



**STUDI PENGARUH KADAR Mo DALAM KATALIS BIMETAL Mo-Ni/ZAAH PADA PERENKAHAN MINYAK SAWIT**

**SKRIPSI**

Oleh

**Riyan Cahyo Setiawan**  
**NIM 111810301032**

**JURUSAN KIMIA**  
**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**  
**UNIVERSITAS JEMBER**  
**2015**



**STUDI PENGARUH KADAR Mo DALAM KATALIS BIMETAL Mo-Ni/ZAAH PADA PERENKAHAN MINYAK SAWIT**

**SKRIPSI**

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat untuk menyelesaikan Progam Studi Kimia (S1) dan mencapai gelar Sarjana Kimia

Oleh

**Riyan Cahyo Setiawan**  
**NIM 111810301032**

**JURUSAN KIMIA**  
**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**  
**UNIVERSITAS JEMBER**  
**2015**

## PERSEMBAHAN

Dengan segenap ketulusan hati, skripsi ini saya persembahkan untuk:

1. kedua orang tua tercinta Ibunda Yayuk Lestari dan Ayahanda Santoso yang senantiasa memberikan doa, dukungan, nasihat, dan pengorbanan yang begitu besar demi kebaikan dan kesuksesan kami;
2. adik-adik tersayang Rivan Andika Zunaidi Setiawan dan Revina Agnesia Fara Trista yang selalu memberikan semangat, keceriaan dan kebahagiaan;
3. guru-guru di TK Taman Indria, SDN 1 Kebondalem, SMPN 1 Siliragung, SMAN 1 Bangorejo serta dosen-dosen di Jurusan Kimia FMIPA Universitas Jember yang telah secara tulus memberikan ilmu dan bimbingannya;
4. Almamater tercinta, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

**MOTTO**

“Inovasi atau mati.

Tiada hari tanpa inovasi dan tanpa inovasi berarti bunuh diri”

(Rama Prihandana)<sup>\*)</sup>

“Yang membedakan orang sukses dan orang gagal adalah bukan karena yang satu memiliki kemampuan dan ide lebih baik, tapi karena dia berani mempertaruhkan ide, menghitung risiko, dan bertindak cepat”

(Andre Malraux)<sup>\*\*)</sup>

“Dan mereka yang berjuang dan bersungguh-sungguh datang kepada Kami,  
Kami pasti akan menunjuki mereka jalan-jalan Kami”

(terjemahan Surat *Al-Ankabuut* ayat 69)<sup>\*\*\*)</sup>

---

\*) Prihandana, R. Tanpa tahun. Bioetanol Ubi Kayu; Bahan Bakar Masa Depan. <http://www.agromedia.net>. [26 Oktober 2015].

\*\*\*) Putri, I. 2014. 3000 Motivasi Dasyat Semangat dan Sukses. Jakarta: DAN idea.

\*\*\*) Al-Qarni, A. A. 2006. *Don't Be Sad: Cara Hidup Positif Tanpa Pernah Sedih dan Frustasi*. Jakarta: Maghfirah Pustaka.

**PERNYATAAN**

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

nama : Riyan Cahyo Setiawan

NIM : 111810301032

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul “Studi Pengaruh Kadar Mo dalam Katalis Bimetal Mo-Ni/ZAAH pada Perengkahan Minyak Sawit” adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali jika dalam pengutipan substansi disebutkan sumbernya, dan belum pernah diajukan pada institusi manapun, serta bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa adanya tekanan dan paksaan dari pihak manapun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata di kemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 26 November 2015

Yang menyatakan,

Riyan Cahyo Setiawan

NIM 111810301032

**SKRIPSI**

**STUDI PENGARUH KADAR Mo DALAM KATALIS BIMETAL Mo-Ni/ZAAH PADA PERENKAHAN MINYAK SAWIT**

Oleh

Riyan Cahyo Setiawan  
NIM 111810301032

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : Dr. Donatus Setyawan P.H., S.Si., M.Si.  
Dosen Pembimbing Anggota : I Nyoman Adi Winata, S.Si., M.Si.

**PENGESAHAN**

Skripsi berjudul “Studi Pengaruh Kadar Mo dalam Katalis Bimetal Mo-Ni/ZAAH pada Perengkahan Minyak Sawit” telah diuji dan disahkan oleh Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember pada:

hari, tanggal :

tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember

Tim Penguji

Ketua,

Sekretaris,

Dr. Donatus Setyawan P.H., S.Si., M.Si.  
NIP. 196808021994021001

I Nyoman Adi Winata, S.Si., M.Si.  
NIP. 197105011998021002

Penguji I,

Penguji II,

Tri Mulyono, S.Si., M.Si.  
NIP. 196810021998021001

drh. Wuryanti Handayani, M.Si.  
NIP. 196008221985032002

Mengesahkan,  
Dekan,

Prof. Drs. Kusno, DEA., Ph.D.  
NIP. 196101081986021001

## RINGKASAN

**Studi Pengaruh Kadar Mo dalam Katalis Bimetal Mo-Ni/ZAAH pada Perengkahan Minyak Sawit;** Riyan Cahyo Setiawan, 111810301032; 2015; 125 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Konsumsi energi terus-menerus dapat berdampak pada cadangan minyak bumi yang semakin menipis. Salah satu komoditas yang ternyata memiliki potensi sebagai energi baru dan terbarukan yaitu kelapa sawit. Minyak kelapa sawit tersusun atas trigliserida dengan jenis asam lemak palmitat dan asam lemak oleat sebagai penyusun terbesar. Minyak sawit dapat dikonversi menjadi *biofuel* salah satunya melalui perengkahan. Katalis yang sering digunakan dalam proses perengkahan yaitu zeolit. Zeolit merupakan aluminosilikat yang banyak digunakan sebagai media pengemban dari logam aktif. Modifikasi zeolit melalui impregnasi logam diharapkan dapat meningkatkan aktivitas dari katalis. Adanya impregnasi logam juga dapat berpengaruh terhadap karakteristik dari katalis yang dihasilkan. Logam Ni sering diimbangkan dalam zeolit untuk katalis perengkahan. Logam Mo memiliki karakter yang berbeda dengan Ni namun juga memiliki kemampuan sebagai katalis, sehingga kedua logam tersebut dapat dijadikan sebagai katalis bimetal.

Penelitian ini bertujuan mengetahui pengaruh logam Mo terhadap karakteristik dan aktivitas katalis bimetal Mo-Ni/ZAAH. Penelitian diawali dengan preparasi katalis meliputi aktivasi zeolit dengan HF 1%, diasamkan dengan HCl 2M dan NH<sub>4</sub>Cl 2M dan dilanjutkan hidrotermal dengan mengalirkan uap air pada suhu 500 °C. Setelah diperoleh katalis ZAAH, dilanjutkan dengan impregnasi Ni sebesar 2% b/b dan kemudian Mo diimpregnasikan sebesar 0%, 1%, 2%, 3%, dan 4% b/b ke dalam katalis Ni<sub>2</sub>/ZAAH. Katalis Mo-Ni/ZAAH diberikan perlakuan kalsinasi dan oksidasi untuk menghilangkan pengotor organik dan anorganik. Karakteristik katalis

meliputi kandungan Na, rasio Si/Al dan kandungan Ni dan Mo dianalisa dengan AAS, sedangkan keasaman total katalis ditentukan secara gravimetri. Preparasi umpan dilakukan dengan cara transesterifikasi minyak sawit menggunakan metanol dengan perbandingan 1: 6 dan NaOH sebesar 1% dari berat minyak sawit. Metil ester yang diperoleh selanjutnya dilakukan proses perengkahan secara termal dan katalitik. Reaktor yang digunakan jenis *fixed bed* dengan temperatur 450 °C dan laju N<sub>2</sub> sebesar 20 mL/menit. Katalis yang digunakan sebanyak 4 gram dengan waktu operasi selama 30 menit. Metil ester awal dan hasil perengkahan secara termal dan katalitik dianalisa menggunakan GC-MS. Berdasarkan GC-MS maka diketahui aktivitas dari katalis Mo-Ni/ZAAH yang terbaik.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa zeolit mengalami peningkatan rasio Si/Al dari 2,44 menjadi 8,12 setelah terjadi dealuminasi. Semakin banyak logam Mo yang diimpregnasikan pada katalis bimetal Mo-Ni/ZAAH, ternyata menyebabkan peningkatan kembali kandungan Na meskipun dalam jumlah kecil dan cenderung meningkatkan keasaman total dari katalis. Keasaman total tertinggi dimiliki oleh katalis Mo3%-Ni/ZAAH. Keberhasilan impregnasi Mo sebesar 2, 3 dan 4% b/b ternyata masih jauh dari yang diimpregnasikan awalnya dan penggantian terhadap logam Ni relatif kecil. Hasil analisa GC-MS dari metil ester awal menunjukkan metil oleat memiliki persen puncak area tertinggi, sedangkan pada hasil perengkahan baik secara termal maupun katalis masih cenderung sama dengan puncak dari umpan meskipun muncul beberapa puncak baru. Aktivitas katalis yang rendah kemungkinan besar disebabkan oleh terbentuknya kokas yang berlebihan. Namun katalis yang menunjukkan aktivitas paling baik ditunjukkan pada jenis katalis Mo2%-Ni/ZAAH.

## PRAKATA

Puji syukur ke hadirat Allah SWT yang telah memberikan rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul "Studi Pengaruh Kadar Mo dalam Katalis Bimetal Mo-Ni/ZAAH pada Perengkahan Minyak Sawit". Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat dalam menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

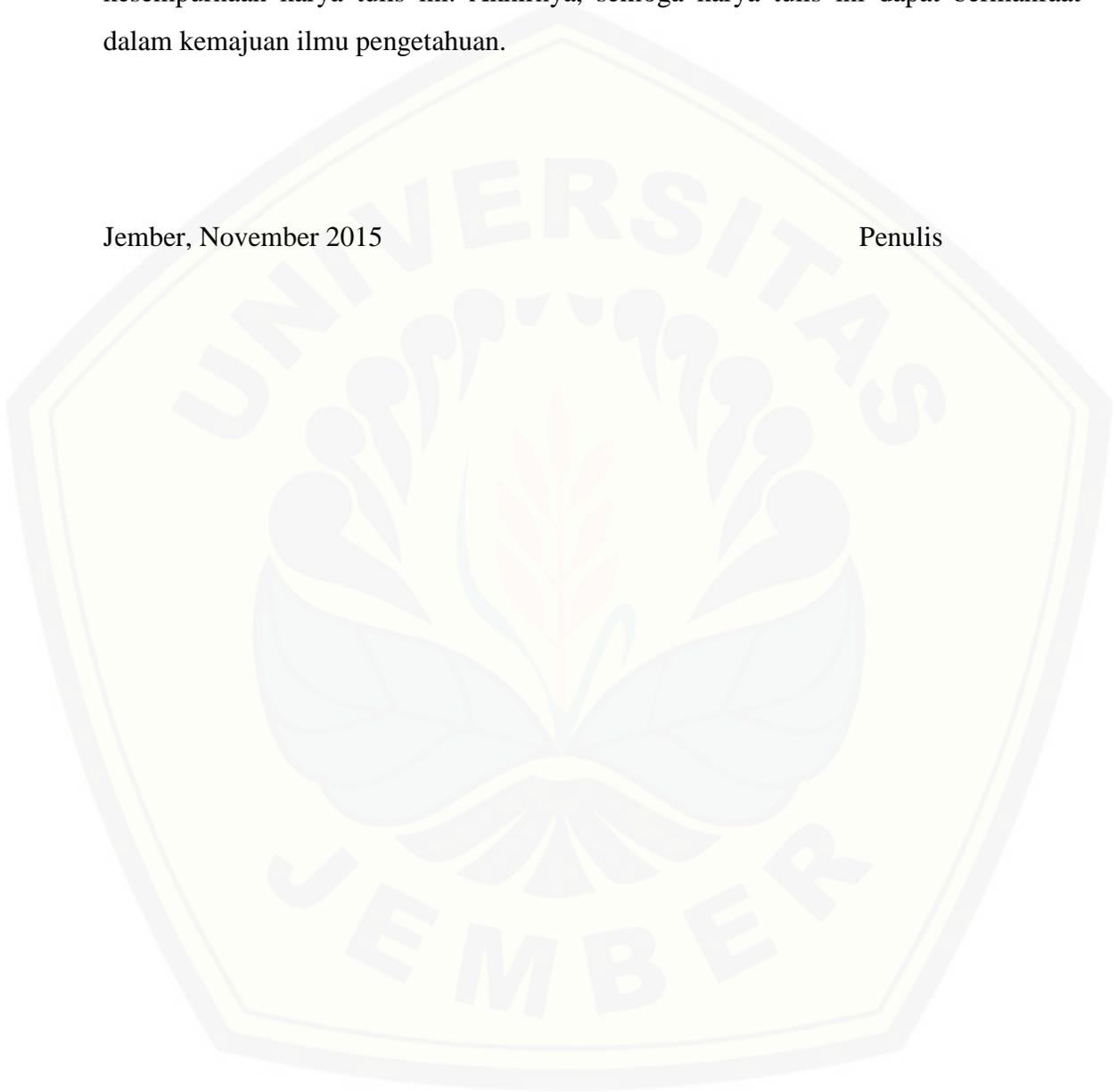
Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan dan dukungan berbagai pihak, oleh karena itu penulis ingin menyampaikan ucapan terima kasih kepada;

