

**HIDROGENASI 2-ETIL HEKSENAL BERKATALIS NIKEL:  
PENGARUH PENAMBAHAN LOGAM Cu DAN K TERHADAP  
AKTIVITAS KATALIS DENGAN STUDI STATISTIK**

**TESIS**

**Karya tulis sebagai salah satu syarat  
untuk memperoleh gelar Magister dari  
Institut Teknologi Bandung**

**Oleh:**

**RIZKI ADITYA S.P**

**NIM: 23015005**

**(Program Studi Magister Teknik Kimia)**



**INSTITUT TEKNOLOGI BANDUNG  
Februari 2018**

## ABSTRAK

### **HIDROGENASI 2-ETIL HEKSENAL BERKATALIS NIKEL: PENGARUH PENAMBAHAN LOGAM Cu DAN K TERHADAP AKTIVITAS KATALIS DENGAN STUDI STATISTIK**

Oleh:

**Rizki Aditya S.P**

**NIM: 23015005**

**(Program Studi Magister Teknik Kimia)**

2-Etil Heksanol adalah salah satu bahan baku untuk pembuatan Dioctilphtalat (DOP) dan 1,2,4-Trioclttrimelitat (TOTM), yang biasa digunakan untuk membuat *Plasticizer* pada industri *Polyvinyl Chloride* (PVC). Proses produksi 2-Etil Heksanol secara komersial saat ini menggunakan proses Oxo dengan bahan baku propilen dan gas sintesis (*syngas*) melalui pembentukan 2-Etil Heksanal sebagai senyawa antara. 2-Etil Heksanal kemudian dihidrogenasi menjadi 2-Etil Heksanol. Katalis komersial yang digunakan untuk proses hidrogenasi ini pada umumnya berbasis logam Nikel (Ni) karena logam tersebut dapat melangsungkan reaksi hidrogenasi secara selektif terhadap produksi 2-Etil Heksanol. Untuk memenuhi kebutuhan katalis ini, Indonesia masih harus mengimpor dari luar negeri. Hal inilah yang mendorong pengembangan katalis untuk proses hidrogenasi 2-Etil Heksanal di Indonesia.

Penelitian ini bertujuan untuk membuat katalis proses hidrogenasi 2-Etil Heksanal menjadi 2-Etil Heksanol berbasis logam Nikel dengan penambahan logam Cu dan K yang diimbangkan ke dalam penyangga alumina fosfat (AlP3) untuk memperbaiki aktivitas katalis (konversi, selektivitas). Variasi yang digunakan dalam sintesis katalis meliputi variasi komposisi logam Ni (10% dan 20%), logam Cu (5% dan 10%), dan logam K (0,1% dan 0,5%). Katalis disintesis dengan menggunakan metode impregnasi kering. Dari uji aktivitas kemudian dilakukan studi statistik mengenai pengaruh penambahan logam Cu dan K sebagai promotor katalis hidrogenasi.

Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa pengaruh logam Cu dan K sangat signifikan terhadap aktivitas katalis hidrogenasi terutama dalam peningkatan selektivitas ke arah produk 2-Etil Heksanol. Dari studi statistik, didapatkan komposisi terbaik untuk katalis hidrogenasi berbasis Ni dengan promotor Cu dan K ini adalah Ni 20%, Cu 2,97%, dan K 0,9% untuk mendapatkan aktivitas katalis paling baik yaitu konversi 99,99% dan selektivitas 99,77%.

**Kata kunci:** 2-etilheksanol, hidrogenasi, katalis berbasis nikel, konversi, selektivitas, studi statistik

## ABSTRACT

### HYDROGENATION OF 2-ETHYL HEXENAL USING NICKEL BASED CATALYSTS: EFFECT OF Cu AND K METAL LOADING TO CATALYST ACTIVITY WITH STATISTIC STUDY

By:

**Rizki Aditya S.P**

**23015005**

**(Chemical Engineering Master Programme)**

2-Ethyl Hexanol is one of the main ingredients that used as raw materials for Dioctyl phthalate (DOP) and 1,2,4-Trioctyltrimelitate (TOTM) which also used for the plasticizer manufacturing on industrial Polyvynyl Chloride. The production processes of 2-Ethyl Hexanol are commercially produced by the Oxo process with propylene and syngas as raw material through the formation of 2-Ethyl Hexanal as an intermediate. 2-Ethyl Hexanal then hydrogenated to 2-Ethyl Hexanol. The commercial catalyst that used for the hydrogenation process is usually nickel (Ni) based. To meet the needs of those catalyst, Indonesia still has to import from other country. This is the reason that encourage the development of the nickel-based catalyst used for hydrogenation process of 2-Ethyl Hexenal in Indonesia.

