penguatan ini hanya terjadi apabila hukum Bragg dipenuhi. Hukum Bragg didefinisikan sebagai berikut :

$$N\lambda = 2d\sin\Theta \qquad (1)$$

d = jarak antar bidang atom dalam kristal

n = tingkat difraksi

λ = panjang gelombang sinar X

Θ = sudut difraksi

Gambar skematik dari berkas sinar X yang dipantulkan bidang kristal ditunjukkan oleh Gambar 2.4. Hukum Bragg mengasumsikan bahwa semua bidang – bidang dalam suatu kristal memantulkan sinar X bila kristal dimiringkan dengan sudut kemiringan (Θ) tertentu terhadap sinar datang. Sudut tergantung pada panjang gelombang sinar X dan harga *d* (Tan, 1982).

Penggunaan pola difraktogram untuk identifikasi memperhatikan kesesuaian harga *d* dan kadang – kadang juga intensitasnya. Referensi harga *d* dan intensitas suatu senyawa dapat diperoleh dari data *Joint Committee on Powder Diffraction Standars* (JCPDS) yang bersumebr dari *International Centre For Diffraction Data* (West, 1992). Hidrotalsit dengan anion antar lapisan berupa CO_3^{2-} dicirikan oleh harga *d* sekitar 7,80 Å. Pencirian ini disebutkan pula dalam hasil penelitian yang dilakukan oleh Kloprogge, Wharton, Hickey, dan Frost (2002).

Persentase kandungan senyawa dalam sampel diketahui dengan membandingkan intensitas puncak difraksi karena intensitas tersebut sebanding dengan fraksi senyawa dalam sampel (Willard et. al., 1988). Persentase kandungan senyawa dalam sampel dihitung dengan rumus :

$$\% \text{ kandungan} = \left(\frac{\left(\frac{I}{I_1}\right)_S}{\left(\frac{I}{I_1}\right)_t} \right) \times 100\ \% \quad (2)$$

$(I/I_1)_s$ = Jumlah intensitas relatif puncak senyawa dalam sampel.

$(I/I_1)_t$ = Jumlah intensitas relatif total sampel.

B. Kristalinitas

Kristalinitas material Mg/Al-hidrotalsit ditentukan atas dasar posisi (berhubungan dengan nilai sudut difraksi atau 2Θ) dan intensitas garis. Sudut difraksi ditentukan oleh jarak antara bidang kristal (*d*). Harga *d* dihitung dengan

menggunakan hukum Bragg, berdasarkan nilai panjang gelombang yang diperoleh dari hasil pengukurn. Intensitas garis tergantung pada nomor dan jenis fraksi atom pusat yang terdapat pada masing – masing bidang kristal.

Penelitian Rhee dan Kang (2002) mendapatkan Mg/Al-hidrotalsit dengan rasio 4,3, daan 2 dengan nilai *d* 7,90; 7,82; dan 7,65 Å. Nilai *d* menurun dengan meningkatnya kandungan Al. Ukuran kristal Mg/Al-hidrotalsit dapat dihitung dari lebar garis puncak dalam difraktogram hasil XRD, dengan menggunakan persamaan Scherrer.

$$D = 0{,}9\,\lambda / B \cos \theta$$

Keterangan :

D = ukuran kristal

λ = lambda radiasi

B = *full width at half maximum* (FWHM)

II.8.4 *Thermogravimetric/Differential Thermal Analysis/Differential Scanning Calorimetry* (TG/DTA/DSC)

Analisis termal adalah pengukuran sifat fisika dan kimia sebagai fungsi temperatur (Skoog et. al., 1997). Dalam prakteknya, analisis termal ini meliputi entalpi, kapasitas panas, massa, dan koefisien ekspansi termal. Ada tiga teknik utama dalam analisis yaitu *Thermogravimetric Analyzer* (TGA) yang secara otomatis mencatat perubahan berat sampel sebagai fungsi temperatur atau waktu, *Differential Thermal Analyzer* (DTA) yang mengukur perbedaan temperatur (T) antara sampel dan material pembanding *inert* sebagai fungsi temperatur, dan *Differential Scanning Calorimetry* (DSC) yang didasarkan pada perubahan entalpi yang terjadi dalam sampel (*Indo.J.Chem*, 2009).

Peristiwa yang terjadi dalam sampel yaitu eksotermis dan endotermis ditampilkan dalam bentuk termogram differensial sebagai puncak maksimum dan minimum. Puncak maksimum menunjukkan peristiwa eksotermis dimana panas akan dilepaskan oleh sampel. Puncak minimum menunjukkan peristiwa endotermis dimana terjadi penyerapan panas oleh sampel. Luas area kurva DTA tergantung pada massa (m) sampel yang digunakan, pada reaksi (perubahan entalpi, ΔH) faktor geometri sampel (G) dan konduktivitas termal (k). Secara matematis dirumuskan sebagai :

$$A = (-G.m.\Delta H)/k = -k'.m.(\Delta H) \qquad (4)$$

Luas area tidak bisa dikonversi menjadi massa atau energi secara langsung, tanpa mengetahui nilai dari k' pada temperatur yang berkaitan. Nilai k' diperoleh melalui kalibrasi alat. Jika ΔH negatif berarti proses yang terjadi eksotermis dan ΔH positif untuk proses endotermis (Susilowati, 2002).

Termogram hidrotalsit mempunyai puncak endotermis pada temperatur 116 °C yang menunjukkan pelepasan molekul air pada antar lapisan dan temperatur 238 °C yang menunjukkan pelepasan gugus OH (Xie, An and Wang, 2003). Pelepasan karbonat ditunjukkan oleh puncak endotermis pada temperatur 414 °C sedangkan degradasi struktur hidrotalsit terjadi pada 498 °C (Frost et. al., 2005).

MILIK PERPUSTAKAAN STMI
Membaca : Ibadah, Mengambil : Dosa

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

III.1 Metodologi

Untuk menguji unjuk kerja dan karakterisasi katalis padat hidrotalsit dengan variasi logam (Ni, Cu, Sn, Co dan Zn) dalam reaksi reformasi fasa cair (*Aqueous Phae Reforming / APR*) biodiesel dilakukan dalam tiga tahap. Tahap penelitian yang dilakukan yaitu pembuatan katalis, karakterisasi katalis, dan pengujian aktivitas katalis. Katalis Ni/HTLC, Cu/HTLC, Sn/HTLC, Co/HTLC dan Zn/HTLC yang digunakan dalam penelitian ini dibuat dengan metode impregnasi. Karakterisasi katalis dilakukan dengan metode BET, XRD dan FT-IR. Sedangkan uji aktivitas katalis dilangsungkan pada temperatur 250°C dan tekanan ruang dengan menggunakan reaktor unggun tetap skala laboratorium.