1. Prof. Drs. Kusno, DEA., Ph.D, selaku Dekan Fakultas MIPA Universitas Jember;
2. Bapak Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si., selaku ketua Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Jember;
3. Bapak Dr. Donatus Setyawan Purwo Handoko, S.Si., M.Si dan Bapak I Nyoman Adi Winata, S.Si., M.Si selaku dosen pembimbing;
4. Bapak Tri Mulyono, S.Si., M.Si. dan Ibu drh. Wuryanti Handayani, M.Si. selaku dosen penguji;
5. dosen-dosen FMIPA umumnya dan dosen-dosen Jurusan Kimia khususnya yang telah memberikan ilmu dan bimbingan dengan penuh kesabaran;
6. rekan kerja dalam penelitian ini Jam'iyatul Fitria yang senantiasa memberikan motivasi, bantuan dan kerja samanya;
7. semua teman-teman Solvent 2011, terima kasih atas segala bantuan dan dukungannya;
8. Mas Edi, Mas Darma, Mas Syamsul, Mas Maryono, Mas Dulkolim, dan Mbak Sari yang telah banyak membantu;
9. semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu per satu yang telah banyak membantu terselesainya penulisan skripsi ini, saya ucapkan terima kasih.

Penulis menyadari bahwa karya tulis ini masih jauh dari sempurna. Penulis menerima adanya kritik dan saran yang membangun dari semua pihak demi kesempurnaan karya tulis ini. Akhirnya, semoga karya tulis ini dapat bermanfaat dalam kemajuan ilmu pengetahuan.

Jember, November 2015

Penulis



DAFTAR ISI

|  | Halaman   |
|--|-----------|
| HALAMAN JUDUL .....                            | i         |
| HALAMAN PERSEMBAHAN .....                      | ii        |
| HALAMAN MOTTO .....                            | iii       |
| HALAMAN PERNYATAAN.....                        | iv        |
| HALAMAN PEMBIMBINGAN.....                      | v         |
| HALAMAN PENGESAHAN.....                        | vi        |
| RINGKASAN .....                                | vii       |
| PRAKATA .....                                  | ix        |
| DAFTAR ISI.....                                | xi        |
| DAFTAR TABEL .....                             | xiii      |
| DAFTAR GAMBAR.....                             | xiv       |
| DAFTAR LAMPIRAN.....                           | xvi       |
| <b>BAB 1. PENDAHULUAN .....</b>                | <b>1</b>  |
| <b>1.1 Latar Belakang.....</b>                 | <b>1</b>  |
| <b>1.2 Rumusan Masalah .....</b>               | <b>5</b>  |
| <b>1.3 Batasan Masalah .....</b>               | <b>5</b>  |
| <b>1.4 Tujuan Penelitian.....</b>              | <b>5</b>  |
| <b>1.5 Manfaat Penelitian.....</b>             | <b>6</b>  |
| <b>BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA.....</b>            | <b>7</b>  |
| <b>2.1 Minyak Sawit (<i>palm oil</i>).....</b> | <b>7</b>  |
| <b>2.2 Reaksi Transesterifikasi.....</b>       | <b>10</b> |
| <b>2.3 Reaksi Perengkahan .....</b>            | <b>12</b> |
| <b>2.4 Katalis .....</b>                       | <b>14</b> |
| <b>2.5 Zeolit.....</b>                         | <b>16</b> |
| <b>2.6 Reaktor <i>Fixed Bed</i>.....</b>       | <b>20</b> |

|  |    |
|--|----|
| <b>2.7 Sifat Katalitik Logam Ni dan Mo</b> .....                                   | 21 |
| <b>BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN</b> .....  | 25 |
| <b>3.1 Waktu Penelitian</b> .....  | 25 |
| <b>3.2 Alat dan Bahan</b> .....  | 25 |
| 3.2.1 Alat .....   | 25 |
| 3.2.2 Bahan.....   | 25 |
| <b>3.3 Diagram Alir Penelitian</b> .....   | 26 |
| <b>3.4 Prosedur Penelitian</b> .....   | 26 |
| 3.4.1 Preparasi Katalis Mo-Ni/ZAAH.....  | 26 |
| 3.4.2 Karakterisasi Katalis .....  | 29 |
| 3.4.3 Transesterifikasi Minyak Sawit.....  | 30 |
| 3.4.4 Perengkahan Metil Ester Minyak Sawit Menggunakan<br>Katalis Mo-Ni/ZAAH ..... | 30 |
| <b>BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN</b> .....   | 32 |
| <b>4.1 Karakteristik Katalis</b> .....   | 32 |
| 4.1.1 Kandungan Logam Na .....   | 32 |
| 4.1.2 Keasaman Total Katalis .....   | 34 |
| 4.1.3 Rasio Si/Al .....  | 36 |
| 4.1.4 Kandungan Logam Ni dan Mo dalam ZAAH.....                                    | 38 |
| <b>4.2 Hasil Transesterifikasi dan Aktivitas Katalis</b> .....                     | 40 |
| 4.2.1 Hasil Transesterifikasi Minyak Sawit.....                                    | 40 |
| 4.2.2 Aktivitas Katalis Mo-Ni/ZAAH .....   | 42 |
| <b>BAB 5. PENUTUP</b> .....  | 48 |
| <b>5.1 Kesimpulan</b> .....  | 48 |
| <b>5.2 Saran</b> .....   | 48 |
| <b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....  | 50 |
| <b>LAMPIRAN</b> .....  | 55 |

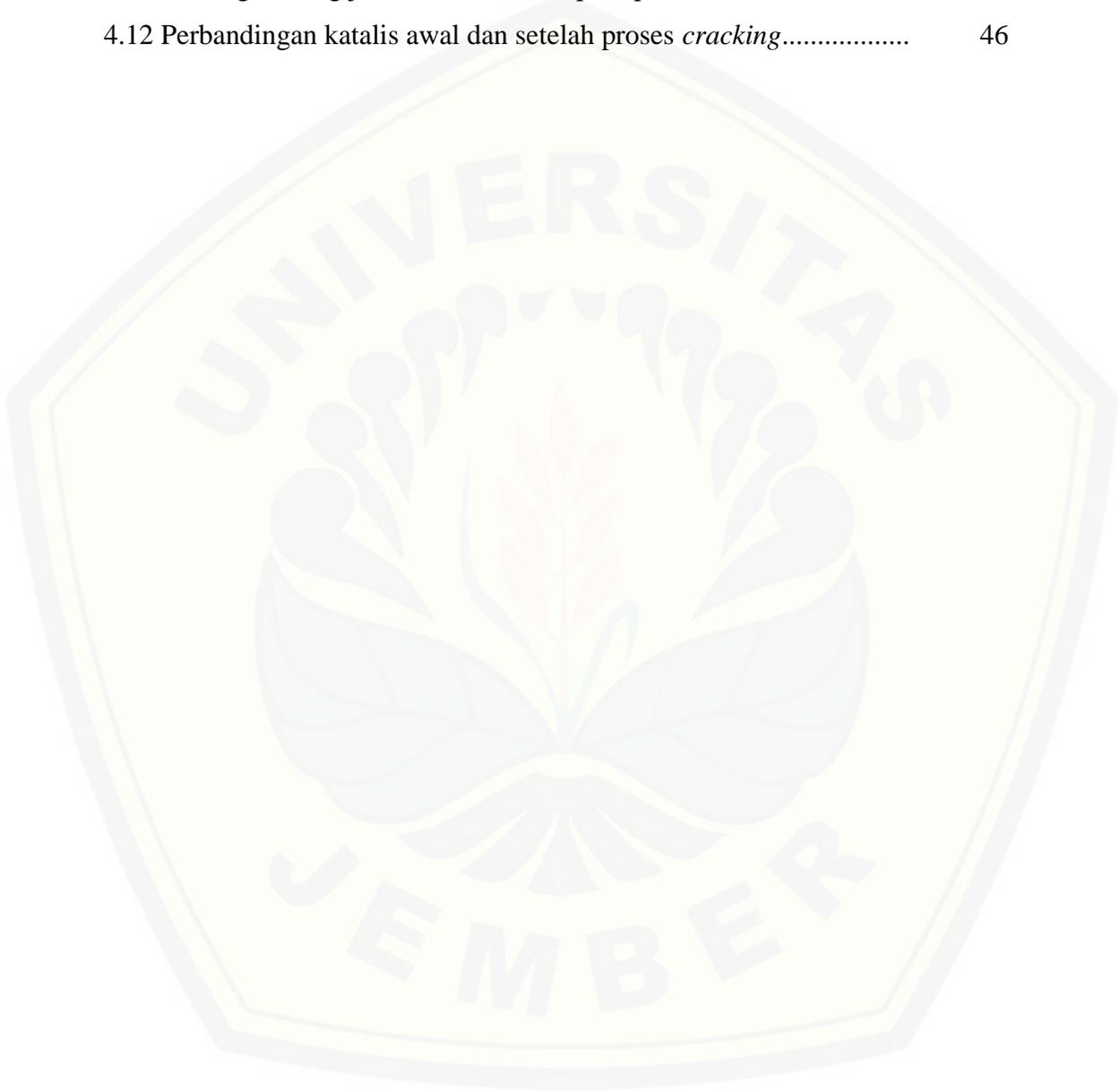
**DAFTAR TABEL**

|  | Halaman |
|--|---------|
| 2.1 Komposisi trigliserida dalam minyak sawit.....                         | 8       |
| 2.2 Komposisi asam lemak dalam minyak sawit .....                          | 8       |
| 2.3 Titik leleh asam lemak, metil ester, mono-, di- dan trigliserida ..... | 11      |
| 4.1 Hasil transesterifikasi minyak sawit.....                              | 41      |
| 4.2 Jumlah produk cair hasil perengkahan .....                             | 42      |
| 4.3 Produk baru hasil perengkahan .....                                    | 42      |

DAFTAR GAMBAR

|  | Halaman |
|--|---------|
| 2.1 Contoh struktur triasilgliserol .....  | 9       |
| 2.2 Mekanisme reaksi transesterifikasi terkatalisasi oleh basa .....   | 10      |
| 2.3 Reaksi transesterifikasi terkatalisasi oleh asam .....   | 11      |
| 2.6 Mekanisme perengkahan katalitik.....   | 13      |
| 2.7 Kurva energi dalam kondisi tanpa katalis dan dengan katalis .....  | 15      |
| 2.8 Dealuminasi akibat pelarutan dengan HCl.....   | 17      |
| 2.9 Adsorpsi NH <sub>3</sub> pada zeolit.....  | 17      |
| 2.10 Mekanisme pembentukan situs asam Bronsted.....  | 18      |
| 2.11 Dealuminasi akibat hidrotermal .....  | 20      |
| 2.12 Plot “ <i>Volcano</i> ” ideal dari variasi kecepatan reaksi katalitik<br>spesifik dibawah kondisi yang sama sepanjang deret logam<br>transisi ..... | 22      |
| 4.1 Histogram kandungan logam Na.....  | 32      |
| 4.2 Histogram keasaman total katalis.....  | 34      |
| 4.3 Histogram mol total Ni dan Mo per gram katalis .....   | 35      |
| 4.4 Histogram rasio Si/Al.....   | 36      |
| 4.5 Persentase Ni dan Mo terimpregnasi .....   | 38      |
| 4.6 Persentase total Ni dan Mo terimpregnasi dalam ZAAH .....  | 40      |
| 4.7 Mekanisme reaksi transesterifikasi minyak sawit dengan<br>metanol terkatalisasi NaOH .....   | 41      |
| 4.8 Perbandingan % luas area puncak metil miristat dari<br>masing-masing jenis katalis terhadap umpan.....   | 43      |
| 4.9 Perbandingan % luas area puncak metil palmitat dari<br>masing-masing jenis katalis terhadap umpan.....   | 43      |
| 4.10 Perbandingan % luas area puncak metil oleat dari  |         |

|   |    |
|---|----|
| masing-masing jenis katalis terhadap umpan.....                         | 44 |
| 4.11 Perbandingan % luas area puncak metil stearat dari                 |    |
| masing-masing jenis katalis terhadap umpan.....                         | 44 |
| 4.12 Perbandingan katalis awal dan setelah proses <i>cracking</i> ..... | 46 |