This research aims to synthesize the catalyst for the hydrogenation of 2-Ethyl Hexenal to produce 2-Ethyl Hexanol with nickel based and also with the loading of Cu and K metal which embedded to phosphate alumina (AlP3) support to create the catalyst with good activity (conversion, selectivity). The variation has been done in this research covers the metal loading composition for Ni (10% and 20%), Cu (5% and 10%), and K (0.1% and 0.5%). The synthesis of catalysts has been done with dry impregnation method. Then, we will analyze the effect of Cu and K metal loading as catalyst promoter to the catalyst activity with statistic study.

The results showed that the effect of Cu and K metal loading is very significant to the catalyst activity especially to the increase of reaction selectivity to 2-Ethyl Hexanol product. From the statistic study, we got the best composition for hydrogenation catalyst based from Ni with Cu dan K as promoter is Ni 20%, Cu 2.97%, and K 0.9% to achieve best result in activity which is conversion 99.99% and selectivity 99.77%.

**Keywords :** 2-Ethyl Hexanol, hydrogenation, nickel based catalyst, conversion, selectivity, statistic study



## PEDOMAN PENGGUNAAN TESIS

Tesis S2 yang tidak dipublikasikan terdaftar dan tersedia di Perpustakaan Institut Teknologi Bandung, dan terbuka untuk umum dengan ketentuan bahwa hak cipta ada pada pengarang dengan mengikuti aturan HaKI yang berlaku di Institut Teknologi Bandung. Referensi kepustakaan diperkenankan dicatat, tetapi pengutipan atau peringkasan hanya dapat dilakukan seizin pengarang dan harus disertai dengan kaidah ilmiah untuk menyebutkan sumbernya.

Sitasi hasil penelitian Tesis ini dapat ditulis dalam bahasa Indonesia sebagai berikut:

Aditya, R. (2018): *Hidrogenasi 2-Etil Heksenal berkatalis Nikel: Pengaruh penambahan logam Cu dan K terhadap aktivitas katalis dengan studi statistik*, Tesis Program Magister, Institut Teknologi Bandung.

dan dalam bahasa Inggris sebagai berikut:

Aditya, R. (2018): *Hydrogenation of 2-Ethyl Hexenal using Nickel based catalyst: Effect of Cu dan K metal loading to catalyst activity with statistic study*, Master's Program Thesis, Institut Teknologi Bandung.

Memperbanyak atau menerbitkan sebagian atau seluruh tesis haruslah seizin Dekan Sekolah Pascasarjana, Institut Teknologi Bandung.

*Dipersembahkan untuk Mami, (Alm) Bapak, dan Istriku*

## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis ucapkan atas karunia Allah SWT penulis dapat menyelesaikan penulisan tesis yang berjudul “*Hidrogenasi 2-Etil Heksenal Berkatalis Nikel: Pengaruh Penambahan logam Cu dan K terhadap aktivitas katalis dengan studi statistik*”. Tesis ini merupakan karya tulis sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Magister Teknik dari Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik Industri, Institut Teknologi Bandung.

Ucapan terimakasih penulis sampaikan kepada semua pihak yang telah membantu penyusunan proposal ini:

- Prof. Dr. Ir. Subagjo dan Dr. Ir. Melia Laniwati Gunawan sebagai dosen pembimbing yang telah banyak memberi masukan dan dukungan dalam proses penulisan tesis.
- Para Dosen Program Studi Teknik Kimia atas ilmu yang telah diberikan selama program magister ini.
- Orang tua dan keluarga yang selalu memberi doa dan dukungan.
- Rekan-rekan pascasarjana dan laboratorium teknik reaksi kimia yang selalu membantu dan berbagi ilmu pengetahuan untuk penyelesaian tesis.

