

LAPORAN PENELITIAN
PROSES *HYDROCRACKING* MINYAK NYAMPLUNG
DENGAN MENGGUNAKAN KATALIS NiMo/H-ZEOLIT

TUGAS AKHIR

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh
Gelar Diploma Empat (D-IV) Program Studi Teknologi Kimia Industri



Disusun oleh:

RINA WAHYU NURHAENI 1511002

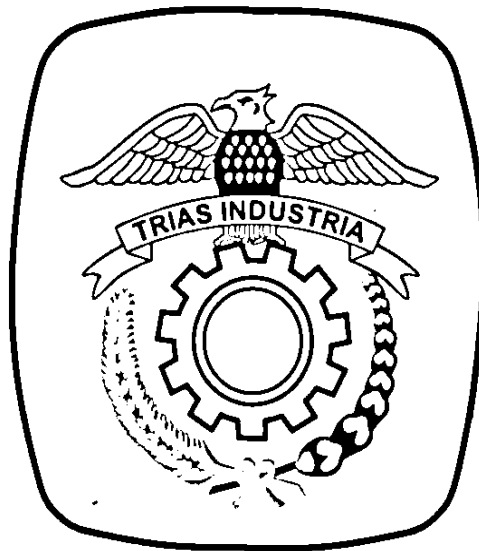
TEKNOLOGI KIMIA INDUSTRI
SEKOLAH TINGGI MANAJEMEN INDUSTRI
KEMENTERIAN PERINDUSTRIAN REPUBLIK INDONESIA

2015

LAPORAN PENELITIAN
PROSES *HYDROCRACKING* MINYAK NYAMPLUNG
DENGAN MENGGUNAKAN KATALIS NiMo/H-ZEOLIT

TUGAS AKHIR

**Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh
Gelar Diploma Empat (D-IV) Program Studi Teknologi Kimia Industri**



Disusun oleh:

RINA WAHYU NURHAENI 1511002

TEKNOLOGI KIMIA INDUSTRI
SEKOLAH TINGGI MANAJEMEN INDUSTRI
KEMENTERIAN PERINDUSTRIAN REPUBLIK INDONESIA

2015

LEMBAR PERSETUJUAN DOSEN PEMBIMBING
KEMENTERIAN PERINDUSTRIAN REPUBLIK INDONESIA
SEKOLAH TINGGI MANAJEMEN INDUSTRI

JUDUL : PROSES *HYDROCRACKING* MINYAK
NYAMPLUNG DENGAN MENGGUNAKAN
KATALIS NiMo/H-ZEOLIT

NAMA : RINA WAHYU NURHAENI / 1511002

PROGRAM STUDI : TEKNOLOGI KIMIA INDUSTRI

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

Ketua Program Studi
Teknologi Kimia Industri

Dosen Pembimbing

(DR. Ir. Gatot Ibnusantosa, DEA)
NIP.195105021980031003

(Ir. Roosmariharso, MBA)
NIP.195405231980031004

KEMENTERIAN PERINDUSTRIAN REPUBLIK INDONESIA
SEKOLAH TINGGI MANAJEMEN INDUSTRI

LEMBAR PENGESAHAN

JUDUL : PROSES *HYDROCRACKING* MINYAK
NYAMPLUNG DENGAN MENGGUNAKAN
KATALIS NiMo/H-ZEOLIT

DISUSUN OLEH :

NAMA/NIM : RINA WAHYU NURHAENI / 1511.002

PROGRAM STUDI : TEKNOLOGI KIMIA INDUSTRI

Telah diuji oleh Tim Penguji Sidang Tugas Akhir Program Studi Teknologi Kimia Industri Sekolah Tinggi Manajemen Industri pada hari Jumat, 28 Agustus 2015.

Jakarta, 07 September 2015

Penguji,

Penguji,

(DR. Ir. Gatot Ibnsantosa, DEA) (Ir. Parulian Leonard Marpaung, M.M)

NIP.195105021980031003

NIP.195702141985031002

Penguji,

Penguji,

(Ir. Roosmariharso, MBA)

(Ir. Sumingkrat, M.Si)

NIP.195405231980031004

NIP.195107071984032001

LEMBAR PERNYATAAN KEASLIAN TUGAS AKHIR

Saya Mahasiswa Program Studi Teknologi Kimia Industri Sekolah Tinggi
Manajemen Industri Kementerian Republik Indonesia :

Nama : Rina Wahyu Nurhaeni
NIM : 1511002
Program Studi : Teknologi Kimia Industri

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

PROSES *HYDROCRACKING* MINYAK NYAMPLUNG DENGAN MENGUNAKAN KATALIS NiMo/H-ZEOLIT

- Dibuat dan diselesaikan sendiri menggunakan literatur hasil kuliah, survei lapangan, bimbingan dengan dosen pembimbing dan pembimbing di tempat saya melakukan penelitian, melalui tanya jawab maupun asistensi serta buku-buku jurnal acuan yang tertera dalam referensi pada 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.
- Bukan merupakan karya tulis terjemahan dari kumpulan buku atau jurnal acuan yang tertera dalam referensi pada karya Tugas Akhir saya.

Bila terbukti saya tidak memenuhi apa yang telah saya nyatakan seperti yang tertera di atas, karya Tugas Akhir saya ini dibatalkan.

Jakarta, Juni 2015

Yang Membuat Pernyataan

Rina Wahyu Nurhaeni

KATA PENGANTAR

Puji syukur penyusun panjatkan kehadirat Tuhan Yang Maha Esa atas segala karunia serta ridho-Nya yang telah memberikan kemampuan dan kekuatan dalam menyelesaikan tugas akhir ini dengan baik. Dalam menyelesaikan laporan penelitian ini, penyusun mendapat bimbingan, bantuan, dukungan dan dorongan semangat dari berbagai pihak, oleh karena itu dalam kesempatan ini penyusun ingin mengucapkan terima kasih kepada:

1. Kedua orang tua dan keluarga tercinta yang tanpa kenal lelah selalu memberikan doa, motivasi dan bimbingan yang tiada batas
2. Bapak Drs.Achmad Zawawi,MA,MM selaku Ketua Sekolah Tinggi Manajemen Industri Kemenperin Republik Indonesia
3. Bapak DR. Ir .Gatot Ibnusantosa, DEA selaku Ketua Jurusan Teknologi Kimia Industri, Sekolah Tinggi Manajemen Industri Kementerian Perindustrian RI
4. Bapak Ir. Roosmariharso, MBA selaku dosen pembimbing penelitian, yang sudah banyak sekali membantu dalam menyelesaikan laporan ini
5. Ibu Savitri, M.T selaku pembimbing laboratorium di PP-Kimia LIPI yang sudah banyak membimbing penyusun selama melakukan penelitian
6. Bapak Ruslan Effendi dan Bapak Gian Primahana yang juga sudah banyak sekali memberikan masukan dalam menyelesaikan tugas akhir ini
7. Seluruh karyawan yang ada di PP-Kimia LIPI sudah banyak sekali membantu dalam menyelesaikan penelitian disana
8. Sahabat seperjuangan Teknologi Kimia Industri Angkatan 2011 yang selalu memberikan motivasi dan dukungan yang luar biasa
9. Seluruh keluarga besar Ikatan Mahasiswa Teknologi Kimia Industri (IMTEK) yang telah memberikan dukungan dan semangat
10. Serta semua pihak yang tak dapat penyusun sebutkan satu persatu yang telah membantu pada proses kerja penelitian ini

Penulis menyadari keterbatasan dan kemampuan dalam penyusunan laporan ini, besar harapan penyusun akan saran dan kritikan yang sifatnya membangun. Semoga laporan ini dapat bermanfaat sebagaimana mestinya.

Jakarta, April 2015

Penyusun

DAFTAR ISI

	Halaman
KATA PENGANTAR	i
DAFTAR ISI.....	iii
DAFTAR TABEL.....	vi
DAFTAR GAMBAR	vii
DAFTAR LAMPIRAN.....	ix
ABSTRAK.....	x
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang Masalah.....	1
1.2 Perumusan Masalah	2
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Manfaat Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	4
2.1 Hubungan Asam Lemak dan Hidrokarbon	4
2.2 Minyak Nabati	5
2.3 Minyak Nyamplung	6
2.4 Bahan Bakar Nabati (<i>Biofuel</i>).....	8
2.5 Katalis	10
2.5.1 Zeolit	11
2.5.1.1 Struktur Zeolit	11
2.5.1.2 Jenis-jenis Zeolit	12
2.6 Proses Perengkahan Minyak Nabati dengan Katalis.....	13
2.6.1 Sintesa Katalis H-Zeolit	14
2.6.2 Metode Impregnasi dalam Preparasi Katalis	16
2.6.2.1 Penyangga untuk Katalis H-Zeolit Sintesis	16
2.6.2.2 Karakterisasi Katalis	18
2.6.3 Proses <i>Hydrocracking</i> Minyak Nyamplung.....	21

BAB III	METODOLOGI PENELITIAN	23
3.1	Waktu dan Tempat Penelitian.....	23
3.2	Alat dan Bahan yang Digunakan	23
3.2.1	Alat yang Digunakan	23
3.2.2	Bahan yang Digunakan	27
3.3	Variabel.....	29
3.3.1	Variabel Tetap.....	29
3.3.2	Variabel Berubah	29
3.4	Metodologi Penelitian	30
3.5	Prosedur Penelitian	30
3.5.1	Pembuatan H-Zeolit	30
3.5.2	Impregnasi H-Zeolit dengan logam Ni dan Mo.....	32
3.5.3	Proses Perengkahan Minyak Nyamplung dengan menggunakan katalis NiMo/H-Zeolit.....	34
BAB IV	HASIL DAN PEMBAHASAN	36
4.1	Karakterisasi Katalis NiMo/H-Zeolit.....	36
4.1.1	Analisa BET (<i>Braneur Emmet Teller</i>).....	36
4.1.2	Analisa XRD (<i>X-Ray Diffraction</i>)	37
4.1.3	Analisa FT-IR	38
4.2	Proses dengan Variasi Waktu	40
4.3	Hasil Analisa GC-MS	41
4.3.1	Hasil Analisa GC-MS Proses <i>Hydrocracking</i> Pada Waktu 0 Menit	41
4.3.2	Hasil Analisa GC-MS Proses <i>Hydrocracking</i> Pada Waktu 30 Menit	42
4.3.3	Hasil Analisa GC-MS Proses <i>Hydrocracking</i> Pada Waktu 60 Menit	43
4.3.4	Hasil Analisa GC-MS Proses <i>Hydrocracking</i> Pada Waktu 90 Menit	44

4.3.5 Hasil Analisa GC-MS Proses <i>Hydrocracking</i> Pada Waktu 120 Menit	45
BAB V PENUTUP	51
5.1 Kesimpulan	51
5.2 Saran	51
DAFTAR PUSTAKA	52
LAMPIRAN	

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1 Komposisi Asam Lemak Minyak Nyamplung.....	8
Tabel 2.2 Klasifikasi Zeolit Berdasarkan Rasio Si/Al	13
Tabel 4.1 Hasil analisa GC-MS Minyak Nyamplung	36
Tabel 4.2 Hasil Analisa BET H-Zeolite dan NiMo/H-Zeolite.....	37
Tabel 4.3 Komponen Produk Proses <i>Hydrocracking</i> Pada Waktu 0 menit	42
Tabel 4.4 Komponen Produk Proses <i>Hydrocracking</i> Pada Waktu 30 menit	43
Tabel 4.5 Komponen Produk Proses <i>Hydrocracking</i> Pada Waktu 60 menit	44
Tabel 4.6 Komponen Produk Proses <i>Hydrocracking</i> Pada Waktu 90 menit	45
Tabel 4.7 Komponen Produk Proses <i>Hydrocracking</i> Pada Waktu 120 menit dalam Fasa Cair	46
Tabel 4.8 Komponen Produk Proses <i>Hydrocracking</i> Pada Waktu 120 menit dalam Fasa Gas	47
Tabel 4.9 Hasil GC-MS proses <i>hydrocracking</i> secara keseluruhan.....	48
Tabel 4.10 Fraksi <i>Biofuel</i> Hasil <i>Hydrocracking</i>	49

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Rumus Struktur Asam Palmitat	6
Gambar 2.2 Rumus Struktur Asam Stearat	7
Gambar 2.3 Rumus Struktur Asam Oleat.....	7
Gambar 2.4 Rumus Struktur Asam Linoleat	7
Gambar 2.5 Rumus Struktur Zeolit	12
Gambar 3.1 Alat-alat yang Digunakan.....	23
Gambar 3.2 Bahan Baku dalam Sintesa Katalis NiMo/H-Zeolit	27
Gambar 3.3 Bahan Baku dalam Proses Perengkahan.....	28
Gambar 3.4 Bahan Penolong.....	28
Gambar 3.5 Metodologi Penelitian	30
Gambar 4.1 Hasil Kromatogram Minyak Nyamplung.....	35
Gambar 4.2 Hasil Analisa XRD HZSM-5, H-Zeolit, NiMo/HZSM-5, NiMo/H-Zeolit.....	38
Gambar 4.3 Hasil Analisa FT-IR katalis H-Zeolit dan NiMo/H-Zeolit	39
Gambar 4.4 Hasil Pengamatan Variasi Waktu Retensi secara Keseluruhan	40
Gambar 4.5 Hasil Analisa GC-MS Proses <i>Hydrocracking</i> Pada Waktu 0 menit	41
Gambar 4.6 Hasil Analisa GC-MS Proses <i>Hydrocracking</i> Pada Waktu 30 menit	42
Gambar 4.7 Hasil Analisa GC-MS Proses <i>Hydrocracking</i> Pada Waktu 60 menit	43
Gambar 4.8 Hasil Analisa GC-MS Proses <i>Hydrocracking</i> Pada Waktu 90 menit	44
Gambar 4.9 Hasil Analisa GC-MS Proses <i>Hydrocracking</i> Pada Waktu 120 menit dalam Fasa Cair	45
Gambar 4.10 Hasil Analisa GC-MS Proses <i>Hydrocracking</i> Pada Waktu 120 menit dalam Fasa Gas.....	46

Gambar 4.11 Gambar Hasil GC-MS Proses <i>Hydrocracking</i> secara keseluruhan.....	49
Gambar 4.12 Fraksi <i>Biofuel</i> Hasil <i>Hydrocracking</i>	50

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
LAMPIRAN A - PERHITUNGAN DALAM SINTESA KATALIS	
NiMO/H-Zeolit	54
LAMPIRAN B - PROSES <i>HYDROCRACKING</i> MINYAK	
NYAMPLUNG	57

ABSTRAK

Penyediaan sumber energi sebagian besar masih menggunakan bahan bakar fosil yang jumlahnya terbatas di Indonesia. Salah satu pengganti bahan bakar fosil yang sangat menjanjikan adalah *biofuel*. Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari aktivitas katalis NiMo/H-Zeolit pada proses perengkahan minyak nyamplung menjadi *biofuel*. Penelitian ini dilakukan dalam tiga tahap yaitu: sintesis katalis, karakterisasi katalis dan proses *hydrocracking* minyak nyamplung. Katalis hasil sintesis diimpregnasikan dengan NiMo yang kemudian dikarakterisasi dengan BET, XRD, dan FT-IR. Hasil analisa BET menunjukkan bahwa luas permukaan katalis NiMo/H-Zeolit sebesar 65,2627 m²/g. Hasil XRD menunjukkan proses sintesis katalis tersebut tidak terbentuk H-Zeolit. Sedangkan hasil analisa FT-IR menunjukkan bahwa adanya perubahan dari asam Bronsted menjadi asam Lewis. Waktu proses *hydrocracking* minyak nyamplung dilakukan selama 120 menit, dengan temperatur *setting* awal 350°C, dan tekanan 20 bar. Hasil *hydrocracking* minyak nyamplung menunjukkan bahwa pada menit ke 90 pada fasa *liquid* didapat hasil setara solar sebesar 48,0729 % *area* dan setara *lubricant* sebesar 51,9271 % *area*. Pada menit ke 120 didapat hasil *hydrocracking* pada fasa gas setara *gasoline* sebesar 33,6159 % *area* dan pada fasa *liquid* setara *kerosene* sebesar 36,4683 % *area* .

