SKRIPSI-SK184807

PENGARUH METODE IMPREGNASI Ni/Al-MCM-41 SEBAGAI KATALIS PADA REAKSI DEOKSIGENASI MINYAK KEMIRI SUNAN

RIDA KHARISMAWATI
01211740000066

Dosen Pembimbing
Prof. Dr. DIDIK PRASETYOKO, M.Sc.

DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN ANALITIKA DATA
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2021

FINAL PROJECT REPORT – SK184807

EFFECT OF IMPREGNATION METHOD ON Ni/Al-MCM-41 AS A CATALYST FOR KEMIRI SUNAN DEOXYGENATION

RIDA KHARISMAWATI
01211740000066

Supervisor
Prof. Dr. DIDIK PRASETYOKO, M.Sc.

CHEMISTRY DEPARTEMENT
FACULTY OF SCIENCE AND DATA ANALYTICS
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2021

PENGARUH METODE IMPREGNASI Ni/Al-MCM-41 SEBAGAI KATALIS PADA REAKSI DEOKSIGENASI MINYAK KEMIRI SUNAN

SKRIPSI

Disusun sebagai syarat kelulusan program studi S-1
Di Departemen Kimia, Fakultas Sains dan Analitika Data
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Disusun Oleh:

RIDA KHARISMAWATI
NRP 01211740000066

DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN ANALITIKA DATA
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2021

LEMBAR PENGESAHAN

PENGARUH METODE IMPREGNASI Ni/Al-MCM-41 SEBAGAI KATALIS PADA REAKSI DEOKSIGENASI MINYAK KEMIRI SUNAN

SKRIPSI

Disusun oleh:

RIDA KHARISMAWATI
NRP 01211740000066

Surabaya, 25 Juli 2021

Mengetahui, Kepala Departemen Kimia	Menyetujui, Dosen Pembimbing
Prof. Dr. rer. Nat. Fredy Kurniawan, M.Si.	**Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.**
NIP. 1974 199802 1 001	**NIP. 19710616 199703 1 002**

Assalamualaikum wr. wb.
Karya ini kupersembahkan untuk
Ayah, Ibu, Kakak, dan keluargaku

PENGARUH METODE IMPREGNASI Ni/Al-MCM-41 SEBAGAI KATALIS PADA REAKSI DEOKSIGENASI MINYAK KEMIRI SUNAN

Nama : Rida Kharismawati
NRP : 01211740000066
Departemen : Kimia
Dosen Pembimbing : Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.

ABSTRAK

Deoksigenasi minyak kemiri sunan (*Reutealis trisperma)* menjadi *green diesel* telah dilakukan dengan katalis Ni/Al-MCM-41. Katalis Ni/Al-MCM-41 dipreparasi dengan metode impregnasi basah dan impregnasi kering yang selanjutnya disebut Ni/Al-MCM-41 (WI) dan Ni/Al-MCM-41 (IWI). Padatan Al-MCM-41 memiliki fasa amorf yang dibuktikan dengan XRD dan SEM. Analisa FTIR menunjukan karakteristik material Al-MCM-41. Uji Keasaman menunjukkan pengaruh NiO pada jumlah asam Lewis dan asam Brønsted. Berdasarkan analisis TEM diketahui diameter pori sekitar 2,5 nm dan diameter NiO sekitar 19 nm. Aktivitas katalis diuji pada reaksi deoksigenasi minyak kemiri sunan pada kondisi inert selama 4 jam. Katalis Ni/Al-MCM-41 (WI) menunjukkan hasil yang lebih baik dibandingkan dengan katalis Ni/Al-MCM-41(IWI) dan Al-MCM-41 pada reaksi deoksigenasi minyak kemiri sunan, hasil selektivitas senyawa hidrokarbon (C11-C18) sebesar 100% dan derajat deoksigenasi sebesar 92,77.

Kata kunci: Ni/Al-MCM-41, deoksigenasi, minyak Reutealis trisperma, impregnasi

THE EFFECT OF IMPREGNATION METHOD ON Ni/Al-MCM-41 AS A CATALYST FOR KEMIRI SUNAN DEOXYGENATION

Name : **Rida Kharismawati**
Student No. : **01211740000066**
Departement : **Chemistry**
Advisor : **Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.**

ABSTRACT

Deoxygenation of kemiri sunan (*Reutealis trisperma*) oil to produce green diesel by using Ni/Al-MCM-41 catalyst has been carried out. Ni/Al-MCM-41 catalyst was prepared by wet impregnation and incipient wetness impregnation. 10% (w/w) nickel metal were loaded on Al-MCM-41 support. The synthesized solid has an amorphous phase as evidenced by XRD and SEM. The FTIR analysis shows the characteristic of Al-MCM-41. The acidity of the catalyst shows the effect of NiO loading on Lewis sites and Brønsted sites. TEM confirmed the average pore size is 2,5 nm and the NiO diameter is around 19 nm. The catalytic activity was studied on the deoxygenation reaction of kemiri sunan oil under inert conditions for 4 h. Ni/Al-MCM-41 (WI) catalyst exhibited excellent catalytic activity then the Ni/Al-MCM-41 (IWI) and Al-MCM-41 catalyst for kemiri sunan deoxygenation, with selectivity to hydrocarbon fraction (C11-C18) of 100% and the degree of deoxygenation is 92,77.

Keyword: , Ni/Al-MCM-41, deoxygenation, Reutealis trisperma oil, impregnation

KATA PENGANTAR

Puji syukurPuji syukur kehadirat Allah SWT Tuhan yang Maha Esa. Atas rahmat dan izinNya naskah tugas akhir yang berjudul **"Pengaruh Metode Impregnasi Ni/Al-MCM-41 Sebagai Katalis Pada Reaksi Deoksigenasi Minyak Kemiri Sunan"** dapat terselesaikan dengan baik. Tulisan ini tidak akan terwujud dengan baik tanpa bantuan dan dukungan dari berbagai pihak. Untuk itu penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Bapak Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc. selaku dosen pembimbing yang telah memberikan bimbingan dan pengarahan dalam proses penyelesaian naskah.
2. Bapak Prof. Dr.rer.nat. Fredy Kurniawan, M.Si selaku kepala departemen kimia yang telah memberikan fasilitas sehingga naskah ini dapat diselesaikan
3. Ibu Dra. Harmami MS. selaku dosen wali yang telah memberikan bimbingan dan arahan selama masa perkuliahan.
4. Dosen-dosen Departemen Kimia ITS yang telah memberikan ilmu kepada penulis selama menempuh perkuliahan
5. Ayah, Ibu, kakak, dan keluarga besar yang selalu mandoakan, mendukung dan memberi nasihat.
6. Reva Edra Nugraha, Holillah, Afna Agata, Nabila Argya dan Rahmat Hidayat yang senantiasa menemani, bersedia berdiskusi dan selalu membantu dalam pengerjaan penelitian ini.
7. Fazita, Milati, Erlita, dan Fachrizal yang selalu memberi bantuan, semangat dan dukungan.
8. Teman-teman Kimia ITS 2017 CARBYN dan Tim DP *Research Group* serta teman-teman Lab. KME yang selalu membantu dan menemani.
9. Pihak lain yang telah membantu terlesaikannya naskah Skripsi ini, yang tidak dapat disebutkan satu persatu.

Penulis menyadari bahwa penulisan naskah Skripsi ini tidak lepas dari kekurangan. Penulis menerima kritik dan saran yang membangun dari pembaca untuk meningkatkan kualitas dan perbaikan lebih lanjut.

Pasuruan, Juli 2021

Penulis

DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN iv
KATA PENGANTAR viii
DAFTAR ISI x
DAFTAR GAMBAR xii
DAFTAR TABEL xiv
BAB I PENDAHULUAN 1
1.1 Latar Belakang 1
1.2 Rumusan Masalah 3
1.3 Tujuan 3
1.4 Manfaat 3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA 5
2.1. Minyak Kemiri Sunan 5
2.2. Reaksi Deoksigenasi 6
2.3. Katalis 7
2.3.1. Material Al-MCM-41 9
2.3.2. Logam Transisi Sebagai Katalis 10
2.4. Impregnasi 11
2.5. Karakterisasi Material 12
2.5.1. Difraksi Sinar-X (XRD) 12
2.5.2. Spektroskopi *Fourier Transform Infrared* (FTIR) 15
2.5.3. Keasaman Permukaan 17
2.5.4. *Scanning Electron Microscopy- Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX) 20
2.5.5. *Transmission Electron Miscroscope* (TEM) 22
2.5.6. *Gas Chromatography-Mass Spectroscopy* (GC-MS) 23
BAB III METODOLOGI PENELITIAN 25
3.1. Alat dan Bahan 25
3.1.1. Alat 25
3.1.2. Bahan 25
3.2. Preparasi Katalis 26
3.2.1. Sintesis Al-MCM-41 26
3.2.2. Pertukaran kation 26
3.2.3. Impregnasi Ni/Al-MCM-41 27
3.3. Karakterisasi Katalis 27

3.3.1. Difraksi sinar-X 27
3.3.2. Spektroskopi *Fourier Transform Infrared* (FTIR) 28
3.3.3. Keasaman Permukaan 28
3.3.4. S*canning Electron Microscopy- Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX) 29
3.3.5. *Transmission Electron Miscroscope* (TEM) 29
3.4. Uji Aktivitas Katalitik 30
3.4.1. Reaksi deoksigenasi minyak kemiri sunan 30
3.4.2. Karakterisasi Produk Deoksigenasi dengan GC-MS. 30
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN 31
4.1. Sintesis Al-MCM-41 31
4.2. Karakterisasi 35
4.2.1. Difraksi Sinar-X (XRD) 35
4.2.2. Spektroskopi FTIR 38
4.2.3. Keasaman Permukaan 39
4.2.4. S*canning Electron Microscopy- Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX) 41
4.2.5. *Transmission Electron Microscopy* (TEM) 43
4.3. Aktivitas Katalitik 44
BAB V KESIMPULAN 51
5.1 Kesimpulan 51
5.2 Saran 52
DAFTAR PUSTAKA 53
LAMPIRAN 61
BIODATA PENULIS 85

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Gambar (a) Buah kemiri sunan dan (b) biji kemiri sunan (Riayatsyah dkk., 2021)……5
Gambar 2.2 Jalur reaksi deoksigenasi (Nugraha dkk., 2021).....7
Gambar 2.3 Ilustrasi struktur dan kerangka aluminosilikat Al-MCM-41 (Naik dkk., 2010) 10
Gambar 2.4 Ilustrasi metode impregnasi (Sun dkk., 2019).....12
Gambar 2.5 Ilustrasi difraksi sinar-X pada permukaan spesimen (Brundle dkk., 1992) 14
Gambar 2.6 Difraktogram katalis Ni/Al-MCM-41 dengan variasi Si/Al (Taghvaei dkk., 2021) 15
Gambar 2.7 Skema alat Spektroskopi FTIR (Titus dkk., 2019) 16
Gambar 2.8 Spektra Inframerah Al-MCM-41 (a) dan Ni/Al-MCM-41 (b).....17
Gambar 2.9 Interaksi piridin dengan permukaan katalis (Layman dkk., 2003) 19
Gambar 2.10 Spektra adsorpsi piridin dari Al-MCM-41, ZSM-5 dan ZSM-5 hierarki (Nugraha dkk., 2021).....20
Gambar 2.11 Diagram *Scanning Electron Microscope* (Whyman, 1996) 21
Gambar 2.12 Mikrograf SEM (a) Al-MCM-41; (b) Ni/Al-MCM-41; (c) analisis EDX Ni/Al-MCM-41 (de Sousa Castro dkk., 2021) 22
Gambar 2.13 TEM dari Ni/Al-MCM-41 (Nugraha dkk., 2021) 23
Gambar 2.14 Skema kerja instrumen GC-MS (Kawana dan Miyagawa, 2010).....24
Gambar 4.1 Ilustrasi reaksi pertukaran kation pada katalis (Layman dkk., 2003). 33
Gambar 4.2 Katalis hasil impregnasi Ni/Al-MCM-41 (WI) (kiri) dan Ni/Al-MCM-41(IWI) (kanan) 34
Gambar 4.3 Pola difraksi sinar-X sudut panjang Al-MCM-41 35
Gambar 4.4 Pola difraksi sinar-X sudut panjang Ni/Al-MCM-41 36

Gambar 4.5 Pola difraksi sinar-X sudut rendah dari Al-MCM-41, Ni/Al-MCM-41 (WI), dan Ni/Al-MCM-41 (IWI).....37
Gambar 4.6 Spektra FTIR Al-MCM-41.....38
Gambar 4.7 Spektra FTIR sampel setelah adsorpsi piridin.....40
Gambar 4.8 Mikrograf SEM (a) Al-MCM-41; (b) Ni/Al-MCM (WI); (c) Ni/Al-MCM-41 (IWI).....42
Gambar 4.9 EDX *mapping* dari nikel pada (a) Ni/Al-MCM-41(IWI); (b) Ni/Al-MCM-41(WI).....42
Gambar 4.10 Mikrograf TEM Ni/Al-MCM-41 (IWI) 44
Gambar 4.11 Grafik selektivitas senyawa pada reaksi deoksigenasi minyak kemiri sunan 46
Gambar 4.12 Distribusi hidrokarbon C9-C18 hasil reaksi deoksigenasi minyak kemiri sunan 47
Gambar 4.13 Pengukuran konsentrasi gas CO_2 (a) dan gas CO (b) pada reaksi deoksigenasi 48

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Karakteristik fisika kimia dan komposisi minyak kemiri sunan 6
Tabel 4.1 Tabel ukuran kristal NiO menggunakan persamaan Debye Scherrer. 37
Tabel 4.2 Jumlah asam Brønsted dan asam Lewis pada katalis 41
Tabel 4.3 Perbandingan persentase (%berat) unsur-unsur penyusun material hasil sintesis 43
Tabel 4.4 Profil konversi, *yield*, dan derajat deoksigenasi dari reaksi deoksigenasi.....45

BAB I
PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Peningkatan populasi manusia secara global mengakibatkan permintaan akan bahan bakar fosil meningkat, terutama konsumsi bahan bakar cair sebagai bahan bakar utama yang digunakan di sektor transportasi. Pengembangan energi terbarukan dapat menjadi alternatif dari masalah tersebut. Biodiesel merupakan bahan bakar alternatif yang umumnya dihasilkan melalui reaksi transesterifikasi dan esterifikasi antara minyak (trigliserida dan alkohol rantai pendek. Biodiesel memiliki kelemahan diantaranya yaitu stabilitas penyimpanan yang kurang baik, sifat aliran pada kondisi dingin kurang stabil, stabilitas oksidasi yang rendah dan nilai *cetane* yang rendah (Mikkonen, 2008). Kelemahan biodiesel tersebut dapat diatasi dengan mengubah asam lemak menjadi alkana rantai lurus yang lebih stabil yaitu *green diesel*. Kelebihan dari *green diesel* yaitu menghasilkan hidrokarbon bebas oksigen (stabilitas oksidasi tinggi), pembakaran yang sempurna, densitas energi yang tinggi, tidak menghasilkan produk samping yang membutuhkan perlakuan tambahan dan memiliki performa yang lebih baik pada kondisi dingin (Sotelo, 2012).

Produksi *green diesel* selain dipengaruhi oleh metode yang digunakan juga dipengaruhi oleh bahan baku, katalis, dan kondisi reaksi. Bahan baku yang sering digunakan yaitu minyak nabati. Sumber minyak nabati non pangan seperti minyak kemiri sunan banyak ditemukan di wilayah Indonesia. Menurut Abduh dkk. (2019) minyak *Reutealis trisperma* dianggap sebagai bahan baku yang menjanjikan karena tingginya kandungan minyak (38%-40%) serta produktivitas yang tinggi (3,8–8,7 ton/ha/tahun). Oleh karena itu, ketersediaan minyak dari biji kemiri sunan terjamin keberlanjutannya dikarenakan sifatnya yang mudah tumbuh dan tidak menggangu stabilitas ketahanan pangan karena mengandung bahan racun untuk biopestisida.

Transformasi minyak nabati menjadi bahan bakar *green diesel* dapat dilakukan dengan cara perengkahan katalitik, *hydrotreating* dan deoksigenasi (Gosselink dkk., 2013 dan Jeon dkk., 2019). Perengkahan katalitik digunakan untuk memecah massa molekul yang tinggi menjadi lebih sederhana (Li dkk., 2009). Proses *hydrotreating* adalah proses penghilangan oksigen dari asam lemak atau trigliserida melalui hidrogenasi untuk membentuk n-alkana. (Pinto dkk., 2014). Sementara itu pada reaksi deoksigenasi terjadi penghilangan gugus karboksilat menjadi karbon dan/atau karbon monoksida sehingga menghasilkan alkana dan alkena (Lestari dkk., 2009). Kelebihan *green diesel* hasil reaksi deoksigenasi dimana fraksi yang dihasilkan adalah golongan hidrokarbon serta mampu menghasilkan produk yang lebih besar dan reaksi yang cepat dibandingkan dengan *hydroprocessing* (Asikin-Mijan dkk., 2017).

Beberapa katalis yang dapat diaplikasikan pada reaksi deoksigenasi adalah zeolit seperti HY, H-ZSM-5, dan H-β dan material mesopori seperti MCM-41 dan SBA-15. Keunggulan zeolit adalah keasamannya yang kuat, meningkatkan reaksi isomerisasi, sehingga dapat meningkatkan kualitas bahan bakar yang dihasilkan (Camargo, 2020). Pada penelitian Nugraha (2021) material mesopori Al-MCM-41 menghasilkan konversi yang lebih tinggi dibandingkan dengan katalis ZSM-5 pada reaksi deoksigenasi minyak jarak menjadi hidrokarbon rantai panjang (C_{11}-C_{18}). Katalis logam transisi telah banyak diaplikasikan dalam berbagai reaksi katalisis, seperti deoksigenasi, hidrodeoksigenasi, oksidasi dan reduksi. Penggunaan oksida logam dapat berpengaruh pada kinerja katalitik dan stabilitas katalis yang mengarah pada peningkatan konversi, selektivitas dan hasil reaksi. Peningkatan ini disebabkan oleh sisi aktif permukaan yang lebih besar dan keasaman Lewis/Brønsted yang lebih tinggi pada penambahan oksida logam (Mahdi dkk., 2021). Oksida logam Ni banyak diaplikasikan pada katalis karena harganya yang lebih ekonomis dan keberadaannya yang lebih melimpah dibandingkan dengan logam mulia (Baharudin dkk., 2019)

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan penelitian yang dilaporkan Nugraha dkk. (2021) dan Baharudin dkk. (2019) katalis yang diimpregnasi dengan nanopartikel NiO meningkatkan sifat keasaman katalis dan keasaman katalis dapat berpengaruh pada aktivitas katalitiknya. Oleh karena itu, perumusan masalah pada penelitian ini yaitu mengetahui bagaimana pengaruh metode impregnasi 10% NiO terhadap dispersi serta keasaman katalis dan bagaimana aktivitasnya pada reaksi deoksigenasi minyak kemiri sunan.

1.3 Tujuan

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh metode impregnasi terhadap dispersi NiO dan keasamannya pada katalis Al-MCM-41 yang diuji pada reaksi deoksigenasi minyak kemiri sunan.

1.4 Manfaat

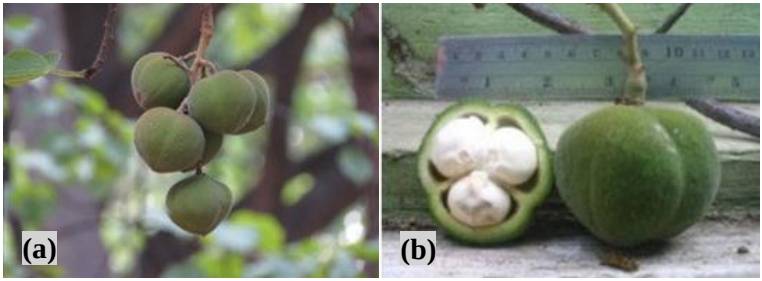
Manfaat dari penelitian ini adalah untuk memberikan informasi ilmiah mengenai pengaruh dispersi nikel pada impregnasi katalis Al-MCM-41 yang diaplikasikan pada reaksi deoksigenasi.

Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB II
TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Minyak Kemiri Sunan

Reutealis trisperma, yang secara lokal dikenal sebagai kemiri sunan adalah salah satu minyak nabati yang termasuk dalam keluarga Euphorbiaceae. Kemiri sunan adalah tanaman asli Filipina dan Asia Tenggara (Silitonga dkk., 2019). Buah kemiri sunan dapat ditemukan di sekitar pedesaan di Malaysia dan Indonesia. Di Indonesia, kemiri sunan terutama tersebar di Jawa Barat (Riayatsyah dkk., 2021). Gambar 2.1 menunjukkan buah dan biji dari tanaman kemiri sunan.



Gambar 2.1 (a) Buah kemiri sunan dan (b) biji kemiri sunan (Riayatsyah dkk., 2021)

Tanaman ini dapat tumbuh hingga 10–15 m, dan dapat menghasilkan 25–30 kg biji kering per pohon per tahun, dengan kandungan minyak *Reutealis trisperma* 50–52% (b/b) (Riayatsyah dkk., 2021). Ini merupakan suatu potensi yang sangat menjanjikan yang mana dengan kadar minyak dan potensi produksi seperti ini berarti dalam satu hektar dengan populasi 100 pohon dapat menghasilkan 5 ton biji kering, yang dapat menghasilkan 2,5 ton minyak. Kemiri sunan juga dapat ditemukan pada ketinggian hingga 1000 meter diatas permukaan laut (Oetami, 2013).

Minyak kemiri sunan yang diperoleh melalui ekstraksi maupun pengepresan mengandung ester asam-asam lemak yang

sama dengan minyak jarak (*Jatropha oil*) sehingga dapat digunakan sebagai biodiesel (Juan dkk., 2011). Pada Tabel 2.1 ditampilkan karakteristik dari minyak kemirj sunan.

Tabel 2.1 Karakteristik fisika kimia dan komposisi minyak kemiri sunan

Parameter	Minyak kemiri sunan
Densitas (g cm^{-3})	0,93
Viskositas pada 40°C (cSt)	102,22
Kadar air (% berat)	0,0014
Nilai asam (mg KOH per g)	4,27
Kadar asam lemak bebas	0,36
Asam Lemak	(%)
Asam palmitat (C16:0)	40,35
Asam oleat (C18:1) dan linoleat (C18:2)	44,42

(Sumber : Nugraha dkk., 2021)

2.2. Reaksi Deoksigenasi

Green diesel saat ini dapat diproduksi melalui berbagai reaksi, misalnya reaksi perengkahan katalitik, *hydrotreatment*, hidrodeoksigenasi, dan reaksi deoksigenasi. Produk *green diesel* menunjukkan sifat yang mirip dengan diesel minyak bumi; misalnya kandungan oksigennya hampir nol dengan angka *cetane* yang tinggi (Huber dan Corma, 2007). Dari segi ekonomi, deoksigenasi lebih unggul karena memotong biaya penggunaan gas H_2 dalam proses hidrodeoksigenasi.

Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.2 secara umum, deoksigenasi asam lemak dilakukan melalui dua jalur reaksi utama untuk menghasilkan *green diesel* (Hermida dkk., 2015), yaitu dekarbonilasi dan dekarboksilasi (deCOx), dimana (i) jalur dekarbonilasi (DCO) melibatkan eliminasi gugus karbonil melalui pemutusan C–C dan pemutusan ikatan C–O untuk menghasilkan alkena rantai lurus dengan melepaskan gas CO dan air sebagai produk samping (Persamaan 2.1), dan (ii) jalur dekarboksilasi

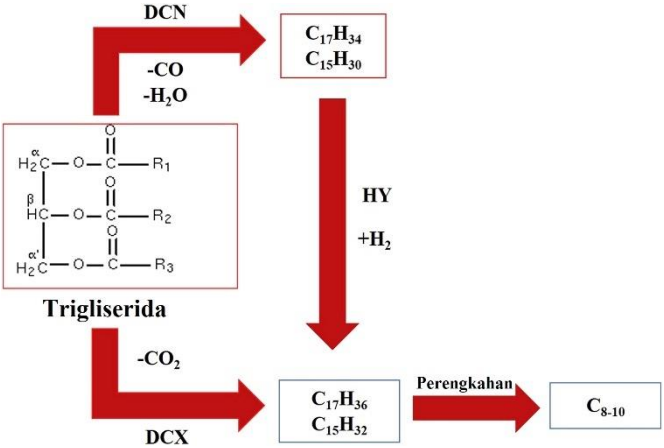
(DCO_2), yang melibatkan eliminasi gugus karboksilat melalui pemutusan ikatan C–C dengan melepaskan gas CO_2 untuk menghasilkan alkana rantai lurus dengan satu atom karbon lebih sedikit dari asam lemak aslinya (Persamaan 2.2) (Gamal dkk., 2020).

Jalur dekarbonilasi

$$R - COOH \rightarrow R'\text{-}H + CO_{(g)} + H_2O \quad (2.1)$$

Jalur dekarboksilasi

$$R - COOH \rightarrow R - H + CO_{2(g)} \quad (2.2)$$



Gambar 2.2 Jalur reaksi deoksigenasi (Nugraha dkk., 2021)

2.3. Katalis

Katalis memegang peranan penting dalam reaksi deoksigenasi. Katalis didefinisikan sebagai sebuah senyawa yang dapat meningkatkan kecepatan suatu reaksi kimia hingga mendekati sistem kesetimbangannya tanpa mempengaruhi produk akhirnya ataupun mengalami perubahan substansi kimia selama proses reaksi berlangsung (Leeuwen,2006).

Dalam pemilihan katalis harus memperhatikan sifat-sifat dari katalis yang akan digunakan. Menurut Hagen (2015), sifat-sifat katalis dapat diklasifikasikan sebagai berikut:

a. Aktivitas

Aktivitas merupakan kemampuan dari suatu katalis untuk mengkonversi reaktan menjadi produk. Aktivitas katalis dapat diketahui menggunakan Persamaan 2.3

$$A(\text{mol\%}) = \frac{\text{mol hasil reaksi}}{\text{mol pereaksi} + \text{mol hasil reaksi}} \times 100\% \qquad (2.3)$$

b. Selektivitas

Selektivititas merupakan kemampuan katalis dalam mengkonversi reaktan menjadi suatu produk tertentu. Selektivitas dapat dihiting menggunakan Persamaan 2.4

$$S\ (\text{mol\%}) = \frac{\text{mol produk tertentu yang dihasilkan}}{\text{mol hasil reaksi}} \times 100\% \quad (2.4)$$

c. *Yield*

Jumlah produk tertentu yang terbentuk untuk setiap satuan reaktan yang bereaksi. *Yield* dapat dihitung menggunakan Persamaan 2.5

$$Y\ (\%) = \frac{\text{berat hasil reaksi}}{\text{berat reaktan}} \times 100\% \qquad (2.5)$$

d. Regenerasi

Sifat regenerasi merupakan proses aktivasi kembali katalis agar dapat digunakan kembali.

e. Toksisitas

Sifat toksisitas ini harus diperhatikan karena dapat membahayakan dalam penggunaannya dan membahayan bagi lingkungan.

Menurut Richardson (1989) berdasarkan fasanya, katalis dibagi menjadi katalis homogen dan heterogen. Katalis homogen adalah katalis yang memiliki fasa yang sama dengan substrat dari

suatu reaksi, yang pada umumnya berupa fasa cair. Keuntungan dari katalis homogen adalah tidak dibutuhkan suhu dan tekanan yang tinggi dalam reaksi namun kelemahan dari katalis homogen adalah pemurnian produk yang sulit (Nasikin dan Susanto, 2010) . Katalis heterogen adalah katalis yang memiliki fasa berbeda dengan reaktannya. Keuntungan dari katalis heterogen yaitu pemisahannya yang mudah, sehingga katalis heterogen umum digunakan dalam skala industri, karena memiliki umur yang lebih panjang, dapat digunakan berulang kali dan ramah lingkungan (Vries dan Jackson, 2012). Menurut Thomas dan Thomas (2014) terdapat tahapan-tahapan reaksi pada sistem katalis heterogen, yaitu:

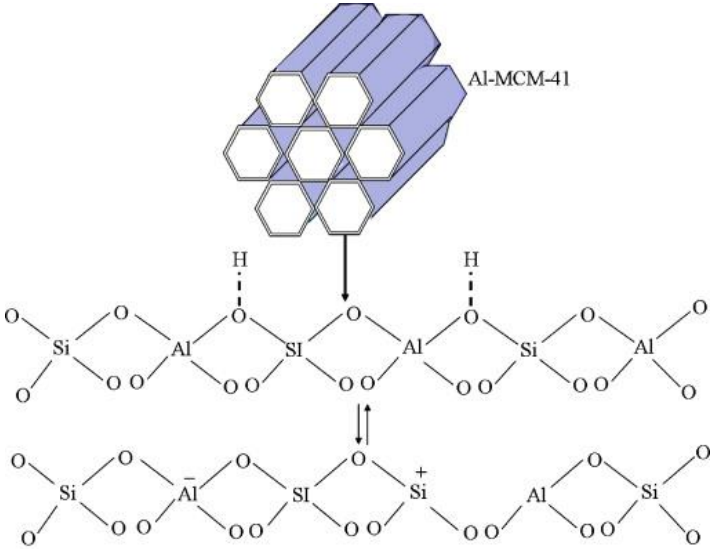
1. Transport reaktan ke permukaan katalis
2. Interaksi reaktan dengan katalis, terjadi pelemahan ikatan dari molekul yang teradsorb.
3. Reaksi molekul reaktan yang teradsorbsi dengan membentuk senyawa intermediet dan menghasilkan produk.
4. Desorpsi produk dari permukaan katalis.
5. Transport produk menjauhi katalis.

2.3.1. Material Al-MCM-41

Material mesopori (M41S) telah menjadi fokus penelitian sejak beberapa tahun terakhir. Material ini memiliki luas permukaan yang tinggi, ukuran pori yang seragam dan kapasitas adsorpsi yang besar. Meskipun MCM-41 terdiri dari silika amorf, MCM-41 menunjukkan struktur mesopori yang teratur dan seragam, serta tersusun menjadi kisi heksagonal menyerupai sarang lebah (Corma, 1997). Material mesopori dapat dimanfaatkan sebagai katalis heterogen karena memiliki luas permukaan yang besar. Modifikasi MCM-41 dengan Al digunakan untuk menambah sisi aktifnya sehingga menjadi katalis redoks. Al-MCM-41 memiliki luas permukaan yang besar dibandingkan zeolit sehingga molekul organik yang besar dapat berinteraksi dengan Al-MCM-41 (Sayyahi dkk., 2013). Kang dkk. (2005) melaporkan

bahwa Al-MCM-41 memiliki ukuran pori sebesar 0,78 cm^3/g dan luas permukaan sebesar 877 m^2/g.

Material Al-MCM-41 juga telah terbukti memiliki keasaman dan stabilitas termal yang lebih tinggi (Fu dkk., 2015). Keasaman yang dihasilkan oleh penggabungan logam biasanya berkaitan dengan ikatan kimia yang dihasilkan oleh ion logam pada kerangka silika. Ketika kation Al^{3+} disubtitusi oleh Si^{4+} yang membuat kerangka memiliki muatan negatif yang dapat disubtitusi oleh proton untuk membentuk sisi asam Brønsted, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Ilustrasi struktur dan kerangka aluminosilikat Al-MCM-41 (Naik dkk., 2010)

2.3.2. Logam Transisi Sebagai Katalis

Logam transisi pada umumnya digunakan sebagai katalis pada reaksi kimia. Jenis-jenis logan transisi yang umum digunakan adalah Ni, Cu, Cr, Co, Fe, dll (Moussa dkk., 2020). Penggunaan

logam transisi sebagai katalis telah banyak digunakan karena logam transisi bersifat asam dan berperan dalam reaksi perpindahan elektron.

Kemampuan logam transisi dalam reaksi katalisis berkaitan dengan adanya orbital d yang belum terisi penuh sehingga elektron-elektron pada obital d berbaur dengan keadaan elektronik dengan orbital s dan orbital p. Sehingga timbul keadaan elektronik berenergi rendah dalam jumlah besar dan orbital kosong yang sangat ideal untuk reaksi katalisis. Sisi-sisi yang mengalami keadaan elektronik *degenerate* merupakan sisi aktif yang berperan dalam pemutusan dan pembetukan ikatan (Hegedus, 1990).

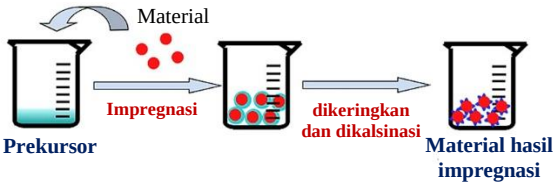
Salah satu logam transisi yang umum digunakan adalah Nikel. Nikel adalah unsur logam transisi golongan VIII B. Nikel merupakan logam berwarna putih perak yang bersifat keras, liat dan sangat kuat. Logam ini memiliki bilangan oksidasi yang bervariasi, tetapi yang paling umum adalah 2^+. Dalam sistem periodik unsur Nikel memiliki nomor atom 28 dan mempunyai elektron terluar pada orbital d dengan konfigurasi elektron $[Ar]3d^8 4s^2$. Pada orbital 3d logam nikel terdapat elektron-elektron yang tidak berpasangan, yang membuat logam nikel bersifat magnetik. Hal tersebut menyebabkan logam nikel mudah membentuk ikatan kovalen koordinat sehingga pembentukan senyawa pada permukaan katalis menjadi lebih mudah.

2.4. Impregnasi

Metode impregnasi merupakan metode yang paling mudah dan paling umum untuk preparasi katalis. Tujuan dari metode ini adalah mengisi pori-pori penyangga dengan larutan logam aktif melalui adsorpsi logam, yaitu dengan merendam penyangga dalam larutan yang mengandung logam aktif dengan konsentrasi yang cukup. Dalam hal ini, penyangga memiliki fungsi sebagai penyedia permukaan yang luas agar lebih mudah menebarkan sisi aktif, sehingga permukaan kontaknya lebih luas dan efisien. Bahan penyangga yang sering digunakan sebagai pengemban katalis adalah alumina (Al_2O_3), silika-alumina, silika, zeolit dan magnesia

(Topsoe dkk., 1996). Secara umum, impregnasi melalui 3 tahap prosedur: (i) mencampurkan penyangga dengan larutan garam logam dengan waktu tertentu, (ii) pengeringan (*drying)*, dilakukan untuk menguapkan air dan membentuk kristal garam pada permukaan pori katalis, (iii) kalsinasi, dilakukan untuk menghilangkan garam logam agar terbentuk oksida logam (Perego dan Villa, 1997).

Ada dua metode impregnasi, yaitu *wet impregnation* dan *incipient wetness impregnation.* Pada impregnasi basah, jumlah larutan prekursor fasa aktif ditambahkan ke penyangga melebihi volume pori penyangga. Walaupun metode ini adalah yang termudah, tetapi dapat menghasilkan deposisi prekursor fasa aktif yang sangat banyak pada bagian luar penyangga setelah dikeringkan. Pada metode *incipient wetness impregnation*, jumlah larutan prekursor aktif (impregnan) yang ditambahkan sama dengan jumlah volume penyangga. keuntungan dari metode ini adalah akurat dalam mengontrol komponen aktif yang akan digabungkan dalam katalis, kelemahannya sulit melakukan pembuatan dengan % berat komponen aktif yang besar (Tao dkk., 2016) Ilustrasi metode impregnasi ditunjukkan pada Gambar 2.4



Gambar 2.4 Ilustrasi metode impregnasi (Sun dkk., 2019)

2.5. Karakterisasi Material

2.5.1. Difraksi Sinar-X (XRD)

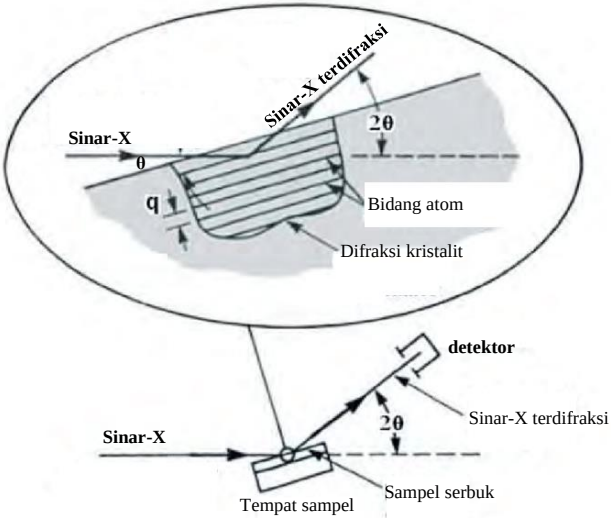
Difraksi sinar-X digunakan untuk mengidentifikasi struktur kristal suatu padatan dengan cara membandingkan nilai jarak d (bidang kristal) dan intensitas puncak difraksi dengan data standar. Sinar-X merupakan radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang sekitar 100 pm yang dihasilkan dari

penembakan logam dengan elektron berenergi tinggi. Melalui analisis XRD diketahui dimensi kisi (d=jarak antar kisi) dalam struktur mineral (Tovina, 2009)

Teknik difraksi sinar-X merupakan salah satu teknik karakterisasi material yang menggunakan radiasi sinar-X yang ditangkap oleh detektor khusus. Detektor akan menangkap perbedaan besarnya intensitas dan sudut pantulan sinar-X yang dipancarkan oleh spesimen yang akan diterjemahkan dalam bentuk kurva. Sinar-X yang digunakan memancarkan pita-pita radiasi K_1 dan K_2. Radiasi yang digunakan biasanya radiasi Cu K_1 dengan panjang gelombang 1,54 Å. Berkas sinar radiasi Cu K_1 ini didapatkan dengan menembakkan elektron ke Cu, sehingga dikeluarkan radiasi. Sinar-X yang diserap dan dipancarkan kembali oleh spesimen mengikuti hukum Bragg:

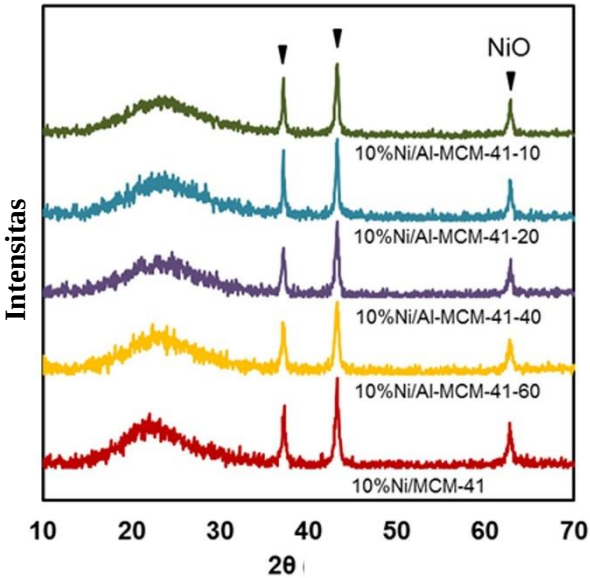
$$n\lambda = 2d \sin \theta \qquad (2.6)$$

Dimana λ adalah panjang gelombang, n adalah jumlah gelombang sefasa, d merupakan jarak bidang atom pada fasa kristalin, dan θ adalah sudut gelombang yang datang dan didifraksikan. Data yang didapatkan adalah intensitas dan besarnya sudut interferensi sinar-X. Intensitas yang tinggi artinya material tersebut memiliki kecenderungan orientasi pada arah tersebut. Besar atau kecilnya background dari kurva tersebut artinya material tersebut memiliki struktur amorf atau kristalin (Brundle dkk., 1992). Gambar 2.5 menunjukkan skema kerja alat XRD yang mengenai permukaan spesimen.



Gambar 2.5 Ilustrasi difraksi sinar-X pada permukaan spesimen (Brundle dkk., 1992)

Pola difraksi sinar-X Ni/Al-MCM-41 pada penelitian telah dilaporkan oleh Taghvaei dkk. (2021) yang di tunjukkan pada Gambar 2.6. Dari semua katalis terluhat adanya difraksi yang luas pada 2θ = 15°-30° yang menandakan adanya silika amorf. Dari semua sampel juga menunjukkan adanya puncak pada 2θ = 38°, 42°, dan 65° dengan bidang kristal (111), (200), dan (220). Ketiga puncak tersebut merupakan fasa NiO, yang menandakan bahwa NiO telah terdisperi pada semua katalis.



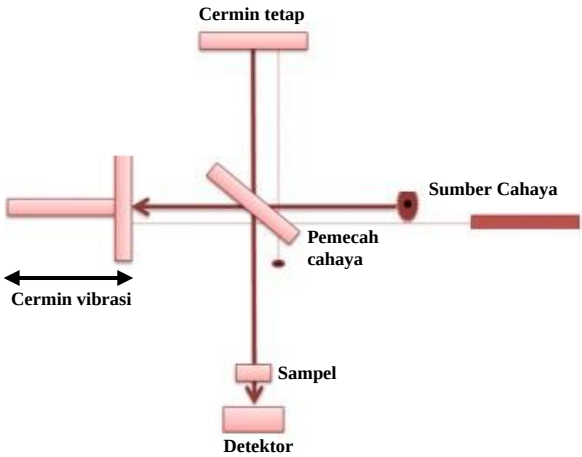
Gambar 2.6 Difraktogram katalis Ni/Al-MCM-41 dengan variasi Si/Al (Taghvaei dkk., 2021)

2.5.2. Spektroskopi *Fourier Transform Infrared* (FTIR)

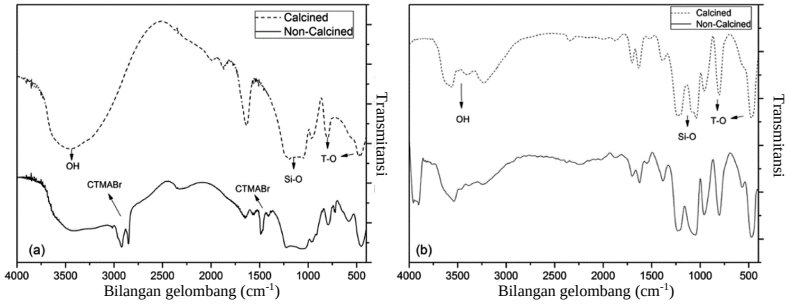
Spektroskopi *Fourier Transform Infrared* (FTIR) merupakan pengukuran dengan teknik pengumpulan spektra inframerah dan menghitung intensitas terhadap panjang gelombang atau bilangan gelombang (cm^{-1}). Analisis dengan metode ini didasarkan pada fakta bahwa molekul memiliki frekuensi khusus yang dihubungkan dengan vibrasi internal dari atom gugus fungsi. Pengukuran spektroskopi FTIR standar berlangsung pada 7000-400 cm^{-1} tetapi dapat pula mencapai 50 cm^{-1}, dengan menggunakan tambahan sumber sinar, optik dan detektor. Spektroskopi inframerah mendeteksi vibrasi spesifik dari suatu gugus fungsi dalam suatu sampel. Ketika sinar inframerah berinteraksi dengan materi, ikatan kimia akan mengalami vibrasi,

stretching, atau *bending*. Sebagai hasilnya, gugus fungsi akan mengadsorpsi sinar inframerah dalam rentang panjang gelombang yang spesifik untuk setiap gugus fungsi.

Cara kerja alat ini adalah sinar infamerah dengan frekuensi bervariasi dari sumber sinar dilewatkan interferometer. Setelah melewati sampel, sinyal yang terukur berupa interferogram. Sinyal yang dihasilkan ini diolah menggunakan metode matematika *Fourier Transform*, sehingga dihasilkan spektrum yang sama dengan spektrum yang dihasilkan dari spektroskopi inframerah konvensional (Sibilia, 1996). Gambar 2.7 menunjukkan skema kerja alat spektroskopi FTIR.



Gambar 2.7 Skema alat Spektroskopi FTIR (Titus dkk., 2019)



Gambar 2.8 Spektra Inframerah Al-MCM-41 (a) dan Ni/Al-MCM-41 (b)

Penelitian oleh de Sousa Castro dkk. (2020) melakukan uji FTIR pada katalis Al-MCM-41 dan Ni/Al-MCM-41. Dilakukan analisis pada katalis sebelum dan sesudah proses kalsinasi; data setelah impregnasi logam-nikel pada data Al-MCM-41 terkalsinasi ditunjukkan pada Gambar 2.8. Spektrum Al-MCM-41 sebelum proses kalsinasi menunjukkan puncak pada kisaran 3000–2800 cm^{-1} dan 1500–1445 cm^{-1}, yang sesuai dengan vibrasi regangan dan refleksi dari ikatan C–H dari gugus CH_2 dan gugus CH_3 dari rantai alifatik template struktur. Di sisi lain, puncak-puncak ini tidak ada dalam sampel yang dikalsinasi, menunjukkan bahwa proses kalsinasi secara efektif menghilangkan templat organik (La-Salvia dkk., 2017).

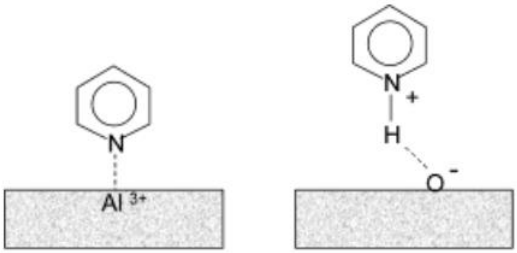
2.5.3. Keasaman Permukaan

Penentuan keasaman permukaan digunakan untuk menentukan sifat dan jumlah sisi asam dari katalis. Sifat keasaman dari katalis dapat berkaitan dengan aktivitas katalitiknya (Barthomeuf, 1987). Metode untuk menentukan keasaman permukaan padatan katalis diantaranya adalah teknik spektroskopi FTIR menggunakan *probe* molekul basa, seperti amonia, butilamina, sikloheksilamin, dan piridin serta *probe* molekul

hidrogen untuk permukaan material padatan mikropori yang memiliki ruang dan pori relatif terbatas (Farneth dan Gorte, 1995).

Prinsip kerja penentuan keasaman permukaan padatan katalis dengan metode spektroskopi FTIR menggunakan molekul basa sebagai *probe*. Pertama-tama sampel yang telah dibentuk pelet dengan berat tertentu dipanaskan pada suhu tertentu dalam aliran nitrogen untuk menghilangkan zat-zat pengotor, kemudian dijenuhkan dengan *probe* molekul selama waktu tertentu sesuai dengan karakteristik material padatan. Langkah selanjutnya adalah desorpsi pada suhu rendah untuk menghilangkan *probe* molekul yang teradsorpsi secara fisik. Hasil dari proses ini kemudian direkam dengan spektrometer FTIR pada daerah bilangan gelombang 1700-1300 cm^{-1} (Emeis, 1993).