DAFTAR LAMPIRAN

|   | Halaman |
|---|---------|
| A. Gambar susunan alat kalsinasi dan oksidasi .....   | 55      |
| B. Gambar susunan alat hidrotermal .....  | 56      |
| C. Gambar susunan alat perengkahan ( <i>cracking</i> ) .....  | 57      |
| D. Tabel daftar singkatan .....   | 58      |
| E. Data kandungan Na, keasaman total katalis, rasio Si/Al dan<br>persentase Ni dan Mo terimpregnasi ..... | 59      |
| E.1 Data kandungan Na.....  | 59      |
| E.2 Data keasaman total katalis.....  | 59      |
| E.3 Data rasio Si/Al.....   | 60      |
| E.4 Data Persentase Ni dan Mo Terimpregnasi .....   | 60      |
| E.4.1 Persentase Ni terimpregnasi.....  | 60      |
| E.4.2 Persentase Mo terimpregnasi .....   | 60      |
| E.4.3 Persentase total Ni dan Mo terimpregnasi .....  | 60      |
| F. Tabel perbandingan umpan terhadap produk perengkahan .....   | 61      |
| G. Kurva kalibrasi dan hasil analisa logam Na menggunakan AAS.....  | 61      |
| G.1 Kurva kalibrasi .....   | 61      |
| G.2 Data analisa logam Na menggunakan AAS .....   | 62      |
| H. Hasil analisis logam Si, Al, Ni dan Mo menggunakan AAS .....   | 63      |
| I. Metode Analisis GC-MS .....  | 65      |
| J. Data GC-MS metil ester minyak sawit hasil transesterifikasi.....                                       | 66      |
| K. Data GC-MS hasil perengkahan termal dan katalitik .....  | 73      |
| K.1 Perengkahan termal .....  | 73      |
| K.2 Katalis Ni2%/ZAAH .....   | 79      |
| K.3 Katalis Mo1%-Ni/ZAAH .....  | 88      |
| K.4 Katalis Mo2%-Ni/ZAAH .....  | 96      |

|  |     |
|--|-----|
| K.5 Katalis Mo3%-Ni/ZAAH .....   | 104 |
| K.6 Katalis Mo4%-Ni/ZAAH .....   | 111 |
| L. Kandungan <i>cation</i> dan <i>anion trace</i> pada garam<br>(NH <sub>4</sub> ) <sub>6</sub> Mo <sub>7</sub> O <sub>24</sub> ·4H <sub>2</sub> O ..... | 117 |
| M. Perhitungan impregnasi, rasio Si/Al, keasaman total, mol total Ni<br>dan Mo dan transesterifikasi.....  | 118 |
| M.1 Impregnasi logam .....   | 118 |
| M.2 Keberhasilan impregnasi.....   | 119 |
| M.3 Rasio Si/Al.....   | 119 |
| M.4 Keasaman total katalis .....   | 120 |
| M.5 Mol total Ni dan Mo per gram katalis.....  | 122 |
| M.6 Transesterifikasi minyak sawit .....   | 124 |

## BAB 1. PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Seiring perkembangan zaman yang semakin maju dengan jumlah konsumen energi yang semakin besar dari berbagai bidang kehidupan, maka bahan bakar dibutuhkan manusia dalam jumlah yang sangat besar. Bahan bakar fosil merupakan bahan bakar utama yang telah digunakan manusia sejak berpuluh-puluh tahun yang lalu. Konsumsi minyak bumi secara terus menerus akan berdampak pada cadangan minyak bumi yang semakin menipis dan tidak akan mampu memenuhi kebutuhan energi di seluruh dunia. Menurut Kementerian Luar Negeri Republik Indonesia (2012), proporsi minyak bumi sebagai sumber utama energi saat ini telah mencapai 40% dari total permintaan energi dunia, namun cadangannya terus berkurang dan menyebabkan negara-negara termasuk Indonesia rentan terhadap risiko terjadinya krisis energi dunia.

Menanggapi permasalahan krisis energi yang telah melanda berbagai negara di dunia, banyak penelitian telah dilakukan secara eksploratif untuk menemukan potensi energi baru dan terbarukan (*renewable resources fuel*) untuk mengatasi krisis energi yang melanda dunia (Knothe *et al.*, 1997). Potensi yang dapat dikembangkan Indonesia sebagai energi terbarukan pengganti minyak bumi antara lain bersumber dari; angin, matahari, biomassa, hidropower, gelombang air laut, geotermal, hidrogen, biodiesel, bioetanol dan gasifikasi batu bara.

Banyak peneliti melakukan penelitian untuk memperoleh energi alternatif dengan menggunakan bahan minyak nabati yang tersedia dalam jumlah besar di alam untuk dikonversi menjadi biodiesel. Minyak nabati yang dapat dikonversi menjadi biodiesel antara lain minyak biji karet, minyak biji canola, minyak biji bunga matahari, minyak biji jarak, minyak biji kapas, minyak sawit dan minyak jelantah

serta lain-lain (Farid, 2010; Lee dkk., 2007; Prihandana dkk., 2006; Ramadhas, 2005; Vicente dkk., 2005).

Minyak kelapa sawit tersusun dari asam palmitat dan asam oleat serta asam lemak lain yang bersama dengan gliserol akan membentuk triasilgliserol (trigliserida). Asam palmitat memiliki rantai karbon 16 dan merupakan asam lemak jenuh sedangkan asam oleat memiliki rantai karbon 18 tidak jenuh dengan memiliki satu ikatan rangkap. Dermibas (2003) menyatakan bahwa hasil transesterifikasi dari minyak sawit menjadi metil ester dapat dimanfaatkan sebagai bahan bakar ramah lingkungan dengan melakukan perengkahan metil ester menjadi hidrokarbon rantai pendek.

Konversi minyak nabati menjadi bahan bakar telah diteliti selama beberapa tahun terakhir. Contohnya adalah penelitian dengan proses konversi menggunakan zeolit yang telah dinyatakan efektif untuk produksi berbagai bahan bakar hidrokarbon cair dari minyak nabati. Hasil diperoleh dengan perengkahan katalitik dari minyak nabati jika digunakan kristal zeolit dengan pori berukuran mikro seperti HZSM-5 (Twaiq *et al.*, 2003).

Katalis merupakan material yang mampu meningkatkan kecepatan dan selektivitas reaksi kimia dan dalam proses secara siklis dihasilkan kembali. Katalis heterogen merupakan proses dimana reaktan terserap ke dalam permukaan katalis padat, diaktifkan oleh interaksi bahan kimia dengan permukaan katalis, secara cepat dan selektif menjadi produk yang teradsorp, yang mana kemudian dilepaskan dari permukaan katalis (Farrauto dan Bartholomew, 2006). Melalui katalis proses reaksi kimia dapat dipercepat dan salah satu aplikasinya adalah dalam proses perengkahan hidrokarbon.

Menurut Sang (2003), minyak sawit dapat dikonversi menjadi *gasoline* secara katalitik menggunakan katalis zeolit dengan pemberian temperatur sistem sebesar 450°C dengan hasil sebanyak 45% berat dari 99% berat minyak sawit yang terkonversi secara katalitik dalam sistem reaktor *fixed bed*. Zeolit telah banyak dikembangkan sebagai pengemban dalam katalis heterogen karena mampu

menyediakan situs asam yang merupakan situs aktif zeolit sebagai katalis. Zeolit merupakan mineral yang tersusun dari kerangka silika-alumina tetrahedral dalam tiga dimensinya, dan zeolit yang biasa digunakan untuk pengemban adalah jenis Mordenit.

Jenis katalis untuk perengkahan adalah *metal supported catalyst* yang terdiri atas logam yang diembankan pada pengemban padat. Logam-logam aktif yang diimpregnasikan ke permukaan zeolit antara lain logam Ni, Pt, Co, Pd, dan Fe. Menurut Sudiono dkk (2005), logam transisi dengan orbital d yang belum terisi penuh diimpregnasikan untuk meningkatkan keasaman dari zeolit. Logam transisi pada dasarnya sudah dapat dipergunakan sebagai katalis namun memiliki kelemahan dalam segi luas permukaan. Melalui pengemban zeolit maka luas permukaan katalis dapat ditingkatkan.

Logam Ni merupakan logam transisi yang telah banyak dimanfaatkan dalam proses konversi minyak sawit menjadi fraksi hidrokarbon dengan menggunakan pengemban zeolit. Menurut Satterfield (1980), logam Ni memiliki orbital d yang belum terisi penuh sehingga akan membentuk senyawa intermediet dengan reaktan dan menurunkan energi aktivasi reaksi. Menurut Wulansari (2004), logam Ni yang diimpregnasikan ke pengemban zeolit akan meningkatkan keasaman dan luas permukaan spesifik katalis jika logam Ni terembankan secara merata di permukaan zeolit.

Katalis Ni/ZA diperoleh melalui impregnasi logam aktif Ni ke permukaan zeolit alam. Katalis Ni/ZA telah berhasil mengkonversi metil ester minyak sawit menjadi fraksi *biogasoline* pada suhu reaktor 450 °C dengan laju alir gas hidrogen sebesar 20 ml/menit menggunakan reaktor jenis *flow fixed bed*. Produk *biogasoline* yang dihasilkan antara lain: 2-metil pentana, 3-metilpentana, n-heksana, 2-metil-1-pentana, 2,2-dimetil heksana (isooktana), 2,2,4-trimetil pentana, 4-metil-1-heksena, 2,2,3,3-tetrametil butana, 2,2,4-trimetil pentana, 2,2-dimetil heksana (Rahayu, 2012).

Logam Ni telah banyak dikombinasikan dengan logam transisi lain yang memiliki karakter katalis membentuk sistem katalis bimetal. Logam Mo merupakan

salah satu logam transisi yang juga dapat digunakan sebagai campuran logam Ni untuk katalis bimetal. Berdasarkan penelitian Triyono dkk (2010), hasil karakterisasi katalis dari logam Ni-Mo yang diimpregnasikan ke pengemban zeolit alam aktif menunjukkan bahwa pengaruh pengembanan logam dapat meningkatkan keasaman dan tidak menyebabkan kerusakan kristal zeolit, sehingga katalis Ni-Mo/ZAAH dianggap memiliki karakter yang baik untuk digunakan sebagai katalis.

Komposisi logam yang diimbangkan pada katalis bimetal akan memiliki pengaruh terhadap karakter katalis yang dapat mempengaruhi aktivitas katalitik yang terjadi. Penelitian yang dilakukan oleh Twaiq dkk (2003) menunjukkan bahwa komposisi untuk material mesopori aluminosilikat ( $\text{Si/Al}=50$ ) dibuat bervariasi sehingga didapatkan 12 katalis dengan komposisi yang berbeda. Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa komposisi yang berbeda menghasilkan karakter katalis yang berbeda, dan hasil analisis produk juga menunjukkan jumlah yang berbeda dari setiap fraksi yang dihasilkan.

Berdasarkan latar belakang di atas, maka dilakukan penelitian mengenai pengaruh jumlah logam Mo yang diimpregnasikan bersama logam aktif Ni ke pengemban zeolit terhadap karakter katalis dan aktivitas katalis pada perengkahan metil ester minyak sawit. Proses perengkahan dilakukan pada sistem reaktor *fixed bed* dengan suhu reaktor sebesar  $450\text{ }^{\circ}\text{C}$  dan laju alir gas nitrogen sebesar 20 ml/menit. Logam Mo diimpregnasikan secara bervariasi, sedangkan logam Ni dibuat tetap sebesar 2% berat katalis untuk mengetahui pengaruh jumlah logam aktif Mo dalam sistem katalis bimetal. Penentuan karakteristik katalis Mo-Ni/ZAAH ditentukan berdasarkan penentuan jumlah kandungan logam Na, jumlah logam Ni dan Mo yang terembankan dan rasio Si/Al menggunakan AAS, serta uji keasaman secara gravimetri. Hasil produk perengkahan dianalisis menggunakan GC-MS dan ditentukan aktivitas katalis berdasarkan data yang diperoleh.