Bandung, Februari 2018

Penulis

## DAFTAR ISI

ABSTRAK.....	i
ABSTRACT .....	ii
PEDOMAN PENGGUNAAN TESIS.....	iv
KATA PENGANTAR .....	vi
DAFTAR ISI.....	vii
DAFTAR LAMPIRAN .....	ix
DAFTAR TABEL .....	x
DAFTAR GAMBAR .....	xi
DAFTAR SINGKATAN DAN LAMBANG .....	xii
Bab I    Pendahuluan.....	1
I.1   Latar Belakang.....	1
I.2   Rumusan Masalah .....	2
I.3   Tujuan.....	4
I.4   Ruang Lingkup.....	4
Bab II   Tinjauan Pustaka .....	5
II.1   Produk 2-Etil Heksanol.....	5
II.1.1 Sifat-sifat Kimia dan Fisika 2-Etil Heksanol .....	6
II.1.2 Proses Produksi 2-Etil Heksanol.....	7
II.2   Reaksi Hidrogenasi 2-Etil Heksenal .....	12
II.3   Katalis Reaksi Hidrogenasi 2-Etil Heksenal .....	13
II.3.1 Fasa Aktif Katalis.....	13
II.3.2 Promotor Katalis .....	15
II.3.3 Penyangga Katalis.....	16
II.3.4 Sintesis Katalis.....	19
II.3   Karakterisasi Katalis Hidrogenasi 2-Etil Heksenal .....	21
II.4   Kinerja Katalis Hidrogenasi 2-Etil Heksenal.....	22
II.5   Penentuan Komposisi Katalis Hidrogenasi 2-Etil Heksenal.....	23
II.5.1 Desain Faktorial 2 <sup>k</sup> .....	23
II.5.2 Analisa Variansi (ANOVA) Desain Faktorial 2 <sup>k</sup> .....	28
Bab III  Metode Penelitian.....	30
III.1  Metodologi .....	30
III.2  Percobaan.....	31
III.2.1  Alat.....	31
III.2.2  Bahan .....	31
III.2.3  Prosedur .....	31
III.3  Variasi .....	34
III.4  Interpretasi Data .....	35
Bab IV  Hasil dan Pembahasan.....	37
IV.1  Sintesis Katalis Hidrogenasi NiCuK/AlP3 .....	37
IV.2  Karakterisasi Katalis .....	38
IV.3  Uji Aktivitas Katalitik: Proses Hidrogenasi 2-Etil Heksenal menjadi 2-Etil Heksanol .....	40



IV.3.1	Konversi Katalis Hidrogenasi NiCuK/AIP3.....	41
IV.3.2	Selektivitas Katalis Hidrogenasi NiCuK/AIP3.....	43
IV.3.3	Perolehan ( <i>Yield</i> ) Katalis NiCuK/AIP3 .....	44
IV.4	Analisa Variansi (ANOVA) pada Katalis Hidrogenasi.....	45
IV.4.1	ANOVA pada kinerja Konversi Katalis .....	45
IV.4.2	ANOVA pada kinerja Selektivitas Katalis .....	49
IV.4.3	ANOVA pada kinerja Perolehan ( <i>Yield</i> ) Katalis.....	52
IV.5	Penentuan Komposisi Katalis Hidrogenasi 2-Etil Heksenal dengan Metode Regresi.....	55
Bab V	Kesimpulan dan Saran.....	58
V.1	Kesimpulan .....	58
V.2	Saran.....	58
	DAFTAR PUSTAKA .....	59
	LAMPIRAN.....	61

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A	Perhitungan dan Massa Senyawa Penyusun Katalis.....	62
Lampiran B	Perhitungan Konversi dan Selektivitas Katalis.....	64
Lampiran C	Prosedur Operasi Alat Percobaan dan MSDS.....	65
Lampiran D	HAZOP Alat Percobaan .....	74
Lampiran E	Analisa Keselamatan Kerja ( <i>Job Safety Analysis</i> ) .....	75