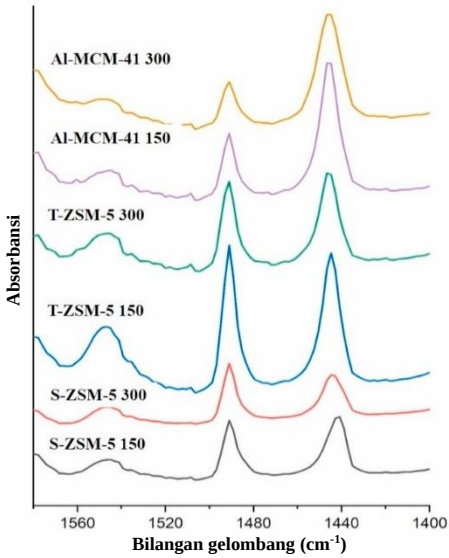
Al-MCM-41 sebagai katalis memiliki dua sisi asam yaitu Brønsted dan Lewis. Sisi asam Brønsted adalah gugus yang mampu mendonorkan proton dari permukaan ke molekul adsorbat, sedangkan situs asam Lewis adalah gugus yang mampu menerima pasangan elektron bebas dari molekul adsorbat. Saat direaksikan dengan piridin, sisi asam Brønsted akan membentuk ion piridinium ($C_5H_5NH^+$) dan sisi asam Lewis akan membentuk ikatan piridin terkoordinasi, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.9. Jumlah sisi asam Brønsted dan Lewis dalam katalis dapat dihitung dari intensitas puncak spektra inframerah. Ion piridinium dan piridin yang terikat secara koordinasi akan menyerap gelombang inframerah di bilangan gelombang yang berbeda dalam bentuk deformasi NH dan mode vibrasi regangan. Ion piridinium memunculkan pita serapan di bilangan gelombang 1450-3300 cm^{-1}, sedangkan molekul piridin terkoordinasi mengabsorp gelombang inframerah di daerah bilangan gelombang 1250, 1630, dan 3330 cm^{-1} (Niwa dkk., 2010).



Asam Lewis **Asam Brønsted**

Gambar 2.9 Interaksi piridin dengan permukaan katalis (Layman dkk., 2003)

Gambar 2.10 menampilkan contoh spektra dari uji keasaman permukaan menggunakan piridin dari material Al-MCM-41, ZSM-5, dan ZSM-5 hierarki. Semua sampel yang diuji menunjukkan adanya jenis asam Brønsted dan Lewis. Sisi asam Brønsted ditandai dengan munculnya serapan pada daerah bilangan gelombang 1550 cm^{-1}. Jumlah sisi asam Lewis muncul pada bilangan gelombang 1440 cm^{-1}. Pada bilangan gelombang 1490 cm^{-1} merupakan serapan yang menunjukkan sisi asam Brønsted dan Lewis.



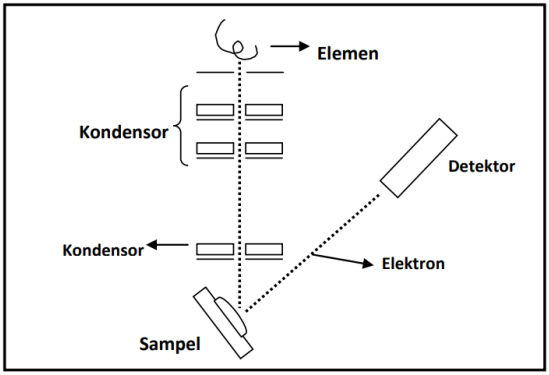
Gambar 2.10 Spektra adsorpsi piridin dari Al-MCM-41, ZSM-5 dan ZSM-5 hierarki (Nugraha dkk., 2021).

2.5.4. *Scanning Electron Microscopy- Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX)

Fungsi utama SEM adalah mengetahui morfologi permukaan dari sampel padat. SEM merupakan teknik analisis menggunakan elektron sebagai sumber pencitraan dan medan elektromagnetik sebagai lensanya. Prinsip kerja dari SEM dapat dilihat pada Gambar 2.11. Elektron diemisikan dari katoda (*electron gun*) melalui efek foto listrik dan dipercepat menuju anoda. Filamen yang digunakan biasanya adalah tungsten atau lantanum heksaborida (LaB_6). *Scanning coil* akan mendefleksikan berkas elektron menjadi sekumpulan *array* (berkas yang lebih kecil) disebut *scanning beam* dan lensa obyektif (magnetik) akan memfokuskannya pada permukaan sampel. SEM menghasilkan gambar ke dalam bidang 300-600 kali lebih baik dari pada

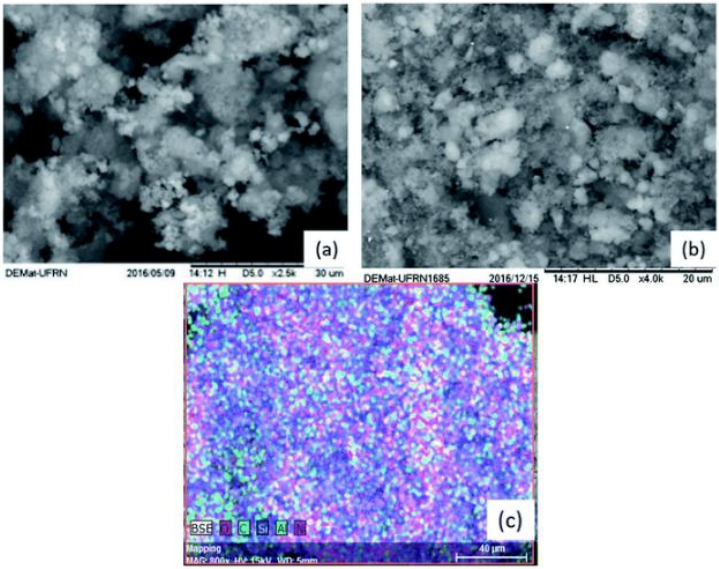
mikroskop optik dan juga dapat menghasilkan gambar tiga dimensi. Kebanyakan alat SEM mempunyai jangkauan magnifikasi dari 20x-100.000x (Whyman, 1996).

Aplikasi utama dari SEM adalah untuk melihat material menggunakan perbesaran yang maksimum dan memberikan informasi tentang ukuran, bentuk dan komposisi dari permukaan padatan. Metode pengoperasian SEM dilengkapi dengan instrumen *energy dispersive X-Ray* (EDX) untuk emisi spektra X-ray. EDX digunakan untuk mendapatkan komposisi unsur yang terdapat pada sampel padatan. Instrumen SEM yang dilengkapi dengan detektor EDX, sangat berperan untuk mengidentifikasi unsur dan memetakan distribusi unsur pada sampel (West, 1984).



Gambar 2.11 Diagram *Scanning Electron Microscope* (Whyman, 1996)

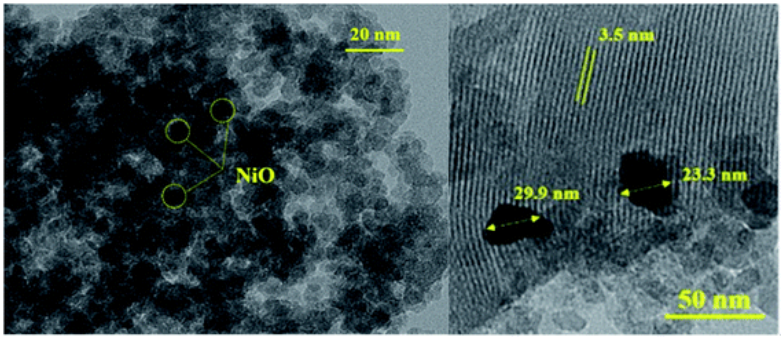
Gambar 2.12 adalah mikrograf dari sampel Al-MCM-41 dan Ni/Al-MCM-41 hasil penelitian (de Sousa Castro dkk., 2021). Pada Al-MCM-41 terlihat beberapa partikel teraglomerasi dan dengan penambahan Nikel terlihat peningkatan aglomerasi, hal ini menunjukkan adanya Nikel pada permukaan. Keberadaan Nikel pada material juga dapat dibuktikan dengan munculnya Ni pada *mapping* EDX.



Gambar 2.12 Mikrograf SEM (a) Al-MCM-41; (b) Ni/Al-MCM-41; (c) analisis EDX Ni/Al-MCM-41 (de Sousa Castro dkk., 2021)

2.5.5. *Transmission Electron Miscroscope* (TEM)

Transmission Electron Miscroscope (TEM) memiliki fungsi untuk analisis morfologi, struktur kristal, dan komposisi spesimen. TEM menyediakan resolusi lebih tinggi dibandingkan SEM, dan menggunakan energi berkas elektron sekitar 60 hingga 350 keV. Komponen komponen TEM secara umum terdiri dari ruang vakum yang merupakan tempat dimana interaksi elektron terjadi, spesimen *stages* yang berfungsi seperti meja preparat atau *sample holder* pada mikroskop, *electron gun* yang menghasilkan partikel elektron, *electron lens* berfungsi untuk memfokuskan sinar sejajar yang dihasilkan oleh *electron gun*, dan *apertures* yang digunakan untuk mengarahkan elektron agar dapat bergerak secara aksial.

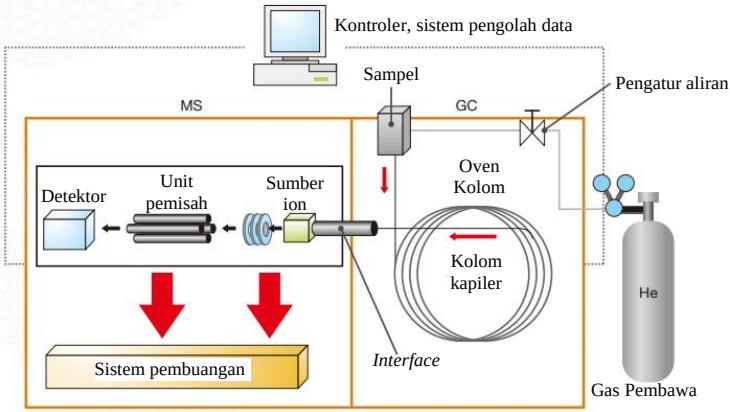


Gambar 2.13 TEM dari Ni/Al-MCM-41 (Nugraha dkk., 2021)

Gambar 2.13 merupakan mikrograf dari sampel hasil penelitian yang dilakukan oleh Nugraha dkk., (2021). Ni/Al-MCM-41 hasil sintesis menunjukkan dispersi nanopartikel nikel yang homogen pada Al-MCM-41. Partikel NiO berukuran 3-4 nm dan juga terdapat agregat besar dengan diameter 22 nm.

2.5.6. *Gas Chromatography-Mass Spectroscopy* (GC-MS)

Gas Chromatography-Mass Spectroscopy (GC-MS) merupakan gabungan antara dua instrumen yaitu gas kromatografi (GC) dan spektrometri massa (MS). GC digunakan dalam menganalisis komponen sampel berdasarkan perbedaan waktu retensi komponen terhadap kolom, serta instrumen MS dapat memberikan informasi mengenai berat molekut suatu komponen yang dipisahkan oleh GC berdasarkan perbedaan interaksinya terhadap kolom yang digunakan (Sparkman dkk., 2011). Skema kerja instrumen GC-MS dapat dilihat pada Gambar 2.14



Gambar 2.14 Skema kerja instrumen GC-MS (Kawana dan Miyagawa, 2010)

Pemisahan komponen senyawa dalam instrumen GC-MS terjadi di dalam kolom GC dengan melibatkan dua fasa, yaitu fasa diam dan fasa gerak. Fasa gerak dalam kromatografi gas adalah gas inert, seperti gas N_2, H_2, Ar_2 dan He. Gas yang digunakan harus memenuhi syarat dan dasar pemilihan, diantaranya yaitu sesuai dengan detektor, inert (tidak bereaksi dengan sampel maupun pelarut yang digunakan), murni, serta murah. Fasa diam dalam kromatografi gas berupa partikel-partikel padat adsorben (kromatografi gas-padat) dan berupa fasa diam-cair yang terikat pada pendukung padat (kromatografi gas-cair) (Sparkman dkk., 2011)

BAB III
METODOLOGI PENELITIAN

Pada penelitian ini dilakukan sintesis katalis Al-MCM-41 dari kaolin dan ludox (silika koloid) sebagai sumber silika dan alumina. Al-MCM-41 hasil sintesis kemudian dilakukan pertukaran ion dan ditambahkan 10% Ni dengan 2 variasi impregnasi yaitu impregnasi basah dan *incipient wetness impregnation*. Seluruh padatan hasil sintesis kemudian dikalsinasi dan dikarakterisasi dengan *X-ray Diffraction* (XRD), spektroskopi *Fourier Transform Infrared* (FTIR), SEM-EDX dan TEM. Seluruh katalis dilakukan uji aktivitas dengan reaksi deoksigenasi minyak kemiri sunan. Hasil reaksi dianalisis menggunakan GC-MS (*Gas Chromatography-Mass Spectrometry*).

3.1. Alat dan Bahan

3.1.1. Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas, neraca analitik, pengaduk megnetik, *hot plate*, spatula, krusibel kapal, corong, pipet tetes, kaca arloji, indikator pH universal, kertas saring, pompa *vacuum*, reaktor autoklaf *stainless steel* untuk proses hidrotermal, oven dan *tubular furnace*. Instrumen yang digunakan dalam penelitian ini adalah *X-ray Diffraction* (X'Pert PRO), spektroskopi *Fourier Transform Infrared* (Shimadzu Instrument Spectrum One 8400s), SEM-EDX, TEM, dan *Gas Chromatography-Mass Spectrometry* (GC-MS).

3.1.2. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah kaolin, NaOH (Merck, 99%), LUDOX (SiO_2 *coloidal* 30%, Sigma Aldrich), heksadesiltrimetilamonium bromida (CTABr, $C_{19}H_{42}BrN$, Sigma Aldrich), CH_3COONH_4, $Ni(NO_3)_2.6H_2O$, etanol, aquades, minyak kemiri sunan dan gas N_2 *Ultra High Purity* (UHP).

3.2. Preparasi Katalis

3.2.1. Sintesis Al-MCM-41

Al-MCM-41 disintesis dengan metode hidrotermal dengan perbandingan mol yang digunakan adalah $10Na_2O$: $100SiO$: $2Al_2O_3$: $1800H_2O$. Pada penelitian ini sintesis Al-MCM-41 menggunakan kaolin sebagai sumber silikat (SiO_2) dan aluminat (Al_2O_3).

NaOH dilarutkan dengan aquades dan diaduk selama 30 menit. Kaolin ditambahkan kedalam larutan NaOH dengan dilakukan pengadukan yang lebih cepat. Setelah membentuk sol, ditambahkan LUDOX dan aquades secara perlahan dengan pengadukan yang kuat. Campuran sol diaduk hingga homogen selama 8 jam pada suhu ruang. Kemudian dilakukan pemeraman pada suhu 70℃ selama 6 jam. Selanjutnya dilakukan proses hidrotermal pertama pada suhu 80℃ selama 12 jam dan setelah itu didinginkan dengan air mengalir untuk menghentikan proses kristalisasi. Kemudian ditambahkan CTABr perlahan sambil diaduk hingga homogen. Dilakukan proses hidrotermal kedua pada suhu 150℃ selama 24 jam. Gel hasil hidrotermal dinetralkan menggunakan aqudes hingga pH 7 dan dikeringkan dalam oven pada suhu 60℃ selama 24 jam. Padatan kering kemudian dikalsinasi pada suhu 550℃ (2℃/menit) dengan dialiri gas N_2 selama 1 jam dan dilanjutkan dengan udara selama 6 jam.

3.2.2. Pertukaran kation

Tukar kation dilakukan dengan menambahkan 1 gram Al-MCM-41 kedalam 50 mL ammonium asetat 1M. Campuran direfluks pada suhu 80℃ selama 3 jam. Kemudian campuran disaring dan dicuci dengan aquades. Hasil tukar kation dikeringkan dalam oven dengan suhu 100℃ selama 24 jam. Hasil tukar kation merupakan NH_4-Al-MCM-41 yang kemudian diimpregnasi dengan 10% Ni.

3.2.3. Impregnasi Ni/Al-MCM-41

Katalis Al-MCM-41 hasil tukar kation digunakan sebagai penyangga dan 10% Nikel sebagai logam. Digunakan $Ni(NO_3)_2.6H_2O$ sebagai prekursor NiO. Pada penelitian ini dibandingkan 2 variasi metode impregnasi yaitu impregnasi basah dan *incipient wetness impregnation*.

Metode impregnasi basah diadaptasi dari penelitian Baharudin dkk. (2019). Pertama dilarutkan 0,49 gram $Ni(NO_3)_2.6H_2O$ dalam 10 mL larutan etanol air 1:1. Setelah homogen ditambahkan 0,9 gram NH_4-Al-MCM-41 dan diaduk pada suhu ruang selama 3 jam. Kemudian larutan dipanaskan perlahan pada suhu 80℃ dan terus dilakukan proses pengadukan. Larutan diamati hingga larutan menguap dan tersisa suspensi berwarna hijau muda. Kemudian dikeringkan dengan oven pada suhu 80℃ selama 24 jam. Padatan kering kemudian dikalsinasi pada suhu 550℃ (2℃ /menit) dengan dialiri gas N_2 selama 1 jam dan dilanjutkan dengan udara selama 6 jam. Sampel hasil impregnasi basah selanjutnya disebut sebagai Ni/Al-MCM-41(WI)

Metode *incipient wetness impregnation* dilakukan dengan melarutan 0,49 gram $Ni(NO_3)_2.6H_2O$ kedalam 1 mL larutan etanol air 1:1 hingga homogen. Kemudian larutan nikel nitrat ditambahkan tetes demi tetes ke dalam 0,9 gram NH_4-Al-MCM-41 dengan dilakukan pengadukan. Penambahan nikel nitrat dilakukan hingga seluruh permukaan pendukung basah. Dilakukan pengadukan selama 2 jam kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 80℃ selama 24 jam. Padatan kering kemudian dikalsinasi pada suhu 550℃ (2℃ /menit) dengan dialiri gas N_2 selama 1 jam dan dilanjutkan dengan udara selama 6 jam. Sampel hasil impregnasi basah selanjutnya disebut sebagai Ni/Al-MCM-41 (IWI)

3.3. Karakterisasi Katalis

3.3.1. Difraksi sinar-X

Padatan hasil sintesis dikarakterisasi untuk mengetahui struktur kristalnya menggunakan difraksi sinar-X sudut panjang

dan sudut pendek. Difraksi sinar-X sudut pendek dilakukan dengan instrumen *X-ray Diffraction* Bruker tipe D2 Phaser menggunakan radiasi KFL Cu 2K dengan rentang sudut 2θ=0-10°. Difraksi sinar-X sudut panjang dilakukan dengan instrumen *X-ray Diffraction* PHILLIPS Xpert menggunakan radiasi Cu Kα pada panjang gelombang $\lambda = 1{,}541$ Å dengan rentang sudut 2θ=5-50° untuk Al-MCM-41 dan 2θ=5-80° untuk Ni/Al-MCM-41. Kemudian rata-rata diameter kristal dihitung dari hasil XRD dengan merujuk pada punjak-puncak pola difraktometer melalui persamaan Debye Scherrer sebagai berikut:

$$D_p = \frac{0{,}9\,\lambda}{\beta \cos\theta} \qquad (3.1)$$

Dimana D_p = rata-rata ukuran partikel (nm)
β = lebar puncak (FWHM)
θ = sudut difraksi (°)
λ = panjang gelombang

3.3.2. Spektroskopi *Fourier Transform Infrared* (FTIR)

Padatan hasil sintesis dikarakterisasi dengan instrumen FTIR Shimadzu Instrument Spectrum One 8400S. Sampel yang diuji adalah Al-MCM-41 yang ditambah KBr dengan perbandingan 1:10 dan dicampurkan hingga homogen pada mortar agat. Selanjutnya campuran tersebut dibentuk menjadi pelet dan dianalisis dengan spektroskopi FTIR pada bilangan gelombang 1400-400 cm^{-1}.

3.3.3. Keasaman Permukaan

Analisa keasaman permukaan dilakukan dengan menggunakan adsorpsi piridin yang diukur dengan spektroskopi FTIR pada sampel Al-MCM-41 dan Ni/Al-MCM-41. Sampel sebanyak ±13 mg dibentuk menjadi pelet dan diletakkan pada *sample holder* yang kemudian dimasukkan ke dalam tabung kaca dan dipanaskan pada suhu 400℃ dalam *tubular furnace* selama 4 jam dengan dialiri gas N_2. Penambahan piridin sebanyak 2 tetes dilakuan pada suhu ruang dengan dialiri gas N_2 selama 1 jam.

Setelah itu, aliran gas N_2 ditutup selama 1 jam untuk membuat suasana vakum pada proses adsorpsi dari piridin. Dilanjutkan dengan desorpsi pada 150℃ selama 3 jam dengan aliran gas N_2. Spektra inframerah di rekam pada suhu kamar pada daerah bilangan gelombang 1600-1400 cm^{-1}.

Jumlah sisi asam Brønsted atau Lewis dihitung berdasarkan persamaan berikut:

$$\text{Jumlah sisi asam (mmol/g)} = \frac{B \times L}{k \times m} \times 10^{-3} \qquad (3.2)$$

k = Koefisien asam Lewis 1,42 cm/mmol
Koefisien asam Brønsted 1,88 cm/mmol
B = luas puncak Brønsted atau Lewis (cm^{-1})
L = luas pelet (cm^2)
m = massa sampel (g)

3.3.4. *Scanning Electron Microscopy- Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX)

Material hasil sintesis dikarakterisasi struktur morfologinya, ukuran partikel, dan persebaran unsurnya dengan instrument SEM-EDX. Preparasi sampel dilakukan dengan peletakan sedikit sampel pada permukaan sampel holder yang telah diberi *copper tipe*. Kemudian dilakukan proses *coating* untuk membuat permukaan sampel menjadi konduktif. Sampel yang telah di-*coating* kemudian dimasukkan dalam *chamber* untuk dideteksi oleh detektor SEM-EDX.

3.3.5. *Transmission Electron Miscroscope* (TEM)

Instrumen TEM digunakan untuk mengetahui pembentukan pori dari sampel hasil sintesis. Pengamatan dilakukan dengan meletakkan sampel dalam holder yang tersedia setelah dilakukan pelapisan. Pelapisan tersebut dilakukan dengan melarutkan sampel dalam resin.

3.4. Uji Aktivitas Katalitik

3.4.1. Reaksi deoksigenasi minyak kemiri sunan

Reaksi deoksigenasi dilakukan menggunakan labu leher 3 100 mL yang dirangkai dengan kondensor membentuk *semi-batch* reaktor. Ditambahkan 0,3 gram katalis ke dalam 10 gram minyak kemiri sunan dan dialiri dengan gas N_2 sebelum reaksi agar reaksi berlangsung pada udara inert. Selanjutnya campuran diaduk dan dipanaskan hingga 350℃ dan reaksi berlangsung selama 4 jam dengan dialiri gas N_2. Dari hasil reaksi dapat dihitung *yield* dan konversi dari reaksi dengan rumus:

$$Yield = \frac{\text{berat produk}}{\text{berat reaktan}} \times 100\% \quad (3.3)$$

$$\text{Konversi} = \frac{\text{m total reaktan awal - m total reaktan akhir}}{\text{m minyak kemiri sunan}} \times 100\% \quad (3.4)$$

Produk cair hasil deoksigenasi diambil setiap 2 jam untuk selanjutnya dianalisis menggunakan GC-MS (*Gas Chromatography-Mass Spectrometry)*. Dari hasil analisis GC-MS selanjutnya dapat dihitung derajat deoksigenasi (DD) dan selektivitas produk dengan rumus sebagai berikut:

$$\text{DD} = \left[1 - \left(\frac{\text{Persen FFA dalam produk}}{\text{Persen FFA dalam reaktan}}\right)\right] \times 100\% \quad (3.5)$$

$$\text{Selektivitas} = \frac{\text{puncak area hidrokarbon target}}{\text{total puncak area hidrokarbon}} \times 100\% \quad (3.6)$$

3.4.2. Karakterisasi Produk Deoksigenasi dengan GC-MS

Produk cair dari hasil reaksi deoksigenasi kemudian dikarakterisasi secara kualitatif dan kuantitatif dengan instrumen GC-MS (HP 6890 GC) yang menggunakan kolom kapiler HP-5MS (lebar × diameter bagian dalam × tebal film: 30 nm × 0,25 nm × 0,25 µm. Kondisi operasi yang digunakan yaitu suhu oven : 65℃ (8 min) (4℃/min, 250℃, 15 min), suhu inlet: 250℃, suhu detektor: 200℃ dan *running* pengukuran selama 69,25 menit.