Kata Kunci : *Hydrocracking*, NiMo/H-Zeolit, Minyak Nyamplung, *Biofuel*

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang Masalah

Di Indonesia penyediaan sumber energi sebagian besar masih menggunakan bahan bakar fosil. Bahan bakar fosil ini memiliki beberapa kerugian, yaitu selain dapat merusak lingkungan, juga tidak terbarukan (*nonrenewable*) dan tidak berkelanjutan (*unsustainable*). Sedangkan ketersediaan akan bahan bakar fosil di Indonesia terbatas dan semakin menipis. Jika ketergantungan terhadap bahan bakar fosil ini terus berlanjut maka dalam beberapa tahun yang akan datang akan terjadi kelangkaan bahan bakar fosil untuk energi.

Berdasarkan permasalahan tersebut maka di perlukan pencarian sumber energi alternatif yang dapat menggantikan bahan bakar fosil serta dapat di perbaharui dan ramah lingkungan. Bahan bakar dari minyak nabati merupakan salah satu alternatif untuk mengatasi permasalahan tersebut. Sumber bahan bakar dari minyak nabati banyak terdapat di Indonesia serta dapat di perbaharui (Prastowo, 2007).

Bahan bakar dari minyak nabati memiliki angka *cetane* yang lebih tinggi dan daya lumas yang lebih baik. Angka setana (*cetane rating*) adalah tolak ukur kemudahan menyala atau terbakar dari suatu bahan bakar di dalam mesin. Semakin tinggi angka setane semakin aman emisi gas buangnya, karena bahan bakar dapat terbakar dengan sempurna, sehingga kadar emisi gas sulfur (SO_x), nitrogen (NO_x) dan karbon yang termasuk dalam gas-gas rumah kaca lebih rendah (Suhartanta, 2008).

Salah satu cara untuk memproduksi bahan bakar dari minyak nabati dapat dilakukan dengan metode perengkahan *hydrocracking*. *Hydrocracking* merupakan

suatu metode untuk mengkonversi minyak nabati untuk menghasilkan campuran senyawa hidrokarbon rantai lurus (n-C₁₅- n-C₁₈) yang dapat dimanfaatkan sebagai bahan bakar alternatif. Proses *hydrocracking* pada pengolahan minyak nabati biasanya menggunakan katalis untuk membantu kerja prosesnya (Dahyaningsih, 2013).

Salah satu katalis yang sering digunakan untuk proses *hydrocracking* adalah H-Zeolit hasil sintesa. H-Zeolit merupakan kristal alumina-silika yang mempunyai struktur berongga atau pori yang mempunyai sisi aktif yang bermuatan negatif yang mengikat secara lemah kation penyeimbang muatan. H-Zeolit memiliki aktivitas dan selektivitas serta stabilitas termal yang tinggi. H-Zeolit juga menyediakan permukaan yang luas untuk menebarkan komponen aktif berupa logam.

Oleh karena itu, pemilihan jenis logam dalam proses *hydrocracking* harus dilakukan dengan teliti karena sangat menentukan kinerja katalis. Menurut studi yang dilakukan Raseev pada tahun 2013, ia mengatakan bahwa logam NiMo merupakan pasangan logam yang paling cocok digunakan sebagai sisi logam katalis *hydrocracking*. Oleh karena itu, digunakanlah logam Ni dan logam Mo yang akan diimpregnasikan dengan zeolit sebagai fasa aktif sehingga menjadi NiMo/H-Zeolit. Hal ini dimaksudkan agar luas permukaan menjadi lebih besar dan aktivasinya menjadi lebih maksimum. Selanjutnya katalis tersebut akan di karakterisasi untuk mengetahui sifat-sifatnya agar lebih maksimal dalam perengkahan minyak nabati.

1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan uraian diatas, permasalahan yang akan dibahas dalam penelitian ini adalah bagaimana hasil GC-MS dari uji aktivitas katalis NiMo/H-Zeolit untuk digunakan dalam proses *hydrocracking* minyak nabati menjadi bahan bakar nabati?

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah :

1. Bahan baku pembuatan bahan bakar nabati yang di gunakan adalah minyak nyamplung, yang diperoleh dari Purworejo, Jawa Tengah
2. Katalis yang digunakan adalah NiMo/H-Zeolit yang telah dipreparasi terlebih dahulu dengan cara sintesa H-Zeolit menggunakan metode plank serta metode impregnasi untuk memasukkan logam Nikel dan Molibdat

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Mengetahui hasil karakteristik sintesa katalis NiMo/H-Zeolit dengan analisa BET, XRD, dan FT-IR
2. Mengetahui hasil GC-MS dari uji aktivitas katalis NiMo/H-Zeolit hasil sintesa pada proses perengkahan minyak nabati menjadi bahan bakar nabati

1.5 Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dari penelitian ini adalah :

1. Hasil Percobaan ini diharapkan dapat memberikan informasi tentang cara *hydrocracking* minyak nabati menjadi bahan bakar nabati
2. Memberikan informasi ilmiah tentang cara preparasi katalis serta cara uji karakteristik katalis

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Hubungan Asam Lemak dengan Hidrokarbon

Sebelum ditemukan teknologi untuk mengkonversi minyak nabati menjadi biohidrokarbon, bahan bakar minyak (BBM) diibuat dengan menggunakan bahan baku minyak mentah atau minyak bumi. Pada awal abad ke-20, para ahli geologi menemukan bahwa kandungan senyawa hidrokarbon pada sedimen laut dan bahan biologis mirip dengan kandungan hidrokarbon pada minyak mentah. Dalam sistem biologi, senyawa n-parafin memiliki jumlah atom C yang lebih banyak dan massa molekular yang lebih besar dari minyak mentah (Cooper & Bray, 1963).

Para ahli geologi tersebut melakukan pengecekan nilai *Carbon Preference Index* (CPI), pada kacang jali (barley), biji jagung (maize), dan gandum (oat). Kemudian diperoleh hasil bahwa nilai CPI yang diperoleh pada ketiga sampel cukup tinggi sehingga memungkinkan untuk memanfaatkan minyak dari tumbuhan sebagai bahan baku petroleum.

Kemudian asam lemak dari berbagai minyak nabati mulai banyak diteliti untuk dimodifikasi melalui berbagai macam proses *hydrocracking* agar dapat menghasilkan bahan baku petroleum yang terbaharukan. Asam lemak adalah asam karboksilat dengan rantai 8 hidrokarbon yang panjang. Jumlah atom C pada hidrokarbon asam lemak dapat bervariasi mulai dari 10 sampai 30 atom C. Sifat molekul dari asam lemak adalah non-polar.

Ada 2 macam asam lemak, yaitu asam lemak jenuh dan asam lemak tidak jenuh. Asam lemak jenuh merupakan asam lemak yang tidak memiliki ikatan rangkap pada rantai alkilnya. Asam lemak tidak jenuh merupakan asam lemak yang memiliki setidaknya satu ikatan rangkap pada rantai alkilnya. Pada temperatur kamar, umumnya asam lemak jenuh berwujud padat sedangkan asam

lemak tidak jenuh berwujud cair. Lemak hewan lebih banyak mengandung asam lemak jenuh, sedangkan minyak nabati lebih banyak mengandung asam lemak tidak jenuh.

Dengan struktur yang dapat dianalogiskan dengan hidrokarbon pada umumnya, asam lemak yang tergabung dan membentuk trigliserida pada minyak nabati dapat dijadikan sebagai bahan dasar biofuel melalui reaksi *hydrocracking*. Yaitu suatu mekanisme gabungan atau kombinasi antara perengkahan dengan katalis dan hidrogenasi untuk menghasilkan senyawa yang jenuh. Reaksi tersebut dilakukan pada tekanan tinggi.

2.2 Minyak Nabati

Minyak mempunyai arti yang sangat luas, yaitu senyawa yang berbentuk cairan pekat pada suhu ruangan dan tidak larut dalam air. Berdasarkan sumbernya, minyak dibagi menjadi dua macam, yaitu minyak bumi (*mineral oils* atau petroleum) dan minyak dari makhluk hidup (lipida atau *lipids*). Adapun minyak dari makhluk hidup terbagi lagi menjadi minyak nabati (*vegetable oils*) dan minyak hewani (*animal oils*) (Andaka, 2009).

Minyak nabati adalah sejenis minyak yang terbuat dari tumbuhan. Beberapa jenis minyak nabati yang biasa digunakan ialah minyak kelapa sawit, jagung, zaitun, kedelai, biji bunga matahari, minyak nyamplung, dan lain-lain (Hermanto, 2010).

Minyak yang berasal dari nabati (tumbuh-tumbuhan) selain mengandung minyak sebagai komponen utama, juga mengandung senyawa-senyawa lain bukan minyak seperti: gum, resin, lendir, asam-asam lemak bebas (*Free Fatty Acid* atau FFA), fosfatida, protein, dan senyawa-senyawa sterol yang disebut Fitosterol.

Berikut komposisi asam lemak yang terdapat di dalam minyak nyamplung (Dahyaningsih, 2013):

Tabel 2.1 Komposisi Asam Lemak Minyak Nyamplung dalam 100gr

Asam Lemak	% Berat
Asam Palmitat	18,466
Asam Oleat	58,131
Asam Stearat	11,141
Asam Linoleat	12,263

Minyak biji nyamplung didapatkan dengan metode pengempaan atau ekstraksi biji nyamplung dengan menggunakan pelarut. Minyak nyamplung mempunyai karakteristik aromatik dan berwarna kehijauan, serta dapat larut dalam alkohol dan minyak, tetapi tidak dapat larut dalam air (Dahyaningsih, 2013).

2.4 Bahan Bakar Nabati (*Biofuel*)

Sebagai negara yang kaya akan sumber daya alam, Indonesia memiliki banyak sumber energi baru dan terbarukan yang bisa dimanfaatkan. Berdasarkan kebijakan energi pemerintah, salah satu sumber energi tersebut adalah Bahan Bakar Nabati (BBN). Bahan bakar nabati terbuat dari sumber daya nabati (*bioresources*) yang lebih bersih atau ramah lingkungan daripada bahan bakar fosil. Sumber daya nabati yang dapat dijadikan sebagai bahan bakar nabati saat ini telah ada sekitar 30 spesies tanaman yang terdapat di Indonesia.

Bahan bakar nabati saat ini mulai banyak dipergunakan di Indonesia sebagai pengganti bahan bakar fosil yang sudah mulai terbatas jumlahnya. Bensin (*gasoline*), minyak tanah (*kerosene*) maupun minyak solar (*diesel oil*) merupakan bahan bakar fosil yang banyak digunakan pada alat transportasi, industri dan rumah tangga di Indonesia. Pemakaian bahan bakar tersebut semakin meningkat

tetapi tidak diimbangi dengan kemampuan penyediaannya sehingga mendorong upaya untuk mencari bahan bakar alternatif, seperti bahan bakar nabati (Nurjannah, 2010).

Bahan bakar nabati memiliki keunggulan dibandingkan dengan bahan bakar fosil. Selain lebih ramah lingkungan sebagai keunggulan utamanya, keuntungan lainnya dari bahan bakar nabati adalah keamanan pasokan. Permintaan tinggi untuk minyak bumi telah meningkatkan harga minyak, dan juga adanya masalah tertentu dalam hal pasokan seperti masalah geopolitik. Bahan bakar nabati memastikan pasokan konstan karena bahan bakunya dapat tumbuh dan diproduksi di dalam negeri, tanpa perlu diimpor. Produksi bahan bakar nabati juga bisa sangat menguntungkan di banyak negara yang bergantung pada produk minyak suling karena dapat mengurangi biaya impor minyak yang terus meningkat. Bahan bakar nabati juga memiliki potensi untuk memecahkan masalah energi di negara berkembang akibat krisis energi (Amy, 2014).

Bahan bakar dari minyak nabati mempunyai komponen penyusun utama ($\geq 90\%$ -berat) asam-asam lemak. Pada kenyataannya, proses pengubahan dari minyak nabati menjadi metil ester asam-asam lemak, memang bertujuan memodifikasi minyak nabati menjadi produk (seperti biodiesel) yang berkekentalan mirip solar, berangka setana lebih tinggi, dan relatif lebih stabil terhadap perengkahan. Sifat biodiesel mirip dengan sifat minyak diesel, sehingga biodiesel menjadi salah satu bahan utama pengganti bahan bakar diesel (J Siboro, 2010).

Pada umumnya bahan bakar nabati (BBN) ini bersifat menyerupai minyak solar, sehingga sangat prospektif untuk dikembangkan. Apalagi bahan bakar nabati berupa biodiesel memiliki kelebihan lain dibandingkan dengan solar, yakni:

- a. Bahan bakar ramah lingkungan karena menghasilkan emisi yang jauh lebih baik (*free sulphur, smoke number* rendah) sesuai dengan isu- isu global

- b. *Cetane number* lebih tinggi (>57) sehingga efisien pembakaran lebih baik dibandingkan minyak solar
- c. Memiliki sifat pelumasan terhadap piston mesin dan dapat terurai (*biodegradable*)
- d. Merupakan *renewable energy* karena terbuat dari bahan alam yang dapat diperbaharui, dan
- e. Meningkatkan independensi suplai bahan bakar karena dapat diproduksi secara lokal

2.5 Katalis

Katalis adalah suatu zat yang ditambahkan ke dalam suatu reaksi kimia dengan tujuan untuk memperbesar kecepatan reaksi dengan cara menurunkan energi aktivasi reaksi. Katalis ikut terlibat dalam reaksi tetapi tidak mengalami perubahan kimiawi yang permanen, dengan kata lain, pada akhir reaksi katalis akan dijumpai kembali dalam bentuk dan jumlah yang sama seperti sebelum reaksi. Katalis mempercepat reaksi kimia pada suhu tertentu, tanpa mengalami perubahan atau terpakai oleh reaksi itu sendiri. Suatu katalis berperan dalam reaksi tapi bukan sebagai pereaksi ataupun produk.