III.2 Percobaan

III.2.1 Bahan

Peralatan yang digunakan terdiri dari dua bagian yaitu bahan untuk membuat katalis dan bahan untuk uji aktivitas katalis. Bahan pembuatan katalis digunakan variasi logam $Ni(NO_3)_2 . 4H_2O$, $Cu(NO_3)_2 . 3H_2O$, $SnCl_2 . 2H_2O$, $Co(NO_3)_2 . 6H_2O$, $Zn(NO_3)_2 . 4H_2O$ dan Etanol. Sedangkan untuk uji aktivitas katalis digunakan gliserol, akuades dan etanol (Gambar bahan lihat di lampiran a)

III.2.2 Alat

Peralatan yang digunakan selama penelitian ini dibagi menjadi 3 jenis, yaitu peralatan yang digunakan untuk membuat katalis, peralatan untuk pengujian karakterisasi katalis, dan peralatan untuk uji aktivitas katalis.

a. *Peralatan yang digunakan untuk membuat katalis*

Dalam membuat katalis, digunakan erlenmeyer (sebagai tempat pencampuran hidrotalsit, logam dan pelarut etanol) dilengkapi dengan *vertical stirrer*, termometer, dan kondensor. Rangkaian alat tersebut ditopang menggunakan statif dan menggunakan *hot plate stirrer* sebagai pemanas dan pengaduk otomatis. Selain itu, digunakan gelas kimia, gelas ukur, spatula, oven, *furnice*, desikator dan neraca analitik untuk menyiapkan reaktan (Gambar alat lihat di lampiran a).

b. *Peralatan yang digunakan untuk pengujian karakterisasi katalis*

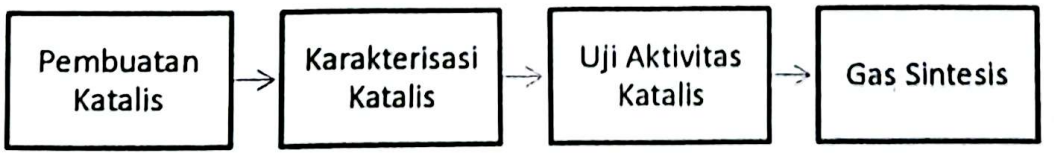
Untuk karakterisasi katalis digunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) *Rigaku Smartlab Diffractometer*, *Fourier Transform Infrared* (FT-IR) *Prestige-21 Shimadzu*, *Brunauer Emmet and Teller* (BET) *Micromeritics Tri Star II 32020*, *TGA Liseis STA PT 1600*.

c. *Peralatan yang digunakan untuk uji aktivitas katalis*

Untuk uji aktivitas katalis digunakan rangkaian alat yang terdiri dari tangki, *feed bath reactor*, *micro pump*, kondensor, separator, dan *control box*.

III.2.3 Prosedur

Prosedur Proses :



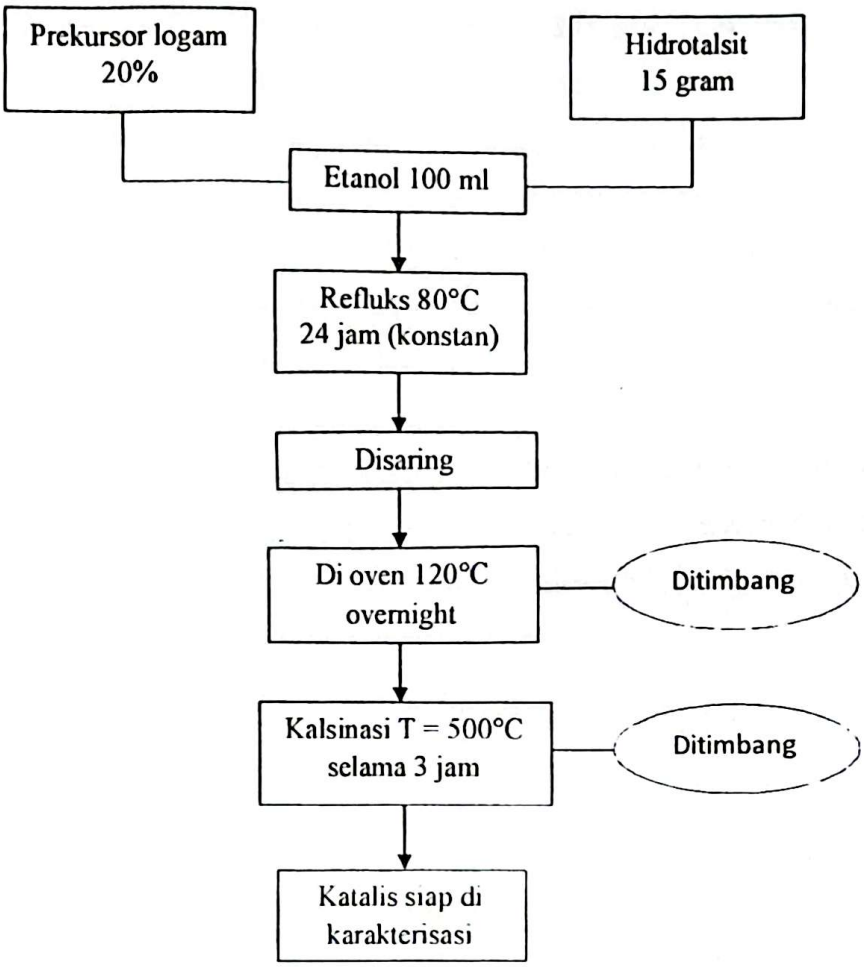
1. *Pembuatan Katalis*

Kelima katalis yang akan diuji, dibuat dengan cara yang sama, yaitu dengan metode impregnasi. Katalis ini dibuat dengan basis 15 gram hidrotalsit

dalam *erlenmeyer* 250 ml yang dilengkapi dengan *stirrer*. *Erlenmeyer* diletakkan di atas *hot plate stirrer* yang dilengkapi dengan kondensor dan termometer.

Larutan katalis di refluks selama 24 jam dengan temperatur ±80°C (konstan). Setelah direfluks selama 24 jam, larutan katalis disaring. Hasil saring tersebut dioven selama semalam (*overnight*) dengan suhu 120°C kemudian ditimbang.

Sebelum di karakterisasi katalis dikalsinasi selama 3 jam dengan suhu 500°C. Katalis yang sudah dikalsinasi ditimbang dan dimasukkan kedalam botol sample.



Gambar III-1 Prosedur Pembuatan Katalis

2. *Karakterisasi Katalis*

Dalam karakterisasi katalis digunakan empat metode yaitu BET, XRD, TGA dan FT-IR. Metode BET digunakan untuk melihat luas permukaan dari masing-masing variasi katalis HTLC-logam. Karakterisasi metode XRD bertujuan untuk mengidentifikasi senyawa dalam sample katalis. Karakterisasi metode TGA bertujuan untuk melihat suhu kalsinasi dan melihat perubahan

%berat sample katalis. Dalam metode BET, XRD dan TGA katalis yang sudah di preparasi sebelumnya bisa langsung digunakan.

Sebelum sample katalis dikarakterisasi dengan FT-IR, katalis di absorbsi terlebih dahulu dengan memasukkan sample kedalam reaktor bersuhu 120°C dengan mengalirkan gas N_2, kemudian dilanjutkan dengan mengalirkan gas CO_2 selama 30 menit dengan suhu 30°C. Sample hasil absorbsi di masukan di dalam desikator kemudian siap untuk di uji FT-IR.

3. *Uji Aktivitas Katalis*

Sample katalis yang sudah di uji BET, XRD, TGA dan FT-IR di uji dalam uji aktivasi katalis menggunakan reaksi reformasi fasa cair. Larutan yang digunakan untuk uji aktivitas katalis adalah 100 ml campuran 10% gliserol akuades.