## 1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah yang akan dikaji dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Bagaimanakah pengaruh jumlah logam Mo yang diimpregnasikan ke permukaan zeolit sebesar 0, 1, 2, 3 dan 4% berat katalis pada sistem katalis bimetal Mo-Ni/ZAAH terhadap karakteristik dan aktivitas katalis yang dihasilkan?
2. Bagaimana hasil dari proses perengkahan minyak sawit menggunakan katalis Mo-Ni/ZAAH ditinjau dari hasil analisis GC-MS?

## 1.3 Batasan Masalah

1. Katalis yang digunakan adalah Mo-Ni/ZAAH dengan jumlah logam Ni yang diimpregnasikan ke zeolit sebesar 2% berat katalis sedangkan logam Mo sebesar 0, 1, 2, 3 dan 4% berat katalis.
2. Reaktor yang digunakan adalah jenis *fixed bed* dengan suhu reaktor 450°C dan laju alir gas nitrogen sebesar 20 mL/menit.
3. Umpan yang digunakan adalah metil ester minyak sawit.

## 1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini dilakukan adalah sebagai berikut :

1. Mengetahui pengaruh jumlah logam Mo yang diimpregnasikan ke permukaan zeolit sebesar 0, 1, 2, 3 dan 4% berat katalis pada sistem katalis bimetal Mo-Ni/ZAAH terhadap karakteristik katalis yang dihasilkan.
2. Mengetahui pengaruh jumlah logam Mo yang diimpregnasikan ke permukaan zeolit sebesar 0, 1, 2, 3 dan 4% berat katalis pada sistem katalis bimetal Mo-Ni/ZAAH terhadap aktivitas katalis pada perengkahan metil ester minyak sawit.

3. Mengetahui fraksi hidrokarbon apa saja yang diperoleh dari proses perengkahan minyak sawit menggunakan katalis Mo-Ni/ZAAH ditinjau dari hasil analisis GC-MS.

### **1.5 Manfaat Penelitian**

1. Dapat memberikan informasi mengenai tahapan proses perengkahan minyak sawit (*palm oil*).
2. Diketahui pengaruh variasi jumlah logam Mo yang diimpregnasikan ke permukaan zeolit pada katalis Mo-Ni/ZAAH terhadap karakteristik katalis dan aktivitas katalis pada proses perengkahan metil ester minyak sawit.
3. Diketahui fraksi-fraksi hidrokarbon yang dihasilkan dari perengkahan minyak sawit dengan katalis Mo-Ni/ZAAH.
4. Diperoleh katalis Mo-Ni/ZAAH yang memberikan hasil produk terbaik.

## BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Minyak Sawit (*palm oil*)

Kelapa sawit merupakan tumbuhan penghasil minyak nabati terbesar di dunia. Hasil olahan minyak sawit selain sebagai minyak goreng, dapat pula digunakan sebagai bahan baku pembuatan bahan bakar biodiesel. Minyak sawit banyak dikembangkan dan dimanfaatkan karena memiliki sifat yang tahan terhadap oksidasi dengan tekanan tinggi, mampu melarutkan bahan kimia yang tidak bisa dilarutkan oleh bahan pelarut lain, serta daya melapisi yang tinggi. (Kementerian Perdagangan Republik Indonesia, 2013).

Minyak kelapa sawit terdiri atas trigliserida yang merupakan ester dari gliserol dengan tiga molekul asam lemak. Asam lemak merupakan asam organik yang memiliki rantai karbon dari 4 hingga 24 atom karbon dengan gugus karboksil tunggal dan ekor hidrokarbon nonpolar yang panjang. Adanya hidrokarbon inilah yang menyebabkan kebanyakan lipida bersifat tidak larut dalam air dan tampak berminyak. Hampir semua asam lemak di alam memiliki jumlah atom karbon yang genap dan asam lemak dengan jumlah atom karbon 16 dan 18 adalah yang paling dominan. Asam lemak terbagi menjadi asam lemak jenuh dan asam lemak tak jenuh yang ditunjukkan dari ada tidaknya ikatan rangkap pada ekor hidrokarbonnya. Asam lemak tidak jenuh pada hewan dan tumbuhan kebanyakan ditemukan dua kali lebih banyak dibandingkan asam lemak jenuh. Tiga molekul asam lemak yang bereaksi dengan alkohol gliserol akan membentuk triasilgliserol. Triasilgliserol sederhana adalah triasilgliserol yang hanya mengandung satu jenis asam lemak pada ketiga posisi ekor hidrokarbonnya (Lehninger, 2000).

Kandungan minyak sawit terdiri dari trigliserida sebesar  $\pm 80\%$  dan asam lemak bebas sebesar  $\pm 20\%$ . Berat molekul trigliserida (palmito-diolein) sebesar 858 g/mol dan berat molekul asam lemak bebas rata-rata sebesar 269,642 g/mol (Perdana,

2011). Palmito-diolein merupakan trigliserida dengan komposisi terbanyak dalam minyak sawit sehingga paling mempengaruhi berat molekul dari minyak sawit. Kandungan asam lemak bebas dalam minyak sawit sebagian besar berupa asam palmitat dan asam oleat. Komposisi trigliserida dan asam lemak dalam minyak sawit secara keseluruhan ditunjukkan dalam tabel 2.1 dan tabel 2.2.

Tabel 2.1. Komposisi trigliserida dalam minyak sawit

| Trigliserida         | Jumlah (%) |
|----------------------|------------|
| Tripalmitin          | 3 - 5      |
| Dipalmito-Stearine   | 1 - 3      |
| Oleo-Miristopalmitin | 0 - 5      |
| Oleo-Dipalmitin      | 21 - 43    |
| Oleo-Palmitostearine | 10 - 11    |
| Palmito-Diolein      | 32 - 48    |
| Stearo-Diolein       | 0 - 6      |
| Linoleo-Diolein      | 3 - 12     |

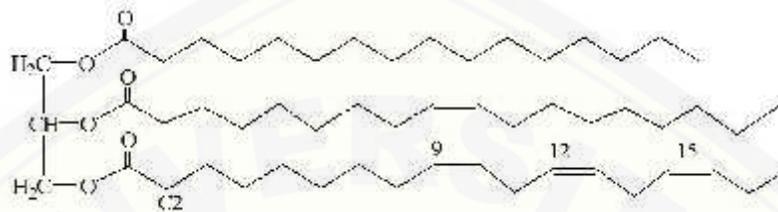
Tabel 2.2. Komposisi asam lemak dalam minyak sawit

| Asam Lemak    | Jumlah (%) |
|---------------|------------|
| Asam Kaprilat | -          |
| Asam Kaproat  | -          |
| Asam Miristat | 1,1 - 2,5  |
| Asam Palmitat | 40 - 46    |
| Asam Stearat  | 3,6 - 4,7  |
| Asam Oleat    | 30 - 45    |
| Asam Laurat   | -          |
| Asam Linoleat | 7 - 11     |

(Sumber: Ketaren, 1986).

Minyak nabati dari kelapa sawit telah banyak dimanfaatkan di dunia industri, bahkan penelitian mengenai pembuatan bahan bakar cair alternatif dari minyak sawit telah banyak dilakukan. Kandungan trigliserida atau triasilgliserol dalam minyak sawit dapat diubah menjadi fraksi-fraksi hidrokarbon yang lebih pendek melalui proses perengkahan (*cracking*). Buzetzki *et al* (2009) menjelaskan bahwa

triasilgliserol dalam strukturnya mengandung tiga gugus asil yang dapat berupa asil dalam kondisi jenuh maupun dalam kondisi tak jenuh seperti pada gambar 2.1. Posisi yang lazim dari proses perengkahan disamping ikatan ester adalah terletak pada ikatan rangkap.



Gambar 2.1 Contoh struktur triasilgliserol

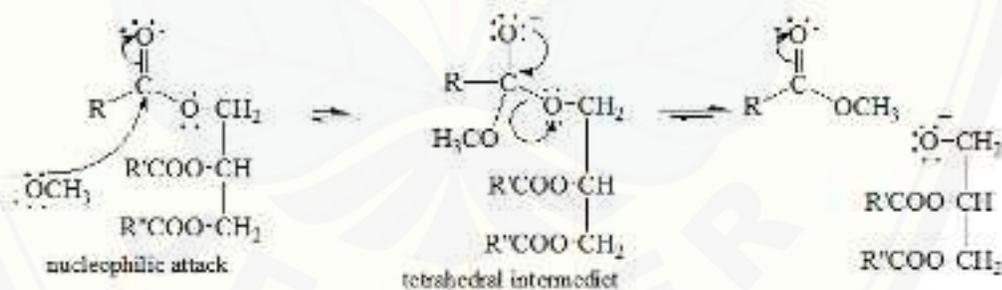
Minyak sawit telah dapat diubah menjadi fraksi *gasoline* dan *kerosine* dengan menggunakan katalis HZSM-5. Penelitian yang dilakukan Sirajudin *et al* (2013) menunjukkan hasil perengkahan terbaik dari minyak sawit menggunakan katalis HZSM-5 yaitu fraksi *gasoline* sebesar 28,87%, *kerosine* sebesar 16,70% dan minyak diesel sebesar 1,20% pada temperatur reaktor 450 °C dengan laju alir gas N<sub>2</sub> sebesar 100 ml.menit<sup>-1</sup>. Peningkatan laju alir N<sub>2</sub> dalam penelitian ini justru menurunkan fraksi *gasoline* dan *kerosine* dan meningkatkan jumlah fraksi minyak diesel. Penelitian terdahulu yang hampir serupa dengan penelitian di atas adalah penelitian yang dilakukan oleh Sang (2003), hasil penelitian menunjukkan minyak sawit dapat dikonversi menjadi *gasoline* secara katalitik menggunakan katalis zeolit pada temperatur reaktor sebesar 450 °C. *Gasoline* yang diperoleh sebanyak 45% berat dari 99% berat minyak sawit yang terkonversi secara katalitik dalam sistem reaktor *fixed bed*. Berdasarkan kedua penelitian yang telah dilakukan menunjukkan bahwa minyak sawit yang dikonversikan menjadi fraksi *gasoline* dengan reaktor yang sama yaitu *fixed bed* memiliki hasil tertinggi pada suhu 450°C.

## 2.2 Reaksi Transesterifikasi

Ester merupakan suatu senyawa yang memiliki gugus OR' yang berada di posisi yang sama dari gugus OH dari asam karboksilat. Ester merupakan senyawa turunan asam karboksilat dan didapatkan melalui reaksi esterifikasi dan transesterifikasi. Sebuah ester yang bereaksi dengan alkohol dapat menghasilkan ester dan alkohol baru, reaksi ini disebut sebagai **reaksi alkoholisis** atau **reaksi transesterifikasi**. Reaksi transesterifikasi berlangsung sangat lambat dikarenakan gugus pergi ester yang bersifat sangat basa, namun reaksi dapat dipercepat dengan mereaksikannya secara terkatalisis (Bruice, 2004). Reaksi transesterifikasi dapat dikatalisis menggunakan asam maupun basa sebagai berikut:

### a. Transesterifikasi dikatalisis basa

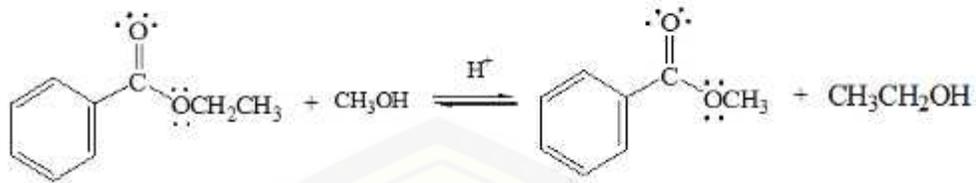
Contoh transesterifikasi dikatalisis basa adalah sebuah trigliserida yang direaksikan dengan metanol. Substitusi nukleofil ke gugus asil terjadi melalui mekanisme adisi-eliminasi. Ion metoksida sebagai nukleofil cukup untuk menyerang karbonil ester dan melepaskan digliserida dalam kondisi ion sebagai gugus pergi.