## DAFTAR TABEL

Tabel II. 1	Data Impor 2-Etil Heksanol oleh Indonesia .....	6
Tabel II. 2	Gugus fungsi dan katalis hidrogenasi yang digunakan .....	14
Tabel II. 3	Karakteristik katalis variasi komposisi penyangga AAP .....	17
Tabel II. 4	Sifat fisik komposit AAP.....	18
Tabel II. 5	Matrix desain faktorial $2^3$ .....	24
Tabel II. 6	Tanda koefisien efek pada desain faktorial $2^3$ .....	27
Tabel II. 7	Tabel ANOVA pada desain faktorial $2^k$ .....	28
Tabel III. 1	Variasi katalis yang dibuat di penelitian .....	35
Tabel IV. 1	Komposisi katalis hidrogenasi hasil sintesis .....	37
Tabel IV. 2	Hasil Karakterisasi katalis NiCuK/AIP3 dengan metode BET .....	38
Tabel IV. 3	Konversi katalis pada kondisi <i>steady state</i> .....	42
Tabel IV. 4	Selektivitas katalis pada kondisi <i>steady state</i> .....	44
Tabel IV. 5	<i>Yield</i> (Perolehan) katalis pada kondisi <i>steady state</i> .....	44
Tabel IV. 6	Komposisi terbaik katalis hidrogenasi NiCuK/AIP3.....	57
Tabel A. 1	Kebutuhan bahan pembuatan katalis hidrogenasi NiCuK/AIP3 ...	63
Tabel A. 2	Kebutuhan larutan impregnan pada sintesis katalis hidrogenasi NiCuK/AIP3 .....	63
Tabel B. 1	Data konversi (X) katalis hidrogenasi NiCuK/AIP3 .....	64
Tabel B. 2	Data selektivitas (S) katalis hidrogenasi NiCuK/AIP3.....	64

## DAFTAR GAMBAR

Gambar II. 1	Struktur 2-Etil Heksanol .....	5
Gambar II. 2	Struktur Dioctil Phthalate.....	5
Gambar II. 3	Skema produksi 2-EH jalur asetaldehid.....	8
Gambar II. 4	Skema produksi 2-Etil Heksanol jalur oxo .....	10
Gambar II. 5	Skema produksi 2-Etil Heksanol jalur Aldox .....	11
Gambar II. 6	Hidrogenasi 2-Etil Heksanal menjadi 2-Etil Heksanal .....	12
Gambar II. 7	Hidrogenasi 2-Etil Heksanal menjadi 2-Etil Heksanol .....	12
Gambar II. 8	Jalur Hidrogenasi 2-Etil Heksanal menjadi 2-Etil Heksanol .....	13
Gambar II. 9	Ikatan fosfat dengan alumina .....	18
Gambar II. 10	Tahap-tahap metode impregnasi .....	19
Gambar II. 11	Tampak geometris desain faktorial $2^3$ .....	25
Gambar II. 12	Pengaruh utama tiap faktor pada desain faktorial $2^3$ .....	25
Gambar II. 13	Interaksi tiap faktor pada desain faktorial $2^3$ .....	26
Gambar II. 14	Interaksi ketiga faktor pada desain faktorial $2^3$ .....	26
Gambar III. 1	Diagram Alir Pembuatan Katalis NiCuK/AIP3 .....	32
Gambar III. 2	Skema reaktor unggun tetap Reaction Engineering R-301 .....	34
Gambar IV. 1	Tren luas permukaan katalis NiCuK/AIP3.....	39
Gambar IV. 2	Tren volum pori katalis NiCuK/AIP3 .....	39
Gambar IV. 3	Tren diameter pori katalis NiCuK/AIP3 .....	40
Gambar IV. 4	Konversi katalis NiCuK/AIP3 basis Nikel 10%.....	41
Gambar IV. 5	Konversi katalis NiCuK/AIP3 basis Nikel 20%.....	42
Gambar IV. 6	Selektivitas katalis NiCuK/AIP3 basis Nikel 10%.....	43
Gambar IV. 7	Selektivitas katalis NiCuK/AIP3 basis Nikel 20%.....	43
Gambar IV. 8	Diagram Pareto konversi katalis NiCuK/AIP3 .....	46
Gambar IV. 9	Kurva efek normal konversi katalis NiCuK/AIP3 .....	47
Gambar IV. 10	Diagram Pareto selektivitas katalis NiCuK/AIP3 .....	49
Gambar IV. 11	Kurva efek normal selektivitas katalis NiCuK/AIP3 .....	50
Gambar IV. 12	Diagram Pareto <i>yield</i> (perolehan) katalis NiCuK/AIP3 .....	52
Gambar IV. 13	Kurva efek normal <i>yield</i> (perolehan) katalis NiCuK/AIP3 .....	53