BAB IV

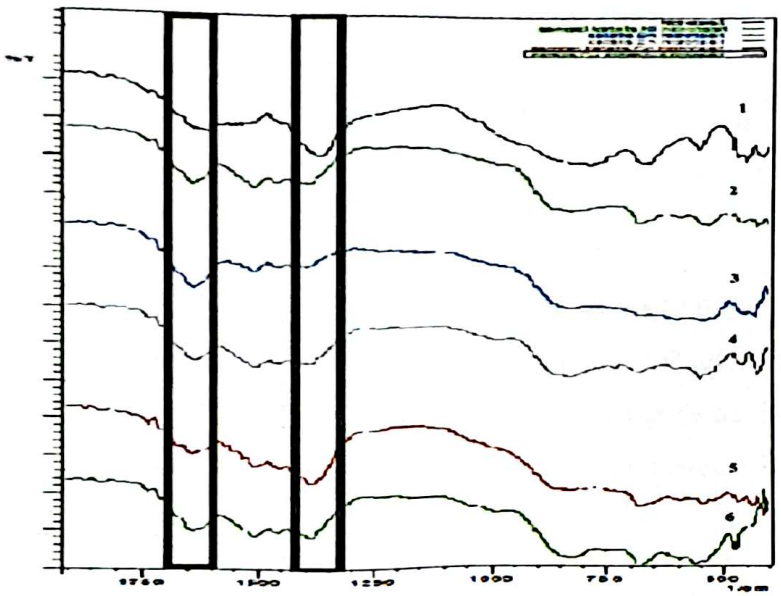
HASIL DAN PEMBAHASAN

IV.1 Karakterisasi Katalis

IV.1.1 Absorpsi CO_2

Analisa dengan absorpsi CO_2 dilakukan untuk mengetahui gugus basa yang terdiri dari gugus karbonat (CO_3) yang diwujudkan oleh peak disekitar 1350 - 1380 cm^{-1}, gugus bikarbonat (HCO_3) disekitar 1200 cm^{-1}, gugus undentat bikarbonat yang terbagi menjadi simetrik disekitar 1360 – 1400 cm^{-1} dan asimetrik disekitar 1510 – 1560 cm^{-1}, serta yang terakhir adalah gugus bidentat bikarbonat yang juga terbagi menjadi simetrik disekitar 1320 – 1340 cm^{-1} sedangkan untuk asimetriknya berada disekitar 1610 – 1630 cm^{-1} (Cavani dkk, 1991) yang terdapat pada hidrotalsit yang telah divariasikan logam Ni, Sn, Zn, Cu, dan Co dengan mengabsorpsi CO_2 pada suhu ruang.

Gugus – gugus itulah yang nantinya dapat mengidentifikasikan apakah katalis yang diproduksi memiliki sifat basa yang kuat atau tidak. Adanya gugus - gugus tersebut dapat dilihat dari serapan khas yang ditunjukkan pada gambar IV-1 hasil analisa absorpsi CO_2 dibawah ini.



Gambar IV-1 Absorpsi CO_2 Hidrotalsit dengan Variasi Logam

Keterangan Gambar :

1. HTLC
2. Ni/HTLC
3. Sn/HTLC
4. Zn/HTLC
5. Co/HTLC
6. Cu/HTLC

Gambar diatas terdiri dari 6 spektra yang memiliki serapan gugus CO_3, HCO_3, undentat bikarbonat, dan bidentat bikarbonat yang berbeda – beda antara spektra satu dengan spektra lainnya.

Spektra pertama merupakan spektra hasil analisa absorpsi CO_2 dari hidrotalsit komersial tanpa variasi logam. Berdasarkan *literature*, pada spektra tersebut menunjukkan adanya serapan di daerah 1371,39 cm^{-1} juga menunjukkan serapan khas untuk gugus unidentat bikarbonat (O=C=O) asimetrik

Spektra kedua merupakan spektra hasil analisa absorpsi CO_2 dari hidrotalsit yang telah divariasikan dengan logam Ni. Membandingkan dengan spektra hidrotalsit komersial, pada spektra hidrotalsit yang telah diembankan oleh logam Ni ini diperoleh peak untuk serapan khas gugus unidentat bikarbonat simetrik terlihat di daerah 1392,61 cm^{-1} dan bidentat bikarbonat asimetrik terlihat di daerah 1639,49 cm^{-1}.

Spektra ketiga merupakan spektra hasil analisa absorpsi CO_2 dari hidrotalsit yang telah divariasikan dengan logam Sn. Pada spektra Sn/HTLC ini menunjukkan serapan khas untuk gugus unidentat bikarbonat simetrik terdapat di daerah 1394,53 cm^{-1} dan 1512,19 cm^{-1}, gugus unidentat bikarbonat asimetrik di daerah 1512,19 cm^{-1}, dan gugus bidentat bikarbonat asimetrik di daerah 1627,92 cm^{-1}.

Spektra keempat merupakan spektra hasil analisa absorpsi CO_2 dari hidrotalsit yang telah divariasikan dengan logam Zn. Pada spektra keempat ini dihasilkan serapan gugus unidentat bikarbonat simetrik di daerah 1392,61 cm^{-1} dan serapan untuk gugus bidentat bikarbonat asimetrik di daerah 1633,71 cm^{-1}.

Spektra kelima merupakan spektra hasil analisa absorpsi CO_2 dari hidrotalsit yang telah divariasikan dengan logam Co. Pada spektra Co/HTLC ini menunjukkan serapan khas untuk gugus unidentat bikarbonat simetrik terdapat di daerah 1386,82 cm^{-1}, gugus unidentat bikarbonat asimetrik di daerah 1510,26 cm^{-1}, dan gugus bidentat bikarbonat asimetrik di daerah 1618,28 cm^{-1}.

Spektra keenam merupakan spektra hasil analisa absorpsi CO_2 dari hidrotalsit yang telah divariasikan dengan logam Cu. Di spektra terakhir ini terdapat serapan gugus undentat bikarbonat simetrik terbentuk di daerah 1386,82 cm^{-1}.

Terbentuknya gugus unidentat dan bidentat bikarbonat dapat menunjukkan bahwa ikatan yang dihasilkan setelah absorpsi CO_2 semakin kuat, bahkan

pembentukan gugus bidentat bikarbonat akan menghasilkan ikatan paling kuat seperti yang dihasilkan pada hidrotalsit dengan variasi logam Sn, Cu, Co, Zn dan Ni.

IV.1.2 Metode BET *(Brunauer Emmet and Teller)*

Katalis hidrotalsit dengan variasi 5 logam yakni : Ni, Sn, Cu, Co, dan Zn yang telah dikalsinasi kemudian dikarakterisasi dengan menggunakan metode BET *(Brunauer Emmet and Teller)*. Metode ini digunakan untuk mengetahui luas permukaan, serta volume dan ukuran jari – jari pori dari katalis hidrotalsit dengan variasi logam tersebut. Percobaan dilakukan sebanyak 6 kali dengan kondisi suhu gas N_2 -195.850 °C.

Percobaan pertama dilakukan untuk menganalisis hidrotalsit komersial yang belum divariasikan dengan logam, dengan berat 0,3930 g.