Gambar 2.2 Mekanisme reaksi transesterifikasi terkatalisis oleh basa (Sumber: Ma dan Hanna, 1999)

### b. Transesterifikasi dikatalisis asam

Transesterifikasi dapat juga dikatalisis oleh asam. Secara garis besar, contoh reaksi transesterifikasi yang terkatalisis asam dapat ditunjukkan sebagai berikut:



Gambar 2.3 Reaksi transesterifikasi terkatalisasi oleh asam (Sumber: Wade, 2006)

Reaksi transesterifikasi bersifat *reversible* sehingga alkohol berlebih diperlukan untuk menggeser kesetimbangan ke arah produk (Fessenden dan Fessenden). Reaksi transesterifikasi yang dikatalisis basa lebih cepat dibandingkan dengan yang dikatalisis asam, sehingga basa sering digunakan dalam reaksi transesterifikasi. Salah satu produk transesterifikasi adalah metil ester yang biasa digunakan dalam industri detergen dan kosmetik (Ma dan Hanna, 1999). Metil ester hasil transesterifikasi memiliki titik leleh dan titik didih yang lebih rendah jika dibandingkan dengan asam lemak, mono-, di- dan trigliseridanya. Titik leleh yang rendah menyebabkan metil ester dalam suhu ruang akan berwujud cair dan titik didih yang lebih rendah menyebabkan metil ester lebih mudah diuapkan. Perbedaan titik leleh asam lemak, metil ester, mono-, di- dan trigliserida ditunjukkan oleh tabel 2.3.

Tabel 2.3. Titik leleh asam lemak, metil ester, mono-, di- dan trigliserida

| Fatty acid |         | Melting Point (°C) |        |                 |                 |              |
|------------|---------|--------------------|--------|-----------------|-----------------|--------------|
| Name       | Carbons | Acid               | Methyl | 1-Monoglyceride | 1,3-Diglyceride | Triglyceride |
| Myristic   | 14      | 54,4               | 18,8   | 70,5            | 66,8            | 57,0         |
| Palmitic   | 16      | 62,9               | 30,6   | 77,0            | 76,3            | 63,5         |
| Stearic    | 18      | 69,6               | 39,1   | 81,5            | 79,4            | 73,1         |
| Oleic      | 18:1    | 16,3               | -19,8  | 35,2            | 21,5            | 5,5          |
| Linoleic   | 18:2    | -6,5               | -35,0  | 12,3            | -2,6            | -13,1        |

(Sumber: Formo, 1979).

Transesterifikasi dari umpan minyak sawit menjadi metil ester minyak sawit dilakukan terlebih dahulu sebelum dimasukkan ke dalam reaktor. Menurut Rahayu (2012), minyak sawit yang diubah ke dalam bentuk metil ester perlu dilakukan untuk

mengurangi densitas dari minyak sawit agar lebih mudah diuapkan dan direngkah. Menurut Nasikin dan Dewayani (Tanpa Tahun), transesterifikasi dari minyak sawit menjadi metil ester dapat menurunkan berat molekulnya dari 848,9 g/mol menjadi 284 g/mol sehingga proses perengkahan menjadi *biogasoline* menjadi lebih mudah.

### 2.3 Reaksi Perengkahan

Reaksi perengkahan merupakan suatu proses pemutusan dari ikatan karbon-karbon yang terdapat pada struktur hidrokarbon dari molekul berukuran besar yang diubah menjadi molekul berukuran lebih kecil. Menurut Billaud *et al* (1995), produk perengkahan dapat berupa n-parafin, olefin, aromatik, ester, CO, CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>, kokas dan produk lainnya. Mekanisme dari perengkahan termal dan perengkahan katalitik dapat dijelaskan sebagai berikut:

#### 1) Perengkahan Termal

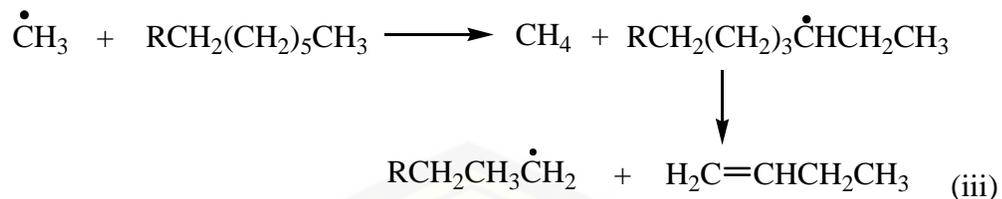
Hidrokarbon mengalami pemutusan ikatan karbon melalui mekanisme pembentukan radikal bebas pada temperatur tinggi. Reaksi diawali dengan pemecahan homo pada ikatan C-C yang tampak pada persamaan reaksi berikut:



Radikal – radikal yang dihasilkan dapat membentuk radikal primer dan juga etilena. Pemutusan C-C selanjutnya terjadi pada posisi dari atom C yang memiliki elektron radikal.

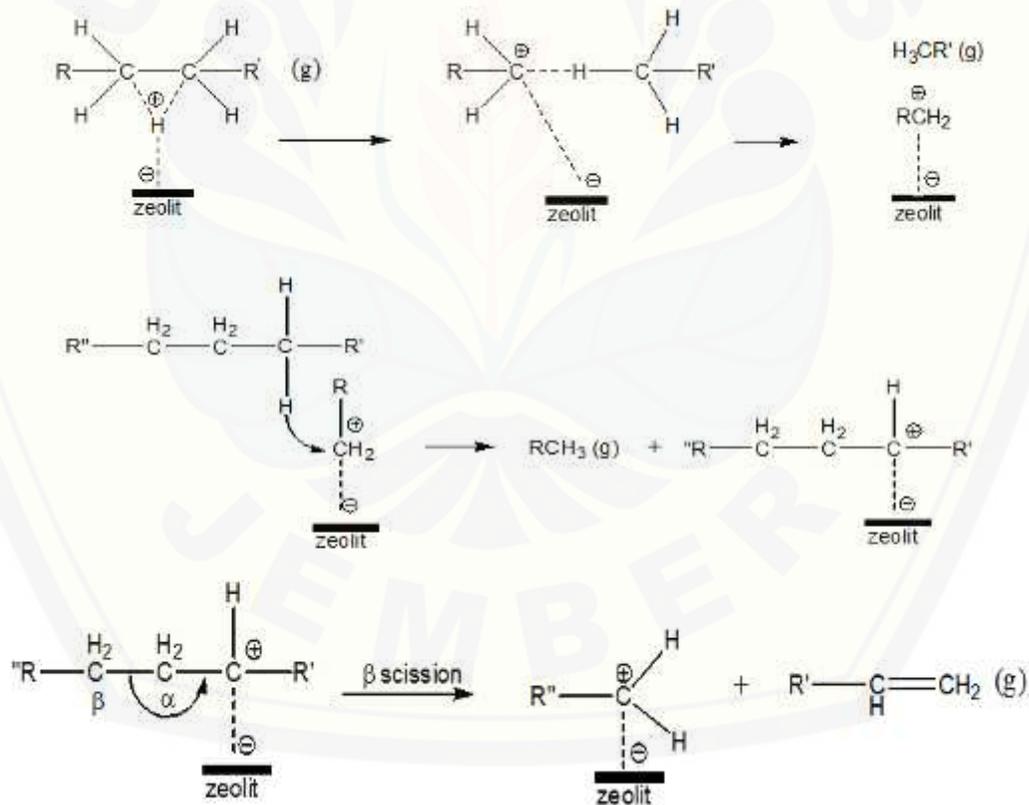


Radikal primer yang baru terbentuk akan terus melakukan pemutusan pada posisi menghasilkan senyawa etilena dan radikal yang lebih kecil, dan reaksi berlanjut hingga menghasilkan radikal metil. Radikal metil akan berikatan dengan radikal hidrogen membentuk CH<sub>4</sub> dan radikal sekunder. Radikal sekunder menghasilkan olefin dan radikal primer terbentuk kembali (Gates *et al.*,1979).



## 2) Perengkahan Katalitik

Perengkahan Katalitik terjadi melalui pembentukan ion karbenium atau karbokation. Pembentukan karbokation dapat terjadi melalui interaksi antara situs asam dengan hidrokarbon. Karbokation yang telah terbentuk dapat mengalami pemutusan ikatan C-C pada posisi sehingga menghasilkan olefin dan karbokation baru (Weitkamp, 1999). Mekanisme perengkahan katalitik ditunjukkan oleh gambar 2.4 berikut:



Gambar 2.4 Mekanisme perengkahan katalitik (Sumber: Campbell, 1988)

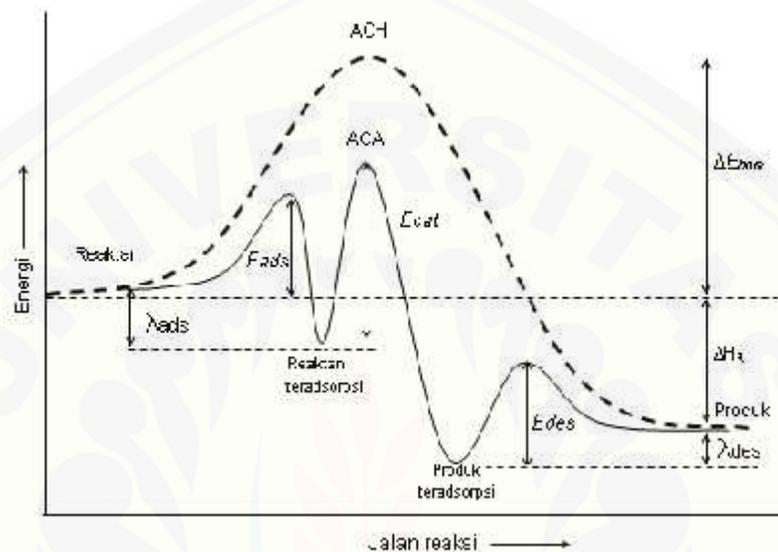
## 2.4 Katalis

Katalis merupakan suatu substansi yang dapat mempercepat tercapainya kondisi kesetimbangan antara reaktan dan produk reaksi dan tanpa terlibat secara permanen dalam reaksi yang terjadi (Augustine, 1996). Katalis dapat ikut bereaksi dengan membentuk zat intermediet. Katalis mampu berperan dalam peningkatan laju reaksi dikarenakan dapat memberikan jalur alternatif berupa serangkaian tahapan elementer dengan kinetika yang jauh lebih baik dibandingkan tanpa adanya katalis, hal ini yang menyebabkan terjadinya penurunan energi aktivasi reaksi (Chang, 2005). Energi aktivasi merupakan energi kinetik minimum yang harus dimiliki reaktan untuk membentuk suatu produk (Atkins dan Paula, 2006).

Cara kerja katalisator ditinjau dari aspek kimiawinya adalah berupa pembentukan zat antara yang pada dasarnya memiliki sifat tidak stabil, akan tetapi dapat membuat reaktan menjadi aktif atau dapat pula menyediakan media pusat-pusat aktif untuk reaktan. Katalisator terdiri atas dua jenis yaitu katalisator homogen dan katalisator heterogen. Pengertian **katalis homogen** merupakan katalis yang fasanya sama dengan fasa dari reaktan, sedangkan **katalis heterogen** merupakan katalis yang fasanya berbeda dengan fase reaktan (Sugiyarto, 2012).

Karakter utama dari katalis heterogen dapat dilihat dari 3 parameter berikut : aktivitas, selektivitas, dan stabilitas atau perilaku deaktivasi (Fatimah, 2013). **Aktivitas katalis** adalah suatu kemampuan yang dimiliki katalis dalam mempercepat tercapainya kesetimbangan. Aktivitas katalis dinyatakan dalam TON yaitu menyatakan banyaknya reaktan yang terkonversi atau produk yang dihasilkan dari sejumlah reaktan awal yang digunakan dalam waktu tertentu dan per berat katalis (Satterfield, 1980). **Selektivitas reaksi** adalah bagian dari reaktan yang dikonversikan untuk membentuk produk yang diinginkan P. Selektivitas dinyatakan dalam rasio jumlah produk yang diinginkan terhadap reaktan yang terkonversi dari sebuah reaksi. **Deaktivasi katalis** merupakan peristiwa penurunan atau hilangnya aktivitas katalis seiring dengan waktu pemakaian (Fatimah, 2013).

Mekanisme reaksi dengan menggunakan katalis heterogen terdiri atas 3 tahapan meliputi fisisorpsi, kemisorpsi dan desorpsi. Tahapan tersebut menyebabkan energi pengaktifan dari reaksi menjadi lebih kecil, keadaan tersebut dapat digambarkan oleh kurva pada gambar 2.5.



Gambar 2.5 Kurva energi dalam kondisi tanpa katalis dan dengan katalis

Keterangan :

$\lambda_{ads}$  : Panas adsorpsi reaktan (bersifat eksotermis)

$E_{ads}$  : Energi aktivasi dalam proses fisisorpsi reaktan pada permukaan katalis

ACH : Keadaan kompleks teraktivasi tanpa adanya katalis

ACA : Keadaan kompleks teaktivasi adsorbat dengan katalis

$E_{cat}$  : Energi aktivasi dalam proses kemisorpsi reaktan dengan katalis untuk membentuk keadaan ACA (bersifat eksotermis)

$E_{des}$  : Energi aktivasi untuk proses desorpsi

$\Delta E_{hom}$  : Energi aktivasi reaksi tanpa adanya katalis

$\Delta H_R$  : Entalpi reaksi tanpa katalis (proses eksotermis)

$\lambda_{des}$  : Entalpi proses desorpsi (bersifat endotermis)

(Satterfield, 1980).