BAB IV
HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis Al-MCM-41 dengan dua tahap metode hidrotermal, hidrotermal pertama pada suhu 80℃ selama 12 jam dan hidrotermal kedua pada suhu 150℃ selama 24 jam. Hasil sintesis kemudian dilakukan tukar kation serta impregnasi prekursor Ni 10% dengan perbedaan metode impregnasi yaitu, impregnasi basah dan *incipient wetness impregnation*. Padatan hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan instrument XRD, FTIR, SEM-EDX dan adsorpsi piridin. Hasil sintesis juga diuji aktivitas katalitiknya melalui reaksi deoksigenasi minyak kemiri sunan. Hasil reaksi deoksigenasi dianalisis menggunakan instrumen GC-MS untuk mengetahui selektivitas dan *yield*

4.1. Sintesis Al-MCM-41

Sintesis Al-MCM-41 dilakukan dengan metode hidrotermal dengan dua tahap kristalisasi. Al-MCM-41 disintesis dengan komposisi rasio molar $10Na_2O$: $100SiO$: $2Al_2O_3$: $1800H_2O$ (Nugraha dkk., 2021).

Al-MCM-41 disintesis dengan NaOH yang dilarutkan dalam aquadest dan kemudian ditambahkan kaolin sebagai sumber alumina dan silika. Fungsi dari penambahan NaOH adalah meningkatkan pelarutan kaolin dan sumber ion Na^+ untuk agen mineralisasi (Smitha dkk., 2006). Ludox (silika koloid) ditambahkan sebagai sumber silika tambahan. Ludox ditambahkan tetes demi tetes bergantian dengan aquades agar tidak terjadi penggumpalan.

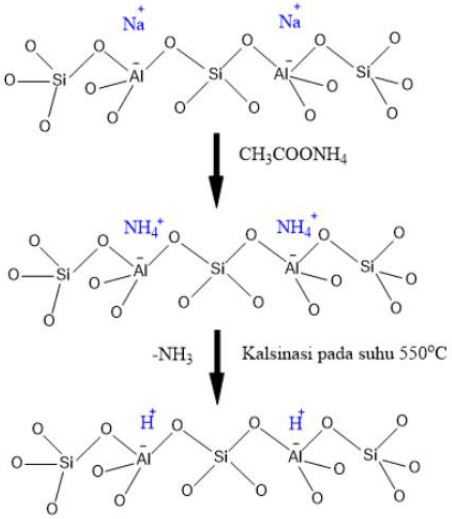
Tahap selanjutnya adalah proses kristalisasi pertama dengan metode hidrotermal pada suhu 80℃ selama 12 jam. Proses hidrotermal ini melibatkan air dan panas, dimana campuran dipanaskan pada temperatur tinggi dalam wadah tertutup. Keadaan tersebut dimaksudkan agar terjadi keseimbangan antara uap air dan larutan. Wadah yang tertutup menjadikan uap air tidak akan keluar,

sehingga tidak ada bagian dari larutan yang hilang dan komposisi prekursor tetap terjaga. Pada proses hidrotermal, terjadi reaksi kondensasi yang memungkinkan adanya pembentukan ikatan baru Si, Al-O-Si, Al (T-O-T) (Cundy dan Cox, 2005). Setelah proses hidrotermal pertama, proses kristalisasi dihentikan dengan mendinginkan wadah pada air mengalir.

Surfaktan CTABr dengan rasio SiO_2/CTABr=3,8 ditambahkan secara perlahan-lahan setelah gel dingin dan diaduk selama 1 jam hingga homogen. Setelah penambahan CTABr campuran dimasukkan ke dalam autoklaf untuk selanjutnya dilakukan proses hidrotermal kedua pada suhu 150℃ selama 24 jam. CTABr bertindak sebagai pengarah susunan heksagonal Al-MCM-41 dengan cara membentuk misel. Peningkatan konsentrasi template akan menyebabkan misel berubah bentuk dari spheris menjadi tabung. Peningkatan misel yang berbentuk seperti tabung menjadi struktur kristal cair yang merupakan struktur Al-MCM-41. Setelah tahap hidrotermal kedua selesai, padatan hasil sintesis dicuci dengan akuades dengan cara di saring hingga pH filtratnya netral. Selanjutnya, padatan dikeringkan menggunakan oven pada suhu 60℃ selama 24 jam untuk menghilangkan air. Penghilangan air pada suhu rendah dilakukan agar air keluar secara perlahan sehingga tidak merusak kerangka Si-O-Al yang rapuh, sebagaimana yang telah dilaporkan oleh Perego dan Villa (1997) yang menyebutkan bahwa penghilangan air pada suhu rendah dapat mengurangi kerusakan struktur padatan. Padatan kemudian dikalsinasi pada suhu 550℃ selama 1 jam dengan kenaian suhu 2℃/menit menggunakan aliran gan N_2 agar dekomposisi templat berlangsung perlahan sehingga tidak merusak struktur kerangka dan memperkuat pembentukan aluminosilikat (Si-O-Al) yang rapuh (Berube dan Kaliaguine, 2008). Selanjutnya kalsinasi dilanjutkan selama 6 jam dengan udara untuk menghilangkan templat organik dan memperkuat kerangka Si-O-Al.

Sampel Al-MCM-41 mesopori yang telah dihasilkan ini masih berupa Na Al-MCM-41 mesopori. Oleh karena katalis yang ingin dihasilkan dalam sintesis ini yaitu katalis asam (H *form*),

maka perlu dilakukan pertukaran ion untuk mengganti ion Na pada Na[Al-MCM-41] menjadi ion H^+. Pertukaran ion dilakukan dengan mereaksikan katalis Na[Al-MCM-41] dengan larutan CH_3COONH_4 menggunakan metode refluks selama 3 jam pada suhu 80°C. Gambar 4.1 merupakan ilustrasi dari reaksi pertukaran ion pada katalis.



Gambar 4.1 Ilustrasi reaksi pertukaran kation pada katalis (Layman dkk., 2003).

Pada penelitian ini dilakukan pembuatan larutan impregnan berupa $Ni(NO_3)_2.6H_2O$ sebagai sumber nikel. $Ni(NO_3)_2.6H_2O$ dilarutkan dalam larutan etanol 1:1. Penggunaan larutan etanol air 1:1 sebagai pelarut diharapkan dapat meningkatkan dispersi NiO pada katalis, karena campuran pelarut dapat meningkatkan laju difusi prekursor garam Ni dan adhesi NiO ke struktur mesopori pada katalis (Baharudin dkk., 2019). Pada metode impregnasi ini dilakukan 2 metode impregnasi, yaitu impregnasi basah dan impregnasi kering (*incipient wetness impregnation*).

Pada impregnasi basah dilarutkan 0,49 g $Ni(NO_3)_2.6H_2O$ dalam 10 mL larutan etanol:air 1:1. Setelah homogen ditambahkan 0,9 g NH_4-Al-MCM-41 dan diaduk pada suhu ruang selama 3 jam. Kemudian larutan dipanaskan perlahan pada suhu 80℃ dan terus dilakukan proses pengadukan. Larutan diamati hingga larutan menguap dan tersisa suspensi berwarna hijau muda. Pada *incipient wetness impregnation* larutan garam prekursor ditambahkan secara perlahan-lahan hingga katalis berbentuk berbentuk suspensi kental. Kemudian diaduk selama 3 jam.

Setelah proses impregnasi, katalis tersebut dikeringkan. Pengeringan dilakukan agar air dalam katalis menguap dan terbentuk kristal garam pada permukaan katalis. Pengeringan dilakukan perlahan agar kristal garam dapat menempel pada dinding pori penyangga. Pengeringan yang terlalu tinggi dapat menyebabkan kristal garam menguap dan pengeringan yang terlalu rendah dapat menyebaban kristal garam mengendap di dalam pori penyangga (Kotter dan Riekert, 1979).

Setelah proses pengeringan Padatan kemudian dikalsinasi pada suhu 550℃ selama 1 jam dengan kenaian suhu 2℃/menit menggunakan aliran gan N_2 dan dilanjutkan selama 6 jam dengan udara. Proses kalsinasi ini kristal garam akan dikonversi menjadi NiO. Material hasil impregnasi ditunjukkan pada Gambar 4.2.

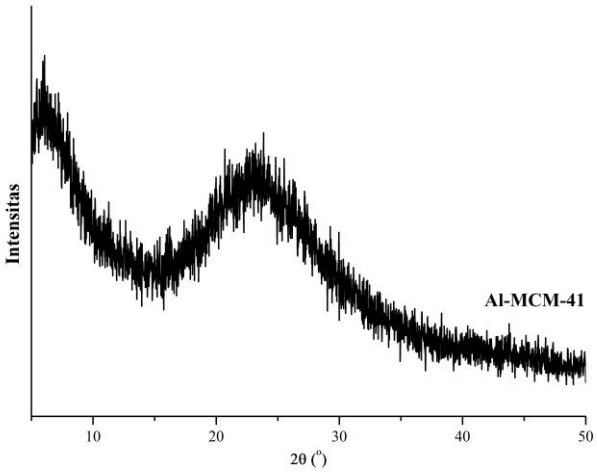
Gambar 4.2 Katalis hasil impregnasi Ni/Al-MCM-41 (WI) (kiri) dan Ni/Al-MCM-41(IWI) (kanan)

4.2. Karakterisasi

4.2.1. Difraksi Sinar-X (XRD)

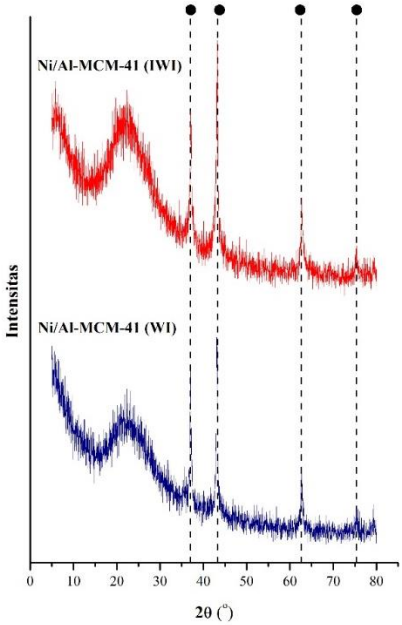
Teknik difraksi sinar-X (XRD) dilakukan untuk karkterisasi struktur dan fasa kristalin serta dapat digunakan untuk menentukan kristalinitas dari padatan atau material hasil sintesis. Setiap material yang mempunyai struktur kristal tertentu akan memiliki pola difraksi tertentu juga, sehingga struktur suatu padatan dapat diperkirakan berdasarkan pola difraksinya. Pada penelitian ini dilakukan analisis XRD pada sudut 2θ=5-50° untuk Al-MCM-41 dan 2θ=5-80° untuk Ni/Al-MCM-41.

Pola difraksi sinar-X sudut panjang dari Al-MCM-41 ditunjukkan pada Gambar 4.3. Hasil karakterisasi XRD dari sampel Al-MCM-41 menunjukkan adanya puncak yang lebar pada 2θ=15-30° yang merupakan puncak khas material Al-MCM-41. Puncak tersebut menandakan material Al-MCM-41 memiliki fasa amorf (Nugraha, dkk., 2021).



Gambar 4.3 Pola difraksi sinar-X sudut panjang Al-MCM-41

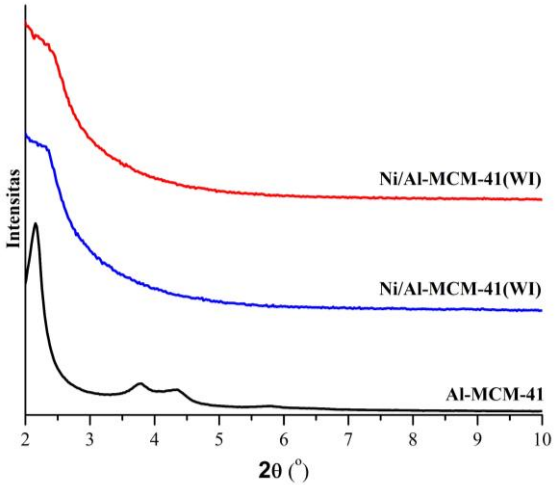
Pola difraksi sinar-X katalis Ni/Al-MCM-41 ditunjukkan pada Gambar 4.4. Pada katalis yang telah di impregnasi dengan 10% Ni menunjukkan adanya puncak pada 2θ= 37°, 43°, 62°, dan 75° yang merupakan refleksi bidang kristal (111) (210) (220) dan (311). Puncak-puncak tersebut merupakan puncak karakteristik dari senyawa NiO (Xu dkk., 2020). Munculnya puncak karakteristik NiO menunjukkan bahwa NiO berhasil terdistribusi pada permukaan Al-MCM-41 (Asikin-Mijan dkk., 2017). Ukuran kristal NiO untuk kedua katalis ditunjukkan pada Tabel 4.1 yang dihitung menggunakan persamaan Debye Scherrer pada 2θ=37° (111). Ukuran partikel NiO pada katalis Ni/Al-MCM-41 (WI) lebih kecil dibandingkan katalis Ni/Al-MCM-41(IWI). Perbedaan ukuran kristal tersebut menandakan adanya pengaruh metode impregnasi terhadap dispersi nikel pada katalis Al-MCM-41.



Gambar 4.4 Pola difraksi sinar-X sudut panjang Ni/Al-MCM-41

Tabel 4.1 Tabel ukuran kristal NiO menggunakan persamaan Debye Scherrer

Katalis	2θ (°)	FWHM (rad)	B (°)	d (nm)
Ni/Al-MCM-41 (WI)	37,0661	0,1506	0,002628	55,5
Ni/Al-MCM-41 (IWI)	37,0558	0,1004	0,001752	83,4



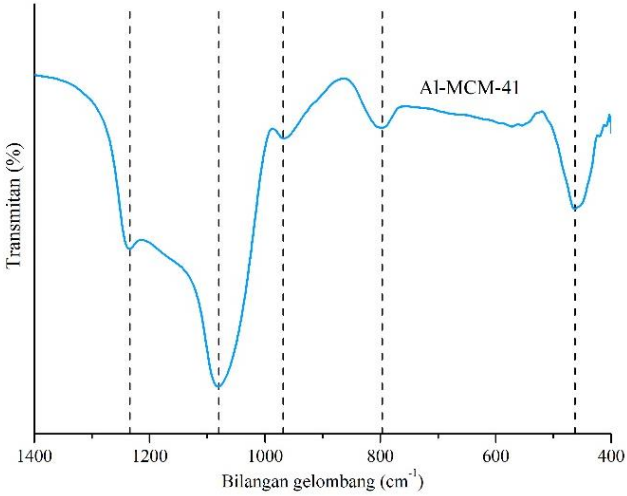
Gambar 4.5 Pola difraksi sinar-X sudut rendah dari Al-MCM-41, Ni/Al-MCM-41 (WI), dan Ni/Al-MCM-41 (IWI)

Pola difraksi sinar-X sudut rendah dari semua sampel ditunjukkan pada Gambar 4.5. Pada pola difraksi sinar-X Al-MCM-41 menunjukkan adanya tiga puncak dengan satu puncak yang memiliki intensitas tinggi pada 2θ = 2,15° dengan bidang kristal (100) khas Al-MCM-41 dan dua puncak dengan intensitas rendah pada 2θ = 3,80° dan 2θ = 4,35° dengan bidang kristal (110) dan (200). Ketiga puncak tersebut menunjukkan bahwa material Al-MCM-41 memiliki struktur mesopori heksagonal (Nugraha

dkk., 2021). Pada material Ni/Al-MCM-41 puncak pada bidang kristal (100) mengalami penurunan intensitas.

4.2.2. Spektroskopi FTIR

Spektroskopi *Fourier Transform Infrared* (FTIR) adalah metode analisis yang digunakan untuk menentukan jenis gugus fungsi dari senyawa, sehingga dapat memberikan informasi untuk penentuan strukturnya. Spektroskopi FTIR dilakukan menggunakan FTIR Shimadzu untuk meliat gugus fungsi dan macam-macam ikatan yang terdapat dalam material yang telah disintesis. Pada penelitian ini karakterisasi dilakukan pada rentang bilangan gelombang 1400-400 cm^{-1}. Spektra hasil sintesis material Al-MCM-41 dapat dilihat pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Spektra FTIR Al-MCM-41

Berdasarkan Gambar 4.6 dapat dilihat bahwa terdapat 5 pita serapan spesifik khas yang berasal dari spektra Al-MCM-41. Pada penelitian ini didapatkan pita serapan pada daerah bilangan gelombang 1234 cm^{-1} yang merupakan vibrasi ulur dari SiO_4 (Xu

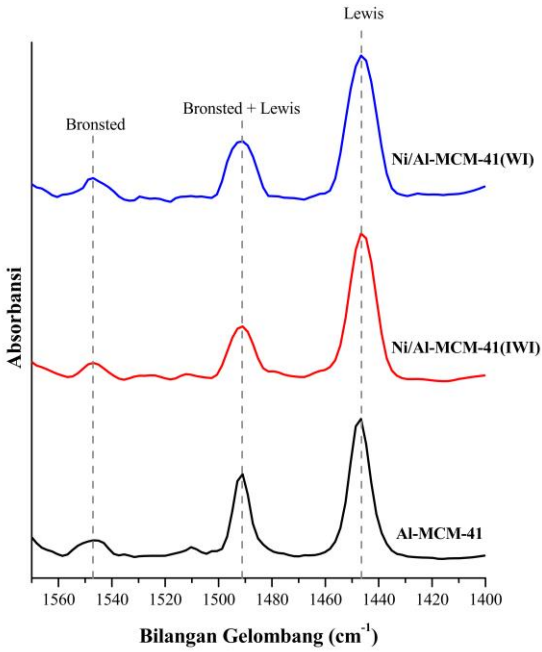
dkk., 2020). Serapan pada 470 cm^{-1} dihasilkan dari vibrasi tekuk ikatan T-O diamana T adalah atom Si atau Al. Puncak yang muncul pada bilangan gelombang 799 cm^{-1} menandakan adanya ikatan Si-O-Al, sedangkan puncak pada bilangan gelombang 1100 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ulur asimetris internal Si-O-Si. Puncak pada bilangan gelombang 968 cm^{-1} menunjukan adanya vibrasi gugus silanol (Si-OH) yang menandakan struktur mesopori (Lesthaeghe dkk., 2008).

4.2.3. Keasaman Permukaan

Uji keasaman dilakukan untuk mengetahui jumlah dan jenis sisi asam Lewis dan Brønsted pada katalis. Penentuan jumlah sisi asam Lewis dan Brønsted dilakukan dengan menggunakan adsorpsi piridin dan dianalisis menggunakan teknik spektroskopi inframerah. Sisi asam Brønsted dan Lewis dapat dibedakan dengan mengamati spektra FTIR piridin, sisi asam Brønsted akan menunjukkan serapan pada bilangan gelombang 1547 cm^{-1} dan sisi asam Lewis akan menunjukkan serapan pada bilangan gelombang 1446 cm^{-1}. Pita pada 1490 cm^{-1} biasanya dihubungkan dengan adsorpsi piridin pada kedua sisi asam Brønsted dan Lewis (Baharudin dkk., 2019).

Dari data spektroskopi inframerah daerah piridin pada Gambar 4.7, terlihat puncak pada bilangan gelombang 1446 cm^{-1} untuk semua sampel. Hal ini menunjukkan bahwa semua sampel mempunyai sisi asam Lewis. Asam lewis dapat muncul pada spektra katalis karena katalis menerima pasangan elektron dari gugus amina sekunder yang terdapat pada piridin (Li dkk., 2015). Pita absorbansi juga muncul pada bilangan gelombang 1546 cm^{-1} yang mengindikasikan bahwa semua sampel memiliki sisi asam Brønsted. Sisi asam Brønsted muncul karena padatan katalis mampu mengadsorp piridin pada saat proses adsorpsi piridin. Ion H^+ yang terikat pada permukaan katalis akan didonorkan dan membentuk ion piridinium ($C_5H_5NH^+$) dengan molekul piridin (Li dkk., 2016). Selain kedua puncak tersebut, terdapat pula puncak

serapan pada bilangan gelombang 1490 cm^{-1} yang merupakan puncak total dari kedua jenis asam Lewis dan asam Brønsted.



Gambar 4.7 Spektra FTIR sampel setelah adsorpsi piridin

Data hasil perhitungan keasaman katalis ditampilkan pada Tabel 4.2. Sisi asam Lewis menunjukkan peningkatan keasaman dengan tren Ni/Al-MCM-41(WI)>Ni/Al-MCM-41(IWI)>Al-MCM-41 hal ini menunjukkan adanya pengaruh penambahan NiO pada jumlah asam Lewis. Namun pada sisi asam Brønsted terlihat penurunan jumlah sisi asam akibat adanya dispersi NiO. Penurunan jumlah asam Brønsted pada katalis Ni/Al-MCM-41 dikarenakan kerangka Si-O-Al yang menunjukkan keasaman Brønsted

mengalami pertukaran proton dengan ion Ni^{2+} dari NiO (Baharudin dkk., 2019).

Tabel 4.2 Jumlah asam Brønsted dan asam Lewis pada katalis

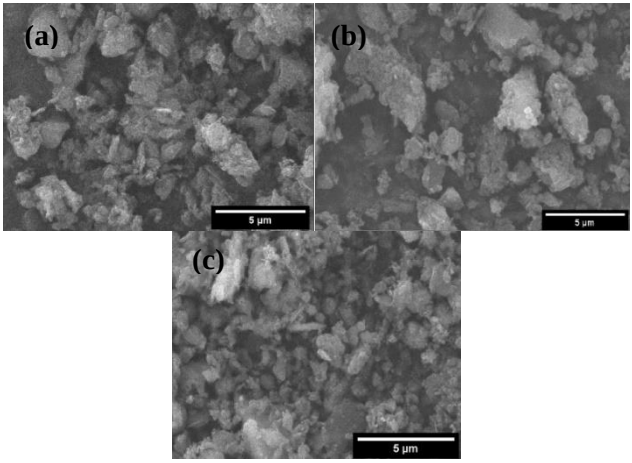
Sampel	Jumlah asam (mmol/g)		Total Asam (L+B) (mmol/g)
	Lewis (L)	Brønsted (B)	
Al-MCM-41	0,154	0,042	0,196
Ni/Al-MCM-41 (IWI)	0,168	0,028	0,197
Ni/Al-MCM-41 (WI)	0,196	0,031	0,227

4.2.4. *Scanning Electron Microscopy- Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX)

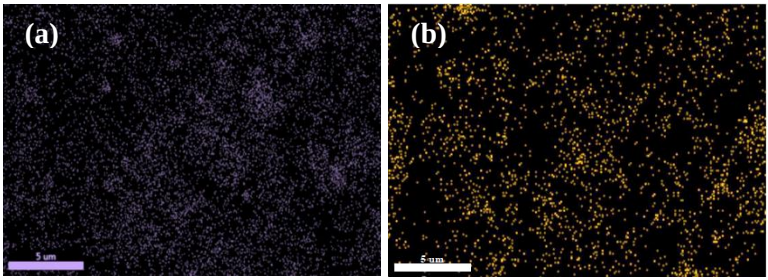
Karakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscope Energy Dispersive X-ray* (SEM-EDX) bertujuan untuk menentukan morfologi permukaan dan unsur penyusun Ni/Al-MCM-41. Pada penelitian ini karakterisasi dilakukan pada sampel Ni/Al-MCM-41 (WI) dan Ni/Al-MCM-41(IWI).