Katalis terutama banyak dipergunakan untuk membantu dalam proses industri seperti dalam pengilangan minyak bumi dan proses produksi bahan kimia umum atau kimia khusus. Dalam proses di kilang minyak bumi, katalis yang banyak dipergunakan adalah katalis reforming, isomerasi dan *hydrocracking*. Fungsi katalis-katalis tersebut pada dasarnya untuk membantu memecah rantai senyawa karbon. Dengan bantuan katalis tersebut minyak mentah (*crude oil*) dapat diproses sehingga dapat diperoleh variasi turunannya seperti premium, kerosin, avtur, dan produk lainnya tergantung tingkat pemutusan rantai karbonnya (Poyoh, 2013).

2.5.1 Zeolit

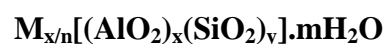
Zeolit berasal dari dua kata dalam bahasa Yunani yaitu *zein* yang berarti mendidih dan *Lithos* yang berarti batuan. Disebut demikian karena mineral ini mempunyai sifat mendidih atau mengembang apabila dipanaskan. Dimana air dalam rongga-rongga zeolit akan mendidih bila dipanaskan pada suhu 100°C.

Zeolit didefinisikan sebagai senyawa aluminosilikat yang mempunyai struktur kerangka tiga dimensi dengan rongga di dalamnya (A.M. Fuadi, 2012). Struktur kerangka zeolit tersusun atas unit-unit tetrahedral $(AlO_4)^{-5}$ dan SiO_4^{-4} yang saling berikatan melalui atom oksigen membentuk pori-pori zeolit. Ion silikat bervalensi 4, sedangkan aluminium bervalensi 3. Hal ini yang menyebabkan struktur zeolit kelebihan muatan negatif yang diseimbangkan oleh kation- kation logam alkali atau alkali tanah seperti Na^+ , K^+ , Ca^+ atau Sr^+ maupun kation-kation lainnya. Kation-kation tersebut terletak diluar tetrahedral, dapat bergerak bebas dalam rongga-rongga zeolit dan bertindak sebagai counter ion yang dapat dipertukarkan dengan kation-kation lainnya, sifat-sifat inilah yang mendasari zeolit sebagai penukar kation.

2.5.1.1 Struktur Zeolit

Struktur zeolit sejauh ini diketahui bermacam-macam, tetapi secara garis besar strukturnya terbentuk dari unit bangun primer, berupa tetrahedral yang kemudian menjadi unit bangun sekunder polihedral dan membentuk polihedral dan akhirnya berubah menjadi struktur zeolit.

Secara empiris, rumus molekul zeolit adalah (A.M. Fuadi, 2012):



- Dimana M adalah kation bervalensi n
- $(AlO_2)_x (SiO_2)_y$ adalah kerangka zeolit yang bermuatan negatif
- H_2O adalah molekul air yang terhidrat dalam kerangka zeolit

- Zeolit dengan kadar Si tinggi

Sifat zeolit ini sangat hidrofilik dan akan menyerap molekul yang tidak polar dan baik digunakan sebagai katalisator asam untuk hidrokarbon.

Tabel 2.2 Klasifikasi Zeolit Berdasarkan Rasio Si/Al

Rasio Si/Al	Zeolit
<i>Low (1 – 1.5)</i>	A, X
<i>Intermediate (2 – 5)</i>	a) Zeolit alam : Erionite, Khabasit, Klinoptilolit, Mordenit b) Zeolit Sintesis : Y, L, Mordenit dengan pori yang besar, omega
<i>High (~10 - ∞)</i>	ZSM-5 (<i>dyrect synthesis</i>)
<i>Silica Molecular Sieves</i>	Erionit ^b Mordenit ^b Y ^b

*b= zeolit yang mengalami modifikasi pada rangka secara termokimia

2.6 Proses Perengkahan Minyak Nabati dengan Katalis

Proses perengkahan adalah proses pemutusan ikatan C-C dari rantai karbon panjang dan berat molekul besar menjadi hidrokarbon dengan rantai karbon pendek dan berat molekul kecil. Dalam proses perengkahan minyak nabati menjadi bahan bakar nabati, diperlukan katalis untuk membantu prosesnya, atau disebut juga dengan perengkahan katalitik. Proses perengkahan ini biasanya berlangsung dengan tekanan dan temperatur yang relatif tinggi (Dahyaningsih, 2013).

Dalam proses pembuatan bahan bakar nabati dari minyak nyamplung melalui proses *hydrocracking* dengan menggunakan katalis Ni-Mo/Zeolit

dilakukan dalam tiga tahap yaitu sintesa katalis NiMo/H-Zeolit, karakteristik katalis dengan BET, XRD dan FT-IR serta proses *hydrocracking* minyak nyamplung.

2.6.1 Sintesa Katalis H-Zeolit

Katalis merupakan komponen penting dalam prose perengkahan. H-Zeolit merupakan salah satu zeolit sintesis yang banyak digunakan, terutama di industri yang dapat digunakan untuk reaksi perengkahan. H-Zeolit memiliki aktivitas dan selektivitas serta stabilitas termal yang tinggi. H-Zeolit juga menyediakan permukaan yang luas untuk menebarkan komponen aktif berupa logam.

Untuk memperoleh katalis H-Zeolit yang baik, dibuat suatu sistem logam pengemban yaitu dengan cara menempelkan komponen aktif logam Ni dan logam Mo. Keuntungan yang diperoleh adalah komponen aktif logam dapat didistribusikan secara merata ke seluruh pori-pori pengemban sehingga luas permukaan katalis menjadi besar.

Zeolit sintesis biasanya mempunyai ion Na^+ yang dapat dipertukarkan dengan proton secara langsung dengan asam, memberikan permukaan gugus hidroksil. Jika zeolit tidak stabil pada larutan asam, dapat dibuat dengan mengubah zeolit menjadi garam NH_4^+ kemudian memanaskannya sehingga terjadi penguapan NH_3 dengan meninggalkan proton.

Sintesa katalis H-zeolit dibuat dengan mengadopsi metode yang digunakan oleh (Plank, Charles J, 1982 *US Patent* 4341748) yaitu formulasi komposisi awal gel yang digunakan dalam perbandingan mol adalah $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 : 94$, $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 : 8.6$, $\text{H}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3 : 3870$, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}/\text{Al}_2\text{O}_3 : 146$.

Berikut spesifikasi bahan baku pembuatan H-Zeolit:

A. Aluminium Sulfat Octadecahydrate ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$)

Aluminium sulfat octadecahydrate dikenal dengan nama lain *Aluminium trisulfate* atau yang sering disebut sebagai tawas mempunyai rumus molekul berbentuk kristal putih. Ia mempunyai sifat larut dalam air dan tidak larut dalam alkohol.

Komponen terbesar dari *Aluminium sulfat octadecahydrate* adalah alumina. Adapun komposisi *Aluminium sulfat octadecahydrate* sebagai berikut:

Alumina (Al_2O_3)	: 61,20 %
Silika (SiO_2)	: 3,80 %
Iron (Fe_2O_3)	: 0,79 %
Titania (TiO_2)	: 2,16 %
Air (H_2O)	: 32,05 %

(Mc.Ketta,1992,vol.3,p.124)

a. Ciri-ciri Aluminium Sulfat:

- Aluminium Sulfat merupakan logam yang berwarna putih
- Aluminium Sulfat berbentuk padatan

b. Kegunaan Aluminium Sulfat

Aluminium sulfat merupakan bahan penunjang yang penting untuk bermacam-macam industri. Produk aluminium sulfat berupa kristal putih.

B. Water Glass (28,8% SiO_2 ; 8,9% Na_2O ; 62,4% H_2O)

Sifat Fisik Water Glass

- pH : $\pm 11,3$
- *Bulk Density* : $\pm 88 \text{ lbs/ft}^3$ tidak dipadatkan
- Larut dalam air

- Density : 2,4 g/cm³
- *Melting point* : 1088°C (*anhydrous*)
72,2°C (*pentahydrate*)
- *Molar mass* : 122,06 g/mol (*anhydrous*)
212,14 g/mol (*pentahydrate*)

Sifat Kimia Water Glass

Water Glass ini larut dalam steam di bawah tekanan tertentu dan memiliki derajat kelarutan yang bervariasi. Viskositas berkisar antara 0,4 – 600.000 cp dan memiliki flash point di bawah air. Selain itu, larut dalam alkohol primer juga keton. Untuk gel dapat membentuk asam dengan pH 3-9. Dapat terkoagulasi oleh larutan brine, dipresipitasi oleh alkaline dan ion logam kuat serta tidak mudah terbakar, korosif.

2.6.2 Metode Impregnasi dalam Preparasi Katalis

Salah satu metode dalam preparasi katalis adalah impregnasi. Impregnasi dibedakan menjadi dua yaitu impregnasi basah dan impregnasi kering. Perbedaan keduanya didasarkan pada perbandingan volume larutan perkursor dengan volume pori pengemban. Untuk impregnasi kering, volume larutan berkisar 1-1,2 kali dari volume pori pengemban. Karena diharapkan nantinya jumlah antara larutan perkursor dengan pori yang tersedia pada pengemban adalah sama. Sedangkan, untuk impregnasi basah, volume larutan perkursor lebih dari 1,5 kali dari volume pori pengemban. Oleh karenanya, untuk impregnasi kering, diawal perlu diketahui volume pori pengemban untuk menentukan volume larutan perkursor yang sesuai.

2.6.2.1 Penyangga untuk Katalis H-Zeolit Sintesis

Dalam proses perengkahan atau *hydrocracking*, pemilihan jenis logam juga harus dilakukan dengan teliti karena sangat menentukan kinerja katalis. Menurut studi yang dilakukan Raseev pada tahun 2013, ia mengatakan bahwa logam NiMo merupakan pasangan logam yang paling

cocok digunakan sebagai sisi logam katalis *hydrocracking*. Oleh karena itu, digunakanlah logam Ni dan logam Mo yang akan diimpregnasikan dengan zeolit sebagai fasa aktif sehingga menjadi NiMo/H-Zeolit. Hal ini dimaksudkan agar luas permukaan menjadi lebih besar dan aktivasinya menjadi lebih maksimum.

A. Nikel (Ni)

Nikel adalah 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.

Nikel nitrat adalah senyawa kimia $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$. Nikel nitrat mengandung 20% nikel dan merupakan sumber yang ideal sebagai katalis nikel dengan aktifitas katalis yang tinggi. Nikel nitrat biasanya mengacu pada nikel (II) nitrat hexahydrate. Rumus untuk jenis ini ditulis dalam dua cara. $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan lebih deskriptif $[\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})_6](\text{NO}_3)_2$, inti nikel (II) dikelilingi oleh enam molekul air garam terhidrasi ini. Anion nitrat tidak terikat terhadap nikel. Nikel nitrat bersifat karsinogen dan ion nikel juga beracun untuk organisme air.

B. Molybdenum (Mo)

Molybdenum dalam tabel periodik termasuk dalam golongan VIB dengan nomor atom 42. Molybdenum (Mo) berwarna putih silver dengan titik leleh tinggi. Molybdenum merupakan salah satu dari logam refraktori, yaitu logam dengan ketahanan terhadap panas yang tinggi dan juga tahan lama. Logam refraktori lainnya adalah tungsten, tantalum, rhenium, dan niobium. Molybdenum tidak bereaksi dengan oksigen ataupun air pada temperature ruang dan juga tahan terhadap korosi pada temperature normal. Di alam molybdenum tidak berada sebagai unsur bebas melainkan

berada dalam keadaan berbagai macam oksida dalam mineral. Dalam industri, molybdenum digunakan pada temperatur dan tekanan tinggi, biasanya diaplikasikan sebagai katalis dan juga sebagai pigment.

Salah satu jenis oksida yang digunakan adalah molybdenum oksida (MoO_3) yang banyak digunakan sebagai katalis hidrosulfurisasi dalam industri petroleum. Molybdat oksida larut dalam air dan membentuk garam molybdat.

2.6.2.2 Karakterisasi Katalis

Katalis yang telah dibuat perlu diuji apakah struktur katalis tersebut sudah sesuai dengan struktur yang diinginkan atau desain apa tidak. Struktur katalis ini didesain berdasarkan kinerja yang diharapkan pada saat penggunaan katalis. Jika sudah sesuai maka proses pembuatan katalis adalah berhasil, namun sebaliknya jika tidak sesuai maka katalis tersebut perlu penanganan lebih lanjut atau merubah teknik proses pembuatannya. Pengujian katalis ini biasa disebut karakterisasi.

Secara garis besar, teknik karakterisasi katalis dapat dibagi menjadi beberapa macam berdasarkan sifat-sifat yang akan diteliti, antara lain :

a. Karakterisasi Katalis dengan *Brunauer-Emmett-Teller* (BET)

BET adalah teknik karakterisasi untuk menjelaskan fisik adsorpsi dari gas molekul pada permukaan dan berfungsi sebagai dasar untuk teknik analisis penting pengukuran luas permukaan spesifik dari suatu material. Pada tahun 1938, Stephen Brunauer, Paul Hugh Emmett, dan Edward Teller menerbitkan artikel pertama tentang teori BET dalam *Journal of American Chemical Society*.

Konsep teori ini adalah perluasan dari teori Langmuir, yang merupakan teori untuk monolayer adsorpsi molekuler, adsorpsi multilayer dengan hipotesis berikut:

- Molekul gas menyerap secara fisik pada solid dalam lapisan tak terbatas
- Tidak ada interaksi antara setiap lapisan adsorpsi
- Teori Langmuir dapat diterapkan untuk setiap lapisan

Persamaan BET yang dihasilkan adalah:

$$\frac{V}{V_M} = \frac{cp}{[p_0 - p][1 + (c-1)p/p_0]}$$

Keterangan:

V_M : Molume lapis tunggal

c : Panas adsorpsi dan pencairan (liquefaction) yang konstant untuk beberapa bahan dengan nilai kurang dari 100.

Persamaan diatas adalah valid hanya untuk $p/p_0 \leq 0.3$. Diatas harga tersebut kondensasi cairan terjadi di mikropori hingga mesopori hingga p/p_0 mendekati satu. Dalam pengukurannya biasanya menggunakan gas nitrogen sebagai adsorbatnya. Persamaan di atas diubah sedemikian rupa sehingga dapat dibuat plot antara p/p_0 vs $p/[V(p-p_0)]$, yang pada akhirnya V_M dan luas permukaan (S_g) bisa ditentukan:

$$\frac{p}{V(p_0 - p)} = \frac{1}{V_M c} + \frac{(c-1)}{V_M c} (p/p_0)$$

b. Karakterisasi Katalis dengan X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi XRD dimaksudkan untuk mengidentifikasi fasa bulk suatu katalis dan untuk menentukan sifat kristal atau kristalinitas dari suatu katalis. Kebanyakan dari katalis adalah berbentuk padatan kristal seperti oksida logam, zeolite, dan logam yang berpenyangga. XRD menjadi teknik yang cukup handal dan mendasar untuk mengevaluasi sifat-sifat

fasa kristal dan ukuran Kristal (Leofanti, 1997). Namun demikian, metode ini tidak cocok atau tidak mampu menampilkan sifat- sifat yang diperlukan untuk katalis-katalis yang bersifat bukan kristal. (Michel, 2005).