Hasil pengukuran luas permukaan dari hidrotalsit komersial tersebut adalah sebesar 8,6552 m^2/g, volume pori – pori yang didapat sebesar 0,003425 cm^3/g, jari – jari pori sebesar 2,0691 nm, dan ukuran nanopartikelnya sebesar 693,2262 nm. Dari data tersebut, memperlihatkan bahwa luas permukaan katalis hidrotalsit komersial tergolong rendah *(low surface area)* karena kurang dari 10 m^2/g, sedangkan distribusi porinya termasuk mikropori (berpori kecil), yakni kurang dari 0,5 nm.

Percobaan kedua dilakukan untuk menganalisis hidrotalsit dengan variasi logam Sn, dengan berat 0,2534 g.

Hasil pengukuran luas permukaan dari hidrotalsit dengan variasi logam Sn tersebut adalah sebesar 86,8763 m^2/g, volume pori – pori yang didapat sebesar 0,024913 cm^3/g, jari – jari pori sebesar 2,0961 nm, dan ukuran nanopartikelnya sebesar 69,0637 nm. Dari data tersebut, memperlihatkan bahwa luas permukaan katalis hidrotalsit dengan variasi logam Sn tergolong sedang *(moderate surface area)*,

sedangkan distribusi porinya termasuk mesopori (berpori sedang), yakni antara 1,0 – 3,0 nm.

Percobaan ketiga dilakukan untuk menganalisis hidrotalsit dengan variasi logam Zn, dengan berat 0,3006 g.

Hasil pengukuran luas permukaan dari hidrotalsit dengan variasi logam Zn tersebut adalah sebesar 102,0092 m^2/g, sedangkan volume pori – pori yang didapat sebesar 0,029292 cm^3/g, jari – jari pori sebesar 2,1093 nm, dan untuk ukuran nanopartikelnya adalah sebesar 58,8182 nm. Dari data tersebut, memperlihatkan bahwa luas permukaan katalis hidrotalsit dengan variasi logam Zn tergolong sedang *(moderate surface area)*, sedangkan distribusi porinya termasuk mesopori (berpori sedang).

Percobaan keempat dilakukan untuk menganalisis hidrotalsit dengan variasi logam Co, dengan berat 0,3371 g.

Hasil pengukuran luas permukaan dari hidrotalsit dengan variasi logam Co tersebut adalah sebesar 100,5518 m^2/g tidak jauh berbeda dengan hasil analisis percobaan ketiga, dengan volume pori – pori sebesar 0,029210 cm^3/g, jari – jari pori sebesar 2,1060 nm, dan ukuran nanopartikelnya sebesar 59,6707 nm. Dari data tersebut, memperlihatkan bahwa luas permukaan katalis hidrotalsit dengan variasi logam Co tergolong sedang *(moderate surface area)*, sedangkan distribusi porinya termasuk mesopori (berpori sedang).

Percobaan kelima dilakukan untuk menganalisis hidrotalsit dengan variasi logam Ni, dengan berat 0,4201 g.

Hasil pengukuran luas permukaan dari hidrotalsit dengan variasi logam Ni ini adalah sebesar 107,0916 m^2/g lebih besar dari hasil analisis sebelumnya, volume pori

– pori yang didapat sebesar 0,032423 cm^3/g, jari – jari pori sebesar 2,1083 nm, dan nanopartikelnya berukuran 56,0268 nm. Dari data tersebut, memperlihatkan bahwa luas permukaan katalis hidrotalsit dengan variasi logam Ni masih tergolong sedang *(moderate surface area)*, namun demikian masih jauh lebih baik dari luas permukaan yang dihasilkan dari keempat percobaan sebelumnya. Sedangkan distribusi porinya termasuk mesopori (berpori sedang).

Percobaan keenam dilakukan untuk menganalisis hidrotalsit dengan variasi logam Cu, dengan berat 0,5005 g.

Hasil pengukuran luas permukaan dari hidrotalsit dengan variasi logam Cu tersebut adalah sebesar 106,0092 m^2/g, volume pori – pori yang didapat sebesar 0,031221 cm^3/g, jari – jari pori sebesar 2,1063 nm, dan nanopartikelnya berukuran 56,3386 nm. Dari data tersebut, memperlihatkan bahwa luas permukaan katalis hidrotalsit dengan variasi logam Cu tergolong sedang *(moderate surface area)*, sedangkan distribusi porinya juga masih termasuk mesopori (berpori sedang).

Dari keenam percobaan yang telah dilakukan dapat dilihat bahwa hidrotalsit dengan variasi logam Ni lah yang kemungkinan memiliki luas permukaan aktifasi paling besar, mengingat luas permukaan yang dihasilkannya paling besar dibandingkan dengan luas permukaan hidrotalsit dengan variasi logam lainnya yakni 107,0916 m^2/g.

Selain itu dapat diperlihatkan pula bahwa semakin kecil ukuran partikelnya, maka akan semakin banyak pula logam yang masuk ke pori – pori tersebut dan memperbesar luas permukaannya. Seperti yang ditunjukkan pada hidrotalsit dengan variasi logam Ni yang memiliki ukuran nanopartikel sebesar 56,0268 nm paling kecil dibandingkan dengan hidrotalsit yang telah divariasikan oleh logam lainnya.

Namun demikian jika hasil analisis hidrotalsit dengan variasi logam tersebut dibandingkan dengan hasil analisis dari hidrotalsit komersial pada percobaan pertama, dapat diperlihatkan telah terjadi perubahan yang cukup signifikan baik dari luas permukaan maupun ukuran partikelnya. Dimana luas permukaan mula – mula hidrotalsit komersial hanya memiliki luas sebesar 8,6552 m^2/g saja dan tergolong rendah *(low surface area)* dengan ukuran nanopartikelnya yang masih cukup besar yakni 693,2262 nm, namun setelah diembankan oleh logam luas permukaannya bertambah hingga mencapai sekitar 80 m^2/g bahkan ada beberapa yang mencapai 100 m^2/g lebih dengan ukuran partikelnya yang juga semakin kecil sehingga dapat masuk mengisi pori – pori yang terdapat di permukaan katalis. Karakterisasi dengan BET diperlihatkan pada tabel IV-1 berikut :