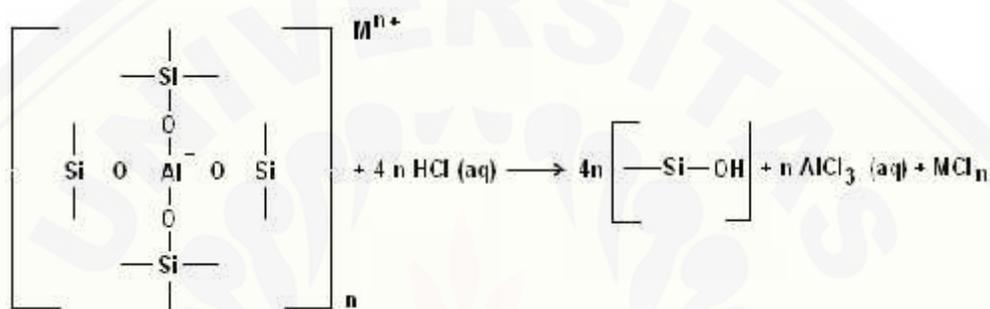
**Fisisorpsi** merupakan tahapan awal di mana reaktan dalam keadaan gas teradsorpsi pada bagian permukaan katalis padatan. Gaya yang terjadi dalam tahapan fisisorpsi adalah gaya van der Waals dengan dasar pemikiran yaitu fisisorpsi melibatkan gaya tarik menarik elektrostatis antar molekul apabila gaya ini terjadi antara atom atau molekul dengan permukaan maka yang terjadi hanya gaya tarik menarik secara fisik saja tanpa adanya perubahan kimia yang menyertai. Besarnya energi yang dilepaskan pada tahapan fisisorpsi ini adalah sebesar  $-40 \text{ KJ/mol}$  (eksotermis). Tahapan kedua adalah **kemisorpsi**, merupakan tahapan terjadinya peristiwa pertukaran elektron dan pembentukan ikatan kimia antara molekul gas dari reaktan dengan permukaan katalis (terjadi interaksi antar orbital elektron). Tahapan kemisorpsi melepaskan energi sebesar  $-400 \text{ KJ/mol}$  (eksotermis). Tahap akhir adalah berupa tahapan **desorpsi** yang merupakan tahapan terlepasnya produk hasil dari tahapan sebelumnya dari permukaan katalis padatan, dan peristiwa desorpsi ini bersifat endotermis (Gasser, 1987).

## 2.5 Zeolit

Pembuatan katalis padatan menggunakan pengemban bertujuan untuk meningkatkan luas permukaan katalis. Salah satu pengemban yang banyak digunakan adalah zeolit. **Zeolit** merupakan jenis aluminosilikat yang memiliki tiga karakteristik utama yaitu; struktur kristal yang baik dan teratur, ion di dalam struktur *framework* dapat mudah ditukar dengan ion yang lain, dan pertukaran ion di dalam *framework* sangat mempengaruhi sifat-sifat dari zeolit tersebut. Kerangka zeolit memiliki lubang dengan ukuran kurang lebih 0,3 hingga 1 nm. Zeolit bersifat sebagai “*molecular sieve*” yang menunjukkan bahwa zeolit merupakan salah satu katalis yang selektif terhadap ukuran dan bentuk dari molekul reaktan tertentu (Istadi, 2011).

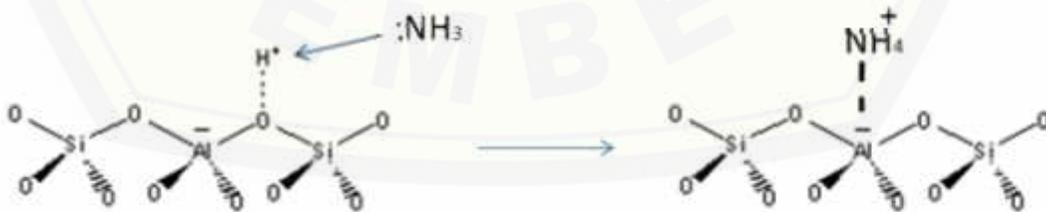
Zeolit memiliki penyusunan polimer tiga dimensi dari unit tetrahedral  $\text{SiO}_4$  dan  $\text{AlO}_4^-$  yang bergabung dengan berbagi oksigen. Zeolit mengandung kerangka kation tambahan seperti kation  $\text{Na}^+$  untuk menjaga kenetralan listrik dengan spesi  $\text{AlO}_4^-$ . Kerangka ion tambahan ini dapat digantikan dengan kation lain melalui teknik

penggantian ion. Peningkatan rasio Si:Al dapat meningkatkan kekuatan asam dari zeolit, dan peningkatan rasio Si:Al dapat ditingkatkan dengan cara menghilangkan beberapa aluminium (Augustine, 1996). Adanya perlakuan asam dengan menggunakan HCl dapat menekan jumlah Al dalam zeolit yang terdapat di dalam *framework* (Setyawan, 2013). Proses dealuminasi dengan bantuan asam ditunjukkan oleh gambar 2.6.



Gambar 2.6 Dealuminasi akibat pelarutan dengan HCl

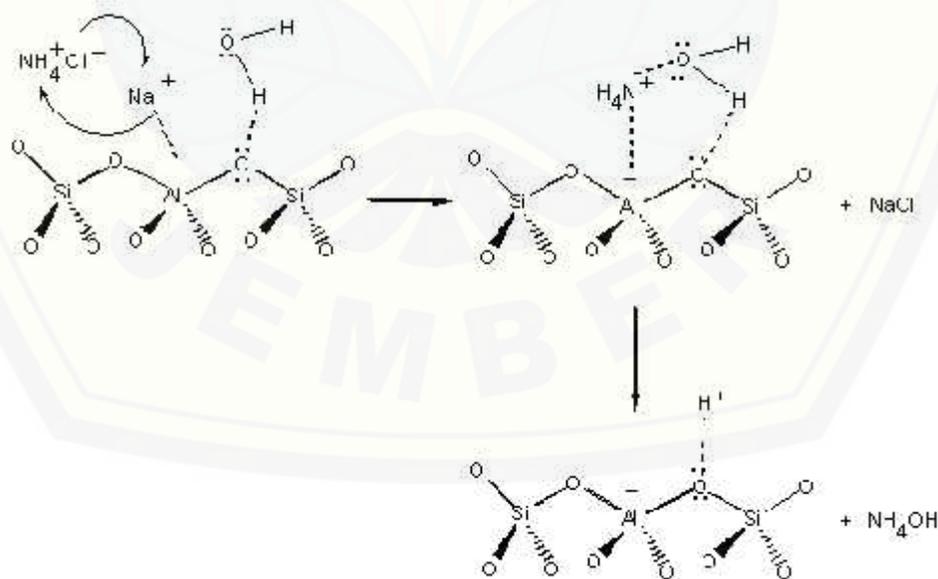
Satterfield (1980) menjelaskan bahwa keasaman memiliki arti yang berbeda dengan kekuatan asam. Keasaman katalis merupakan kemampuan dari suatu katalis dalam mengadsorpsi basa amoniak dikarenakan adanya situs asam Bronsted maupun asam Lewis di permukaan katalis, seperti yang ditunjukkan oleh gambar 2.7. Sedangkan kekuatan asam merupakan kemampuan dari permukaan katalis yang mengandung situs asam Bronsted maupun situs asam Lewis dalam berinteraksi dengan reaktan.



Gambar 2.7 Adsorpsi  $\text{NH}_3$  pada zeolit

Banyak reaksi yang dikatalisasi oleh situs asam pada permukaan katalis, seperti reaksi isomerisasi, polimerisasi, aromatisasi, dan juga perengkahan yang dikatalisasi oleh situs asam Bronsted maupun situs asam Lewis. Keasaman permukaan katalis dapat diketahui dengan menentukan sifat, kekuatan, dan juga jumlah dari situs asam di permukaan katalis. Penentuan jumlah situs asam dapat dilakukan dengan menggunakan material alkali untuk mentitrasi situs asam Bronsted. Beberapa dari teknik penentuan keasaman permukaan yang lebih baik meliputi pengukuran basa teradsorpsi, kalorimetri, FTIR, dan NMR (Farruto dan Bartholomew, 2006). Amoniak ditambahkan untuk menetralkan semua situs asam pada permukaan katalis dan jumlah amoniak yang teradsorpsi per gram katalis dianggap sebagai keasaman total (Saxena dan Viswanadham, 2014).

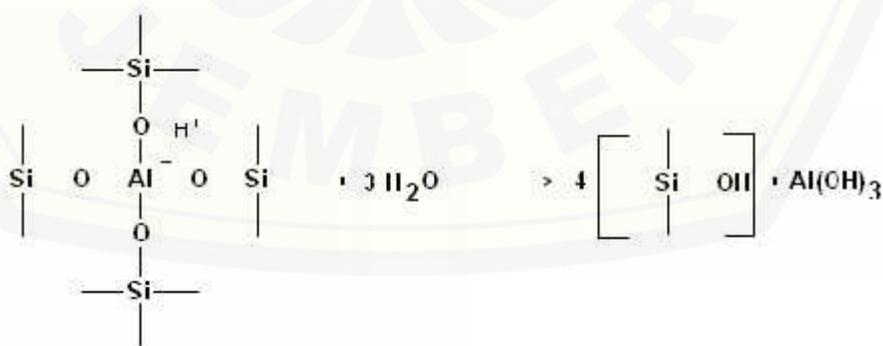
Tingkat keasaman dari katalis berkorelasi dengan aktivitas katalis tersebut. Semakin besar situs asam yang ada dalam katalis maka akan semakin baik aktivitas dari katalis. Salah satu cara peningkatan keasaman katalis dapat dilakukan dengan menggunakan  $\text{NH}_4\text{Cl}$  yang mampu membentuk situs asam Bronsted, ditunjukkan gambar 2.8.

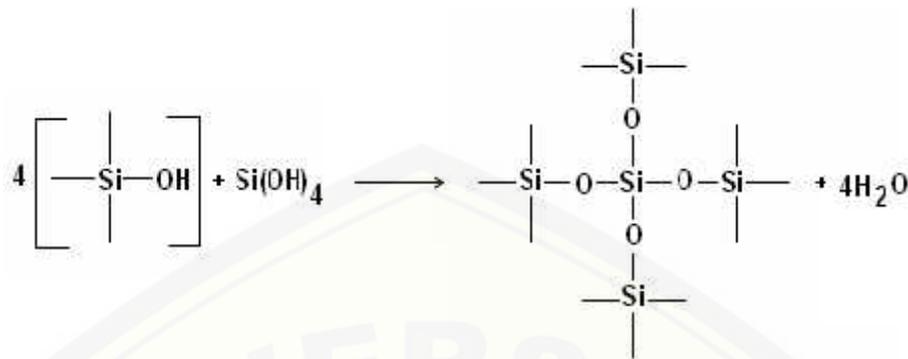


Gambar 2.8 Mekanisme pembentukan situs asam Bronsted

Zeolit banyak digunakan sebagai katalis karena aktivitasnya yang tinggi dan selektivitas yang luar biasa pada berbagai macam tipe reaksi yang dikatalisis oleh asam. Kebanyakan kasus namun tidak seluruhnya, struktur pori yang baik dari katalis secara ekstrim berhubungan dengan selektivitas yang luar biasa. Diameter pori yang efektif bisa juga divariasikan dengan sifat dasar dari keberadaan kation, seperti Na, Ca, H atau dengan bentuk dehidroksilat dan dengan perlakuan yang lain. Penggunaan dalam reaksi seperti perengkahan katalitik, adanya kestabilan temperatur tinggi itu penting dan secara umum ditingkatkan dengan kandungan logam Na yang minimum (Satterfield, 1980).

Zeolit dapat digunakan sebagai media pengemban dari logam aktif sehingga logam aktif akan teradsorp di permukaan zeolit sehingga luas permukaan katalis dapat ditingkatkan. Zeolit merupakan material berpori yang dapat membuat logam aktif yang diembankan dapat masuk ke dalam pori-pori zeolit. Lloyd (2011) menjelaskan bahwa porositas dan luas permukaan merupakan sifat yang paling penting dalam kontrol akses ke situs aktif katalis. Ukuran pori dan luas permukaan mempengaruhi selektivitas dan akses molekul besar ke katalis. Menurut Hudec (2011), mesopori yang dihasilkan dari kristal zeolit setelah perlakuan dealuminasi hidrotermal memperbaiki difusivitas molekul yang lebih besar ke sisi pusat situs asam kuat. Peristiwa dealuminasi akibat hidrotermal ditunjukkan oleh gambar 2.9.