Metode XRD banyak digunakan untuk mengkarakterisasi material yang digunakan sebagai katalis, karena banyak material katalis yang berwujud kristal. Teknologi XRD ini juga mempunyai kemampuan untuk mengidentifikasi dan menentukan besarnya bagian fasa dalam padatan, film tipis, dan sample multi fasa. Salah satu alat XRD yang biasa digunakan adalah Siemen D5000 yang menggunakan radiasi Cu-K α radiation ($\lambda = 1.54056$). Tabung X-ray dioperasikan pada 40 kV dan 30 mA.

c. Karakterisasi Katalis dengan FT-IR

FT-IR merupakan metode analisis material menggunakan spektroskopi sinar inframerah. Sinar inframerah memiliki rentang panjang gelombang dari 2.5-25 μ m adapun frekuensi sinar inframerah berada pada rentang 400-4000 cm^{-1} . Posisi bands atau peak menunjukkan ikatan logam oksigen yang sebenarnya. Metode karakterisasi ini dapat juga memberikan sifat-sifat suatu situs permukaan terhadap molekul. Untuk analisis FT-IR dapat menggunakan teknik film KBr dimana sampel katalis dicampur dengan KBr dengan perbandingan tertentu kemudian dibuat film tipis.

FT-IR memberikan informasi tentang karakteristik katalis di permukaan dalam hal struktur oksida logam. Metode karakterisasi ini memberikan sifat suatu situs permukaan terhadap molekul tertentu, sehingga interaksi antar molekul dan reaktifitas permukaan dapat dipelajari. FT-IR mampu mengkarakterisasi struktur molekul di permukaan katalis.

Analisa FT-IR menggunakan teknik KBr pellet. Cuplikan katalis digerus dalam mortal bersama Kristal KBr dengan perbandingan sampel

dal KBr sebanyak 5%. Alat spektro yang digunakan adalah FT-IR *shimadzu*. Frekuensi *spectrometer* IR yang diamati direkam pada daerah panjang gelombang 400-4000 cm^{-1} dengan parameter pengukuran adalah mode % T.

d. Karakterisasi Uji Aktivitas Katalis dengan *Gas Chromatography Mass Spectrometry* (GC-MS)

Gas Chromatography Mass Spectrometry (GCMS) adalah metode pemisahan senyawa organik yang menggunakan dua metode analisis senyawa *Gas Chromatography* (GC) untuk menganalisis jumlah senyawa secara kuantitatif dan *Mass Spectrometry* (MS) untuk menganalisis struktur molekul senyawa analit. *Gas Chromatography* merupakan salah satu teknik spektroskopi yang menggunakan prinsip pemisahan campuran berdasarkan perbedaan kecepatan migrasi komponen-komponen penyusunnya.

Gas Chromatography biasa digunakan untuk mengidentifikasi suatu senyawa yang terdapat pada campuran gas dan juga menentukan konsentrasi suatu senyawa dalam fase gas. *Mass Spectrometry* suatu metode untuk mendapatkan berat molekul dengan cara mencari perbandingan massa terhadap muatan dari ion yang muatannya diketahui dengan mengukur jari-jari orbit melingkarnya dalam medan magnetik seragam. Penggunaan *Gas Chromatography* dapat dipadukan dengan *Mass Spectrometry*. Paduan keduanya dapat menghasilkan data yang lebih akurat dalam pengidentifikasian senyawa yang dilengkapi dengan struktur molekulnya.

2.6.3 Proses *Hydrocracking* Minyak Nyamplung

Hydrocracking merupakan suatu metode untuk mengkonversi minyak nabati untuk menghasilkan campuran senyawa hidrokarbon rantai lurus (n-C15- n-C18) yang dapat dimanfaatkan sebagai bahan bakar alternatif.

Proses *hydrocracking* minyak nyamplung ini dilakukan dengan bantuan katalis pada suhu dan tekanan yang tinggi dengan menggunakan reaktor. Proses *hydrocracking* ini tentunya menggunakan gas hidrogen sebagai penunjang dalam prosesnya. Katalis yang digunakan dalam proses *hydrocracking* minyak nyamplung adalah katalis NiMo/H-Zeolit.

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Pusat Penelitian Kimia-Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI), Kawasan PUSPITEK, Serpong Tangerang 15314. Penelitian ini mulai dilaksanakan pada bulan Februari 2015 selama \pm 2 bulan.

3.2 Alat dan Bahan yang Digunakan

3.2.1 Alat yang digunakan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini terdiri dari:



Gambar 3.1 Alat-Alat yang digunakan

Corong Pisah



Gelas Ukur



Neraca Analitik



Kertas Lakmus



Kertas Saring



Termometer



Gambar 3.1 Alat-Alat yang digunakan (lanjutan)

Kertas Timbang



Pipet Tetes



Spatula



Desikator











Botol Semprot



Magnetic Stirrer with Hot Plate



Gambar 3.1 Alat-Alat yang digunakan (lanjutan)

<p>Oven</p> 	<p>Alat Kalsinasi (<i>Furnace</i>)</p> 
<p>Alat Reduksi (<i>Tube Furnace 21100</i>)</p> 	<p>Reaktor</p> 
<p>BET (<i>Brunauer-Emmett-Teller</i>)</p> 	<p>XRD (<i>X-Ray Diffraction</i>)</p> 
<p>FT-IR</p> 	<p>GC-MS (<i>Gas Chromatography Mass Spectrometry</i>)</p> 

Gambar 3.1 Alat-Alat yang digunakan (lanjutan)

3.2.2 Bahan yang digunakan

Bahan-bahan yang digunakan dalam proses terdiri dari bahan baku dan bahan penunjang, yaitu sebagai berikut:

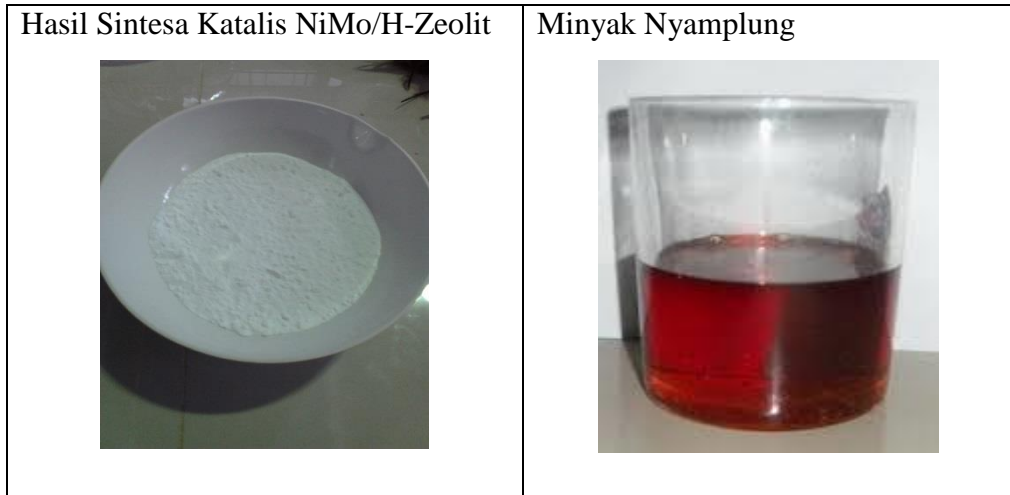
1. Bahan Baku (Utama)

Bahan baku yang digunakan dalam sintesa katalis NiMo/H-Zeolit adalah:

<p><i>Aluminium Sulfat Octadecahydrate</i> ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$)</p> 	<p><i>Water Glass</i> (28,8% SiO_2; 8,9% Na_2O; 62,4% H_2O)</p> 
<p>Nikel Nitrat</p> 	<p>Molybdenum</p> 

Gambar 3.2 Bahan Baku dalam Sintesa Katalis NiMo/H-Zeolit

Bahan baku yang digunakan dalam proses perengkahan minyak nyamplung:



Gambar 3.3 Bahan Baku dalam Proses Perengkahan

2. Bahan Penolong



Gambar 3.4 Bahan Penolong



Gambar 3.4 Bahan Penolong yang digunakan (lanjutan)

3.3 Variabel

3.3.1 Variabel Tetap

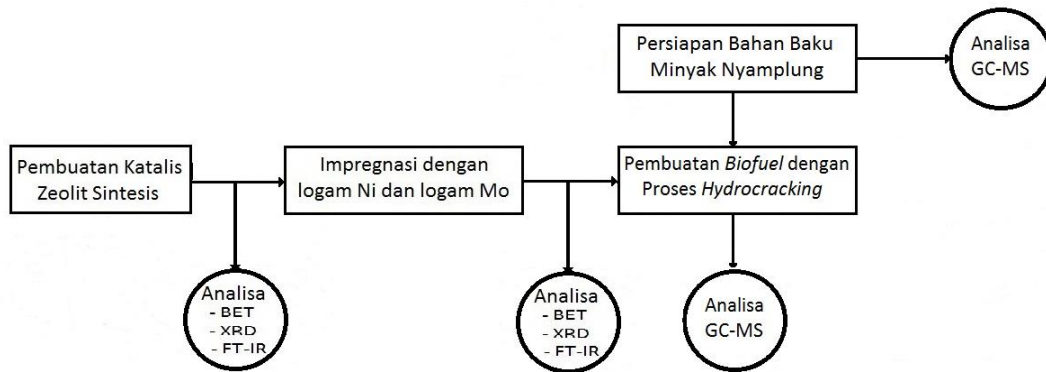
Variabel tetap merupakan variabel yang dibuat tidak berubah selama penelitian berlangsung sehingga tidak menyebabkan terjadinya perubahan variabel terikat. Variabel tetap dalam penelitian ini adalah katalis yang digunakan, yaitu NiMo/H-Zeolit.

3.3.2 Variabel Berubah

Variabel berubah adalah variabel yang divariasikan pada penelitian agar diperoleh hasil yang diinginkan. Pada penelitian ini variabel berubahnya adalah variasi waktu pengambilan sampel dalam proses perengkahan minyak nyamplung yaitu pada $t = 30, 60, 90,$ dan 120 menit.

3.4 Metodologi Penelitian

Metodologi penelitian ini dapat dijabarkan dalam diagram sebagai berikut:



Gambar 3.5 Metodologi penelitian

3.5 Prosedur Penelitian

Percobaan ini terdiri dari 3 tahapan, yaitu :

1. Tahap pembuatan H-Zeolit
2. Tahap impregnasi H-Zeolit dengan logam Ni dan Mo
3. Tahap perengkahan minyak nyamplung dengan menggunakan katalis NiMo/H-Zeolit

3.5.1 Pembuatan H-Zeolit

Zeolit yang digunakan untuk perengkahan minyak nyamplung adalah zeolit hasil sintesis dengan menggunakan metode Plank (Nurjannah, 2010).

A. Zeolit Sintesis

Pembentukan Zeolit sintesis dilakukan dengan menggunakan *Aluminium Sulfat Octadecahydrate* ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$) dan *Water Glass* (28,8% SiO_2 ; 8,9% Na_2O ; 62,4% H_2O).

Berikut adalah tahapan kerja proses pembuatan zeolit sintesis (Nurjannah, 2010) :

1. Membuat larutan A
 - ✓ Menimbang 12,3 gr $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$
 - ✓ Mencampurkan aquades 600 mL dengan H_2SO_4 98% sebanyak 4,24 mL secara perlahan, kemudian mencampurkannya dengan $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ yang sudah ditimbang, diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer*
2. Membuat larutan B
 - ✓ Menimbang 360 gr *Water Glass* (28,8% SiO_2 ; 8,9% Na_2O ; 62,4% H_2O)
 - ✓ Mencampurkan aquades sebanyak 450 mL dengan *water glass* kemudian diaduk
3. Menyiapkan aquades sebanyak 100 mL ke dalam beaker gelas yang kemudian dimasukkan larutan A ke dalam larutan B sedikit demi sedikit sambil diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* selama 1 jam (dihitung setelah larutan A & larutan B habis)
4. Menyiapkan etanol sebanyak 124 gr, kemudian dicampur ke dalam larutan tersebut sedikit demi sedikit dan melanjutkan pengadukan selama 1 jam, sambil diatur pH 10-11
5. Mengatur pH 10 – 11 dengan cara menambahkan asam/basa (dengan menyiapkan H_2SO_4 98% dan larutan NaOH 10 M)
6. Menambahkan H_2SO_4 tetes demi tetes, karena larutan terlalu basa. Penambahan H_2SO_4 ditambahkan sampai pH yang diinginkan tercapai
7. Setelah pH mencapai 10-11, kemudian larutan dimasukkan ke dalam reaktor dengan kondisi operasi $T = 180^\circ\text{C}$, $P = 10$ bar, dengan kecepatan pengadukan 100 RPM selama 48 jam
8. Setelah 48 jam, reaktor dimatikan kemudian diamkan selama 24 jam
9. Setelah didiamkan selama 24 jam, terbentuklah endapan
10. Endapan yang terbentuk adalah Na-zeolit, kemudian di cuci dengan aquades sampai pH netral
11. Setelah pH netral, dilakukan pengeringan dalam oven pada suhu 120°C selama 21 jam

12. Mengubah Na-zeolit menjadi H-zeolit

- Membuat larutan NH_4Cl 2,5 M dalam 2 L
- Merendam Na-zeolit ke dalam larutan 2,5 M *Ammonium Chloride* (NH_4Cl) ke dalam 2 L
- Terlebih dahulu, dimasukkan 1 L NH_4Cl ke dalam reaktor selama 24 jam dengan pengadukan
- Setelah reaktor berjalan selama 24 jam, dilakukan pembilasan, yang kemudian di mulai kembali pengadukan Na-zeolit dengan NH_4Cl sebanyak 1 L (sisa larutan 2,5 M *Ammonium Chloride* (NH_4Cl) ke dalam 2 L)
- Setelah pengadukan dengan reaktor selesai, terbentuklah H-Zeolit. H-zeolit yang terbentuk kemudian disaring dan di cuci dengan aquades sampai kadar Cl hilang (ditandai dengan tidak adanya endapan pada filtrat jika ditetesi oleh AgNO_3)
- Setelah kadar Cl hilang, H-zeolit dikeringkan dalam oven pada suhu 120°C selama 21 jam.
- Dilakukan kalsinasi di *furnace* pada suhu 550°C selama 5 jam.
- Pengambilan sampel untuk pengujian BET, XRD dan FT-IR

3.5.2 Impregnasi H –Zeolit dengan logam Ni dan Mo

Impregnasi dilakukan terhadap H-Zeolit yang akan diimbangkan dengan logam Ni dan Mo. Perhitungan dapat dilihat pada Lampiran A.