## DAFTAR SINGKATAN DAN LAMBANG

SINGKATAN	Nama	Pemakaian pertama kali pada halaman
DOP	<i>Diocetilphtalat</i>	1
TOTM	<i>Trioktiltrimelitat</i>	1
PVC	<i>Polyvinyl Chloride</i>	1
Ni	Nikel	2
Cu	Tembaga	2
K	Kalium	2
LHSV	<i>Liquid Hourly Space Velocity</i>	4
AlP3	Alumina Fosfat	4
AAP	Alumina-alumina Fosfat	16
BET	<i>Brunaure, Emmett, dan Teller</i>	21
GC	<i>Gas Chromatography</i>	22
ANOVA	<i>Analysis of Variance</i>	27
SA	<i>Surface Area</i>	37
pV	<i>Pore Volume</i>	37
pD	<i>Pore Diameter</i>	37
LAMBANG	Nama	Pemakaian pertama kali pada halaman
X	Konversi	22
S	Selektivitas	22
SS	<i>Sum of Square</i>	26
DF	<i>Degree of Freedom</i>	27
MS	<i>Mean Square</i>	27
Fo	Distribusi F	27

# Bab I      Pendahuluan

## I.1      Latar Belakang

Saat ini industri kimia adalah salah satu industri yang sangat penting di dunia, di mana produk-produk hasil industri tersebut banyak digunakan oleh berbagai macam kalangan masyarakat di dalam kehidupan sehari-hari. Salah satunya adalah plastik, dimana plastik yang merupakan hasil pengolahan kimia sintesis saat ini adalah barang yang sangat penting terutama di kehidupan sehari-hari. Plastik sudah dapat dengan mudah menggantikan bahan seperti kayu dan logam dalam menunjang kehidupan umat manusia saat ini. Untuk membentuk plastik agar memiliki sifat kekenyalan hingga batas tertentu dibutuhkan suatu bahan penunjang yang disebut dengan *Plasticizer*.

*Plasticizer* dapat mengatur sifat kekenyalan dari plastik sehingga barang-barang produksi dari plastik mudah untuk dibentuk menjadi berbagai macam bentuk produk dan juga agar tidak mudah pecah ataupun patah (Immergut, 1965). Beberapa bahan yang digunakan sebagai *plasticizer* adalah Dioctilphtalat (DOP) dan 1,2,4-Trioktiltrimelitat (TOTM) yang biasa digunakan pada industri *Polyvinyl Chloride* (PVC). Salah satu bahan baku untuk membuat DOP dan TOTM adalah 2-Etil Heksanol.

Jumlah kebutuhan 2-Etil Heksanol di dunia terus meningkat seiring dengan kebutuhan *plasticizer*, yaitu dengan laju kebutuhan rata-rata sebesar 3,8% dari periode 2011 hingga 2018. Kapasitas produksi 2-Etil Heksanol di dunia pada tahun 2013 mencapai 3,2 juta ton. Di Indonesia, Satu-satunya industri yang memproduksi 2-Etil Heksanol adalah PT. PON (Petro Oxo Nusantara). PT. PON menggunakan proses Oxo dengan kapasitas produksi 2-etilheksanol sebesar 135,000 MT/tahun (ICIS, 2013).