Sampel Al-MCM-41 memiliki morfologi yang tidak teratur dengan bentuk dan ukuran yang tidak seragam. Partikel dari Al-MCM-41 terlihat membentuk aglomerasi dengan ukuran partikel sekitar 2,5–2,7 µm. Berdasarkan morfologi yang teramati dapat dikatakan bahwa Al-MCM-41 hasil sintesis memiliki fase amorf yang ditunjukkan dengan tidak ditemukannya bentuk partikel yang khas pada katalis (de Sousa Castro dkk., 2021). Hal ini sesuai dengan data XRD pada Gambar 4.8 dimana diperoleh pola difraktogram dari material katalis yang menunjukkan bahwa material memiliki fasa amorf. Untuk hasil analisa sampel Ni/Al-MCM-41 (IWI) memiliki ukuran partikel 0,93–1,35 µm, untuk sampel Ni/Al-MCM-41 (WI) memiliki ukuran partikel sebesar 1,6–2,1 µm. Pada sampel Ni/Al-MCM-41 terlihat adanya peningkatan aglomerasi pada permukaan material yang merupakan

indikasi adanya partikel dari NiO (Rahmanzadeh dan Taghizadeh, 2019)



Gambar 4.8 Mikrograf SEM (a) Al-MCM-41; (b) Ni/Al-MCM (WI); (c) Ni/Al-MCM-41 (IWI)



Gambar 4.9 EDX *mapping* dari nikel pada (a) Ni/Al-MCM-41(IWI); (b) Ni/Al-MCM-41(WI)

EDX *mapping* digunakan untuk menganalisis distribusi nanopartikel nikel pada Al-MCM-41 serta mengetahui kadar unsur yang terdapat pada material. Secara umum Al-MCM-41 tersusun atas atom Si, Al, dan O. Pada penelitian ini dilakukan impregnasi

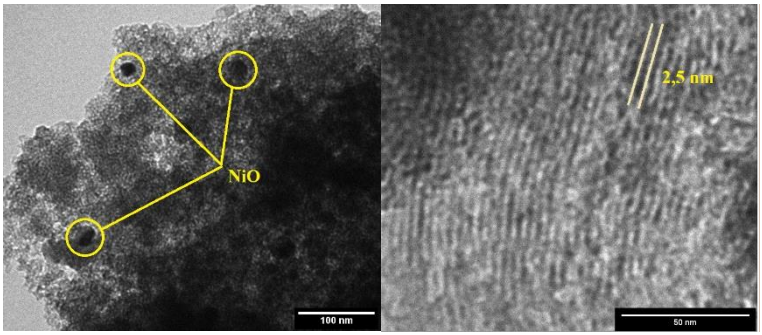
menggunakan Ni, maka perlu diketahui spesi Ni yang tersebar pada permukaan Al-MCM-41. Pada Gambar 4.9 terlihat bahwa pada kedua katalis nanopartikel NiO terdispersi dengan baik dengan jarak antar partikel yang kecil. Berdasarkan hasil EDX *mapping* yang ditampilkan pada Tabel 4.3 jumlah Ni yang terdistribusi pada Ni/Al-MCM-41 (IWI) sebesar 13,10% dan Ni/Al-MCM-41 (WI) sebesar 12,47%.

Tabel 4.3 Perbandingan persentase (%berat) unsur-unsur penyusun material hasil sintesis

Sampel	**Unsur**	**Persentase (%)**
Al-MCM-41	O	54,96
	Al	3,26
	Si	41,79
Ni/Al-MCM-41 (IWI)	O	51,10
	Al	3,95
	Si	31,85
	Ni	13,10
Ni/Al-MCM-41 (WI)	O	49,55
	Al	3,51
	Si	34,47
	Ni	12,47

4.2.5. *Transmission Electron Microscopy* (TEM)

Analisa sampelmenggunakan instrumen TEM juga dilakukan untuk mengetahui penampakan pori yang terbentuk pada katalis. Gambar 4.10 memperlihatkan mikrograf dari Ni/Al-MCM-41 (IWI) hasil sintesis.



Gambar 4.10 Mikrograf TEM Ni/Al-MCM-41 (IWI)

Berdasarkan gambar TEM terlihat bahwa pori dari Ni/Al-MCM-41 (IWI) merupakan pori yang teratur dan tidak teratur dengan ukuran pori ~2,5 nm. Selain itu terdapat kristal NiO yang membentuk agregat dengan diameter ~19 nm.

4.3. Aktivitas Katalitik

Uji aktivitas katalitik dilakukan pada reaksi deoksigenasi minyak kemiri sunan. Dalam reaksi ini digunakan katalis Al-MCM-41 dan Ni/Al-MCM-41 yang telah disintesis sebanyak 0,3 gram dan 10 gram minyak kemiri sunan. Reaksi deoksigenasi berlangsung pada suhu 350℃ selama 4 jam dengan aliran gas N_2. Pada uji aktivitas katalitik ini dilakukan uji kualitatif dan kuantitatif dari produk hasil reaksi deoksigenasi menggunakan instrumen GC-MS (*Gas Chromatography-Mass Spectrometry*).

Hasil reaksi berupa persentase konversi, *yield* dan derajat deoksigenasi ditampilkan pada Tabel 4.4. Al-MCM-41 menunukkan konversi sebesar 36,4% dan *yield* sebesar 11,8%. Pada katalis yang telah diimpregnasi dengan NiO terlihat peningkatan konversi dan *yield* dari hasil reaksi. Ni/Al-MCM-41 (IWI) dengan persen konversi sebesar 49% dan persen *yield* sebesar 16,07%. Persen konversi dan persen *yield* dari katalis Ni/Al-MCM-41 (WI) sebesar 55,41% dan 20,05%. Katalis WI memiliki konversi yang lebih besar dari pada katalis IWI, hal ini

disebabkan karena sisi asam Lewis pada katalis Ni/Al-MCM-41 (WI) lebih besar dibandingkan pada katalis Ni/Al-MCM-41 (IWI). Peningkatan sisi asam lewis dapat meningkatkan aktivitas katalik pada reaksi deoksigenasi minyak kemiri sunan, yang berhubungan dengan pemutusan ikatan C–C yang terjadi pada sisi asam Lewis (Nugraha dkk., 2021).

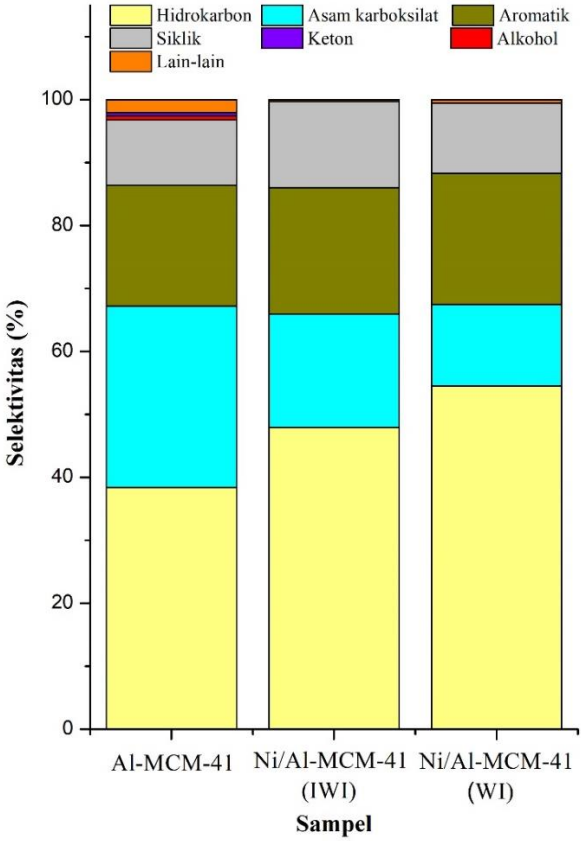
Tabel 4.4 Profil konversi, *yield*, dan derajat deoksigenasi dari reaksi deoksigenasi

Katalis	**Konversi (%)**	***Yield* (%)**	**Derajat Deoksigenasi (%)**
Al-MCM-41	36,4	11,8	89,38
Ni/Al-MCM-41(1WI)	49	16,07	91,10
Ni/Al-MCM-41(WI)	55,41	20,05	92,77

Produk dari reaksi deoksigenasi minyak kemiri sunan kemudian dikarakterisasi menggunakan GC-MS (*Gas Chromatography – Mass Spectrometry*) untuk mengetahui senyawa-senyawa yang ada pada produk hasil reaksi. Dari hasil pengolahan data GC-MS didapatkan selektivitas senyawa pada reaksi deoksigenasi yang ditampilkan pada Gambar 4.11.

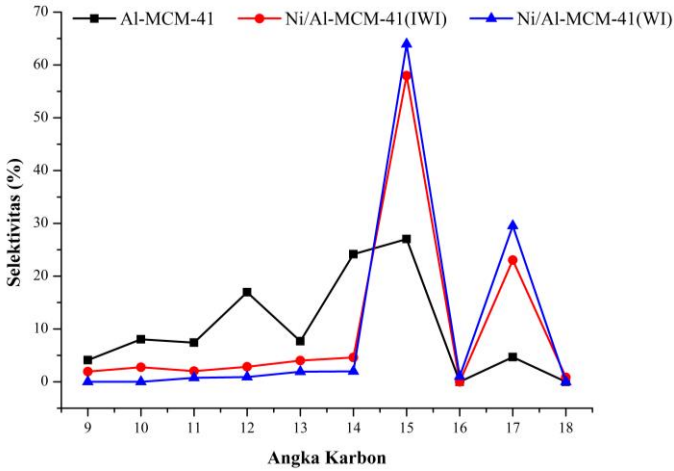
Selektivitas dari hasil reaksi deoksigenasi minyak kemiri sunan selama 4 jam dengan katalis Al-MCM-41, Ni/Al-MCM-41 (IWI) dan Ni/Al-MCM-41 (WI) ditampilkan pada Gambar 4.11. Aktivitas katalitik pada reaksi deoksigenasi ditunjukkan dengan terbentuknya hidrokarbon sebagai komponen utama. Senyawa lain seperti aromatik, siklik, keton, dan alkohol juga diidentifikasi pada konsentrasi yang lebih rendah. Katalis Ni/Al-MCM-41 (WI) memiliki selektivitas hidrokarbon tertinggi, yaitu sebesar 54,24%. Untuk selektivitas hidrokarbon dari katalis Ni/Al-MCM-41 (IWI) sebesar 47,72% dan Al-MCM-41 sebesar 37,70%. Dari data selektivitas diatas tren katalis dengan selektivitas hidrokarbon tertinggi hingga terendah adalah Ni/Al-MCM-41 (WI) > Ni/Al-MCM-41 (IWI) > Al-MCM-41. Tren tersebut memiliki korelasi

dengan nilai derajat deoksigenasi yang ditunjukkan pada Tabel 4.4 dimana Ni/Al-MCM-41 (WI) memiliki nilai derajat deoksigenasi tertinggi sebesar 92,77%, kemudian Ni/Al-MCM-41 (IWI) sebesar 91,10% dan Al-MCM-41 sebesar 89,38%. Hal ini sesuai dengan yang telah dilaporkan Camargo dkk. (2020) dimana derajat deoksigenasi berhubungan dengan jumlah hidrokarbon yang terbentuk.



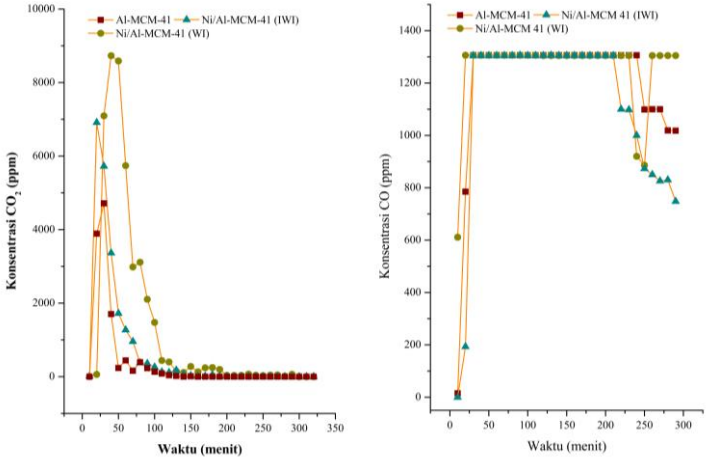
Gambar 4.11 Grafik selektivitas senyawa pada reaksi deoksigenasi minyak kemiri sunan

Katalis yang efekif untuk reaksi deoksigenasi adalah katalis yang dapat menghilangkan oksigen dari asam lemak bebas (*free fatty acid*/FFA) dengan meghindari hilangnya karbon dari perengkahan C-C untuk membentuk hidrokarbon rantai lurus melalui dekarboksilasi/dekarbonilasi (Baharudin dkk., 2019). Distribusi senyawa hidrokarbon dari hasil reaksi deoksigenasi ditunjukkan pada Gambar 4.12. Hasil reaksi deoksigenasi berupa hidrokarbon rantai pendek (C9-C10) dan hidrokarbon rantai panjang (C11-C18). Hasil reaksi deoksigenasi dari katalis Ni/Al-MCM-41(WI) menghasilkan selektivitas senyawa hidrokarbon (C11-C18) sebesar 100% dengan produk utama pada hidrokarbon C15 dan C17 sebesar 92,77%. Pada Ni/Al-MCM-41 (IWI) menghasilkan selektivitas senyawa hidrokarbon (C11-C18) sebesar 95,33% dan hidrokarbon (C9-C10) sebesar 4,67% dengan selektivitas produk utama pada hidrokarbon C15 dan C17 sebesar 81,01%. Katalis Al-MCM-41 menghasilkan selektivitas hidrokarbon (C9-C10) sebesar 12,13% dan selektivitas hidrokarbon (C11-C18) sebesar 87,87%.



Gambar 4.12 Distribusi hidrokarbon C9-C18 hasil reaksi deoksigenasi minyak kemiri sunan

Semua katalis menunjukkan hasil yang dominan pada rantai hidrokarbon C15 dan C17. Hal ini menunjukkan bahwa jalur dekarboksilasi adalah jalur reaksi utama dalam reaksi ini. Berhubungan dengan komposisi minyak kemiri sunan yang terdiri dari asam Palmitat (C16:0), asam oleat (C18:1) dan asam linoleat (C18:2) (Nugraha dkk., 2021), jalur dekarboksilasi akan menghasilkan alkana rantai lurus dengan satu atom karbon lebih sedikit dari asam lemak aslinya dan menghasilkan gas CO_2 sebagai hasil samping (Gamal dkk., 2020). Hal ini dapat dibuktikan dengan hasil pengukuran gas CO_2 yang dilakukan pada saat reaksi yang ditampilkan pada Gambar 4.13 (a). Hasil pengukuran menunjukkan bahwa pada katalis Ni/Al-MCM-41 (WI) menghasilkan gas CO_2 dengan konsentrasi tertinggi dibandingkan katalis Ni/Al-MCM-41(IWI) dan Al-MCM-41. Hal ini berbanding lurus dengan hasil selektivitas hidrokarbon C15+C17 dimana katalis Ni/Al-MCM-41 (WI) memiliki selektivitas tertinggi yaitu sebesar 92,77%.



(a) (b)

Gambar 4.13 Pengukuran konsentrasi gas CO_2 (a) dan gas CO (b) pada reaksi deoksigenasi

Reaksi deoksigenasi terdiri dari 2 jalur reaksi yaitu dekarbonilasi dan dekarboksilasi. Jalur dekarbonilasi (DCO) akan mengeliminasi gugus karbonil melalui pemutusan ikatan C-C dan pemutusan ikatan C-O untuk menghasilkan alkena rantai lurus dengan hasil samping berupa gas CO. Jalur dekarboksilasi (DCO_2) akan mengeliminasi gugus karboksilat melalui pemutusan ikatan C-C untuk membentuk alkana rantai lurus dengan satu atok karbon lebih sedikit dari pada asam lemak aslinya dengan hasil samping berupa CO_2 (Gamal dkk., 2020). Berdasarkan hasil pengukuran konsentrasi gas CO dan gas CO_2 yang ditunjukkan pada gambar 4.13. Semua katalis menghasilkan hasil samping berupa gas CO dan CO_2 yang menunjukkan bahwa semua katalis melalui jalur reaksi dekarbonilasi dan dekarboksilasi. Pada pengukuran gas CO_2 terlihat bahwa pada katalis Ni/Al-MCM-41(WI) menghasilkan gas CO_2 paling banyak sehingga menunjukkan bahwa pada katalis Ni/Al-MCM-41(WI) terjadi reaksi dekarboksilasi yang paling lama dibandingkan dengan katalis Ni/Al-MCM-41 (IWI) dan Al-MCM-41. Hal tersebut sebanding dengan nilai *yield* hasil reaksi dimana katalis Ni/Al-MCM-41(WI) memiliki *yield* paling tinggi yaitu sebesar 20,05%.

Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB V
KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis katalis Al-MCM-41 dan impregnasi katalis Ni/Al-MCM-41 (WI) dan Ni/Al-MCM-41 (IWI). Berdasarkan hasil dari karakterisasi XRD dan FTIR, material Al-MCM-41 hasil sintesis berhasil terbentuk dengan fasa amorf dan ukuran partikel NiO pada katalis Ni/Al-MCM-41 (WI) dan NiAl-MCM-41 (IWI) masing-masing sebesar 55,5 nm dan 83,4 nm. Uji keasaman menunjukan bahwa katalis Ni/Al-MCM-41 (WI) memiliki keasaman yang paling tinggi. Berdasarkan hasil SEM-EDX semua katalis memiliki morfologi seperti bongkahan dan membentuk aglomerasi dengan ukuran partikel sekitar 0,9-2,7 μm. Hasil *elemental mapping* EDX menunjukkan pada kedua katalis Ni/Al-MCM-41 memiliki dispersitas NiO yang baik. Sementara itu, berdasarkan analisa TEM katalis Ni/A-MCM-41 (IWI) memiliki ukuran partikel NiO sekitar 19 nm.

Hasil aktivitas katalitik menunjukkan bahwa reaksi deoksigenasi minyak kemiri sunan menjadi *green diesel* dapat dipengaruhi oleh keasaman permukaan dan dispersi pada penambahan NiO. Dari hasil reaksi diketahui katalis Ni/Al-MCM-41 (WI) memiliki selektivitas hidrokarbon dan derajat deoksigenasi tertinggi, yaitu sebesar 54,24%, selanjutnya diikuti katalis Ni/Al-MCM-41 (IWI) dan Al-MCM-41 masing-masing sebesar 47,72% dan 37,70%. Selektivitas tersebut didukung dengan hasil perhitungan derajat deoksigenasi dimana katalis Ni/Al-MCM-41 (WI) memiliki derajat deoksigenasi paling besar yaitu 92,77%. Hasil selektivitas dari hidrokarbon rantai (C11-C18) pada katalis Ni/Al-MCM-41 (WI) juga menunjukkan hasil maksimal, yaitu sebesar 100%.

5.2 Saran

Perlu dilakukan karakterisasi lebih lanjut mengenai katalis Ni/Al-MCM-41 untuk mengetahui pengaruhnya terhadap reaksi deoksigenasi minyak kemiri sunan.

DAFTAR PUSTAKA

Abduh, M. Y., Putri, L. W., Manurung, R. (2019). Effect of storage time on moisture content of Reutealis trisperma seed and its effect on acid value of the isolated oil and produced biodiesel. *Energy Reports*, *5*, 1375-1380.

Alsultan, G. A., Asikin-Mijan, N., Lee, H. V., Albazzaz, A. S., Taufiq-Yap, Y. H. (2017). Deoxygenation of waste cooking to renewable diesel over walnut shell-derived nanorode activated carbon supported CaO-La2O3 catalyst. *Energy Conversion and Management*, *151*, 311-323.

Asikin-Mijan, N., Lee, H. V., Abdulkareem-Alsultan, G., Afandi, A., Taufiq-Yap, Y. H. (2017). Production of green diesel via cleaner catalytic deoxygenation of Jatropha curcas oil. *Journal of Cleaner Production*, *167*, 1048-1059.

Baharudin, K. B., Taufiq-Yap, Y. H., Hunns, J., Isaacs, M., Wilson, K., Derawi, D. (2019). Mesoporous NiO/Al-SBA-15 catalysts for solvent-free deoxygenation of palm fatty acid distillate. *Microporous and Mesoporous Materials*, *276*, 13-22.

Barthomeuf, D. (1987). Zeolite acidity dependence on structure and chemical environment. Correlations with catalysis. *Materials Chemistry and Physics*, *17*(1-2), 49-71.

Bérubé, F. dan Kaliaguine, S. (2008), Calcination and Thermal Degradation Mechanisms of Triblock Copolymer Template in SBA-15 Materials, *Microporous and Mesoporous Materials*, Vol. 115, 469-479.

Brundle, C.R., Charles A.E., Shaun, W., (1992). *X-Ray Diffraction*. Encyclopedia of Material Characterization, Manning Publications Co.

Camargo, M.O, Pimenta, J. L. C. W., Camargo, M.O, Arroyo, P. A. (2020). Green diesel production by solvent-free deoxygenation of oleic acid over nickel phosphide

bifunctional catalysts: Effect of the support. *Fuel*, *281*, 118719.

Corma, A. (1997). From microporous to mesoporous molecular sieve materials and their use in catalysis. *Chemical reviews*, *97*(6), 2373-2420.

Cundy, S.C. dan Cox, A.P., (2005), Review : The Hydrothermal Synthesis of Zeolites: Precursors, Intermediates and Reaction Mechanism, *Microporous and Mesoporous Materials*, 82, 1-78.

de Sousa Castro, K., de Medeiros Costa, L. F., Fernandes, V. J., de Oliveira Lima, R., de Morais Araújo, A. M., de Sant'Anna, M. C. S., Gondim, A. D. (2021). Catalytic pyrolysis (Ni/Al-MCM-41) of palm (Elaeis guineensis) oil to obtain renewable hydrocarbons. *RSC Advances*, *11*(1), 555-564.

Emeis, C. A. (1993). Determination of integrated molar extinction coefficients for infrared absorption bands of pyridine adsorbed on solid acid catalysts. *Journal of Catalysis*, *141*(2), 347-354.

Emeis, C. A. (1993). Determination of integrated molar extinction coefficients for infrared absorption bands of pyridine adsorbed on solid acid catalysts. *Journal of Catalysis*, *141*(2), 347-354.

Farneth, W. E., dan Gorte, R. J. (1995). Methods for characterizing zeolite acidity. *Chemical reviews*, *95*(3), 615-635.

Fu, L., Huo, C., He, X., Yang, H. (2015). Au encapsulated into Al-MCM-41 mesoporous material: in situ synthesis and electronic structure. *RSC Advances*, *5*(26), 20414-20423.

Gamal, M. S., Asikin-Mijan, N., Khalit, W. N. A. W., Arumugam, M., Izham, S. M., Taufiq-Yap, Y. H. (2020). Effective catalytic deoxygenation of palm fatty acid distillate for green diesel production under hydrogen-free atmosphere over bimetallic catalyst CoMo supported on activated carbon. *Fuel Processing Technology*, *208*, 106519.

Gosselink, R. W., Hollak, S. A., Chang, S. W., van Haveren, J., de Jong, K. P., Bitter, J. H., van Es, D. S. (2013). Reaction

pathways for the deoxygenation of vegetable oils and related model compounds. *ChemSusChem*, *6*(9), 1576-1594.

Hagen, J. (2015). *Industrial catalysis: a practical approach*. John Wiley & Sons.

Hegedus, L. L., & Pereira, C. J. (1990). Reaction engineering for catalyst design. *Chemical engineering science*, *45*(8), 2027-2044.