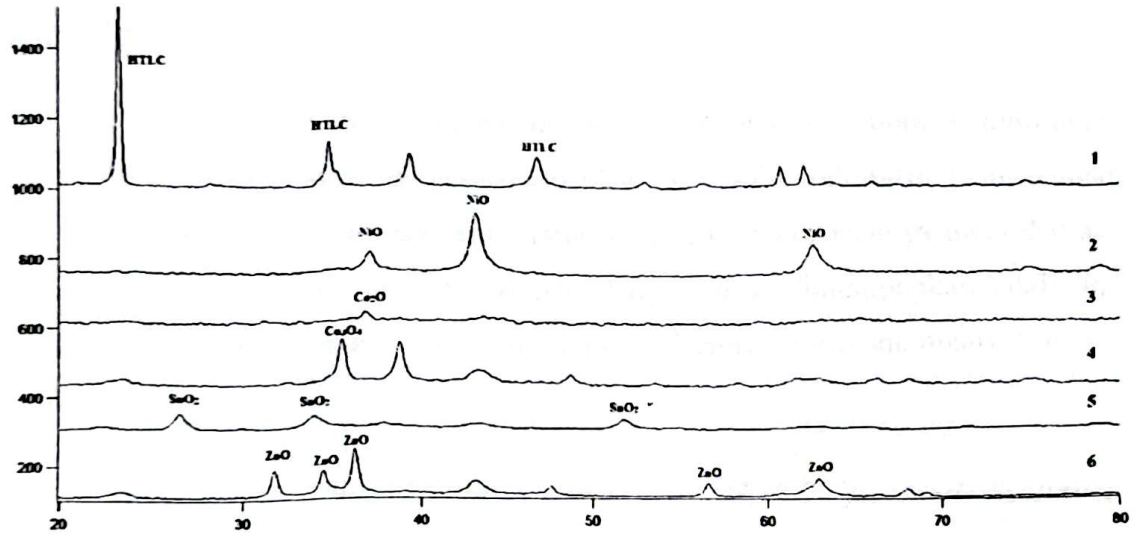
Tabel IV-1 Data BET Hidrotalsit dengan Variasi Logam

Variasi Logam	Luas Permukaan Pori (m^2/g)	Volume Pori (cm^3/g)	Ukuran Pori (nm)
HTLC	8,6552	0,003425	2,0691
Sn	86,8763	0,024913	2,0961
Co	100,5518	0,029210	2,1060
Zn	102,0092	0,029292	2,1093
Cu	106,4989	0,031221	2,1063
Ni	107,0916	0,032423	2,1083

IV.1.3 Metode Karakterisasi XRD (*X-Ray Diffractometer*)

Katalis hidrotalsit dengan variasi logam Co, Cu, Zn, Sn, dan Ni yang telah dikalsinasi dikarakterisasi dengan menggunakan difraktometer sinar-X. Pada penelitian ini, kami menggunakan perangkat lunak Match! versi 1.10 untuk mengidentifikasi senyawa utama yang terdapat dalam sampel katalis hidrotalsit

dengan variasi logam. Hasil analisis dapat dilihat pada gambar difraktogram dibawah ini :



Gambar IV-2 Hasil Analisis XRD

Keterangan Gambar :

1. HTLC
2. Ni/HTLC
3. Cu/HTLC
4. Co/HTLC
5. Sn/HTLC
6. Zn/HTLC

Dari gambar difraktogram HTLC komersial di atas dan telah dianalisis menggunakan perangkat lunak Match!, diperoleh data bahwa fasa hidrotalsit (*hydrotalcite*) terbentuk di sudut 2θ, yakni 23,40°, 34,82°, dan 46,85°. Variasi logam Ni/HTLC, diperoleh data bahwa fasa NiO terbentuk di sudut 2θ, yakni 37,37°, 43,42°, dan 63,08°. Variasi logam Sn/HTLC, diperoleh data bahwa fasa SnO_2 terbentuk di sudut 2θ, yakni 26,61°, 33,91°, dan 51,82°. Variasi logam Zn/HTLC, diperoleh data

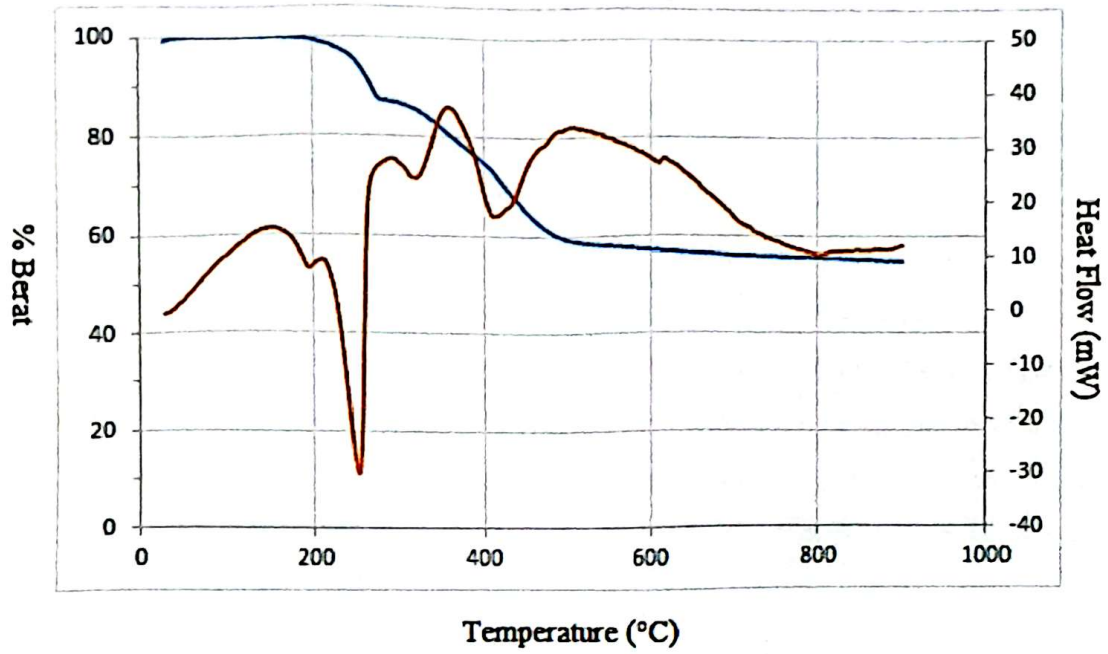
bahwa fasa ZnO terbentuk di sudut 2θ, yakni 31,80°, 34,45°, 36,29°, 56,66°, dan 62,92°. Variasi logam Cu/HTLC, diperoleh bahwa fasa Cu_2O terbentuk di sudut 2θ, yakni 36,46°. Variasi logam Co/HTLC, diperoleh bahwa fasa Co_3O_4 di sudut 2θ, yakni 36,35°.

Pada saat diembankan dengan variasi logam, puncak – puncak hidrotalsit menjadi tidak terlihat kemungkinan disebabkan oleh sifat hidrotalsit yang sangat higroskopis dan memiliki homogenitas yang rendah. Kemampuaannya mengikat air yang kuat maka bila katalis ini diinteraksikan dengan etanol dimungkinkan katalis ini sangat reaktif terhadap etanol, karena air dan etanol sama – sama mempunyai gugus hidroksil.

IV.1.4 Metode TGA/DSC (*Thermogravimetric Analysis/Differential Scanning Calorimetry*)

Analisis selanjutnya yaitu termal analisis dengan menggunakan TGA dan DSC. Analisis TGA didasarkan pada perubahan berat sampel, sedangkan analisis DSC didasarkan pada perubahan entalpi yang terjadi dalam sampel. Tujuan analisis ini adalah untuk mengetahui temperatur kalsinasi (*Indo.J.Chem.*, 2009).

Termogram perubahan termal sampel Hidrotalsit Komersial dengan menggunakan TGA/DSC ditunjukkan pada gambar IV-3 dan hasil analisis dirangkum dalam tabel IV-2.