Berikut adalah tahapan kerja proses impregnasi (Nurjannah, 2010) :

A. Mengimpregnasikan H-Zeolit dengan Mo

H-Zeolit hasil sintesa terlebih dahulu diimpregnasikan dengan logam Mo, berikut tahapannya:

1. Ditimbang penyangga H-Zeolit sebanyak 10 gr, kemudian ditambahkan aquades sebanyak 33,33 ml, diaduk

2. Ditimbang AHM (*Ammonium Hepta Molybdate*) sebanyak 2,1649 gr, kemudian ditambahkan aquades sebanyak 66,67 ml, kemudian diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer*
3. Larutan H-Zeolit dan AHM yang masing-masing sudah dicampurkan dengan aquades kemudian dicampurkan sambil diaduk dan dipanaskan dengan suhu 60 – 70°C, sampai larutan terlihat homogen (terlihat seperti pasta)
4. Setelah terlihat seperti pasta, kemudian di oven pada suhu 100°C selama 24 jam, kemudian digerus. Didapatlah Mo/H-Zeolit

B. Mengimpregnasikan Mo/H-Zeolit dengan Ni

Setelah terbentuk katalis Mo/H-Zeolit, kemudian diimpregnasikan lagi dengan logam Ni, berikut tahapannya:

1. Ditimbang penyangga Mo/H-Zeolit yang telah didapatkan, kemudian ditambahkan aquades sebanyak 23,33 ml, kemudian diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer*
2. Ditimbang $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 2,1843406 gr, kemudian ditambahkan aquades sebanyak 46,67 ml, diaduk
3. Larutan Mo/H-Zeolit dan $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang masing-masing sudah dicampurkan dengan aquades kemudian dicampurkan sambil diaduk dan dipanaskan dengan suhu 60 – 70°C, sampai larutan terlihat homogen (terlihat seperti pasta)
4. Setelah terlihat seperti pasta, kemudian di oven pada suhu 100°C selama 24 jam, kemudian digerus
5. Didapatlah NiMo/H-Zeolit
6. Kemudian dilanjutkan dengan kalsinasi dengan menggunakan *furnace* pada temperatur 550°C selama 5 jam
7. Simpan dalam botol sampel lalu diberi label nama
8. Pengambilan sampel untuk pengujian XRD

C. Mereduksi NiMo/H-Zeolit

Setelah katalis NiMo/H-Zeolit terbentuk, katalis harus melalui proses reduksi terlebih dahulu sebelum digunakan dalam proses perengkahan. Berikut tahapan prosesnya:

1. Menimbang bahan NiMo/H-Zeolit sebanyak 7 gram
2. Mereduksi dengan menggunakan *Tube Furnace* 21100 pada suhu 350°C selama 3 jam
3. Pengambilan sampel untuk pengujian BET

3.5.3 Proses Perengkahan Minyak Nyamplung dengan menggunakan katalis NiMo/H-Zeolit

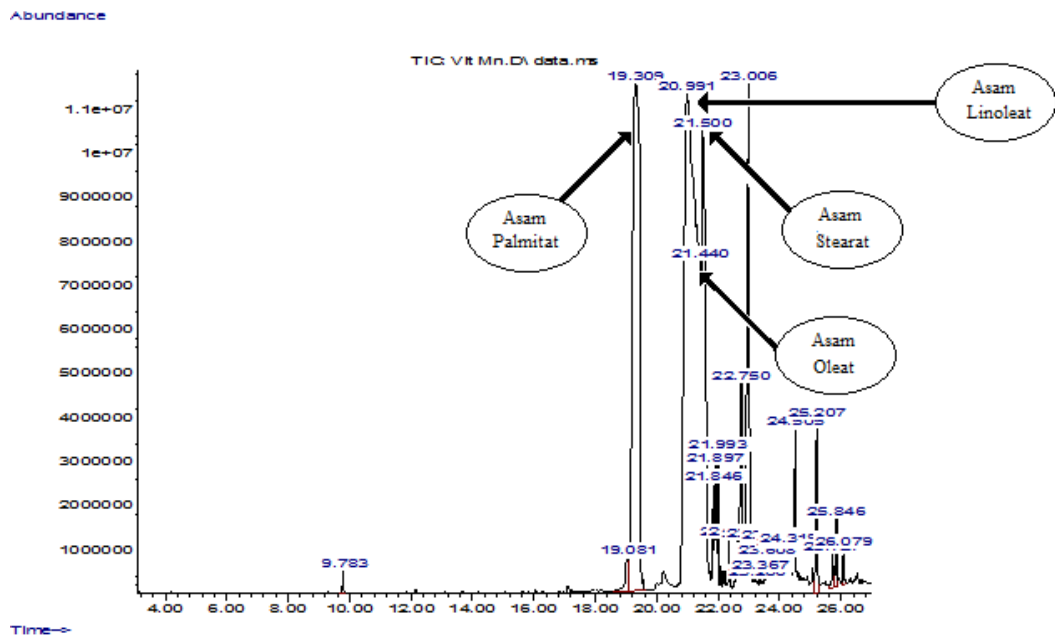
Proses perengkahan dilakukan dengan perbandingan 1:100 antara katalis NiMo/H-Zeolit dengan minyak nyamplung. Berikut tahapan dalam proses perengkahannya (Nurjannah, 2010):

1. Menyiapkan NiMo/H-Zeolit yang sudah direduksi sebanyak 7 gram
2. Menyiapkan minyak nyamplung sebanyak 700 ml (perbandingan 1:100 antara NiMo/H-Zeolit dengan minyak nyamplung)
3. Memasukkan secara bersamaan minyak nyamplung dan katalis ke dalam reaktor
4. Mengatur reaktor sampai tercapai temperatur dan tekanan yang diinginkan, yaitu dengan $T=350^{\circ}\text{C}$, $P=20$ bar
5. Waktu mulai terhitung setelah temperatur dan tekanan tercapai
6. Setelah temperatur dan tekanan tercapai, waktu mulai dihitung selama 2 jam dengan 3 kali pengambilan sampel setiap 30 menit sekali
7. Setelah 2 jam, reaktor dimatikan dan di diambil hasilnya
8. Produk berupa gas yang keluar dikondensasi dan dimasukkan ke dalam botol sampel dalam bentuk cairan hasil kondensasi gas
9. Untuk produk yang berupa cairan kemudian dikondensasi untuk menghilangkan kadar air
10. Uji GC-MS

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Dalam pelaksanaan penelitian *biofuel* dari minyak nyamplung dengan katalis NiMo/H-Zeolit melalui proses *hydrocracking* dibagi menjadi tiga tahap, yaitu pembuatan katalis, karakterisasi katalis dan proses *hydrocracking* serta hasil analisisnya. Percobaan dilakukan dengan menggunakan minyak nyamplung sebagai bahan utama dengan katalis NiMo/H-Zeolit. Pada percobaan pembuatan biodiesel dengan metode *hydrocracking* menggunakan reaktor dilakukan dengan memvariasikan waktu. Variabel dilakukan untuk mencari kondisi optimum. Hasil analisa dari proses ditampilkan dengan menggunakan gambar. Di bawah ditunjukkan hasil analisa dari bahan baku minyak nyamplung dengan metode GCMS.



Gambar 4.1. Hasil Kromatogram Minyak nyamplung

Tabel 4.1 Hasil analisa GC-MS Minyak Nyamplung

Komponen	% Area
Asam Palmitat	20,9856
Asam Linoleat	36,52
Asam Oleat	2,0758
Asam Stearat	10,319

Dari hasil analisa GC-MS minyak nyamplung diperoleh data kandungan empat asam lemak yaitu asam palmitat yang di tunjukan pada *retention time* 19,307 menit dengan *% area* 20,9856, asam linoleat pada *retention time* 20,99 menit dengan *% area* 36,53, asam oleat pada *retention time* 21,44 menit dengan *% area* 2,0758, dan asam stearat pada *retention time* 21,50 menit dan *% area* 10,319. Menurut jurnal terdahulu dikatakan bahwa dari sebelas macam asam lemak yang terdapat dalam minyak nyamplung yang paling banyak terkandung adalah empat asam lemak yang paling besar kandungannya yaitu asam palmitat sebesar $13,7 \pm 0,8\%$, asam oleat sebesar $39,1 \pm 1,4\%$, asam stearat sebesar $14,3 \pm 0,8\%$ dan asam linoleat sebesar $31,1 \pm 1,4\%$ (Dahyaningsih dkk, 2013).

4.1 Karakterisasi Katalis Ni-Mo/H-Zeolite

Karakterisasi katalis bertujuan untuk mengetahui sifat-sifat fisik katalis. Karakterisasi yang dilakukan meliputi analisa BET (*Braneur Emmet Teller*), analisa XRD (*X-ray diffraction*), dan analisa FT-IR (*Fourier Transform InfraRed*)

4.1.1 Analisa BET (*Braneur Emmet Teller*)

Pada karakterisasi katalis dilakukan dengan menggunakan instrument *Braneur Emmet Teller*. Analisa ini dimaksudkan untuk mengetahui luas permukaan aktif pada katalis yang diimpregnasi dengan logam NiMo. Pada penelitian ini dilakukan analisa terhadap katalis yang akan digunakan dalam proses perengkahan minyak nyamplung. Secara keseluruhan hasil analisa menunjukkan bahwa katalis NiMo/H-Zeolit yang digunakan dalam proses

sintesa tersebut memiliki luas permukaan dan ukuran nano partikel sebagai berikut :

Tabel 4.2 Hasil Analisa BET H-Zeolite dan NiMo/H-Zeolite

Katalis	Surface Area (m ² /g)	Nanoparticle Size (nm)
H-Zeolite	297,4852	20,1691
NiMo/H-zeolite	65,2627	91,9362

Sumber: Data Hasil Uji BET Surface Area dan Nanoparticle Size Pada Laboratorium Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia-Kimia (LIPI-Kimia).

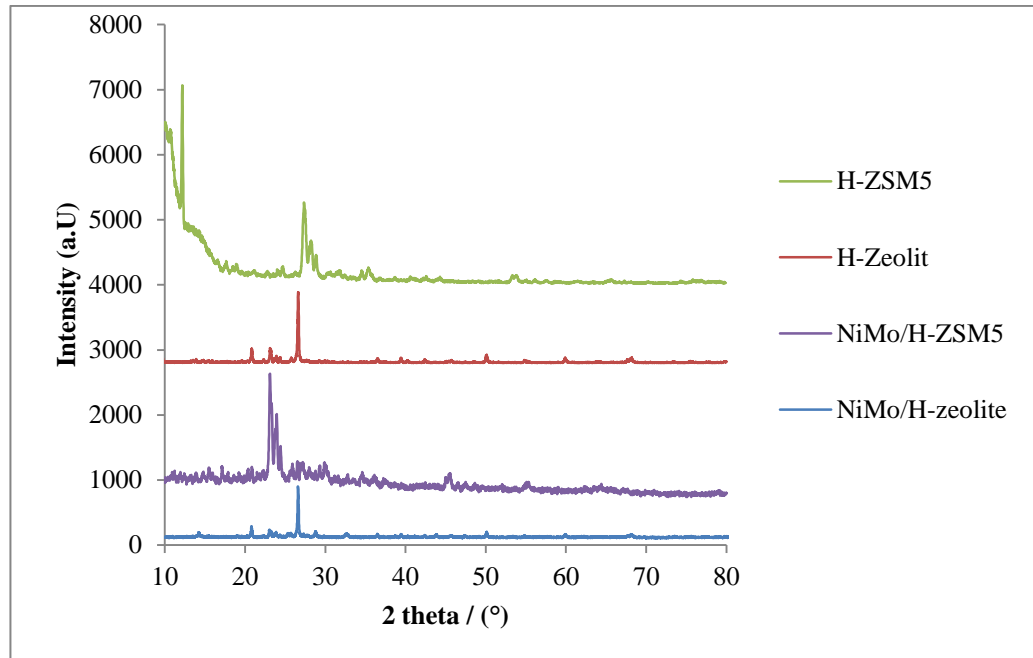
Dari tabel di atas dapat disimpulkan bahwa dengan penambahan logam Ni dan Mo akan menurunkan *surface area*. Pengembangan logam pada H-Zeolit mengakibatkan tertutupnya lapisan tunggal permukaan H-Zeolit yang mengakibatkan turunnya luas permukaan spesifik (Rudiansono dkk, 2005). Pengembangan logam Ni dan Mo juga berpengaruh terhadap ukuran partikel, dengan pengembangan ini ukuran partikel menjadi berukuran lebih besar yaitu 91,9362.

Menurut hasil penelitian Lailatul Badriyah dkk, luas permukaan spesifik setelah pengembangan logam Ni dan Mo pada permukaan zeolit seharusnya akan naik. Kenaikan ini diakibatkan karena masuknya logam Ni dan Mo pada permukaan zeolit sehingga membentuk kluster dan pori baru. Dan untuk ukuran pori seharusnya berkurang karena masuknya logam Ni dan Mo kedalam mikropori zeolit.

4.1.1. Analisa XRD (*X-ray Diffraction*)

Analisa Difraksi sinar X atau *X-ray Diffraction* (XRD) adalah suatu metode analisa yang digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristal dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk

mendapatkan ukuran partikel. Profil XRD juga dapat memberikan data kualitatif dan semi kuantitatif pada padatan atau sampel.



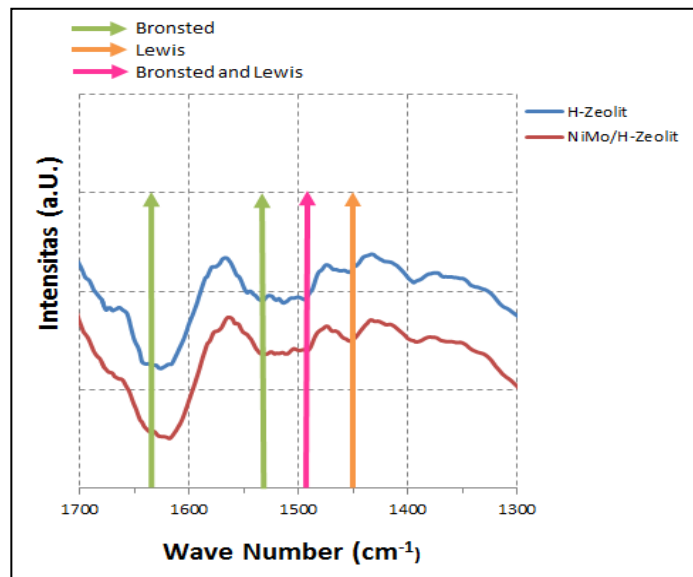
Gambar 4.2 Hasil Analisa XRD H-ZSM 5, H-Zeolit, NiMo/H-ZSM5, NiMo/H-Zeolit

Dari gambar diatas dapat dilihat bahwa hasil XRD sintesa katalis tidak sesuai dengan hasil XRD katalis komersial H-ZSM5 standard baik dilihat dari intensitas maupun kristalnya. Katalis sintesis tidak membentuk tipe H-Zeolit melainkan membentuk micas. Hal ini disebabkan karena ketidak sesuaian rasio antara Si dengan Al.

Untuk hasil impregnasi pengembangan logam Ni dan Mo berdasarkan Gambar diatas dapat dilihat bahwa terdapat puncak puncak baru setelah pengembangan logam Ni dan Mo. Dari hasil analisa untuk kandungan logam, Nikel Nitrat tidak terimpregnasi dengan baik menjadi logam Ni namun dalam ikatan dengan Silika. Sedangkan untuk logam Mo terimpregnasi namun tidak sempurna dapat dilihat pada puncak di 2θ daerah 40,20.