Gambar 2.9 Dealuminasi akibat hidrotermal

## 2.6 Reaktor *Fixed Bed*

Reaktor secara umum didefinisikan sebagai sebuah alat yang menyediakan ruang reaksi, dan jika didefinisikan secara katalitik merupakan suatu rumah katalis dan media reaksi. Reaktor adalah wadah untuk reaktan yang dimasukkan dan produk yang dihasilkan dikeluarkan dari reaktor. Reaktor juga menyediakan kontrol untuk kondisi reaksi dengan cara mengatur besar temperatur dan tekanan yang diberikan terhadap sistem. Reaktor dapat diklasifikasikan berdasarkan ukuran, metode pengembanan dan pembongkaran (*charging and discharging*) pergerakan partikel katalis dengan yang lain, dan tipe aliran fluida (Farrauto dan Bartholomew, 2006).

Reaktor *fixed-bed* merupakan reaktor di mana partikel katalis ditetapkan diam pada posisi tertentu. Reaktor jenis ini banyak digunakan di dunia industri. Keuntungan dari reaktor *fixed bed* antara lain; *ideal plug (or mixed) flow*, analisis sederhana, biaya murah dan pemeliharaan murah, pengurangan katalis relatif kecil, mungkin untuk variasi besar pada kondisi operasi dan waktu kontak, biasanya rasio katalis ke reaktan tinggi, sedikit penggunaan alat, praktis, dan reaktor hemat pada tekanan sangat tinggi. Sedangkan kelemahannya antara lain; transfer panas lemah pada *fixed bed* besar, pola aliran tidak seragam, pembengkakan katalis, regenerasi atau penggantian katalis relatif sulit, dan masalah difusional pori memaksa pellet besar (Farrauto dan Bartholomew, 2006).

## 2.7 Sifat Katalitik Logam Ni dan Mo

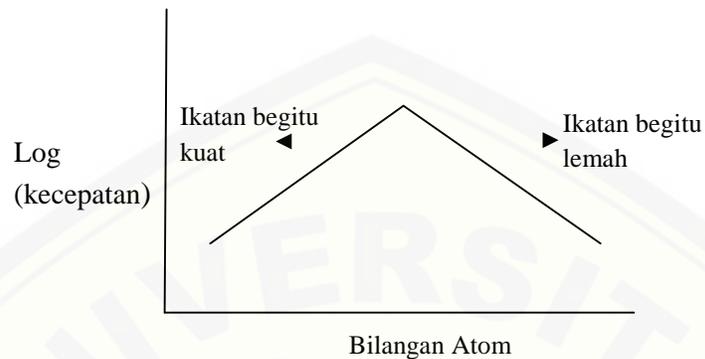
Logam transisi merupakan logam yang kebanyakan ditemukan dalam bentuk senyawa kompleks. Senyawa kompleks terdiri atas atom logam sebagai pusatnya dan ligan terikat secara kovalen koordinasi dengan atom logam (Effendy, 2007). Kemampuan dari logam transisi yang secara mudah membentuk senyawa kompleks ini merupakan salah satu alasan kenapa logam-logam transisi memiliki karakter sebagai katalisator sehingga banyak digunakan dalam reaksi katalitik (Sugiyarto, 2012).

Kemampuan dari logam transisi dalam mengkatalisis suatu reaksi sangat dipengaruhi oleh keberadaan elektron di orbital d yang berbaaur dengan kondisi elektronik pada elektron di orbital s dan p terdekat. Hal ini mengakibatkan kemungkinan terjadinya reaksi terkatalisis sangat besar karena adanya kondisi elektronik berenergi rendah yang timbul dalam jumlah besar dan adanya orbital kosong sangat ideal untuk reaksi katalisis. Situs-situs yang paling aktif dalam melakukan pemutusan dan pembentukan ikatan adalah situs-situs dengan keadaan elektronik *degenerate* dalam jumlah yang besar. Logam transisi yang memiliki bilangan koordinasi besar akan memiliki situs-situs yang aktif sehingga akan memiliki muatan, konfigurasi, dan juga *spin* yang fluktuatif (Hagedus, 1987).

Kebanyakan katalis logam aktif berada di grup VIII B. Berdasarkan tren dari kekuatan adsorpsi, diketahui bahwa logam pada grup VB dan VIB memiliki kekuatan adsorpsi yang begitu kuat, sedangkan logam pada grup IB begitu lemah atau bahkan tidak dapat mengadsorpsi. Logam transisi deret pertama yang memiliki aktivitas maksimal ditunjukkan untuk logam nikel, namun untuk logam transisi deret kedua dan ketiga dimiliki oleh ruthenium dan osmium (Satterfield, 1980). Logam Ni merupakan logam transisi deret pertama yang paling aktif dalam mengadsorpsi gas. Sedangkan logam Mo merupakan salah satu logam transisi golongan VIB dari deret kedua yang juga memiliki kekuatan adsorpsi yang kuat.

Logam-logam transisi memiliki kecenderungan dalam memilih jenis reaksi yang akan dikatalisis. Campbell (1988) menjelaskan bahwa kecenderungan logam

transisi dalam memilih reaksi yang akan dikatalisis dapat ditunjukkan dengan plot *Volcano* berikut :



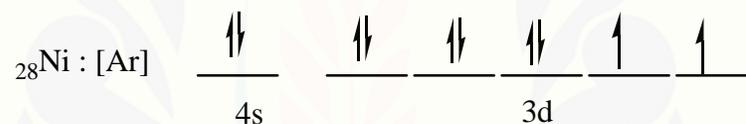
Gambar 2.10 Plot “*Volcano*” ideal dari variasi kecepatan reaksi katalitik spesifik dibawah kondisi yang sama sepanjang deret logam transisi

Berdasarkan plot *Volcano* pada gambar 2.10, dapat dijelaskan bahwa hidrogenasi dari etilen dengan gas hidrogen baik pada logam transisi deret pertama, hidrodesulfurisasi dari dibenzotiopen baik pada sulfida dari logam transisi deret kedua, dan hidrogenolisis dari metilamina (laju pembentukan metana terein) baik pada logam transisi deret ketiga. Ciri umum dari plot tersebut adalah laju yang maksimum untuk logam transisi yang memiliki elektron valensi 6 sampai 8 *d* dan perluasan ini sampai *range* yang luas dari reaksi yang dikatalisis oleh logam transisi dan juga oksida dan sulfidanya. Kekuatan ikatan kemisorpsi dalam satu deret logam transisi pada tabel periodik cenderung mengalami penurunan dari kiri ke kanan (Campbell, 1988).

Logam Ni merupakan logam transisi nomor atom 28 golongan VIII B yang telah banyak digunakan sebagai katalis dalam proses hidrorengkah minyak sawit menjadi fraksi hidrokarbon rantai yang lebih pendek. Impregnasi dari logam Ni pada katalis HZSM-5 menurunkan energi aktivasi dari reaksi perengkahan dan memiliki selektifitas yang baik untuk menghasilkan *gasoline*, *kerosene*, dan *diesel* pada temperatur 350 °C karena penambahan logam Ni meningkatkan situs asam dari HZSM-5. Katalis Ni/HZSM-5 direkomendasikan untuk perengkahan minyak sawit

yang selektif untuk menghasilkan *gasoline* (Roesyadi *et al.*, 2013). Rahayu (2012) juga melakukan impregnasi logam Ni dengan variasi 1%, 2%, dan 3% ke zeolit untuk konversi minyak sawit menjadi *biogasoline* pada temperatur 450 °C. Katalis dengan aktivitas terbaik adalah Ni-2%/ZA..

Logam Ni memiliki titik leleh 1455 °C dan juga memiliki sifat paramagnetik karena memiliki orbital 3d yang belum terisi penuh. Konfigurasi elektron dari logam Ni yaitu [Ar] 3d<sup>8</sup> 4s<sup>2</sup>. Berdasarkan konfigurasi elektron logam Ni maka diketahui bahwa terdapat dua elektron tidak berpasangan yang menentukan dari sifat magnetik, struktur padatnya dan kemampuan dalam membentuk senyawa kompleks secara kovalen koordinasi. Oleh sebab itu Nikel dapat dengan mudah membentuk senyawa intermediet pada permukaan katalis dan Nikel sangat baik digunakan untuk reaksi hidrogenasi katalitik.



Logam Mo merupakan logam transisi nomor atom 42 golongan VIB, memiliki titik leleh 2610 °C dan relatif inert. Molibdenum memiliki orbital 4d yang setengah penuh atau terdiri atas elektron-elektron yang belum berpasangan. Konfigurasi elektronnya dari logam Molibdenum adalah [Kr] 4d<sup>5</sup> 5s<sup>1</sup>.



Logam Mo sendiri sering digunakan dalam proses hidrodengkah sebagai katalis hidrodeshulfurisasi. Molibdenum secara luas dipakai dalam reaksi katalitik baik dalam bentuk logam murni, oksida logam, ataupun dikombinasikan dengan logam yang lain membentuk katalis bimetal dan dengan pengemban (Wilkinson, 1984).

Katalis bimetal merupakan suatu campuran dari dua logam aktif dalam jumlah tertentu yang memiliki karakter sebagai katalis. Siswodiharjo (2006) membuat katalis bimetal dari logam Ni yang dicampur dengan logam Mo dan diimbangkan ke zeolit.

Katalis tersebut digunakan dalam proses hidrorengkah terhadap parafin dan membandingkan aktivitas katalitiknya terhadap katalis Ni/Zeolit dan Mo/Zeolit. Hasil penelitian menunjukkan bahwa katalis bimetal NiMo/Zeolit memiliki aktivitas katalis yang paling besar dibandingkan aktivitas katalis dari katalis Ni/Zeolit dan Mo/Zeolit.

Triyono dkk (2010) melakukan preparasi katalis Ni-Mo/ZAAH dan menguji karakterisasi katalis tersebut. Katalis Ni-Mo/ZAAH dibuat dari garam ammonium heptamolibdat dan garam nikel nitrat yang diembankan ke katalis ZAAH. Hasil karakterisasi menunjukkan adanya dealuminasi dikarenakan proses aktivasi katalis secara hidrotermal. Pengembanan Ni dan Mo pada zeolit aktif dapat meningkatkan keasaman dari zeolit aktif tersebut tanpa menyebabkan kerusakan pada kristal zeolit, namun terjadi penurunan luas permukaan spesifik. Berdasarkan hasil penelitian tersebut, katalis Ni-Mo/ZAAH dapat diinformasikan memiliki karakter yang baik untuk digunakan sebagai katalis.

## BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN

### 3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini telah dilaksanakan di Laboratorium Kimia Fisik dan Kimia Organik, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Jember pada bulan Januari 2015 sampai dengan Agustus 2015.