IV-3 Termogram Katalis HTLC TGA/DSC

Tabel IV-2 Analisis TGA Hidrotalsit Komersial (HTLC)

Temperatur (°C)	Berat (%)	Puncak Endoterm (°C)	Entalpi (mW/mg)
193 - 196,3	0,5613	195,3	63,6192
249,4 – 252,9	5,6106	251,5	24,1346
313 – 324,6	14,4228	320	7,6833
410 – 419,3	27,2438	413,6	2,9421

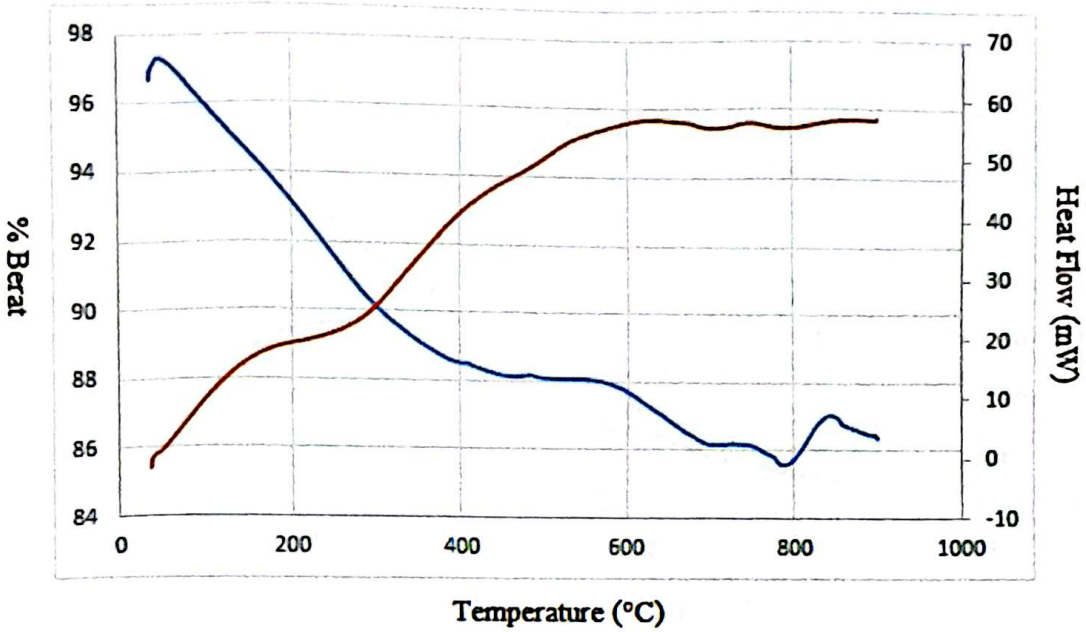
Seperti terlihat pada gambar IV-3 kurva DCS Hidrotalsit Komersial menunjukkan terbentuknya beberapa puncak endoterm. Puncak endoterm dapat dilihat pada tabel IV-2 mengindikasikan terjadinya proses hidrasi pada sampel, proses

ini menunjukkan bahwa sampel menerima kalor sebesar 63,6192 mW/mg sehingga terjadi peruraian molekul air, hal ini dibuktikan dengan % berat sampel 0,5613 % pada kurva TGA.

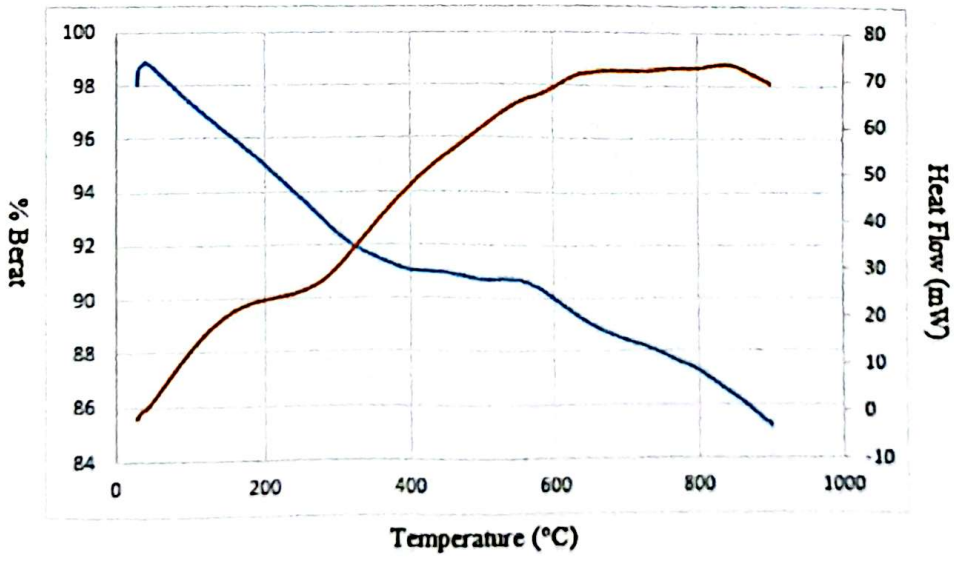
Puncak endoterm yang kedua terbentuk karena sampel masih mengandung banyak molekul air, hal ini disebabkan karena sampel belum dikalsinasi terlebih dahulu sebelum dikarakterisasi. Sehingga terjadi proses peruraian molekul air berkelanjutan pada puncak endoterm ini, proses ini terjadi pada saat sampel menerima kalor sebesar 24,1346 mW/mg dan % berat 5,6106 %. Begitupun dengan puncak endoterm yang ketiga dan keempat masih terjadi proses peruraian molekul air berkelanjutan pada puncak endoterm ini, proses ini terjadi pada saat sampel menerima kalor masing – masing sebesar 7,6833 mW/mg dan 2,9421 mW/mg, dengan % beratnya 14,4228 % dan 27,2438 %.

Untuk penetapan suhu kalsinasi adalah pada suhu 500 °C, hal ini dikarenakan pada suhu tersebut hampir tidak ada lagi massa yang hilang atau perubahan termal sudah mulai stabil. Hasil analisis TGA/DSC Hidrotalsit Komersial akan menjadi standar pencocokan untuk katalis hidrotalsit yang telah diembankan oleh logam Cu, Co, Zn, Sn, dan Ni (hasil perhitungan pengurangan berat sampel lihat di lampiran b).