4.1.2 Analisa FT-IR

FT-IR digunakan untuk menganalisa senyawa organik dan anorganik. FT-IR juga dapat digunakan untuk analisa kualitatif meliputi analisa gugus fungsi beserta polanya dan analisa kuantitatif dengan melihat kekuatan absorpsi senyawa pada panjang gelombang



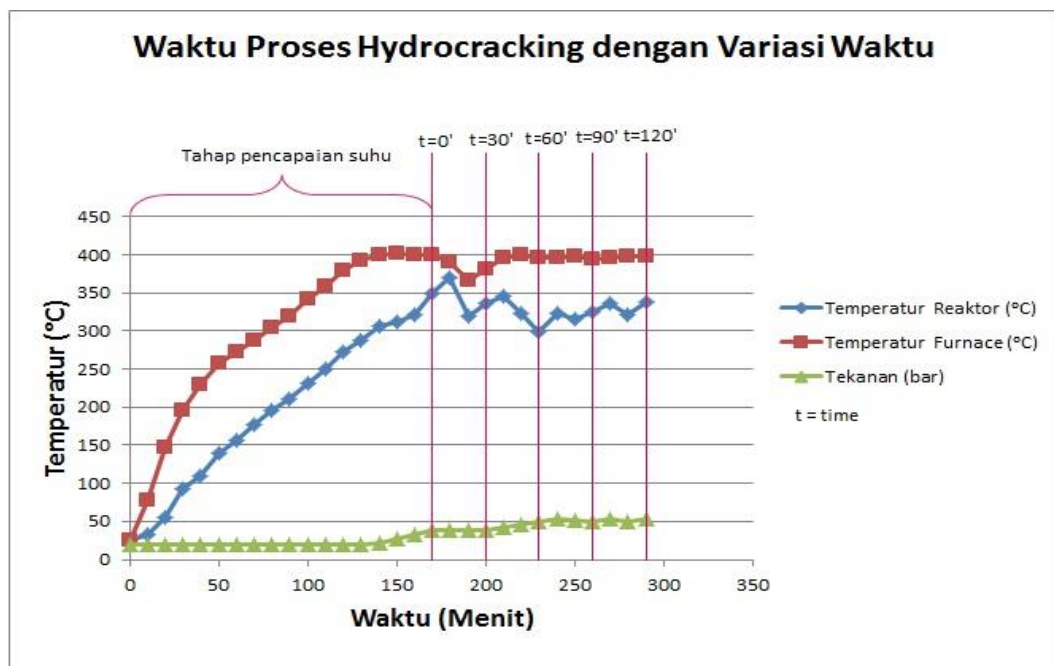
Gambar 4.3 Hasil Analisa FT-IR katalis H-Zeolit dan NiMo/H-Zeolit

Gambar 4.3 menunjukkan analisa FT-IR hasil adsorpsi piridin pada katalis H-Zeolit dan NiMo/H-Zeolit. Pada hasil analisa FT-IR menunjukkan beberapa puncak serapan yang kuat untuk kedua katalis tersebut pada $1635,636 - 1639,494 \text{ cm}^{-1}$. Pada Gambar 4.3 diketahui bahwa FT-IR NiMo/H-Zeolit untuk situs asam Lewis berada pada 1450 cm^{-1} dan untuk asam Bronsted pada $1639,494 \text{ cm}^{-1}$, situs asam pada NiMo/H-Zeolit berkurang. Keasaman H-Zeolit berubah setelah diresapi oleh logam Ni, menjadi tipe Lewis. Hal itu juga bisa terjadi karena impregnasi logam Ni-Mo. Hal itu diduga karena kelebihan jumlah elektron atau proton ion H^+ (mengenai perbandingan $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$) menjadi hilang atau bertukar ke elektron yang kekurangan ion H^+ karena imregnasi Ni-Mo. Puncak serapan interaksi piridin

dengan situs asam Bronsted muncul pada daerah bilangan gelombang 1485-1500, 1540, ~1620, dan ~1640 cm^{-1} , interaksi piridin situs asam Lewis terdapat di 1447-1460, 1488-1530, ~1580, dan 1600-1633 cm^{-1} dan interaksi piridin dalam bentuk ikatan hydrogen, muncul di 1400-1447, 1485-1490 dan 1580-1600 cm^{-1} .

4.2 Proses dengan variasi waktu

Proses *hydrocracking* dimulai dari suhu ruangan (26 °C) sampai suhu di reaktor mencapai 350 °C dan suhu di dalam *furnace* mencapai 400 °C. Waktu retensi dilakukan setelah reaktor mencapai suhu 350 °C dan *furnace* mencapai suhu 400 °C. Proses *hydrocracking* dilakukan selama 2 jam dan dilakukan pengambilan sampel setiap 30 menit hingga 2 jam. Variasi waktu dilakukan untuk mencari hasil optimum dari produk. Karena reaksi *hydrocracking* dilakukan dalam reaktor tertutup maka peningkatan suhu akan meningkatkan tekanan di dalam reaktor. Perubahan laju suhu dan tekanan dapat dilihat pada gambar 4.4 (Dapat dilihat pada Lampiran B).



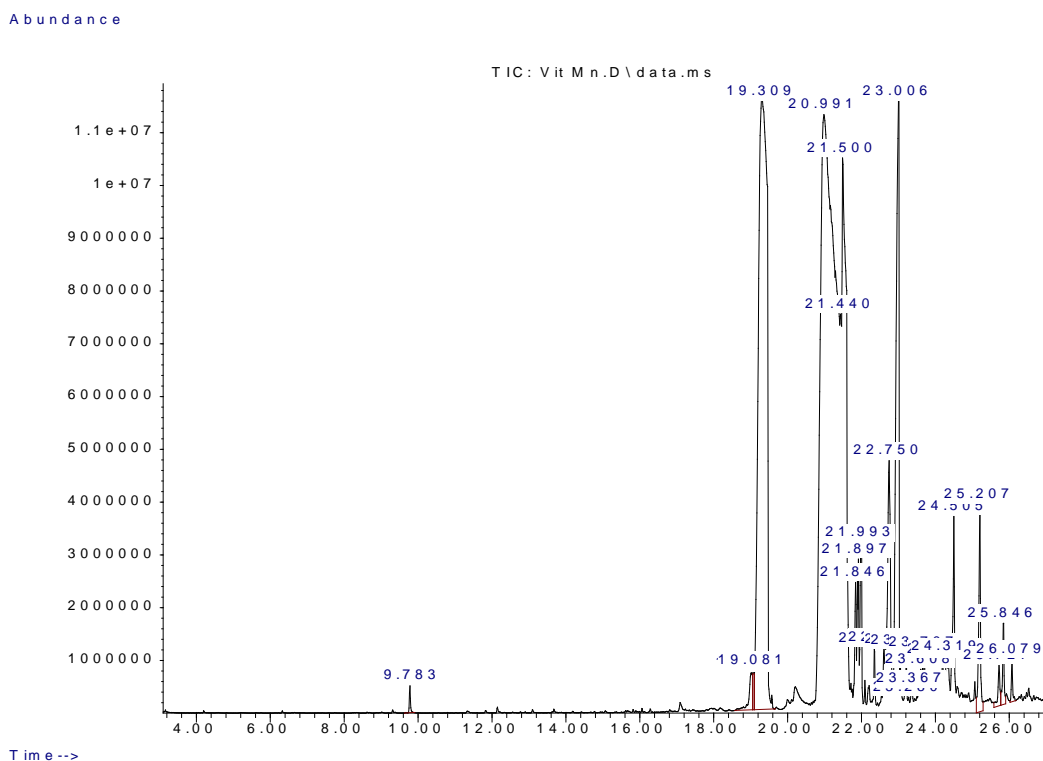
Gambar 4.4 Hasil pengamatan variasi waktu retensi secara keseluruhan

4.3 Hasil Analisa GC-MS (*Gas Chromatography Mass Spectrometry*)

Analisa hasil proses *hydrocracking* dilakukan dengan menggunakan analisa GC (*Gas Chromatography Mass Spectrometry*). Analisa yang dilakukan adalah analisa kualitatif. Analisa GC-MS bertujuan untuk mengetahui kandungan biofuel yang dihasilkan dari proses *hydrocracking*.

Dari proses *hydrocracking* tersebut didapat 5 sampel produk berdasarkan variasi waktu yang akan dianalisa menggunakan GC-MS. Gambar masing masing sampel ditunjukkan pada gambar 4.5 sampai dengan gambar 4.10. Persentase komponen produk masing masing sampel ditunjukkan pada table 4.3 sampai dengan 4.8. Pada tabel presentase dibatasi hanya yang memiliki kualitas diatas 95% yang diambil sebagai data.

4.3.1 Hasil Analisa GC-MS Proses *Hydrocracking* Pada Waktu 0 Menit



Gambar 4.5 Hasil Analisa GC-MS Proses *Hydrocracking* Pada Waktu 0 menit

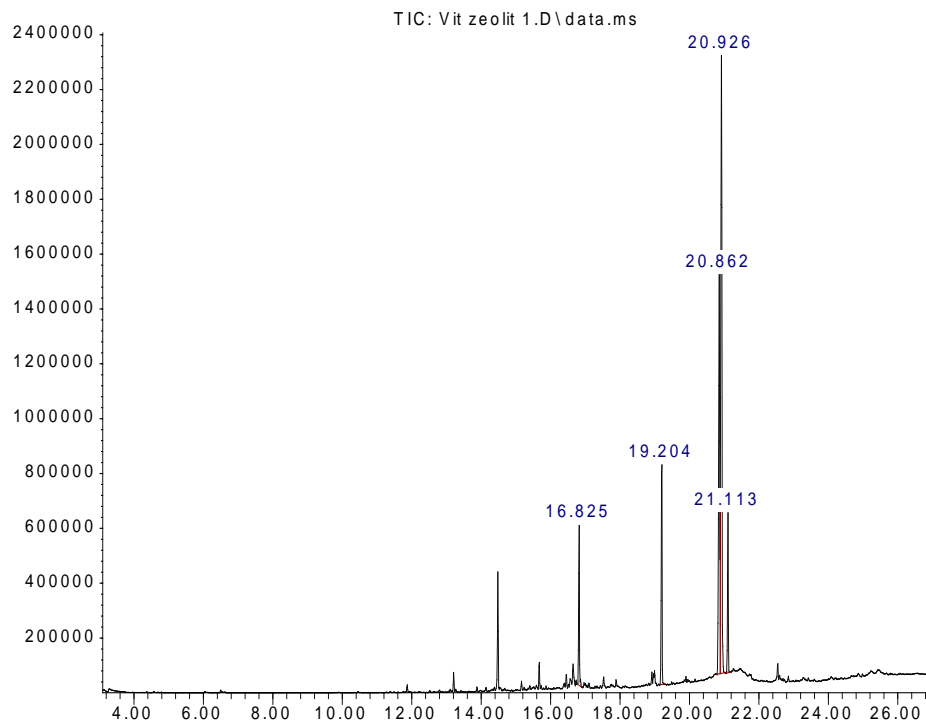
Tabel 4.3 Komponen Produk Proses *Hydrocracking* Pada Waktu 0 menit

Komponen	% Area	Retention Time
Asam Palmitat	20,9856	19,307
Asam Linoleat	36,52	20,9958
Asam Oleat	2,0758	21,4369
Asam Stearat	10,319	21,4999

Setelah suhu didalam reaktor 350 °C dengan tekanan diatur 20 bar mulai dihitung variasi waktu dengan pengambilan sampel pertama masih berupa minyak nyamplung sehingga data pada waktu 0 menit komposisi sampel sama dengan minyak nyamplung.

4.3.2 Hasil Analisa GC-MS Proses *Hydrocracking* Pada Waktu 30 Menit

Abundance



Time-->

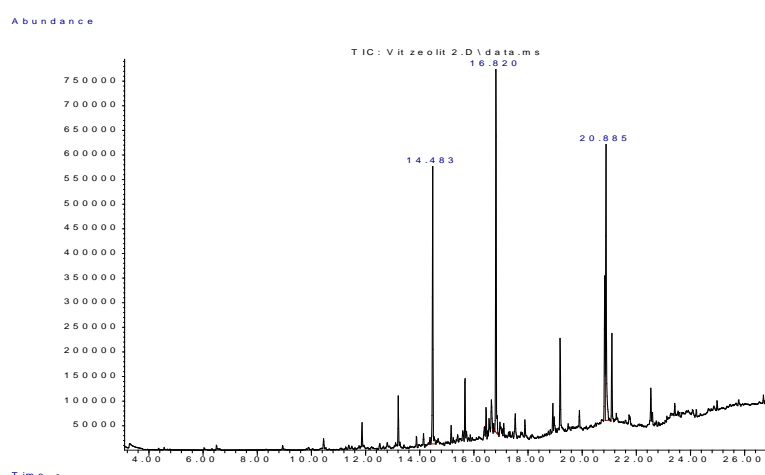
Gambar 4.6 Hasil Analisa GC-MS Proses *Hydrocracking* Pada Waktu 30 menit

Tabel 4.4 Komponen Produk Proses *Hydrocracking* Pada Waktu 30 menit

Komponen	% area	Retention Time
Pentadecane	5,7471	14,48
Heptadecane	7,236	16,8241
Asam Palmitat	11,733	19,2061
Asam Linoleat	25,4558	20,8571
Asam Oleat	42,7886	20,9201
Asam Stearat	7,0396	21,1092

Dari gambar diatas hasil analisa GC-MS pada waktu 30 menit terlihat bahwa sampel yang dianalisis mengandung 6 puncak (*peak*). Puncak tertinggi terdapat pada puncak ke-5 dengan % area 42,7886 yaitu asam oleat. Pada variasi waktu 30 menit dengan suhu di reaktor 336 °C dan tekanan 39 bar sudah mengalami perubahan sebagian menjadi senyawa *pentadecane* yang setara dengan solar pada retensi waktu 14,48 dengan % area sebesar 5,7471 dan *heptadecane* yang setara dengan *lubricant* pada retensi waktu 16,8241 dengan % area sebesar 7,236.