Hermida, L., Abdullah, A. Z., Mohamed, A. R. (2015). Deoxygenation of fatty acid to produce diesel-like hydrocarbons: A review of process conditions, reaction kinetics and mechanism. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, *42*, 1223-1233.

Huber, G. W., dan Corma, A. (2007). Synergies between bio-and oil refineries for the production of fuels from biomass. *Angewandte Chemie International Edition*, *46*(38), 7184-7201.

Jeon, K. W., Shim, J. O., Cho, J. W., Jang, W. J., Na, H. S., Kim, H. M., Roh, H. S. (2019). Synthesis and characterization of Pt-, Pd-, and Ru-promoted Ni–Ce0. 6Zr0. 4O2 catalysts for efficient biodiesel production by deoxygenation of oleic acid. *Fuel*, *236*, 928-933.

Joon Ching Juan., Damayani Agung Kartika., Ta Yeong Wu., Taufiq-Yap Yun Hin. (2011), Biodiesel production from jatropha oil by catalytic and noncatalytic approaches: an overview, *Elsevier: Bioresource Technology*. (102):452-260.

Kang, F., Wang, Q., Xiang, S. (2005). Synthesis of mesoporous Al-MCM-41 materials using metakaolin as aluminum source. *Materials Letters*, *59*(11), 1426-1429.

Kawana, S. dan Miyagawa, H. 2011. *Development of Green Technologies in GC-MS-QP2010 Ultra Shimadzu Brochure, No. C146-E159.* https://www.shimadzu.eu/site/default/files/Development-

of-Green-Technologies-in-GCMS-QP2010-Ultra .pdf Diakses pada 20 Juni 2021 pukul 20.35 WIB.

Kotter, M., dan Riekert, L. (1979). The influence of impregnation, drying and activation on the activity and distribution of CuO on α-alumina. In *Studies in Surface Science and Catalysis* (Vol. 3, pp. 51-63). Elsevier.

La-Salvia, N., Lovón-Quintana, J. J., Lovón, A. S. P., Valença, G. P. (2017). Influence of aluminum addition in the framework of MCM-41 mesoporous molecular sieve synthesized by non-hydrothermal method in an alkali-free system. *Materials Research*, *20*(6), 1461-1469.

Layman, K. A., Ivey, M. M., Hemminger, J. C. (2003). Pyridine adsorption and acid/base complex formation on ultrathin films of γ-Al2O3 on NiAl (100). *The Journal of Physical Chemistry B*, *107*(33), 8538-8546.

Leeuwen, P. W. (2006). *Homogeneous catalysis: understanding the art*. Springer Science & Business Media.

Lehmann, T., Wolff, T., Hamel, C., Veit, P., Garke, B., Seidel-Morgenstern, A. (2012). Physico-chemical characterization of Ni/MCM-41 synthesized by a template ion exchange approach. *Microporous and Mesoporous Materials*, *151*, 113-125.

Lestari, S., Mäki-Arvela, P., Beltramini, J., Lu, G. M., Murzin, D. Y. (2009). Transforming triglycerides and fatty acids into biofuels. *ChemSusChem: Chemistry & Sustainability Energy & Materials*, *2*(12), 1109-1119.

Lesthaeghe, D., Vansteenkiste, P., Verstraelen, T., Ghysels, A., Kirschhock, C.E., Martens, J.A., Speybroeck, V.V., Waroquier, M. (2008), MFI Fingerprint: How Pentasil-Induced IR Bands Shift during Zeolite Nanogrowth. The *Journal of Physical Chemistry C*, 112(25), 9186–9191.

Li, H., Wang, Y., Meng, F., Chen, H., Sun, C., Wang, S. (2016). Direct synthesis of high-silica nano ZSM-5 aggregates with controllable mesoporosity and enhanced catalytic properties. *RSC advances*, *6*(101), 99129-99138.

Li, S., Wang, Y., Dong, S., Chen, Y., Cao, F., Chai, F., Wang, X. (2009). Biodiesel production from Eruca Sativa Gars vegetable oil and motor, emissions properties. *Renewable Energy*, *34*(7), 1871-1876.

Li, X., Han, D., Wang, H., Liu, G., Wang, B., Li, Z., Wu, J. (2015). Propene oligomerization to high-quality liquid fuels over Ni/HZSM-5. *Fuel*, *144*, 9-14.

Mahdi, H. I., Bazargan, A., McKay, G., Azelee, N. I. W., Meili, L. (2021). Catalytic Deoxygenation of Palm Oil and its Residue in Green Diesel Production: a Current Technological Review. *Chemical Engineering Research and Design*.

Mikkonen, S. (2008). Second-generation renewable diesel offers advantages: Hydrotreated vegetable oils are more compatible with engine design and operations: Clean Fuels. *Hydrocarbon processing (International ed.)*, *87*(2), 63-66.

Naik, S. P., Bui, V., Ryu, T., Miller, J. D., Zmierczak, W. (2010). Al-MCM-41 as methanol dehydration catalyst. *Applied Catalysis A: General*, *381*(1-2), 183-190.

Nasikin, M dan Susanto, Bambang. (2010). *Katalisis Heterogen*. Depok : UI Press

Niwa, M., Katada, N., & Okumura, K. (2010). *Characterization and design of zeolite catalysts: solid acidity, shape selectivity and loading properties* (Vol. 141). Springer Science & Business Media.

Nugraha, R. E., Prasetyoko, D., Asikin-Mijan, N., Bahruji, H., Suprapto, S., Taufiq-Yap, Y. H., & Jalil, A. A. (2021). The effect of structure directing agents on micro/mesopore structures of aluminosilicates from Indonesian kaolin as deoxygenation catalysts. *Microporous and Mesoporous Materials*, *315*, 110917.

Nugraha, R. E., Prasetyoko, D., Bahruji, H., Suprapto, S., Asikin-Mijan, N., Oetami, T. P., Taufiq-Yap, Y. H. (2021). Lewis acid Ni/Al-MCM-41 catalysts for H 2-free deoxygenation

of Reutealis trisperma oil to biofuels. *RSC Advances*, *11*(36), 21885-21896.

Oetami T.P. (2013). Metode Produksi Biodiesel dari Minyak Kemiri Sunan (*Reutealis Trisperma Oil*) dengan Katalis Basa NaOH dan KOH". Tesis, ITS: Surabaya.

Perego, C., dan Villa P., (1997). Catalyst Preparation Methods. *Catalysis Today* 34, 281-305.

Pinto, F., Varela, F. T., Gonçalves, M., André, R. N., Costa, P., Mendes, B. (2014). Production of bio-hydrocarbons by hydrotreating of pomace oil. *Fuel*, *116*, 84-93.

Rahmanzadeh, L., dan Taghizadeh, M. (2019). Sorption-enhanced ethanol steam reforming on Ce-Ni/MCM-41 with simultaneous CO2 adsorption over Na-and Zr-promoted CaO based sorbent. *international journal of hydrogen energy*, *44*(39), 21238-21250.

Rashwan, W. E., Abou-El-Sherbini, K. S., Wahba, M. A., Ahmed, S. A. S., Weidler, P. G. (2019). High stable Al-MCM-41: structural characterization and evaluation for removal of methylene blue from aqueous solution. *Silicon*, 1-13.

Riayatsyah, T. M. I., Thaib, R., Silitonga, A. S., Milano, J., Shamsuddin, A., Sebayang, A. H., ... Mahlia, T. M. I. (2021). "Biodiesel Production from Reutealis trisperma Oil Using Conventional and Ultrasonication through Esterification and Transesterification. *Sustainability*, *13*(6), 3350.

Richardson, J. T. (1989). *Principles of catalyst development*. Springer.

Richardson, J. T. Dan R. J. Dubus, (1978), Preparation Variables in Nickel Catalyst, *Journal of Catalysis*, 54, 207-218

Sayyahi, S., Menati, S., Karamipour, M. (2013). Al-MCM-41: An Efficient and Recyclable Heterogeneous Catalyst for the Synthesis of-Hydroxy Thiocyanates in Water. *Journal of Chemistry*, *2013*.

Sibilia, P., 1996. *Guide to Material Characterization and Chemical Analysis, Second Edition*. New York: John Willey-VCH.

Silitonga, A. S., Mahlia, T. M. I., Kusumo, F., Dharma, S., Sebayang, A. H., Sembiring, R. W., Shamsuddin, A. H. (2019). Intensification of Reutealis trisperma biodiesel production using infrared radiation: Simulation, optimisation and validation. *Renewable Energy*, *133*, 520-527.

Smitha, S., Shajesh, P., Aravind, P. R., Kumar, S. R., Pillai, P. K., Warrier, K. G. K. (2006). "Effect of aging time and concentration of aging solution on the porosity characteristics of subcritically dried silica aerogels". *Microporous and Mesoporous Materials*, *91*(1-3), 286-292.

Sotelo-Boyás, R., Trejo-Zárraga, F., Hernández-Loyo, F. D. J. (2012). Hydroconversion of triglycerides into green liquid fuels. *Hydrogenation*, *338*, 338.

Sparkman, O. D., Penton, Z., Kitson, F. G. (2011). *Gas chromatography and mass spectrometry: a practical guide*. Academic press.

Sun, L., Jiang, L., Hua, X., Zheng, Y., Sun, X., Zhang, M., ... dan Qi, C. (2019). Preparation of Au/xCeO2-Al2O3 catalysts with enhanced catalytic properties for the selective acetylene hydrogenation. *Journal of Alloys and Compounds*, *811*, 152052.

Taghvaei, H., Moaddeli, A., Khalafi-Nezhad, A., Iulianelli, A. (2021). Catalytic hydrodeoxygenation of lignin pyrolytic-oil over Ni catalysts supported on spherical Al-MCM-41 nanoparticles: Effect of Si/Al ratio and Ni loading. *Fuel*, *293*, 120493.

Tan, J., Wang, J., Zhang, Z., Ma, Z., Wang, L., Liu, Y. (2019). Highly dispersed and stable Ni nanoparticles confined by MgO on ZrO2 for CO2 methanation. *Applied Surface Science*, *481*, 1538-1548.

Tao, M., Meng, X., Lv, Y., Bian, Z., Xin, Z. (2016). Effect of impregnation solvent on Ni dispersion and catalytic properties of Ni/SBA-15 for CO methanation reaction. *Fuel*, *165*, 289-297.

Thomas, J. M., dan Thomas, W. J. (2014). *Principles and practice of heterogeneous catalysis*. John Wiley & Sons.

Titus, D., Samuel, E. J. J., Roopan, S. M. (2019). Nanoparticle characterization techniques. In *Green synthesis, characterization and applications of nanoparticles* (pp. 303-319). Elsevier.

Topsoe, H., Clausen, B.S., Masssoth, F.E.,.1996, *Hydrotreating Catalysis: Science and Technology*, Springer, Jerman.

Tovina, Hany. 2009. *Skripsi : Sintesis Nanozeolit Tipe Faujasite dengan Teknik Seeding yang ditumbuhkan pada Permukaan Glassy Karbon*. Depok: Departemen Kimia, FMIPA, UI.

Vries, J. G., & Jackson, S. D. (2012). Homogeneous and heterogeneous catalysis in industry. *Catalysis Science & Technology*, *2*(10), 2009-2009.

Wang, X., Zhu, L., Liu, Y., Wang, S. (2018). CO2 methanation on the catalyst of Ni/MCM-41 promoted with CeO2. *Science of the Total Environment*, *625*, 686-695.

West A.R., (1984), *Solid state chemistry and its applications*. John Wiley & Sons, New York

Whyman, R. 1996. *Applied Organometallic Chemistry and Catalyst*. New York: Oxford University Press

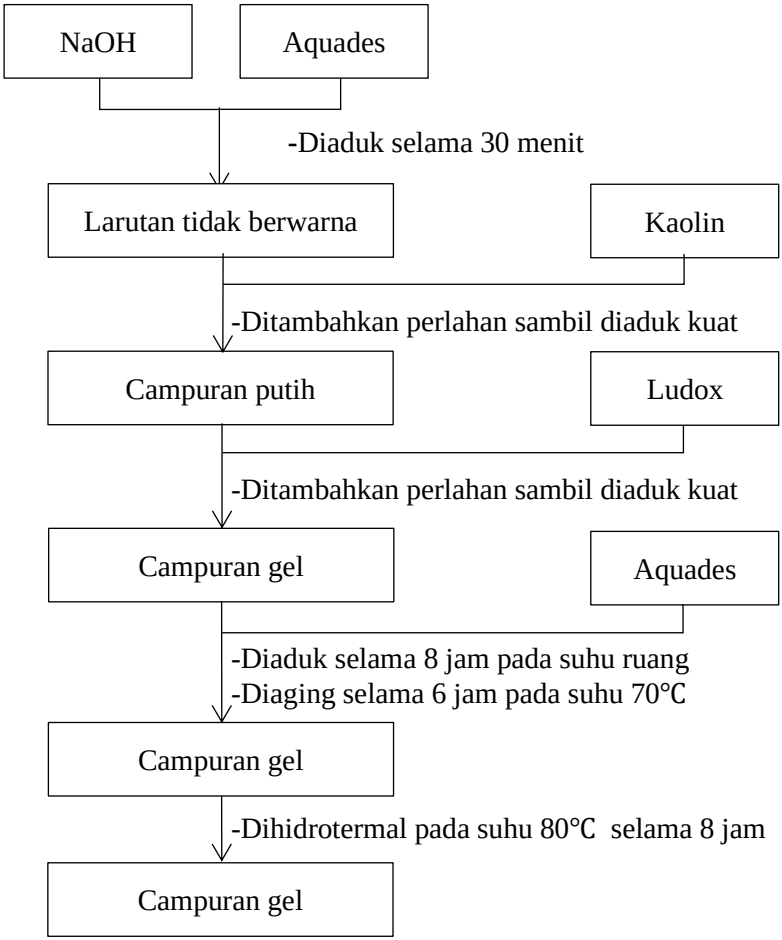
Xiong, H., M. Nolan, B. H. Shanks A. K. Datye, (2014), Comparison of Impregnation and Deposition Precipitation for Syhnthesis of Hydrothermally Stable Niobia/carbon, *Applied Catalysis A: General*, 471 165-174.

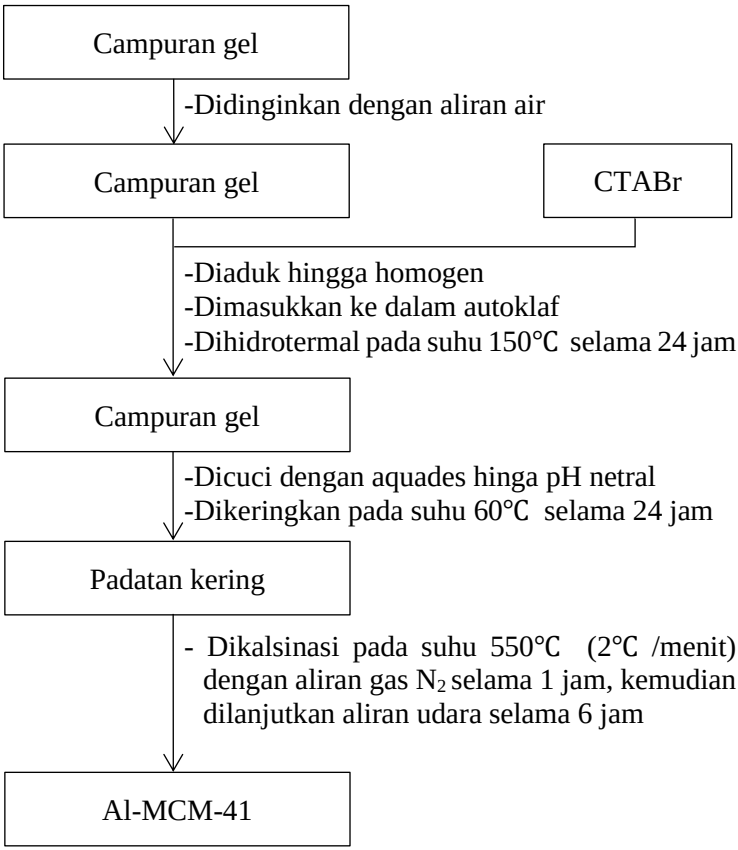
Xu, J., Xia, P., Guo, F., Xie, J., Xia, Y., Tian, H. (2020). Enhancement of the catalytic performance and coke resistance of alcohol-promoted Ni/MCM-41 catalysts for CH4/CO2 reforming. *International Journal of Hydrogen Energy*, *45*(55), 30484-30495.

LAMPIRAN

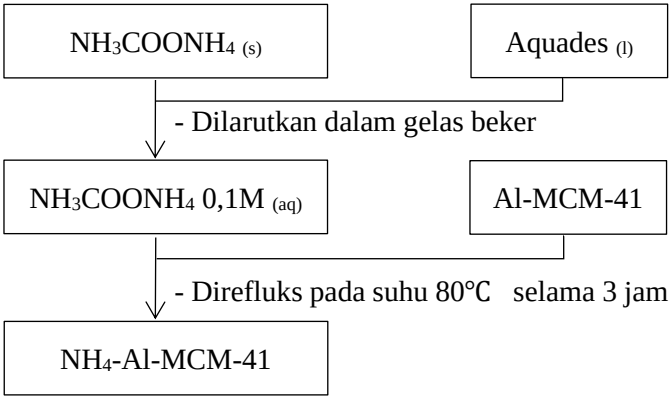
LAMPIRAN A
SKEMA KERJA

6. Sintesis Al-MCM-41

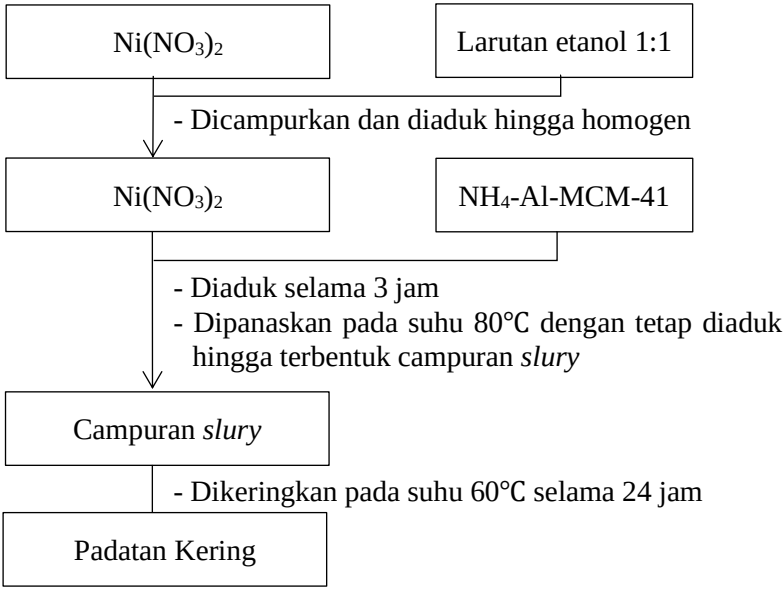



Campuran gel
-Didinginkan dengan aliran air
Campuran gel
CTABr
-Diaduk hingga homogen
-Dimasukkan ke dalam autoklaf
-Dihidrotermal pada suhu 150℃ selama 24 jam
Campuran gel
-Dicuci dengan aquades hinga pH netral
-Dikeringkan pada suhu 60℃ selama 24 jam
Padatan kering
- Dikalsinasi pada suhu 550℃ (2℃ /menit) dengan aliran gas N_2 selama 1 jam, kemudian dilanjutkan aliran udara selama 6 jam
Al-MCM-41

7. Pertukaran ion katalis Al-MCM-41



8. Impregnasi basah



Padatan Kering

- Dikalsinasi pada suhu 550℃ (2℃ /menit) dengan aliran gas N_2 selama 1 jam, kemudian dilanjutkan aliran udara selama 6 jam

Ni/Al-MCM-41 (WI)

9. *Incipient wetness impregnation*

$Ni(NO_3)_2$ | Larutan etanol 1:1

- Dicampurkan dan diaduk hingga homogen

$Ni(NO_3)_2$ | NH_4-Al-MCM-41

- Diaduk selama 3 jam

Campuran *slury*

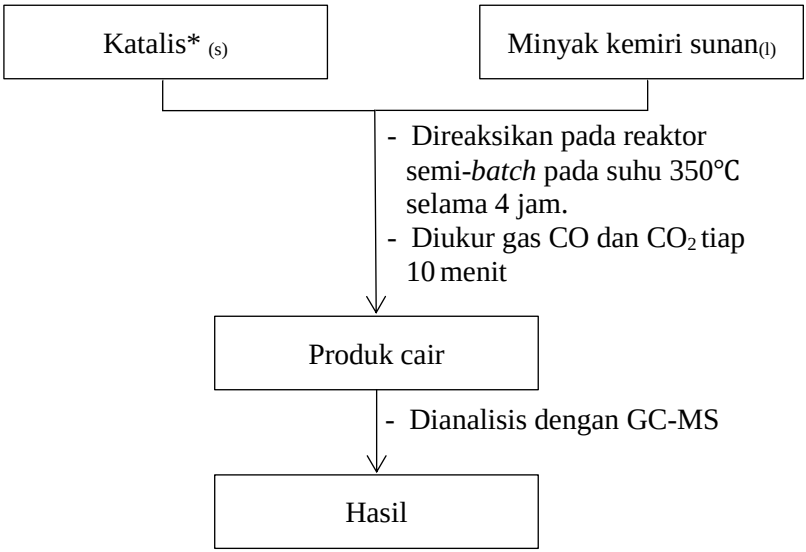
- Dikeringkan pada suhu 60℃ selama 24 jam

Padatan Kering

- Dikalsinasi pada suhu 550℃ (2℃ /menit) dengan aliran gas N_2 selama 1 jam, kemudian dilanjutkan aliran udara selama 6 jam

Ni/Al-MCM-41 (IWI)

10. Uji aktivitas katalitik



(*) Al-MCM-41, Ni/Al-MCM-41 (IWI), Ni/Al-MCM-41 (WI)

LAMPIRAN B
PERHITUNGAN SINTESIS KATALIS Al-MCM-41

1. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini antara lain:

1. Kaolin ($Al_4(Si_4O_{10})(OH)$) Mr = 102 g/mol
   Terdiri dari : - Al2O3 22%
   - SiO_2 57%
2. Silika koloid. SiO_2 (Ludox) Mr = 60 g/mol
   Terdiri dari : - SiO_2 30%
   - H_2O 70%
3. Aquades. H_2O Mr = 18 g/mol
4. NaOH Mr = 40 g/mol
5. CTABr Mr = 364,45 g/mol
6. $Ni(NO_3)_2.6H_2O$ Mr = 290,81 g/mol
7. CH_3COONH_4 Mr = 77,08 g/mol

2. Perhitungan komposisi bahan untuk sintesis Al-MCM-41

Rasio komposisi molar bahan yang digunakan untuk sintesis Al-MCM-41 adalah 10 Na_2O : 100 SiO : 2 Al_2O_3 : 1800 H_2O. Digunakan 1/5 resep sehinga perbandingan molar menjadi 0,02 Na_2O : 0,2 SiO_2 : 0,004 Al_2O3 : 3,6 H_20

a) Massa Kaolin yang diperlukan:

Mr Kaolin = 102 g/mol

Mol Al_2O_3 = 0,004 mol

Massa Al_2O_3 = 0004 mol × 102 g/mol

= 0,408 g

Dalam kaolin terdapat 22% Al_2O_3

$$\text{Massa kaolin} = \frac{100\%}{22\%} \times 0{,}408 \text{ g}$$

= 1,8545 g

b) Massa SiO_2

Mr SiO_2 = 60 g/mol

Mol SiO_2 = 0,2 mol
Massa SiO = 0,2 mol × 60 g/mol
= 12 g

Dalam kaolin terdapat 57% SiO2

Massa SiO dalam kaolin $= \frac{57\%}{100\%} \times 1{,}8545$ g
= 1,0570 g

Massa SiO yg dibutuhkan = 12 g – 1,0570 g
= 10,9430 g

Massa Ludox $= \frac{100\%}{30\%} \times 10{,}9430$ g
= 36,4767 g

c) Massa H_2O

Mr H_2O = 18 g/mol
Mol H_2O = 3,6 mol
Massa H_2O = 3,6 mol × 18 g/mol
= 64,8 g

H_2O dalam Ludox sebesar 70%

Massa H_2O dalam Ludox $= \frac{70\%}{100\%} \times 36{,}4767$ g
= 25,5337 g

Massa H_2O yg ditambahkan = 64,8 g – 25,5337 g
= 39,2663 g

d) Massa Na_2O

Digunakan NaOH dengan korelasi jumlah mol ion Na^+

Mr NaOH = 40 g/mol
Mol Na_2O = 0,02 mol
Massa NaOH = 2 × 0,02 mol × 40 g/mol
= 1,6 g

e) Massa CTABr

Mr CTABr = 364,45 g/mol

Perbandingan molar $\frac{\text{mol SiO}}{\text{mol CTABr}} = 3{,}85$

Mol SiO = 0,2 mol

Mol CTABr = 0,0519 mol

Massa CTABr = 0,0519 mol × 364,45 g/mol

= 18,9149 g

3. Perhitungan pertukaran ion

Mr CH_3COONH_4 = 77,08 g/mol

Massa katalis = 1 g

Volume larutan = 0,05 L

Massa CH_3COONH_4 yang dibutuhkan

1 M = 1 N

$$1 \text{ mol/L} = \frac{\text{massa}}{77{,}08 \text{ g/mol}} \times \frac{1}{0{,}05 \text{ L}}$$

$$\text{Massa} = \frac{77{,}08 \text{ g/mol} \times 0{,}05 \text{ L} \times 1 \text{ mol/L}}{1}$$

= 3,854 g

4. Perhitungan Impregnasi 10% Ni

Mr $Ni(NO_3)_2.6H_2O$ = 290,81 g/mol

Ar Ni =58,69

Yang diperlukan dalam impregnasi

Massa katalis = 0,9 g

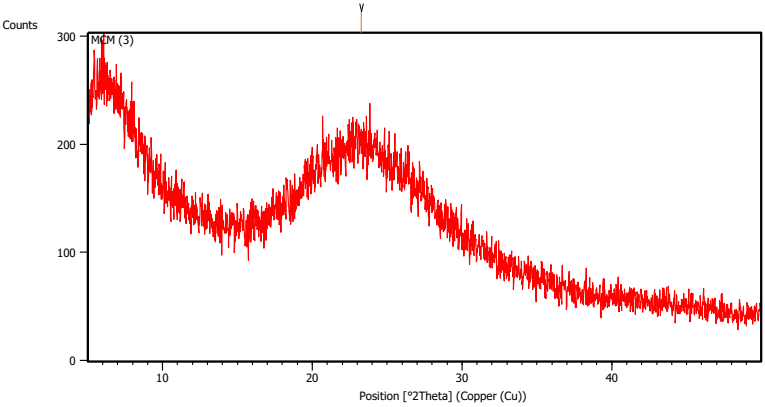
Massa Ni = 0,1 g

Massa $Ni(NO_3)_2.6H_2O$ $= \frac{290{,}81 \text{ g/mol}}{58{,}69} \times 0{,}1 \text{ g}$

= 0,495 g

LAMPIRAN C
DATA DAN GRAFIK HASIL ANALISIS XRD

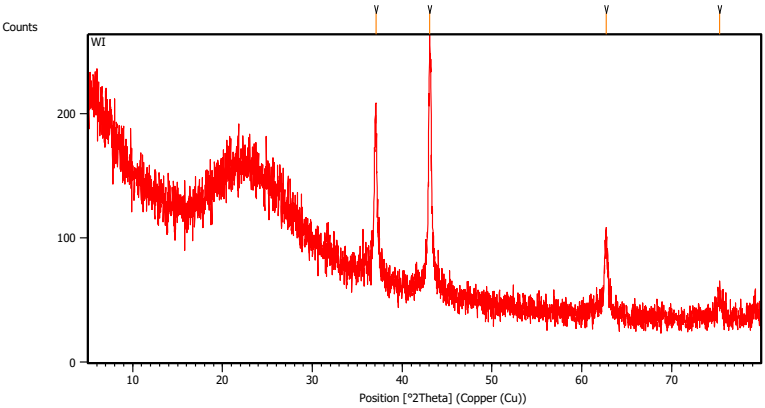
1. Al-MCM-41



Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
23.2902	50.93	0.0900	3.81622	100.00

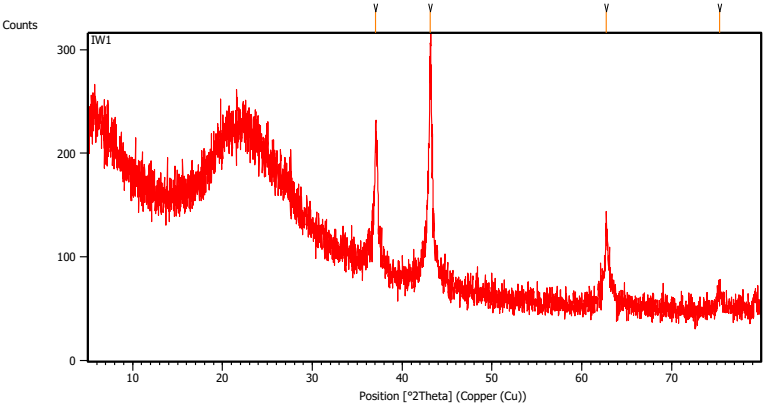
2. Ni/Al-MCM-41 (WI)



Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
37.0661	138.52	0.1506	2.42546	81.99
43.0305	168.95	0.2676	2.10208	100.00
62.6850	56.32	0.3346	1.48214	33.33
75.3503	16.72	0.5353	1.26138	9.90

3. Ni/Al-MCM-41 (IWI)



Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
37.0558	132.20	0.1004	2.42611	63.63
43.1240	207.77	0.2007	2.09774	100.00
62.7030	74.12	0.1673	1.48175	35.68
75.3337	13.40	0.5353	1.26162	6.45

LAMPIRAN D
PERHITUNGAN UKURAN PARTIKEL NiO

1 Ni/Al-MCM-41 (WI)

2θ = 37,0661°
θ = 18,53305°
B = 0,002628°
k = 0,9
λ = 0,154

$$d = \frac{k\,\lambda}{B\cos\theta}$$

$$= \frac{0{,}9 \times 0{,}154}{0{,}002628 \times \cos 18{,}53305}$$

= 55,5 nm

2 Ni/Al-MCM-41 (IWI)

2θ = 37,0558°
θ = 18,5279°
B = 0,001752°
k = 0,9
λ = 0,154

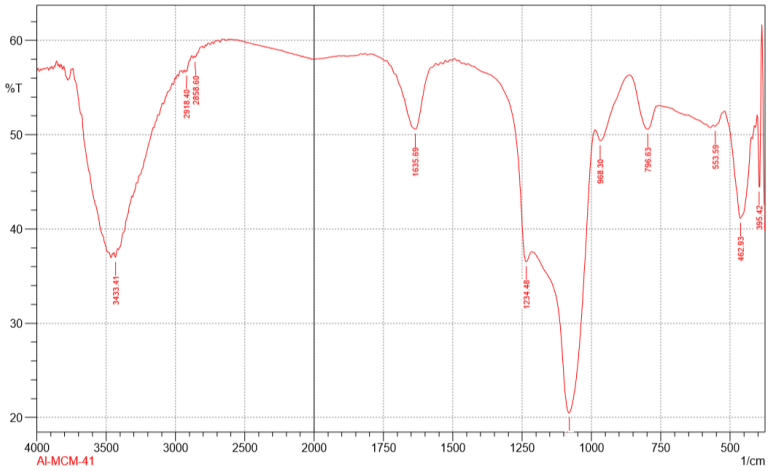
$$d = \frac{k\,\lambda}{B\cos\theta}$$

$$= \frac{0{,}9 \times 0{,}154}{0{,}001751 \times \cos 18{,}5279}$$

= 83,37142 nm

LAMPIRAN E
DATA DAN GRAFIK HASIL ANALISIS FTIR

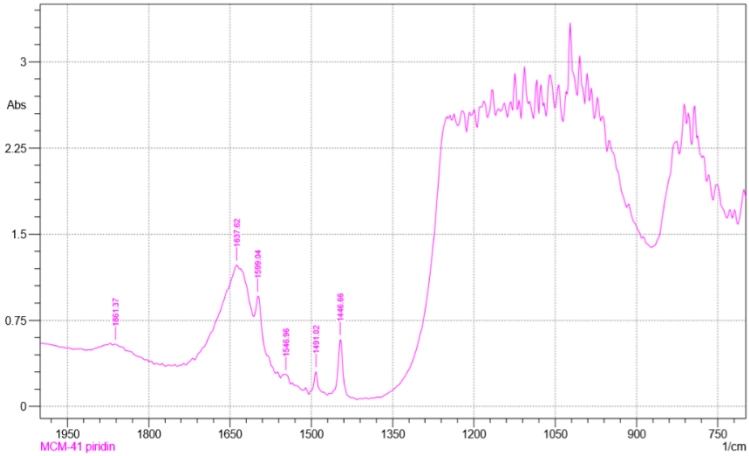
1. Al-MCM-41



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	395.42	44.473	11.031	401.21	385.78	4.555	0.805
2	462.93	41.137	9.694	518.87	424.35	31.999	4.393
3	553.59	50.879	0.413	561.3	520.8	11.657	0.068
4	796.63	50.611	3.755	862.21	754.19	29.941	1.627
5	968.3	49.36	2.037	987.59	862.21	34.925	0.694
6	1080.17	20.505	24.692	1213.27	987.59	111.924	30.597
7	1234.48	36.518	2.746	1442.8	1215.19	66.236	0.576
8	1635.69	50.603	6.811	1739.85	1575.89	43.441	4.048
9	2858.6	58.222	0.227	2864.39	2816.16	11.153	0.037
10	2918.4	56.787	0.092	2920.32	2881.75	9.228	-0.022
11	3433.41	36.979	0.669	3443.05	3417.98	10.716	0.091

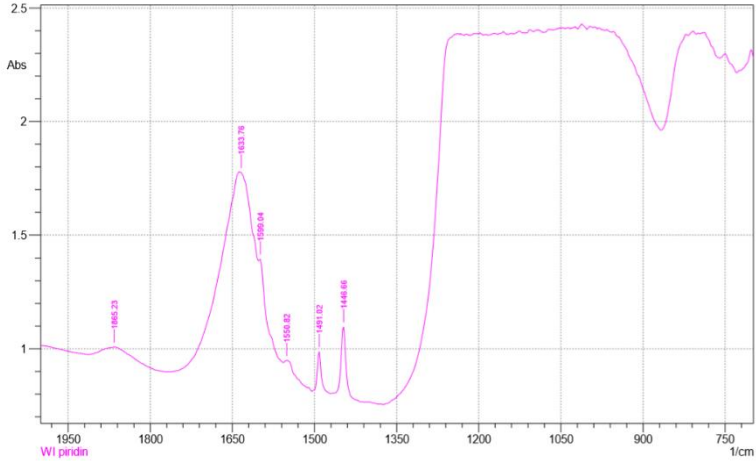
LAMPIRAN F
DATA DAN GRAFIK HASIL ANALISIS PIRIDIN-FTIR

1. Al-MCM-41



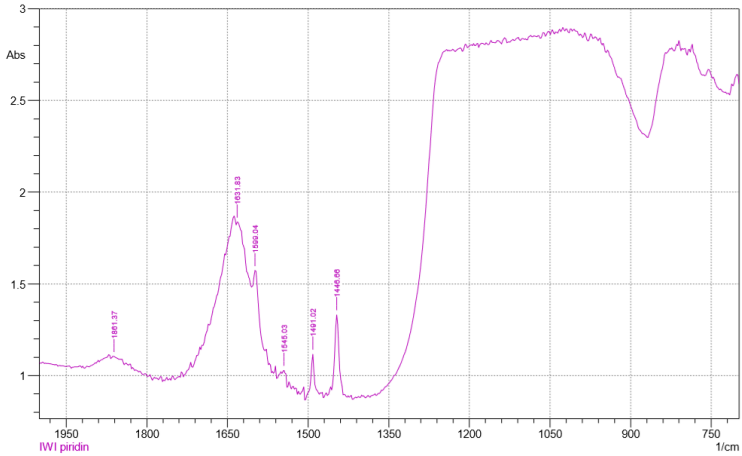
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1446.66	0.5828	0.4843	1462.09	1425.44	8.48	5.0221
2	1491.02	0.3038	0.1906	1504.53	1477.52	4.7031	1.6457
3	1546.96	0.277	0.015	1548.89	1537.32	2.8627	0.1515
4	1599.04	0.9606	0.2484	1604.83	1566.25	22.0185	2.3285
5	1637.62	1.2314	0.5562	1714.77	1606.76	92.2419	27.7069
6	1861.37	0.5411	0.0149	1865.23	1842.08	12.0962	0.2972

2. Ni/Al-MCM-41 (WI)



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1446.66	1.0968	0.3047	1464.02	1406.15	48.4636	3.1659
2	1491.02	0.9872	0.1791	1504.53	1471.74	28.0149	1.5513
3	1550.82	0.9487	0.0252	1556.61	1514.17	37.6799	0.3664
4	1599.04	1.3946	0.0465	1602.9	1558.54	48.8109	0.2432
5	1633.76	1.7766	0.4807	1768.78	1602.9	210.3268	24.0416
6	1865.23	1.0068	0.0583	1913.45	1770.71	137.0377	3.5307

3. Ni/Al-MCM-41 (IWI)



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1446.66	1.3322	0.4228	1456.3	1435.09	23.1095	3.8383
2	1491.02	1.1173	0.2242	1504.53	1481.38	22.2484	1.6111
3	1545.03	1.0298	0.0492	1548.89	1539.25	9.6647	0.3514
4	1599.04	1.5731	0.1445	1602.9	1581.68	28.7131	1.2447
5	1631.83	1.8369	0.0379	1633.76	1604.83	48.1777	0.8357
6	1861.37	1.105	0.0128	1867.16	1851.72	16.9468	0.1031

LAMPIRAN G
PERHITUNGAN KEASAMAN KATALIS

Jumlah sisi asam (mmol/g) = $\frac{B \times L}{k \times m} \times 10^{-3}$

(k) Koefisien asam Lewis = 1,42 cm/mmol
Koefisien asam Brønsted = 1,88 cm/mmol
B = luas puncak Brønsted atau Lewis (cm^{-1})
L = luas pelet (cm^2)
m = massa sampel (g)

1. **Al-MCM-41**

Jumlah sisi asam Lewis $= \frac{3,51574 \times 0,785}{1,42 \times 0,0126} \times 10^{-3}$
= 0,154251 mmol/g

Jumlah sisi asam Brønsted $= \frac{1,26322 \times 0,785}{1,88 \times 0,0126} \times 10^{-3}$
= 0,041862 mmol/g

2. **Ni/Al-MCM-41 (IWI)**

Jumlah sisi asam Lewis $= \frac{3,83841 \times 0,785}{1,42 \times 0,0126} \times 10^{-3}$
= 0,168408 mmol/g

Jumlah sisi asam Brønsted $= \frac{0,86572 \times 0,785}{1,88 \times 0,0126} \times 10^{-3}$
= 0,0028689 mmol/g

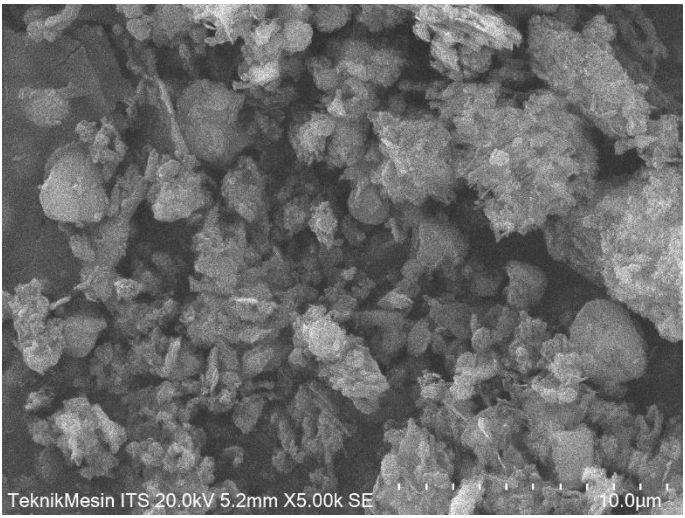
3. **Ni/Al-MCM-41 (WI)**

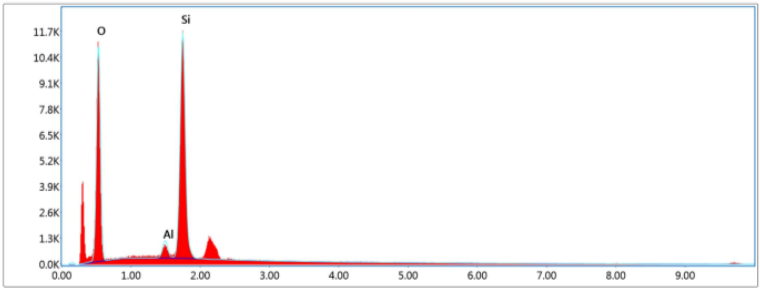
Jumlah sisi asam Lewis $= \frac{34,46468 \times 0,785}{1,42 \times 0,0126} \times 10^{-3}$
= 0,195885 mmol/g

Jumlah sisi asam Brønsted $= \frac{0,94549 \times 0,785}{1,88 \times 0,0126} \times 10^{-3}$
= 0,031333 mmol/g

LAMPIRAN H
DATA DAN GRAFIK HASIL ANALISIS SEM-EDX

1. Al-MCM-41

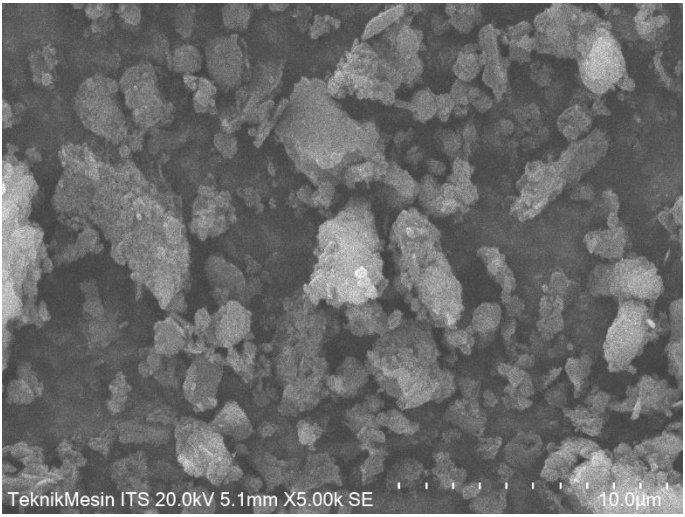


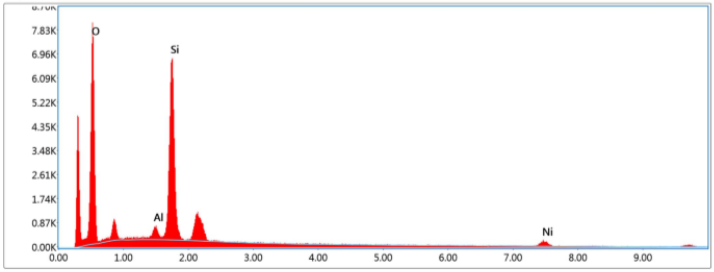


Smart Quant Results

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
O K	54.96	68.11	739.74	7.07	0.2615	1.0460	0.4549	1.0000
AlK	3.26	2.39	72.78	5.91	0.0238	0.9229	0.7843	1.0107
SiK	41.79	29.50	1001.62	3.20	0.3345	0.9419	0.8493	1.0007

2. Ni/Al-MCM-41 (WI)

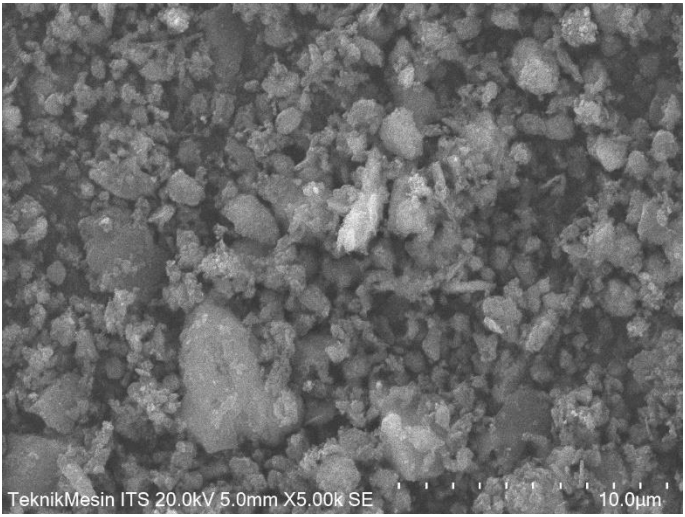


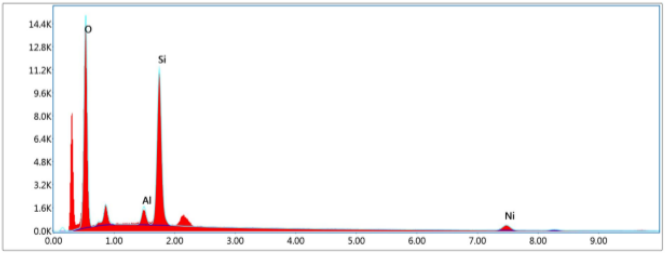


Smart Quant Results

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
O K	49.55	66.36	589.93	7.06	0.2451	1.0688	0.4629	1.0000
AlK	3.51	2.79	59.65	7.04	0.0229	0.9445	0.6885	1.0046
SiK	34.47	26.30	654.86	4.10	0.2570	0.9642	0.7726	1.0011
NiK	12.47	4.55	33.44	7.84	0.1050	0.8005	1.0057	1.0461

3. Ni/Al-MCM-41 (IWI)



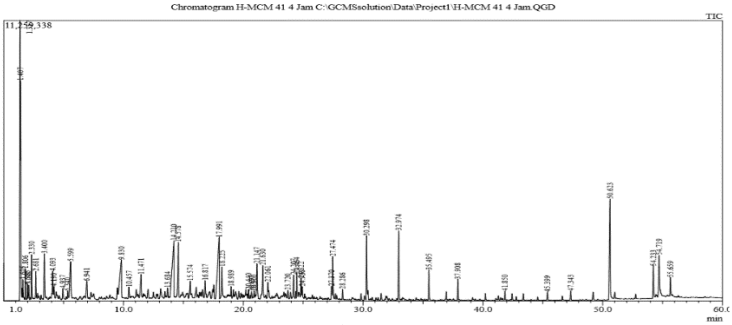


Smart Quant Results

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
O K	51.10	68.00	1050.00	6.79	0.2599	1.0680	0.4762	1.0000
AlK	3.95	3.11	111.03	6.34	0.0254	0.9439	0.6803	1.0043
SiK	31.85	24.14	1002.35	4.06	0.2345	0.9635	0.7631	1.0012
NiK	13.10	4.75	58.83	6.32	0.1101	0.7999	1.0060	1.0444