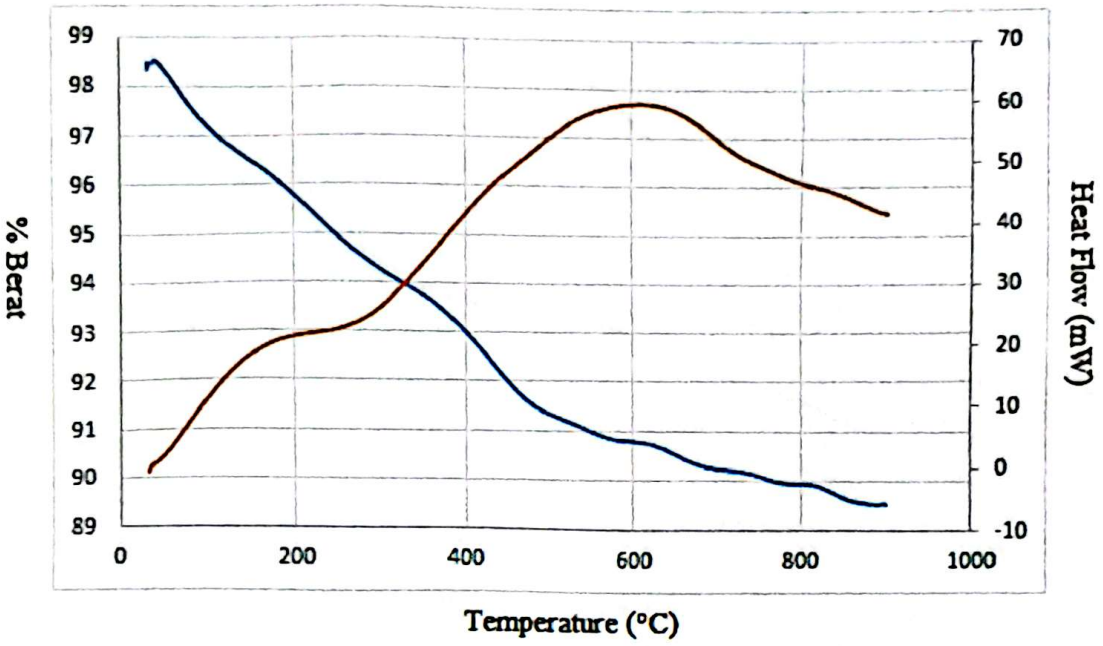
Termogram perubahan termal sampel HTLC yang telah diembankan oleh logam dengan menggunakan TGA/DSC ditunjukkan pada gambar IV-4, IV-5, IV-6, IV-7, dan IV-8 di bawah ini.



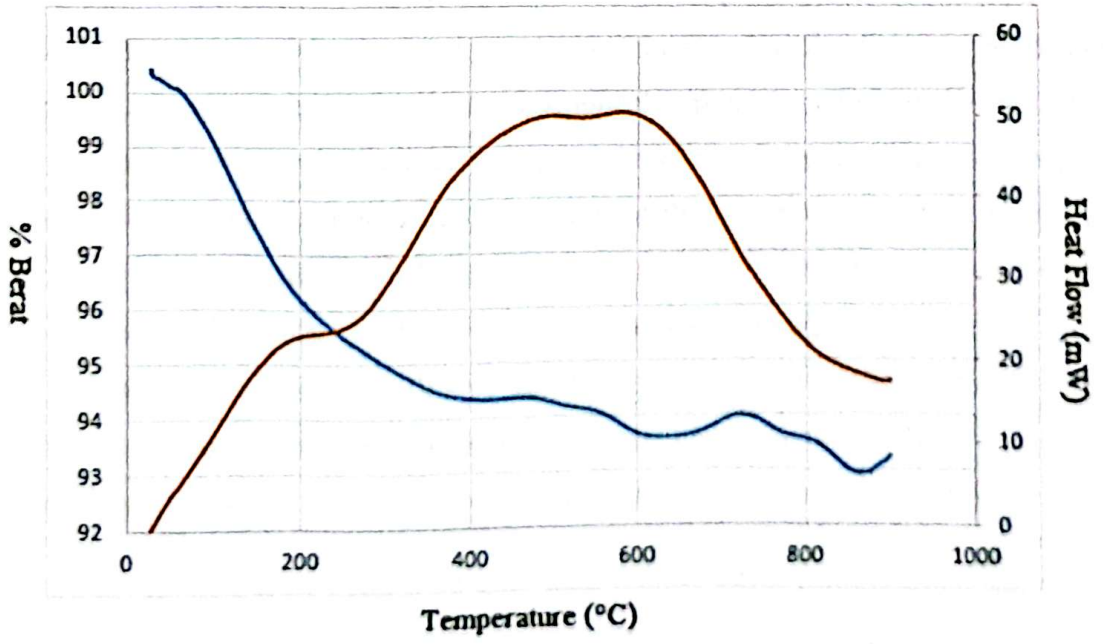
Gambar IV-4 Termogram Katalis Co/HTLC TGA/DSC



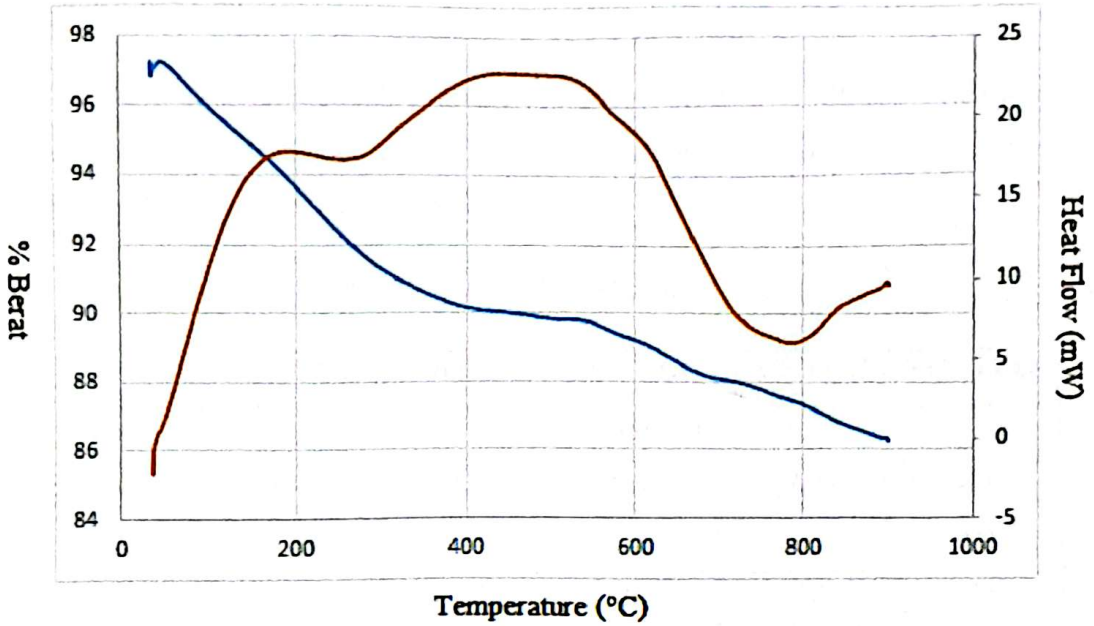
Gambar IV-5 Termogram Katalis Cu/HTLC TGA/DSC



Gambar IV-6 Termogram Katalis Ni/HTLC TGA/DSC



Gambar IV-7 Termogram Katalis Sn/HTLC TGA/DSC



Gambar IV-8 Termogram Katalis Zn/HTLC TGA/DSC

Seperti terlihat pada gambar IV-4, IV-5, IV-6, IV-7, dan IV-8 kurva DCS katalis HTLC yang telah diembankan oleh logam Cu, Co, Zn, Sn, dan Ni di atas menunjukkan bahwa sudah tidak ada lagi puncak - puncak endoterm dan eksoterm yang terbentuk di bawah suhu kalsinasi. Berbeda dengan puncak endoterm pada hidrotalsit komersial sebelum kalsinasi yang memiliki puncak endoterm sebanyak 4 buah dan mengindikasikan masih banyaknya kandungan H_2O yang terdapat didalam sampel katalis HTLC komersial. Hal tersebut sehubungan dengan sampel HTLC yang telah di embankan logam telah di kalsinasi terlebih dahulu sebelum di analisis TGA, dimana kandungan molekul air yang terdapat pada katalis – katalis tersebut kemungkinan sudah terurai dengan baik selama proses kalsinasi berlangsung.