4.3.3 Hasil Analisa GC-MS Proses *Hydrocracking* Pada Waktu 60 Menit



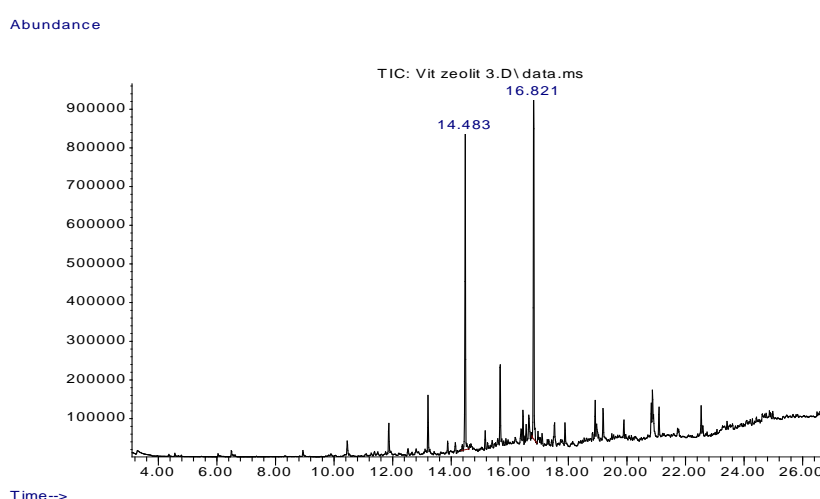
Gambar 4.7 Hasil Analisa GC-MS Proses *Hydrocracking* Pada Waktu 60 menit

Tabel 4.5 Komponen Produk Proses *Hydrocracking* Pada Waktu 60 menit

Komponen	% Area	Retention Time
<i>Pentadecane</i>	21,4988	14,4799
<i>Heptadecane</i>	33,216	16,8241
Asam Palmitat	9,1597	19,1934
Asam Linoleat	11,0544	20,8318
Asam Oleat	25,0712	20,8823

Dari gambar 4.7, hasil analisa GC-MS pada waktu 60 menit menunjukkan bahwa sampel yang dianalisis mengandung 5 puncak (*peak*). Puncak tertinggi terdapat pada puncak ke-2 dengan % area 33,216 yaitu *Heptadecane* yang setara dengan lubricant. Pada variasi waktu 60 menit dengan suhu reaktor 299°C dan tekanan 50 bar, asam stearat sudah hilang dan terengah menjadi *biofuel*. Hal ini ditunjukkan dengan bertambahnya % area pada senyawa *Pentadecane* sebesar 21,4988 % area pada retensi waktu 14,4799 dan senyawa *Heptadecane* sebesar 33,216 % area pada retensi waktu 16,8241.

4.3.4 Hasil Analisa GC-MS Proses *Hydrocracking* Pada Waktu 90 Menit



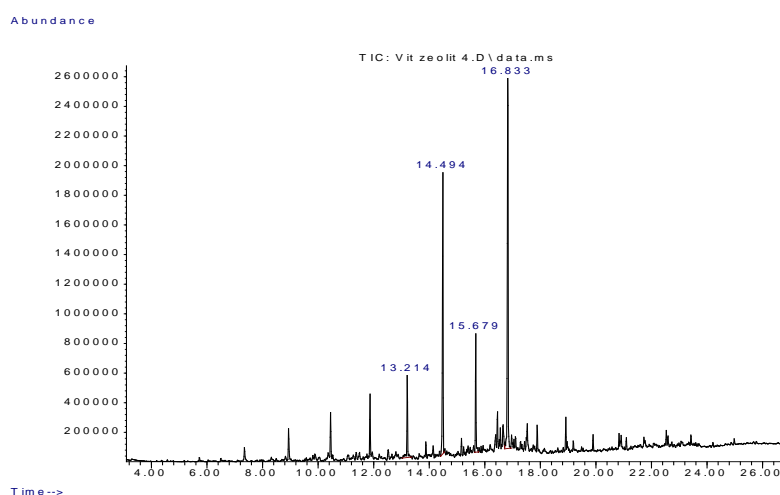
Gambar 4.8 Hasil Analisa GC-MS Proses *Hydrocracking* Pada Waktu 90 menit

Tabel 4.6 Komponen Produk Proses *Hydrocracking* Pada Waktu 90 menit

Komponen	% Area	Retention Time
Pentadecane	35,9301	14,4801
Hexadecane	12,1428	15,6774
Heptadecane	51,9271	16,8242

Dari gambar 4.8 terlihat bahwa sampel yang dianalisis mengandung 3 puncak (*peak*). Puncak tertinggi terdapat pada puncak ke-3 dengan % area 51,9271 yaitu Heptadecane senyawa yang setara dengan *lubricant*. Pada variasi waktu 90 menit dengan suhu 325 °C dan tekanan 50 bar sudah tidak ada lagi asam lemak yang terkandung di dalam sampel. Pada pengambilan sampel dengan waktu 90 menit sudah terbentuk fraksi yang setara dengan solar yaitu *Pentadecane* pada retensi waktu 14,4801 dengan % area sebesar 35,9301 dan *Hexadecane* pada retensi waktu 15,6774 dengan % area sebesar 12,1428. Sedangkan untuk *Heptadecane* senyawa yang setara *lubricant* ada pada retensi waktu 16,8242 dengan % area sebesar 51,9271.

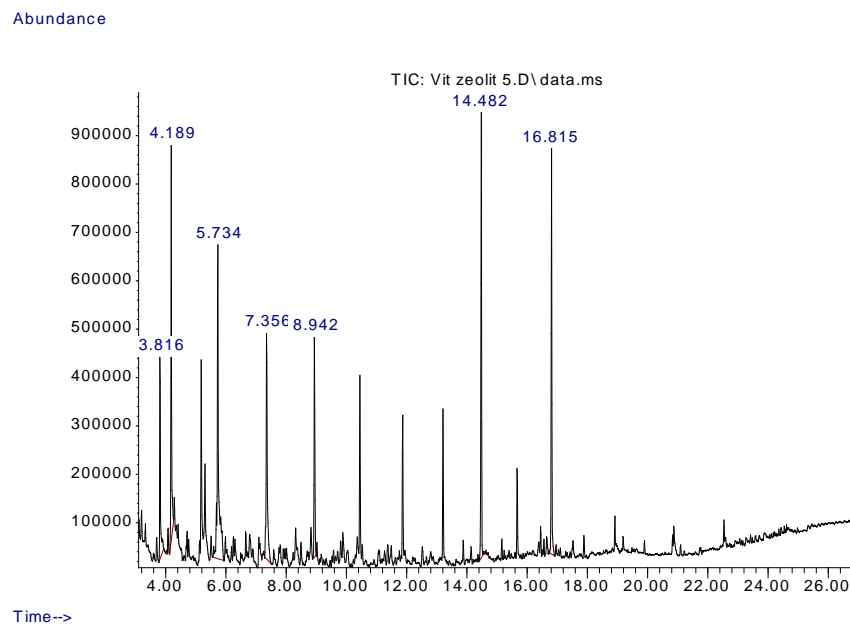
4.3.5 Hasil Analisa GC-MS Proses *Hydrocracking* Pada Waktu 120 Menit



Gambar 4.9 Hasil Analisa GC-MS Proses *Hydrocracking* Pada Waktu 120 menit dalam Fasa Cair

Tabel 4.7 Komponen Produk Proses *Hydrocracking* Pada Waktu 120 menit dalam Fasa Cair

Komponen	% area	Retention Time
Undecane	2,9785	8,9473
Dodecane	3,6507	10,4471
Tridecane	4,3868	11,8712
Tetradecane	6,3517	13,2197
Pentadecane	22,0791	14,4926
Hexadecane	8,4784	15,6774
Heptadecane	38,2606	16,8368
Cyclohexane, undecyl-	3,4723	17,53
Octadecane	1,7696	17,8955
Nonadecane	1,974	18,9163



Gambar 4.10 Hasil Analisa GC-MS Proses *Hydrocracking* Pada Waktu 120 menit dalam Fasa Gas

Tabel 4.8 Komponen Produk Proses *Hydrocracking* Pada Waktu 120 menit dalam Fasa Gas

Komponen	% Area	Retention Time
Benzene, 1,3-dimethyl-	5,7084	5,305
Nonane	9,7752	5,7336
Decane	11,2661	7,3594
Undecane	6,8662	8,9473
Dodecane	5,2442	10,4471
Tridecane	4,0671	11,8712
Tetradecane	4,8897	13,2072
Pentadecane	12,3236	14,4801
Hexadecane	2,9055	15,6774
Heptadecane	11,591	16,8116

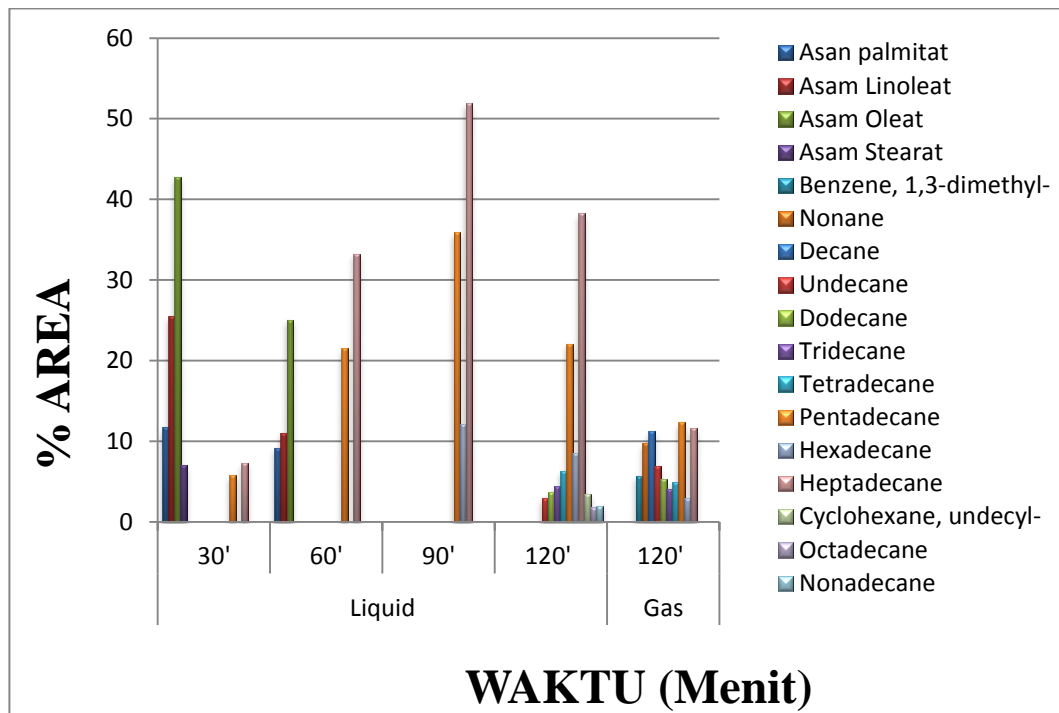
Hasil analisa GC-MS dengan variasi waktu 120 menit memiliki 2 hasil yaitu fasa cair dan fasa gas. Dari gambar 4.9 hasil analisa GC-MS pada waktu 120 menit dengan fasa cair terlihat bahwa sampel yang dianalisis mengandung 12 puncak (*peak*). Puncak tertinggi terdapat pada puncak dengan % area 38,2606 yaitu Heptadecane yang setara dengan *lubricant*. Pada variasi waktu 120 menit dengan suhu reaktor 338°C dan tekanan 53 bar. Pada sampel ini sudah terbentuk senyawa senyawa yang serupa atau setara dengan *biofuel* seperti *gasoline* (bensin), *kerosene* (minyak tanah), solar dan *lubricant* (pelumas).

Untuk hasil fasa gas pada waktu 120 menit didapatkan hasil seperti pada gambar 4.10 yang memiliki 10 puncak (*peak*) dengan kualitas diatas 95%. Puncak tertinggi terdapat pada puncak dengan % area 12,3236 yaitu *Pentadecane* yang merupakan senyawa setara dengan solar. Pada fasa ini komponen hasilnya memiliki rantai karbon yang lebih pendek di bandingkan dengan fasa cairnya. Meskipun keduanya sudah membentuk senyawa yang setara dengan *gasoline*, *kerosene*, solar maupun *lubricant*.

Dari data seluruh hasil perengkahan maka dapat disimpulkan data sebagai berikut :

Tabel 4.9 Hasil GC-MS proses *hydrocracking* secara keseluruhan

Komponen	% area				
	Liquid				Gas
	30'	60'	90'	120'	120'
Asan palmitate	11,733	9,1597	0	0	0
Asam Linoleat	25,4558	11,0544	0	0	0
Asam Oleat	42,7886	25,0712	0	0	0
Asam Stearat	7,0396	0	0	0	0
Benzene, 1,3-dimethyl-	0	0	0	0	5,7084
Nonane	0	0	0	0	9,7752
Decane	0	0	0	0	11,2661
Undecane	0	0	0	2,9785	6,8662
Dodecane	0	0	0	3,6507	5,2442
Tridecane	0	0	0	4,3868	4,0671
Tetradecane	0	0	0	6,3517	4,8897
Pentadecane	5,7471	21,4988	35,9301	22,0791	12,3236
Hexadecane	0	0	12,1428	8,4784	2,9055
Heptadecane	7,236	33,216	51,9271	38,2606	11,591
Cyclohexane, undecyl-	0	0	0	3,4723	0
Octadecane	0	0	0	1,7696	0
Nonadecane	0	0	0	1,974	0

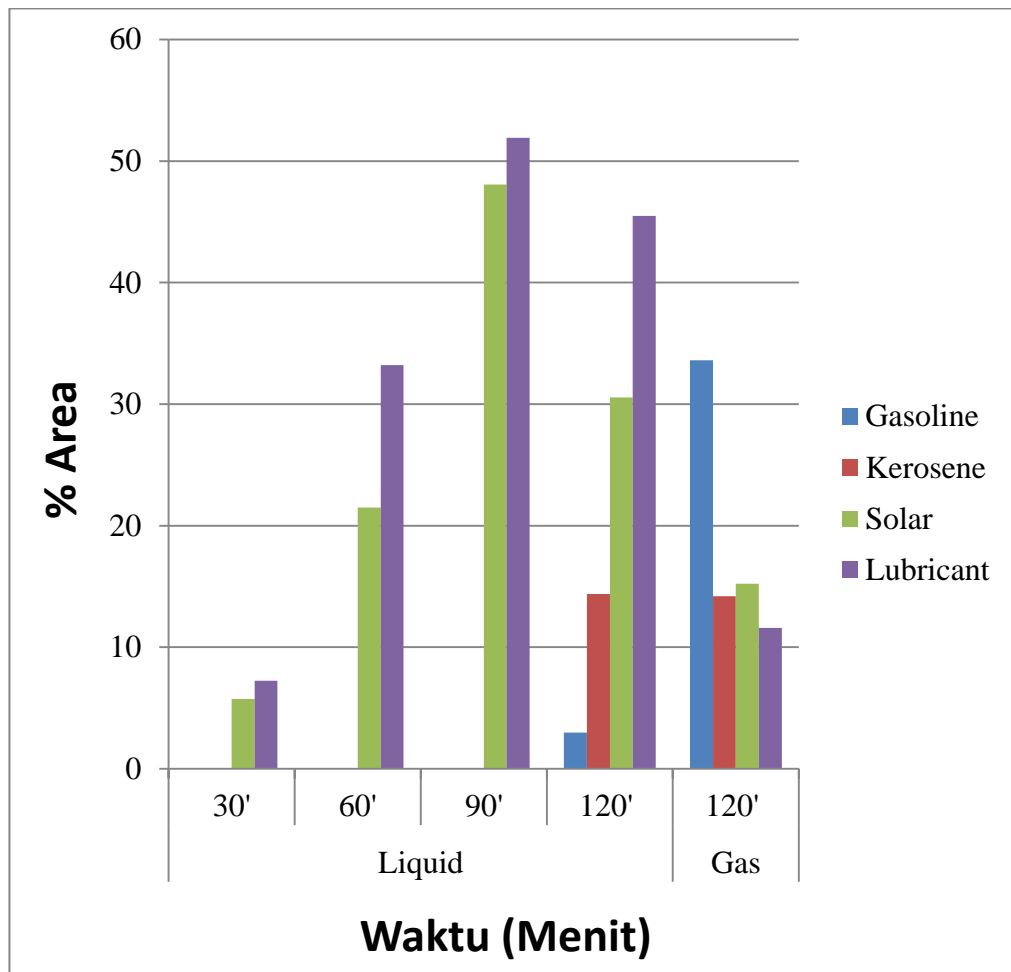


Gambar 4.11 Gambar hasil GC-MS proses *hydrocracking* secara keseluruhan

Dari data-data diatas dapat di kelompokkan lagi sesuai dengan jumlah atom karbon menjadi fraksi-fraksi yang setara dengan *biofuel*. Dari data diatas didapatkan fraksi-fraksi sebagai berikut :