LAMPIRAN I
HASIL ANALISIS GC-MS

1. Al-MCM-41



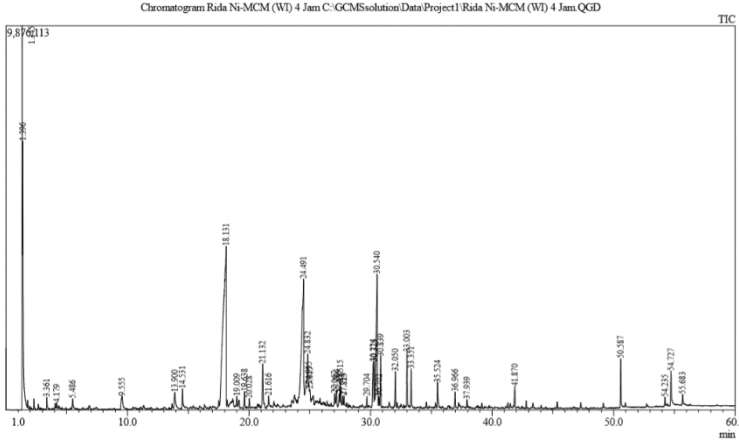
Peak Report TIC

Peak#	R.Time	I.Time	F.Time	Area	Area%	Height	Height%	A/H	Mark	Name
1	1.357	1.305	1.385	30730138	11.24	11233047	15.97	2.74		Hexane (CAS) n-Hexane
2	1.407	1.385	1.520	21777006	7.96	8797836	12.51	2.48	V	Cyclopentane, methyl- (CAS) Methylcyc
3	1.605	1.580	1.665	1501446	0.55	750269	1.07	2.00	V	Cyclotrisiloxane, hexamethyl- (CAS) 1,1
4	1.806	1.770	1.865	2471189	0.90	1228394	1.75	2.01		Nonane (CAS) n-Nonane
5	1.983	1.945	2.030	1222806	0.45	595934	0.85	2.05		1-Nonene (CAS) n-Non-1-ene
6	2.098	2.030	2.170	1651316	0.60	571642	0.81	2.89	V	Cyclotetrasiloxane, octamethyl- (CAS) 1
7	2.330	2.280	2.415	4658408	1.70	1780194	2.53	2.62		Decane (CAS) n-Decane
8	2.681	2.635	2.750	2596486	0.95	1037820	1.48	2.50		1-Decene (CAS) Dec-1-ene
9	3.400	3.325	3.490	6671321	2.44	1797389	2.56	3.71		Undecane (CAS) n-Undecane
10	4.093	4.035	4.150	2712245	0.99	913149	1.30	2.97		1-Dodecene (CAS) Adacene 12
11	4.190	4.160	4.285	893735	0.33	339713	0.48	2.63	MI	Hexane, 1-bromo- (CAS) 1-Bromohexan
12	4.937	4.890	5.015	1317715	0.48	386861	0.55	3.41		Benzene, 1,2-dimethyl- (CAS) o-Xylene
13	5.340	5.300	5.465	1230932	0.45	299509	0.43	4.11		2H-1,4-Benzodiazepin-2-one, 7-chloro-1
14	5.599	5.465	5.685	9391506	3.43	1439443	2.05	6.52	V	Dodecane (CAS) n-Dodecane
15	6.941	6.855	7.035	3199231	1.17	637560	0.91	5.02		1-Dodecene (CAS) Adacene 12
16	9.830	9.760	9.855	3339314	1.22	1141965	1.62	2.92		Tridecane (CAS) n-Tridecane
17	10.457	10.400	10.530	1622773	0.59	415787	0.59	3.90		Benzene, 1-methyl-2-propyl- (CAS) 2-Pr
18	11.471	11.380	11.545	3587671	1.31	778553	1.11	4.61		1-Tridecene (CAS) n-Tridec-1-ene
19	13.684	13.635	13.755	1185039	0.43	333571	0.47	3.55		Benzene, pentyl- (CAS) Pentylbenzene
20	14.210	13.910	14.255	21774406	7.96	2240147	3.18	9.72		Tetradecane (CAS) n-Tetradecane
21	14.578	14.455	14.655	9585770	3.51	2184378	3.11	4.39		Benzene, (1,2-dimethylpropyl)- (CAS) 2-
22	15.574	15.510	15.615	1582140	0.58	508109	0.72	3.11		1-Dodecanol (CAS) n-Dodecanol
23	16.817	16.740	16.895	2470257	0.90	603347	0.86	4.09		Benzene, (1,1,2-trimethylpropyl)- (CAS)
24	17.991	17.690	18.035	24378328	8.91	2463228	3.50	9.90		Pentadecane (CAS) n-Pentadecane
25	18.225	18.115	18.335	4781299	1.75	1177795	1.67	4.06		Benzene, (1,3-dimethylbutyl)- (CAS) 2-3
26	18.989	18.925	19.065	1399679	0.51	422418	0.60	3.31		Benzene, (1-methylnonadecyl)- (CAS) E
27	20.440	20.375	20.515	1197769	0.44	352744	0.50	3.40		2-Undecanone (CAS) 2-Hendecanone

Peak#	R.Time	I.Time	F.Time	Area	Area%	Height	Height%	A/H	Mark	Name
28	20.697	20.515	20.775	1787051	0.65	293219	0.42	6.09		Benzene, 1-methyl-3-hexyl-
29	20.900	20.775	20.955	1418936	0.52	301670	0.43	4.70	V	1-Methyl-2-N-hexylbenzene
30	21.147	20.955	21.285	7238474	2.65	1402204	1.99	5.16	V	Benzene, heptyl- (CAS) 1-Phenylheptane
31	21.630	21.505	21.755	4939910	1.81	1209705	1.72	4.08		1-Methyl-2-N-hexylbenzene
32	22.061	21.955	22.105	2506267	0.92	618098	0.88	4.05		Benzene, (1-methylheptyl)- (CAS) 2-Phe
33	23.720	23.655	23.815	1282113	0.47	322422	0.46	3.98		.DELTA.,DELTA.-TETRADEUTERO-1
34	24.207	24.025	24.305	4204735	1.54	929467	1.32	4.52		Heptadecane (CAS) n-Heptadecane
35	24.464	24.425	24.565	3262026	1.19	986595	1.40	3.31		Pentanoic acid (CAS) Valeric acid
36	24.822	24.745	24.875	2637202	0.96	749064	1.06	3.52		Benzene, (1-methylheptyl)- (CAS) 2-Phe
37	24.926	24.875	24.985	1305338	0.48	428540	0.61	3.05	V	2,2-DIMETHYL-5-PHENYL-3-HEXON
38	27.370	27.305	27.435	2084806	0.76	513943	0.73	4.06		Naphthalene, 2-methyl- (CAS) 2-Methyl
39	27.474	27.435	27.605	5423121	1.98	1723545	2.45	3.15	V	Hexanoic acid (CAS) n-Hexanoic acid
40	28.286	28.225	28.395	1532449	0.56	424504	0.60	3.61		Naphthalene, 1-methyl- (CAS) 1-Methyl
41	30.298	30.225	30.375	8755708	3.20	2547677	3.62	3.44		Heptanoic acid (CAS) Heptoic acid
42	32.974	32.895	33.085	9071861	3.32	2728916	3.88	3.32		Octanoic acid (CAS) Caprylic acid
43	35.495	35.425	35.625	3896366	1.42	1222780	1.74	3.19		Nonanoic acid (CAS) Nonoic acid
44	37.908	37.835	37.995	2621525	0.96	829830	1.18	3.16		Decanoic acid (CAS) Capric acid
45	41.850	41.775	41.935	1216517	0.44	360107	0.51	3.38		9-Octadecenoic acid, methyl ester (CAS)
46	45.399	45.305	45.495	1261835	0.46	321744	0.46	3.92		TETRACONTANE
47	47.343	47.245	47.425	1339910	0.49	364883	0.52	3.67		TETRACONTANE
48	50.623	50.485	50.745	20034542	7.33	3969228	5.64	5.05		Hexadecanoic acid (CAS) Palmitic acid
49	54.233	54.145	54.345	4686824	1.71	1285786	1.83	3.65		Octadecanoic acid (CAS) Stearic acid
50	54.719	54.595	54.945	9095714	3.33	1645806	2.34	5.53		OCTADEC-9-ENOIC ACID
51	55.659	55.575	55.765	2921872	1.07	733891	1.04	3.98		9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z)- (CAS)
				273455027	100.00	70344426	100.00			

2. Ni/Al-MCM041 (WI)

Chromatogram Rida Ni-MCM (WI) 4 Jam C:\GCMSsolution\Data\Project1\Rida Ni-MCM (WI) 4 Jam.QGD

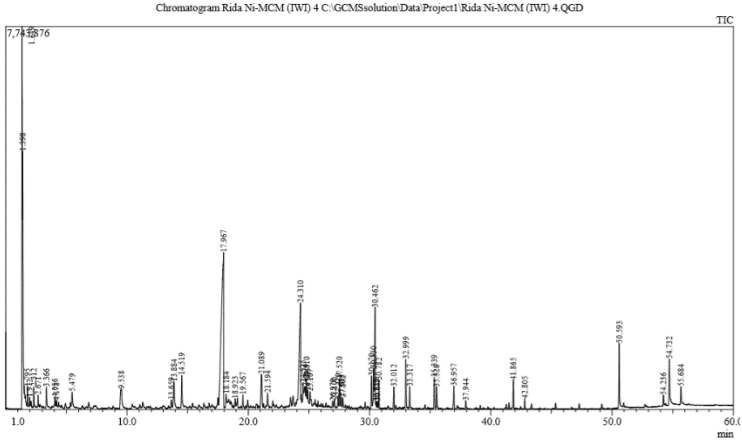


Peak Report TIC

Peak#	R.Time	I.Time	F.Time	Area	Area%	Height	Height%	A/H	Mark	Name
1	1.345	1.305	1.380	23739486	9.45	9829173	20.83	2.42		Hexane (CAS) n-Hexane
2	1.396	1.380	1.585	18004299	7.17	6820316	14.46	2.64	SV	Cyclopentane, methyl- (CAS) Methylcyc
3	3.361	3.320	3.440	872889	0.35	298889	0.63	2.92		Undecane (CAS) n-Undecane
4	4.179	4.145	4.280	390984	0.16	137573	0.29	2.84	MI	Hexane, 1-bromo- (CAS) 1-Bromohexan
5	5.486	5.425	5.585	1030460	0.41	236239	0.50	4.36		Dodecane (CAS) n-Dodecane
6	9.555	9.440	9.680	2218198	0.88	292704	0.62	7.58		Tridecane (CAS) n-Tridecane
7	13.900	13.810	14.020	2275521	0.91	354285	0.75	6.42	V	Tetradecane (CAS) n-Tetradecane
8	14.531	14.465	14.625	1817512	0.72	476870	1.01	3.81		Benzene, (1,2-dimethylpropyl)- (CAS) 2-
9	18.131	17.580	18.155	70984397	28.27	4123325	8.74	17.22	V	Pentadecane (CAS) n-Pentadecane
10	19.009	18.935	19.065	937453	0.37	254707	0.54	3.68		1-Pentadecene (CAS) Pentadec-1-ene
11	19.638	19.550	19.700	1478597	0.59	410758	0.87	3.60		1-Pentadecene (CAS) Pentadec-1-ene
12	20.028	19.960	20.100	810875	0.32	245082	0.52	3.31		1-Pentadecene (CAS) Pentadec-1-ene
13	21.132	21.035	21.225	4746295	1.89	1069975	2.27	4.44		1H-Cycloprop[e]azulene, 1a,2,3,5,6,7,7a
14	21.616	21.550	21.700	945444	0.38	245123	0.52	3.86		1-Methyl-2-N-hexylbenzene
15	24.491	24.115	24.585	34307715	13.66	3084748	6.54	11.12		Hexadecane (CAS) n-Hexadecane
16	24.832	24.585	24.895	9917432	3.95	1191008	2.52	8.33	V	HEXAN, 2-PHENYL-3-PROPYL-
17	24.935	24.895	24.985	1893234	0.75	438254	0.93	4.32	V	Benzene, (1-methylnonyl)- (CAS) (2-Des
18	25.015	24.985	25.105	1163465	0.46	299751	0.64	3.88	V	Heptadec-8-ene
19	27.067	26.965	27.135	1328742	0.53	304941	0.65	4.36		Tetratetracontane (CAS) n-Tetratetracont
20	27.204	27.135	27.295	1431204	0.57	373594	0.79	3.83	V	Cyclohexane, undecyl- (CAS) Undecylcy
21	27.436	27.345	27.475	1080037	0.43	301089	0.64	3.59		Benzene, nonyl- (CAS) Nonylbenzene
22	27.515	27.475	27.645	2214122	0.88	595165	1.26	3.72	V	Hexanoic acid (CAS) n-Hexanoic acid
23	27.714	27.645	27.775	1082851	0.43	272423	0.58	3.97	V	Benzene, (1-methylnonyl)- (CAS) (2-Des
24	27.825	27.775	27.915	1085531	0.43	274656	0.58	3.95	V	1-Methyl-2-N-hexylbenzene
25	29.704	29.635	29.765	914487	0.36	287723	0.61	3.18		Nonadecane (CAS) n-Nonadecane
26	30.224	30.095	30.285	6150076	2.45	1175114	2.49	5.23		Benzene, (1-methyldecyl)- (CAS) 2-PHE
27	30.325	30.285	30.385	3793087	1.51	1179170	2.50	3.22	V	Heptanoic acid (CAS) Heptoic acid
28	30.540	30.385	30.635	19816609	7.89	3317606	7.03	5.97	V	Benzene, (1-methyldecyl)- (CAS) 2-PHE
29	30.702	30.635	30.755	1161962	0.46	280671	0.59	4.14	V	5,9,9-Trimethylspiro[3.6]deca-5,7-dien-1
30	30.839	30.755	30.915	4651293	1.85	1310797	2.78	3.55	V	Benzene, (1-methyldecyl)- (CAS) 2-PHE
31	32.050	31.935	32.125	3259990	1.30	900268	1.91	3.62		Benzene, 1,1'-(1,1,3,3-tetramethyl-1,3-pr
32	33.003	32.905	33.115	5405639	2.15	1435439	3.04	3.77		Octanoic acid (CAS) Caprylic acid
33	33.351	33.265	33.475	3450229	1.37	964172	2.04	3.58		Benzene, (1-methyldecyl)- (CAS) 2-PHE
34	35.524	35.455	35.685	2443464	0.97	655149	1.39	3.73		Nonanoic acid (CAS) Nonoic acid
35	36.966	36.845	37.065	1594295	0.63	410777	0.87	3.88		Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS) M
36	37.939	37.855	38.005	648276	0.26	203351	0.43	3.19		Decanoic acid (CAS) Capric acid
37	41.870	41.795	41.945	1782526	0.71	528239	1.12	3.37		9-Octadecenoic acid, methyl ester (CAS)
38	50.587	50.495	50.745	4381403	1.74	1232992	2.61	3.55		Hexadecanoic acid (CAS) Palmitic acid
39	54.235	54.145	54.345	836534	0.33	226565	0.48	3.69		Octadecanoic acid (CAS) Stearic acid
40	54.727	54.625	54.935	3899204	1.55	873058	1.85	4.47		OCTADEC-9-ENOIC ACID
41	55.683	55.605	55.805	1183501	0.47	266776	0.57	4.44		9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z)- (CAS)
				251129318	100.00	47178515	100.00			

3. Ni/Al-MCM-41 (IWI)

Chromatogram Rida Ni-MCM (IWI) 4 C:\GCMSsolution\Data\Project1\Rida Ni-MCM (IWI) 4.QGD



Peak#	R.Time	I.Time	F.Time	Area	Area%	Height	Height%	A/H	Mark	Name
28	27.100	27.035	27.215	670574	0.39	161689	0.43	4.15	V	Cyclohexane, undecyl- (CAS) Undecylcy
29	27.410	27.225	27.475	968449	0.57	229742	0.61	4.22		Benzene, nonyl- (CAS) Nonylbenzene
30	27.520	27.475	27.615	2019817	1.18	560326	1.48	3.60	V	Hexanoic acid (CAS) n-Hexanoic acid
31	27.683	27.615	27.745	821257	0.48	218346	0.58	3.76	V	Benzene, (1-methylnonyl)- (CAS) (2-De
32	27.802	27.745	27.895	606639	0.36	187581	0.49	3.23	V	HEXAN, 2-PHENYL-3-PROPYL-
33	30.170	30.065	30.235	2604896	1.53	645262	1.70	4.04		Benzene, (1-methyldecyl)- (CAS) 2-PHE
34	30.330	30.235	30.375	3038731	1.78	791412	2.09	3.84	V	Heptanoic acid (CAS) Heptoic acid
35	30.462	30.375	30.505	8315320	4.87	2048947	5.40	4.06	V	Benzene, (1-methyldecyl)- (CAS) 2-PHE
36	30.535	30.505	30.595	457039	0.27	141857	0.37	3.22	V	Benzaldehyde, 4-(1-methylethyl)- (CAS)
37	30.649	30.595	30.705	567239	0.33	150185	0.40	3.78	V	Benzene, (1-methylnonyl)- (CAS) (2-De
38	30.782	30.705	30.885	1863969	1.09	572535	1.51	3.26	V	Benzene, (1-methyldecyl)- (CAS) 2-PHE
39	32.012	31.915	32.105	1578163	0.92	433595	1.14	3.64		Benzene, 1,1'-(1,1,3,3-tetramethyl-1,3-pr
40	32.999	32.895	33.125	3186291	1.87	973252	2.56	3.27		Octanoic acid (CAS) Caprylic acid
41	33.317	33.125	33.425	1337837	0.78	421386	1.11	3.17	V	Benzene, (1-methyldecyl)- (CAS) 2-PHE
42	35.339	35.235	35.455	2716554	1.59	631366	1.66	4.30		Phenol, 2-methoxy-3-(2-propenyl)- (CAS
43	35.528	35.455	35.665	1506843	0.88	430168	1.13	3.50	V	Nonanoic acid (CAS) Nonoic acid
44	36.957	36.835	37.055	1593236	0.93	448037	1.18	3.56		Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS) M
45	37.944	37.865	38.015	515098	0.30	158556	0.42	3.25		Decanoic acid (CAS) Capric acid
46	41.865	41.785	41.965	1873422	1.10	560779	1.48	3.34		9-Octadecenoic acid, methyl ester (CAS)
47	42.805	42.725	42.875	672794	0.39	211925	0.56	3.17		9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z)-, methy
48	50.593	50.475	50.765	4591953	2.69	1297356	3.42	3.54		Hexadecanoic acid (CAS) Palmitic acid
49	54.236	54.145	54.355	828230	0.49	217038	0.57	3.82		Octadecanoic acid (CAS) Stearic acid
50	54.732	54.625	54.945	4140615	2.43	914506	2.41	4.53		OCTADEC-9-ENOIC ACID
51	55.684	55.595	55.805	1437715	0.84	349967	0.92	4.11		9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z)- (CAS)
				170700919	100.00	37946836	100.00			

Peak Report TIC

Peak#	R.Time	I.Time	F.Time	Area	Area%	Height	Height%	A/H	Mark	Name
1	1.349	1.305	1.385	20662764	12.10	7728503	20.37	2.67		Hexane (CAS) n-Hexane
2	1.398	1.385	1.870	15821775	9.27	5200207	13.70	3.04	SV	Cyclopentane, methyl- (CAS) Methylcyc
3	1.795	1.735	1.860	888679	0.52	384888	1.01	2.31	T	Nonane (CAS) n-Nonane
4	1.972	1.940	2.030	472411	0.28	189242	0.50	2.50		1-Nonene (CAS) n-Non-1-ene
5	2.312	2.280	2.410	1266047	0.74	415888	1.10	3.04		Decane (CAS) n-Decane
6	2.671	2.625	2.740	685955	0.40	229708	0.61	2.99		1-Decene (CAS) Dec-1-ene
7	3.366	3.310	3.455	1433478	0.84	409644	1.08	3.50		Undecane (CAS) n-Undecane
8	4.056	4.005	4.125	578848	0.34	177960	0.47	3.25		1-Dodecene (CAS) Adacene 12
9	4.178	4.140	4.265	278385	0.16	92842	0.24	3.00	MI	Hexane, 1-bromo- (CAS) 1-Bromohexan
10	5.479	5.420	5.590	1429517	0.84	298363	0.79	4.79	V	Dodecane (CAS) n-Dodecane
11	9.538	9.405	9.645	2856959	1.67	349940	0.92	8.16		Tridecane (CAS) n-Tridecane
12	13.659	13.605	13.740	593799	0.35	154182	0.41	3.85		Benzene, pentyl- (CAS) Pentylbenzene
13	13.884	13.750	14.030	3263090	1.91	511806	1.35	6.38		Tetradecane (CAS) n-Tetradecane
14	14.519	14.435	14.625	2690732	1.58	630324	1.66	4.27		Benzene, (1,2-dimethylpropyl)- (CAS) 2-
15	17.967	17.560	18.010	40338351	23.63	3135366	8.26	12.87	V	Pentadecane (CAS) n-Pentadecane
16	18.184	18.110	18.260	821327	0.48	220195	0.58	3.73		Benzene, (1,3-dimethylbutyl)- (CAS) 2-M
17	18.923	18.860	19.005	592426	0.35	155339	0.41	3.81		3-Hexadecene, (Z)- (CAS)
18	19.567	19.500	19.625	770815	0.45	248356	0.65	3.10		1-Pentadecene (CAS) Pentadec-1-ene
19	21.089	20.975	21.195	3874284	2.27	664150	1.75	5.83		1H-Cycloprop[e]azulene, 1a,2,3,5,6,7,7a
20	21.594	21.520	21.725	1155740	0.68	277504	0.73	4.16		1-Methyl-2-N-hexylbenzene
21	24.310	24.075	24.415	14128511	8.28	1915634	5.05	7.38		Heptadecane (CAS) n-Heptadecane
22	24.525	24.455	24.595	1595815	0.93	382275	1.01	4.17		Pentanoic acid (CAS) Valeric acid
23	24.674	24.595	24.755	2199089	1.29	319429	0.84	6.88	V	1-Heptadecene (CAS) Hexahydroaplotax
24	24.810	24.755	24.855	1701916	1.00	464585	1.22	3.66	V	Benzene, (1-methylheptyl)- (CAS) 2-Phe
25	24.905	24.855	25.035	1023271	0.60	251270	0.66	4.07	V	2,2-DIMETHYL-5-PHENYL-3-HEXON
26	25.107	25.035	25.165	1097385	0.64	253061	0.67	4.34		Benzene, 1-(1,5-dimethyl-4-hexenyl)-4-m
27	26.979	26.885	27.035	566869	0.33	130362	0.34	4.35		Tritetracontane (CAS) N-TRIATETRAC

Halaman ini sengaja dikosongkan

BIODATA PENULIS

Penulis mempunyai nama lengkap Rida Khrismawati dilahirkan di Pasuruan, 2 Januari 1999, merupakan anak kedua dari dua bersaudara. Penulis telah menempuh Pendidikan formal di SDN Jogosari 1 Pandaan (2005-2011), SMPN 1 Pandaan (2011-2014) dan SMAN 1 Pandaan (2014-2017). Pada tahun 2017 penulis melanjutkan pendidikan sarjana (S1) di Kimia FSAD-ITS dengan NRP 01211740000066 melalui jalur SBMPTN. Selama masa perkuliahan penulis aktif dalam bidang manajerial organisasi, kepanitiaan, dan kepemanduan ITS. Penulis aktif menjadi pengurus dalam Himpunan Mahasiswa Kimia ITS, menjadi koordinator dan konseptor dalam kegiatan Chemistry Week dan aktif dalam kegiatan pelatihan LKMM sebagai pemandu. Penulis juga aktif sebagai Asisten Praktikum di Departemen Kimia ITS. Pada akhir perkuliahan penulis tergabung dalam kelompok penelitian di Laboratorium Kimia Material dan Energi dibawah bimbingan Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc. dan saat ini telah berhasil menyelesaikan penelitian ini.

Email: ridakharisma99@gmail.com