Namun demikian pada suhu kalsinasi 500 °C, berat yang ditampilkan dalam bentuk % berat dari setiap sampel terlihat tetap stabil. Sehingga dapat dikatakan bahwa suhu kalsinasi sample berada pada suhu 500 °C.

IV.2 Uji Aktivitas Metode Reaksi Reformasi Fasa Cair *(Aqueous Phae Reforming* / APR)

Sample katalis yang sudah di uji BET, XRD, TGA dan FT-IR di uji dalam uji aktivitas katalis menggunakan reaksi reformasi fasa cair. Hasil dari uji aktivitas katalis dapat dilihat pada tabel IV-3 sebagai berikut :

Tabel IV-3 Hasil Uji Aktivitas

	Cu/HTLC	Co/HTLC	Zn/HTLC	Sn/HTLC	Ni/HTLC
Gas	**% volume**				
H_2	35,1	0,0	0,0	0,0	0,0
O_2	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
N_2	36,4	24,0	30,5	31,7	30,8
CH_4	7,9	0,1	0,1	0,9	0,1
CO	0,5	0,3	0,3	4,2	0,4
CO_2	7,4	0,0	17,2	30,1	28,4
C^{2+}	12,7	75,6	51,9	33,1	40,3
Total	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0

Dari tabel IV-3 dapat dilihat bahwa katalis yang menghasilkan gas H_2 adalah katalis Cu/HTLC yaitu sebesar 35,1%. Dari semua katalis masih terdapat pengotor seperti N_2 yang kemungkinan merupakan gas sisa dari proses reduksi, dan gas-gas lainnya kemungkinan merupakan hasil kontaminasi dengan udara.

BAB V
KESIMPULAN DAN SARAN

V.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, hasil dan pembahasan maka dapat disimpulkan bahwa pengembanan logam pada hidrotalsit mempengaruhi kinerja katalis dan mempengaruhi produk gas sintetik yang dihasilkan. Katalis yang mampu menghasilkan gas sintetik yaitu katalis Cu/HTLC.

V.2 Saran

Mengingat penelitian ini menggunakan gliserol murni dan hasil penelitian menunjukkan adanya pengaruh dari kinerja katalis sehingga menghasilkan gas sintetik (H_2). Kami menyarankan dilakukan penelitian lebih lanjut dengan menggunakan limbah biodiesel (gliserol) yang sebenarnya.

DAFTAR PUSTAKA

Cavani, F., F. Trifino & A. Vaccari. 1991. *Hydrotalcite-Type Anionic Clays: Preparation, Properties and Applications. Elsevier Science Publishers.* Volume 11, pp 173 -301.

Fatmawati, Fitria. et al. 2014. Produksi Hidrogen dari Gliserol dengan Metode Pemanasan Konvensional Berbasis γ-Alumina. Jurnal Teknik Pomits. ISSN: 2337-3539. Volume 3, nomor 2.

Handayani, Sri., Cahyorini Kusumawardani & Kun Sri Budiasih. 2014. Pengaruh Variasi Rasio Mg/Al Pada Sintesis Hidrotalsit Dengan Metode Kopresipitasi Hidrotermal. Jurnal Penelitian Saintek. Volume 19, nomor 1.

Hanum, Farida. 2012. Reaksi Katalisis Isomerisasi Eugenol Menjadi Isoeugenol Menggunakan Katalis Mg-Al Hidrotalsit. Skripsi. Depok: Universitas Indonesia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.

Heyko, Eduardo. Strategi Pengembangan Energi Terbarukan: Studi Pada Biodiesel, Bioethanol, Biomassa, dan Biogas di Indonesia. Malang: Universitas Brawijaya, Fakultas Ekonomi dan Bisnis, Jurusan Manajemen

Kurnanto. 2013. Sintesis dan Karakterisasi Material Lempung Magnetik (*Mg Al-hydrotalcite-Magnetit*). ISSN (Online): 2301-8550. Volume IX, nomor 2.

Mao, Gang., Masamichi Tsuji & Yutaka Tamaura. 1993. *Synthesis and CO_2 Adsorption Features of A Hydrotalcite-Like Compound of The Mg^{2+}-Al^{3+}-$Fe(CN)_6^{4-}$ System With High Layer-Charge Density.* Volume 41, nomor 6.

Marsih, I Nyoman. et al. 2006. Sintesis Hidrogen dari Metanol dengan KatalisCu/ZnO/Al_2O_3. Jurnal Kimia Indonesia. Volume 1, nomor 1, halaman 13-16.

Miyata, Shigeo., Akira Okada. 1976. *Synthesis of Hydrotalcite-Like Compounds and Their Physico-Chemical Properties-The Systems Mg^{2+}-Al^{3+}- SO_4^{2-} and Mg^{2+}-Al^{3+}-CrO_4^{2-} . Pergamon Press.* Volume 25.

Nurhayati. 2008. Reaksi Katalis Oksidasi. Skripsi. Depok: Universitas Indonesia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Setyawati, Rina. 2011. Sintesis dan Karakterisasi KF/Mg-Al *Hydrotalcite-Like* Dari *Brine Water* sebagai Katalis Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit Menjadi Biodiesel. Skripsi. Surakarta: Universitas Sebelas Maret, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.

Romiyani, Eva. 2011. Penggunaan Mg-Al/Hidrotalsit-KF Yang Disintesis Dari *Brine Water* Tiruan Sebagai Katalis Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit Menjadi Biodiesel. Skripsi. Surakarta: Universitas Sebelas Maret, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.

Roto., Iqmal Tahir & Umi Nur Sholikhah. 2008. Sintesis Hidrotalsit Zn-Al-SO_4 Sebagai Agen Penukar Anion Untuk Aplikasi Pengolahan Polutan *Heksacyanoferrat (II)*. *Indo J Chem*. Volume 8. Yogyakarta: Universitas Gajah Mada, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.

Soenandi, Iwan A., Syamsul Maarif & Yandra Arkeman. Strategi Teknologi dan Manajemen Inovasi; Aplikasi Artificial Intelligence Untuk Keberlanjutan Produksi Gliserol Ester. Jurnal Teknik Industri. ISSN: 1411-6340.

Wawrzetz, Aonsurang. 2008. *Aqueous Phase Reforming of Glycerol Over Supported Catalysts.*

Wen, Guodong. et al. 2008. *Production of hydrogen by aqueous-phase reforming of glycerol. International Journal of Hydrogen Energy.* Volume 33. Tersedia: www.elsevier.com/locate/he

Zhao, Ruiyu. et al. 2002. *Fuel Processing Technology: Synthesis, Characterization, and Application of Hydrotalcites In Hydrodesulfurization of FCC Gasoline.* Volume 81, pp 201 -209. Tersedia: www.elsevier.com/locate/foproc

Zulaikha, Isnani Azis. 2005. Karakterisasi Zn/Al-*Hydrotalcite Like* dalam Ragam Rasio Mol Zn/Al. Skripsi. Surakarta: Universitas Sebelas Maret, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.