Tabel 4.10 Fraksi *Biofuel* Hasil *Hydrocracking*

Jumlah Atom Karbon	Fraksi	% area				
		Liquid				Gas
		30'	60'	90'	120'	120'
C ₅ - C ₁₂	<i>Gasoline</i>	0	0	0	2,9785	33,6159
C ₁₂ - C ₁₅	<i>Kerosene</i>	0	0	0	14,3892	14,201
C ₁₅ - C ₁₆	<i>Solar</i>	5,7471	21,4988	48,0729	30,5575	15,2291
C ₁₇ - C ₂₀	<i>Lubricant</i>	7,236	33,216	51,9271	45,4765	11,591



Gambar 4.12 Fraksi *Biofuel* Hasil *Hydrocracking*

Dari hasil GC-MS pada tabel 4.10 dan gambar 4.12 hasil proses *hydrocracking* minyak nyamplung menunjukkan bahwa hasil optimum untuk masing-masing *biofuel* dari proses *hydrocracking* pada menit ke 90 pada fasa *liquid* didapat hasil setara solar dengan % area sebesar 48,0729 dan setara *lubricant* dengan % area sebesar 51,9271. Pada menit ke 120 didapat hasil *hydrocracking* pada fasa gas setara *gasoline* sebesar 33,6159 % area dan pada fasa *liquid* setara *kerosene* sebesar 14,3892 % area.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa :

1. Hasil analisa BET menunjukkan bahwa luas permukaan katalis NiMo/H-Zeolit mengalami penurunan dari 297,4852 m²/g menjadi 65,2627 m²/g. Hasil XRD menunjukkan bahwa H-Zeolit tidak terbentuk pada proses sintesa katalis. Sedangkan hasil analisa FT-IR menunjukkan bahwa adanya perubahan situs asam dari asam Bronsted menjadi asam Lewis yaitu masing-masing pada 1639,494 cm⁻¹ dan pada 1450 cm⁻¹.
2. Hasil analisa GC-MS pada fasa liquid waktu proses *hydrocracking* 90 menit diperoleh pentadecane dan hexadecane yang optimal sebesar masing-masing 35,9301 % area dan 12,1428 % area, hasil tersebut setara solar. Dan juga diperoleh heptadecane yang optimal sebesar 51,9271 % area, hasil tersebut setara *lubricant*. Sedangkan pada waktu proses *hydrocracking* 120 menit diperoleh dodecane, tridecane, dan tetradecane yang optimal sebesar masing-masing 3,6507 % area, 4,3868 % area, dan 6,3517 % area, hasil tersebut setara *kerosene*. Dan juga diperoleh pada fasa gas waktu proses *hydrocracking* 120 menit diperoleh benzene, 1,3-dimethyl-, nonane, decane, dan undecane yang optimal sebesar masing-masing 5,7084 % area, 9,7752 % area, 11,2661 % area, dan 6,8662 % area, hasil tersebut setara dengan *gasoline*.

5.2 Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dan hasil analisa yang telah diperoleh, maka disarankan agar dilakukan penelitian lebih lanjut agar mendapatkan kualitas produk yang lebih baik lagi, dengan menambahkan variabel berubah. Variabel yang ditambahkan variasi perbandingan jumlah katalis, temperatur dan tekanan proses, bisa juga ditambahkan waktu prosesnya.

DAFTAR PUSTAKA

- Amy, Ardhyaska. 2014. *Perancangan Produk Reaktor Mikroalga Penghasil Biofuel Untuk Kawasan Pesisir*. Jurnal Tingkat Sarjana Senirupa dan Desain. ITB.
- Andaka, Ganjar. 2009. *Optimasi Proses Ekstraksi Minyak Kacang Tanah Dengan Pelarut N-Heksana*. Yogyakarta: Institut Sanins & Teknologi AKPRIND.
- Badriyah, L., Kandarwati, S., dan Harjito. 2010. *Pengaruh Temperatur pada Reaksi Hidrogenasi Piridin dengan Katalis Ni-Mo/Zeolit Alam*. Jurnal Kimia FMIPA UNS. Semarang : Universitas Negeri Semarang.
- Dahyaningsih, Endah, Ibrahim, R., dan Roesyadi, A. 2013. *Pembuatan Biofuel dari Minyak Nyamplung (*Calophyllum inophyllum* L) Melalui Proses Hydrocracking dengan Katalis Ni-Mo/Zeolit*. Jurnal Teknik POMITS, Vol 2. Surabaya: Intitut Teknilogi Sepuluh November.
- Fuadi, A.M, Musthofa, M., Harismah, K., Haryanto, Hidayati. 2012. *Pembuatan Zeolit Sintetis Dari Sekam Padi*. Simposium Nasional RAPI XI. Kartasura: Universitas Muhammadiyah Semarang.
- Hasibuan, Sawarni, Sahirman. 2013. *Karakteristik Fisikokimia dan Antibakteri Hasil Purifikasi Minyak Nyamplung*. AGRITECH, Vol.33, No.3, Agustus. Cianjur: Departemen Agroindustri Pusat Pengembangan dan Pemberdayaan Pendidikan dan Tenaga Kependidikan (PPPPTK).
- Heny. 2007. *Proses Perengkahan Minyak Sawit Menggunakan Katalis Jenis DHC 8*, *Prosiding Seminar Nasional Fundamental Dan Aplikasi Teknik Kimia 2007*. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh November.
- Hermanto, Sandra, Munawanah, A., Wardhani, Prita. 2010. *Analisis Tingkat Kerusakan Lemak Nabati dan Lemak Hewani Akibat Proses Pemanasan*. Jakarta: UIN Syarif Hidayatullah.
- Nurjannah. 2010. *Konversi Katalitik Minyak Sawit untuk Menghasilkan Biofuel Menggunakan Silika Alumina dan HZSM-5 Sintesis*. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh November.

- Plank, C.J.. 1990. *Method for Producing Zeolite. United State Patent*, 4, 341, 748.
- Poyoh, C.F., Rauf, Ahmad, F., Lumintang, Romels. 2013. *Pengaruh Variasi Ukuran Butiran Filler Serbuk Gergaji Batang Kelapa terhadap Sifat Mekanik Komposi*. Manado: Universitas Sam Ratulagi.
- Prastowo, Bambang. 2007. *Bahan Bakar Nabati Asal Tanaman Perkebunan Sebagai Alternatif Pengganti Minyak Tanah Untuk Rumah Tangga*. Vol 6 Nomor 1. Bogor: Pusat Penelitian dan Pengembangan Perkebunan.
- Rudiansono, Trisunaryati, W., dan Triyono. 2007. *Pembuatan, Karakterisasi, dan Uji Aktivitas katalis NiMo/Z dan NiMo/Z-Nb₂O₅ pada Reaksi Hidrorengkah Fraksi Sampah plastic menjadi Fraksi Bensin*. Berkala MIPA, hal. 48-50.
- Setiawan, D., dan Supriyatna, D.. (1999). *Sintesis Zeolit Dari Abu Sekam Padi Menggunakan Metode Proses Hidrogel*.. Yogyakarta: P3TM-BATAN.
- Siboro, J. 2010. *Pengaruh Lama Reaksi Terhadap Perubahan Karakteristik Biodiesel Turunan Minyak Kacang Tanah Dengan Menggunakan Katalis CaO*. Sumatera: Universitas Sumatera Utara.
- Suhartanta, Arifin, Z. 2008. *Pemanfaatan Minyak Jarak Pagar Sebagai Bahan Bakar Alternatif Mesin Diesel*. Jurnal Penelitian Saintek, Vol. 13 No.1. Yogyakarta: Universitas Negeri Yogyakarta.
- Togar, Mulders Yan. 2012. *Preparasi Katalis Praseodimium Oksida/Zeorit Klipnotilolit Aktif untuk Meningkatkan Bilangan Oktana pada Gasolin*. Depok: Universitas Indoneisa.

LAMPIRAN A

PERHITUNGAN DALAM SINTESA KATALIS NiMo/H-Zeolit

Perhitungan Bahan

- **Perhitungan NH₄Cl 2,5 M dalam 2 L**

$$Mr \text{ NH}_4\text{Cl} = 53,45$$

- $M \text{ NH}_4\text{Cl} = \frac{\text{mol}}{\text{Liter}}$

$$2,5 \text{ M} = \frac{\text{mol}}{2 \text{ Liter}}$$

$$\text{mol} = 5 \text{ mol}$$

- $gr = Mr \times \text{mol}$

$$gr = 53,45 \times 5$$

$$gr = 267,5 \text{ gram}$$

- **Perhitungan larutan 0,1 M AgNO₃**

$$Mr \text{ AgNO}_3 = 169,87$$

$$gr \text{ AgNO}_3 = \frac{Mr}{v} \times M \times \frac{mL}{1000 \text{ mL}}$$

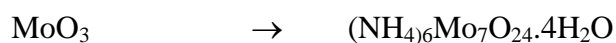
$$gr \text{ AgNO}_3 = \frac{169,87}{1} \times 0,1 \text{ M} \times \frac{100 \text{ mL}}{1000 \text{ mL}}$$

$$gr \text{ AgNO}_3 = 1,6987 \text{ gram}$$

- **Perhitungan impregnasi**

1. Mengimpregnasikan Mo terhadap H-Zeolit

$$\text{Mo} = 15\% \text{ w MoO}_3$$



$$\text{BM MoO}_3 \quad = 143,9382 \text{ g/mol}$$

$$\text{BM } (\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O} \quad = 1235,86 \text{ g/mol}$$

$$\text{Berat MoO}_3 \quad = (x)$$

$$x = 15 \times \frac{1}{85} = 0,1765 \text{ gram (dalam 1 gram)}$$

$$\frac{\text{gr MoO}_3}{7 \times \text{BM MoO}_3} = \frac{\text{gr AHM}}{\text{BM AHM}}$$

*AHM (Ammonium Hepta Molybdate)

$$\frac{0,1765 \text{ gr MoO}_3}{7 \times 143,9382} = \frac{\text{gr AHM}}{1235,86}$$

$$\text{gr AHM} = 0,21649 \times 10 \text{ gram}^1$$

$$\text{gr AHM} = 2,1649 \text{ gram}$$

Keterangan:

$$\text{gr H-Zeolit} = 10 \text{ gram}$$

$$\text{gr MoO}_3 = 0,7165 \text{ gram}$$

$$\text{gr AHM} = 2,1649 \text{ gram}$$

$$\text{Aquades untuk H-Zeolit} = 1/3 \times 50 \text{ mL}$$

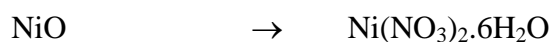
$$= 33,33 \text{ mL}$$

$$\text{Aquades untuk AHM} = 2/3 \times 100 \text{ mL}$$

$$= 66,67 \text{ mL}$$

2. Mengimpregnasikan Mo/H-Zeolit dengan Ni (Nikel)

$$\text{Ni} = 5\% \text{ w NiO}$$



$$\text{BM NiO} = 74,69 \text{ g/mol}$$

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

$$\text{Berat NiO} = (x)$$

$$x = 5 \times \frac{1}{95} = 0,05263 \text{ gram (dalam 1 gram)}$$

$$\frac{\text{gr NiO}}{\text{BM NiO}} = \frac{\text{gr Ni(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{\text{BM Ni(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}$$

¹ Untuk 10 gram H-Zeolit

$$\frac{0,05263 \text{ gr}}{74,69} = \frac{\text{gr Ni(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{290,81}$$

$$\text{gr Ni(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 0,20491 \times 10,66 \text{ gram}^2$$

$$\text{gr Ni(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 2,1843406 \text{ gram}$$

Keterangan:

$$\text{gr Mo/H-Zeolit} = 10,66 \text{ gram}$$

$$\text{gr Ni(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 2,1843406 \text{ gram}$$

$$\text{Aquades untuk Mo/H-Zeolit} = 1/3 \times 70 \text{ mL}$$

$$= 23,33 \text{ mL}$$

$$\text{Aquades untuk Ni(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 2/3 \times 70 \text{ mL}$$

$$= 46,67 \text{ mL}$$

² Untuk 10,66 gram /H-Zeolit

LAMPIRAN B

PROSES *HYDROCRACKING* MINYAK NYAMPLUNG

- Menyiapkan minyak nyamplung sebanyak 700 mL = 635, 8 gram
- Menghitung BJ Minyak nyamplung:

Bobot kosong piknometer 5 mL = 12,293 gram

Volume air = 17,340 gram

Volume minyak nyamplung = 17,031 gram

$$\frac{\text{vol. minyak nyamplung} - \text{bobot kosong pikno}}{\text{vol. air} - \text{bobot kosong pikno}}$$

$$\frac{17,031 - 12,293}{17,340 - 12,293} = 0,9387 \text{ gram}$$

- Berat Katalis NiMo/H-Zeolit : 7 gram

Temperatur Reaktor (°C)	Temperatur Furnace (°C)	Tekanan (Bar)	Waktu (t ; menit)
26	26	20	0
33	78	20	10
56	147	20	20
93	196	20	30
109	229	20	40
140	257	20	50
157	272	20	60
177	288	20	70
195	305	20	80
211	320	19	90
232	342	19	100

Temperatur Reaktor (°C)	Temperatur Furnace (°C)	Tekanan (Bar)	Waktu (t ; menit)
250	359	19	110
273	379	19	120
288	393	19	130
306	399	22	140
312	401	28	150
322	400	32	160
350	400	38	170

Temperatur tercapai pada menit ke 170

T Reaktor = 350°C dan Tekanan = 20 Bar

Waktu dihitung selama 2 jam dimulai pada saat T Reaktor = 350°C

Temperatur Reaktor (°C)	Temperatur Furnace (°C)	Tekanan (Bar)	Waktu (t ; menit)
350	400	38	0
370	391	38	10
319	366	38	20
336	381	39	30
346	397	42	40
324	399	46	50
299	397	50	60
323	396	54	70
316	398	51	80
325	395	50	90
336	396	54	100
321	398	50	110
338	398	53	120

Keterangan:

*Diambil sampel tiap 30 menit sekali