### 3.2 Alat dan Bahan

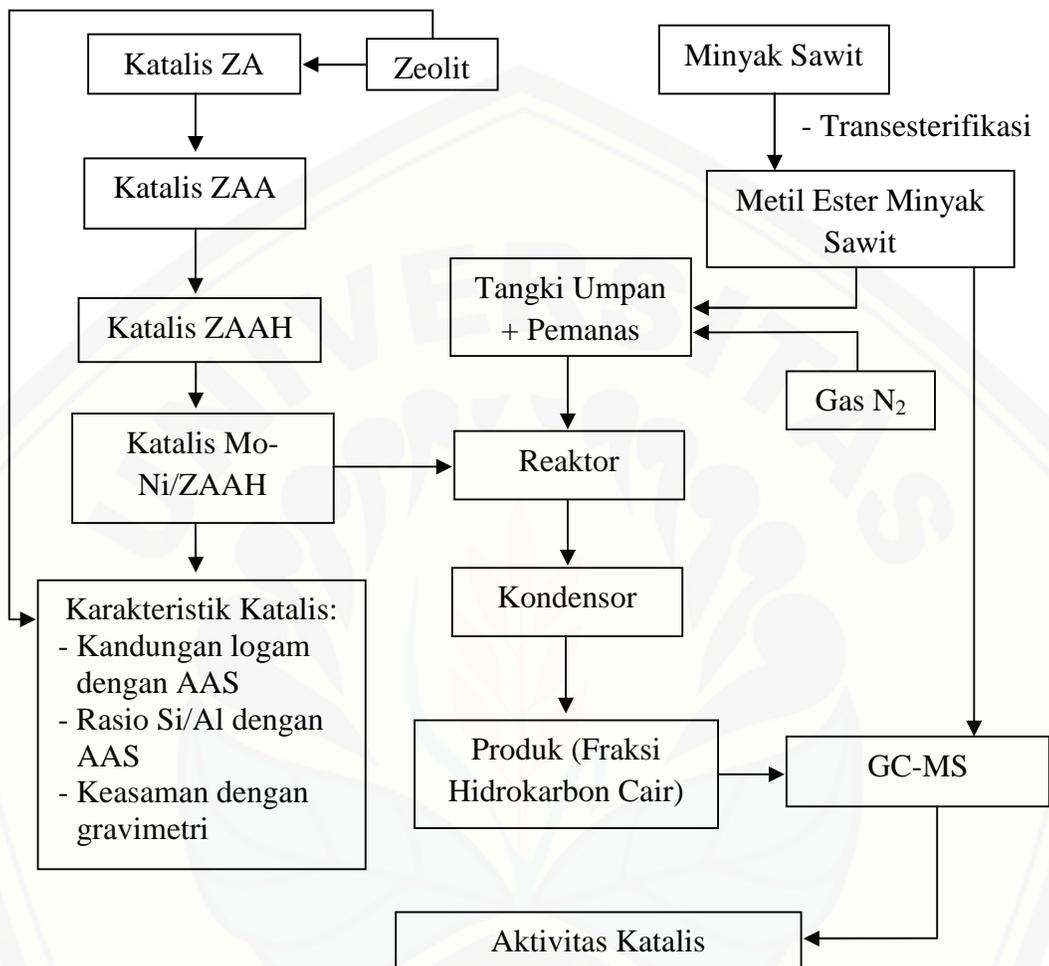
#### 3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain : alat-alat gelas laboratorium, termometer, saringan 100 mesh, satu set reaktor jenis *fixed bed*, desikator vakum, pompa vakum, neraca analitik, termokopel, *hot-plate*, oven, pompa akuarium, AAS, GC-MS, stirer magnetik dan cawan porselin.

#### 3.2.2 Bahan

Bahan yang dibutuhkan dalam penelitian ini antara lain: zeolit alam Wonosari dari PT. Prima Zeolita, Minyak Sawit (Filma), HCl 32% (Merck), HF 55% (Merck),  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  99% (Merck),  $\text{NH}_4\text{Cl}$  2 M (Merck),  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  (Merck), gas  $\text{O}_2$  (Samator Gas), gas  $\text{N}_2$  (Samator Gas), indikator pH universal,  $\text{NH}_3$  pa 25% (Merck), akuades, metanol pa (Smart Lab), dan NaOH pa (Merck).

### 3.3 Diagram Alir Penelitian



### 3.4 Prosedur Penelitian

Prosedur penelitian yang telah dilakukan terdiri dari preparasi katalis Mo-Ni/ZAAH, karakterisasi katalis, transesterifikasi minyak sawit, dan proses perengkahan metil ester minyak sawit dengan katalis Mo-Ni/ZAAH.

#### 3.4.1 Preparasi Katalis Mo-Ni/ZAAH

Zeolit disiapkan dengan ukuran lolos 100 mesh untuk selanjutnya direndam dalam suatu wadah berisi akuades untuk dilakukan pencucian sambil

diaduk. Zeolit direndam dengan HF 1 % selama 30 menit dan dicuci kembali dengan akuades berulang-ulang hingga pH 6. Selanjutnya zeolit dioven pada temperatur 120 °C selama 3 jam. Kemudian dikalsinasi menggunakan gas nitrogen dan dioksidasi dengan gas oksigen masing-masing pada temperatur 500 °C selama 2 jam dengan laju alir gas 20 mL/menit, dan nantinya akan diperoleh **katalis ZA** (Setyawan, 2013). Gambar alat kalsinasi dan oksidasi ditunjukkan pada lampiran A.

Katalis ZA yang diperoleh diberi perlakuan pengasaman dengan dicuci menggunakan HCl 2 M dengan perbandingan antara zeolit : HCl = 1 : 2 (v/v) sambil diaduk selama 20 – 30 menit. Selanjutnya dicuci dengan akuades sampai pH = 6 dan dikeringkan menggunakan oven dengan temperatur 120 °C selama 3 jam. Kemudian dikalsinasi menggunakan gas nitrogen dengan laju alir gas 20 ml/menit selama 2 jam pada temperatur 500 °C dan oksidasi dengan gas oksigen pada laju, waktu dan temperatur yang sama. Sampel katalis didinginkan kembali dan ditambahkan dengan larutan NH<sub>4</sub>Cl 2 M dengan pebandingan 1 : 2 (v/v) dalam wadah gelas beker dan dipanaskan dalam temperatur 90 °C selama 4 jam dengan pengaduk magnet. Kemudian dioven pada temperatur 120 °C selama 3 jam, lalu didinginkan kembali. Selanjutnya dilakukan kalsinasi menggunakan gas nitrogen pada temperatur 500 °C selama 2 jam dan oksidasi menggunakan gas oksigen pada temperatur dan selama waktu yang sama dengan laju alir gas 20 mL/menit untuk didapatkan **Katalis ZAA** (Setyawan, 2013).

Katalis ZAA kering dilakukan proses hidrotermal untuk meningkatkan stabilitas termal. Hidrotermal dilakukan dengan mengalirkan uap air pada suhu 500 °C selama 6 jam, dan diperoleh katalis ZAAH (Triyono dkk, 2010). Proses ini seperti pada gambar yang ditunjukkan pada lampiran B.

Katalis ZAAH selanjutnya diimpregnasi dengan logam aktif secara impregnasi basah. Logam aktif yang diimpregnasikan adalah logam Ni dan Mo. Logam aktif Ni yang akan diimpregnasikan berasal dari garam Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O.

Jumlah logam Ni yang diimpregnasikan ke katalis ZAAH dibuat tetap sebesar 2% berat katalis. Sejumlah 9,91 gram  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dilarutkan ke dalam 100 ml akuades sambil diaduk sampai homogen, dilanjutkan penambahan 90,09 gram sampel katalis ZAAH. Kemudian dipanaskan pada temperatur 80 - 90 °C sambil diaduk pada tekanan 1 atm sampai air teruapkan. Sampel katalis dipanaskan dalam oven pada temperatur 120 °C selama 2 jam untuk mendapatkan katalis Ni2%/ZAAH kering.

Impregnasi selanjutnya menggunakan logam Mo dari garam  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ . Logam Mo diimpregnasikan ke katalis Ni2%/ZAAH secara bervariasi sebesar 0% (tanpa impregnasi), 1, 2, 3 dan 4% berat katalis. Sejumlah 0 gram, 0,37 gram, 0,74 gram, 1,10 gram dan 1,47 gram  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  masing-masing dilarutkan ke dalam 20 ml akuades sambil diaduk hingga homogen, dan dilanjutkan dengan penambahan sampel katalis Ni2%/ZAAH secara berurutan sebanyak 20 gram, 19,63 gram, 19,26 gram, 18,90 gram dan 18,53 gram sehingga logam Mo terimpregnasi dengan variasi 0, 1, 2, 3, dan 4% berat katalis. Kemudian sampel katalis dipanaskan pada temperatur 80 - 90 °C sambil diaduk pada tekanan 1 atm sampai air teruapkan, dan dipanaskan dalam oven pada temperatur 120 °C selama 2 jam. Perlakuan dilanjutkan dengan kalsinasi menggunakan gas nitrogen pada temperatur 500 °C selama 2 jam dan dioksidasi menggunakan gas oksigen pada temperatur dan selama waktu yang sama dengan laju alir gas 20 mL/menit (Setyawan, 2013). Hasil dari perlakuan di atas diperoleh **Katalis Mo-Ni/ZAAH** dengan jumlah Ni yang diimpregnasikan sebesar 2% berat katalis dan jumlah Mo yang diimpregnasikan sebesar 0, 1, 2, 3 dan 4% berat katalis.

Katalis zeolit sebelum dan sesudah perlakuan selanjutnya dilakukan analisis untuk mengetahui karakteristiknya meliputi analisis kandungan logam dan rasio Si/Al dengan menggunakan AAS, dan keasaman secara gravimetri.

### 3.4.2 Karakterisasi Katalis

#### a. Penentuan Kandungan Logam dan Rasio Si/Al

Kandungan logam Na dan rasio Si/Al dari zeolit sebelum dan sesudah perlakuan dianalisis menggunakan AAS. Penentuan kandungan Na dilakukan pada semua jenis katalis sedangkan rasio Si/Al hanya dilakukan pada zeolit awal dan katalis ZAAH. Rasio Si/Al ditentukan dari jumlah kandungan logam Si dan Al yang diidentifikasi menggunakan AAS. Rasio Si/Al dihitung melalui persamaan berikut:

$$\text{Rasio Si/Al} = \frac{\text{Mol Si dalam sampel}}{\text{Mol Al dalam sampel}}$$

Kandungan logam Ni dan Mo pada masing-masing variasi dianalisis menggunakan AAS untuk mengetahui jumlah logam yang terembankan.

#### b. Penentuan Keasaman Total

Keasaman total katalis ditentukan secara gravimetri atas dasar adsorpsi kimia gas amonia oleh situs asam pada permukaan zeolit. Cawan porselen berisi sekitar 0,5 gram zeolit dipanaskan dalam oven pada temperatur 120°C selama 2 jam, setelah itu didinginkan dalam desikator. Ditimbang massanya hingga konstan (W). Cawan porselin dan zeolit dimasukkan ke dalam desikator vakum dan divakumkan selama 30 menit. Desikator vakum dialiri gas amoniak pa 25% selama 24 jam kemudian ditimbang kembali (W<sub>1</sub>). Berat amoniak yang teradsorpsi dalam sampel adalah sebagai berikut:

$$\Delta W = (W_1 - W) \text{ gram}$$

Keasaman katalis didefinisikan sebagai jumlah mol NH<sub>3</sub> yang teradsorp ke katalis per gram berat. Persamaan untuk menghitung keasaman katalis sebagai berikut:

$$\text{Keasaman} = \frac{\text{Berat NH}_3 (\Delta W)}{\text{BM NH}_3 \times \text{Berat katalis (W)}}$$

(Majid dkk, 2012).

### 3.4.3 Transesterifikasi Minyak Sawit

Minyak sawit dapat diubah menjadi metil ester minyak sawit melalui transesterifikasi dengan mereaksikannya dengan metanol berlebih dan dikatalisis oleh basa (Wade, 2006). Minyak sawit diubah menjadi metil ester untuk menurunkan berat molekul dan viskositasnya agar dapat direngkahkan menjadi fraksi dengan berat molekul yang lebih kecil lagi dengan lebih mudah. Transesterifikasi dikatalisis basa memiliki hasil optimum pada rasio antara metanol dan minyak yaitu 6 : 1 dengan katalis basa NaOH sebesar 1% dari berat minyak (Ma, 1999). Minyak sawit sebanyak 100 ml dimasukkan ke dalam labu leher dua. 25,5 ml metanol dicampurkan dengan 0,895 gram NaOH untuk selanjutnya ditambahkan ke dalam labu leher dua yang telah berisi minyak sawit. Kemudian dilakukan refluk selama 4 jam pada temperatur 60 °C. Hasil selanjutnya didinginkan pada suhu kamar. Campuran hasil reaksi didiamkan selama lebih kurang 2 jam di dalam corong pisah untuk mencapai terjadinya pemisahan yang sempurna dari kedua fasa. Fase atas (ester) dipisahkan dari fase bawah (gliserol) dengan membuka kran corong pisah, sedangkan metanol yang bersisa terdistribusi di kedua fasa. Ester yang diperoleh selanjutnya dicuci dengan menggunakan akuades sampai netral (Mulana, 2011). Kemudian metil ester dipanaskan secara terbuka pada temperatur 100-120 °C untuk menguapkan air dan metanol yang bersisa. Selanjutnya metil ester minyak sawit yang dihasilkan siap digunakan sebagai umpan dalam proses hidorengkahkan dengan menggunakan katalis Mo-Ni/ZAAH dan metil ester yang dihasilkan dianalisis menggunakan GC-MS.

### 3.4.4 Perengkahan Metil Ester Minyak Sawit Menggunakan Katalis Mo-Ni/ZAAH

Metil ester minyak sawit sebanyak 10 gram ditempatkan dalam tangki umpan yang dilengkapi pemanas dan sebanyak 4 gram katalis Mo-Ni/ZAAH dengan impregnasi Ni sebesar 2% berat dan impregnasi Mo bervariasi sebesar