Proses produksi 2-Etil Heksanol secara komersial saat ini pada umumnya menggunakan proses Oxo. Bahan baku yang digunakan proses Oxo adalah propilen

dan *syngas*. Proses Oxo terdiri dari proses hidroformilasi katalitik olefin dengan *syngas* membentuk aldehyd lalu kemudian aldehyd tersebut dilanjutkan dengan reaksi hidrogenasi katalitik menjadi alkohol (Mc. Ketta, 1976). Proses hidrogenasi 2-Etil Heksenal menjadi 2-Etil Heksanol merupakan tahap akhir dalam proses Oxo dengan mekanisme reaksi 2-Etil Heksenal menjadi 2-Etil Heksanal kemudian menjadi produk akhir 2-Etil Heksanol. Proses ini dapat berlangsung pada fasa gas maupun fasa cair, akan tetapi di industri kebanyakan menggunakan fasa cair karena menghasilkan kualitas produk alkohol yang tinggi dan juga konsumsi energi yang digunakan lebih rendah (Tang, 2004). Sebagai reaksi katalitik, pemilihan katalis merupakan faktor penting agar katalis yang digunakan di proses ini memiliki aktivitas dan selektivitas yang tinggi untuk menghasilkan produk yang diharapkan.

Katalis komersial yang digunakan untuk proses hidrogenasi 2-Etil Heksenal menjadi produk 2-Etil Heksanol adalah katalis berbasis logam nikel yang diimbangkan pada penyangga alumina ( $\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ ) (Tuta, 2014). Di Indonesia, kebutuhan katalis  $\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$  adalah 100 ton per dua tahun dengan nilai ekonomi sebesar 50 – 60 USD per kilogram. Aktivitas impor katalis dengan jumlah sebesar itu dengan harga yang relatif cukup mahal menyebabkan ketergantungan yang sangat kuat terhadap luar negeri, sehingga menjadikan negara Indonesia tidak mandiri dan tidak memiliki kepercayaan diri terhadap kemampuan yang dimiliki. Oleh karena itu, Laboratorium Teknik Reaksi Kimia ITB mencoba melakukan pengembangan penelitian mengenai pembuatan dan karakterisasi katalis untuk proses hidrogenasi 2-Etil Heksenal dengan tujuan mendapatkan katalis dengan kinerja baik.

## **I.2 Rumusan Masalah**

Katalis yang memiliki aktivitas baik dalam proses hidrogenasi senyawa karbonil adalah katalis logam aktif berbasis Nikel (Ni), Tembaga (Cu) dan kelompok logam mulia (Pt, Rh, Ru). Kelompok logam mulia lebih sering digunakan dalam proses hidrogenasi senyawa aromatik inti (Nishimura, 2001). Katalis logam Ni dan Cu diketahui memiliki aktivitas hidrogenasi yang baik pada ikatan rangkap  $\text{C}=\text{O}$ , namun katalis logam aktif Cu tidak menghidrogenasi ikatan rangkap  $\text{C}=\text{C}$ ,

sedangkan dalam reaksi hidrogenasi 2-Etil Heksenal (golongan aldehid tak jenuh) proses hidrogenasi berlangsung pada ikatan rangkap C=C dan C=O secara bersamaan.

Penggunaan Nikel sebagai logam aktif pada reaksi hidrogenasi aldehid tak jenuh seringkali menyebabkan terbentuknya produk samping, yaitu berupa hidrokarbon (parafin) dan eter (Logsdon, 1988). Sehingga untuk dapat memperbaikinya perlu ditambahkan sejumlah logam aktif lain yang berfungsi sebagai promotor. Beberapa promotor yang telah diketahui dapat memperbaiki kekurangan logam aktif Nikel dalam hal selektivitas ke arah produk alkohol jenuh adalah promotor logam tembaga (Cu) dan logam alkali.

Promotor logam Cu telah diketahui dapat meningkatkan selektivitas hidrogenasi aldehid tak jenuh membentuk alkohol jenuh (Gallezot dan Richard, 1998), sedangkan promotor logam alkali dapat meningkatkan stabilitas produk yaitu dengan membuat reaksi dapat berlangsung di tekanan operasi di kisaran 20 - 50 bar dan produk alkohol yang dihasilkan memiliki tingkat kemurnian yang tinggi karena produk samping ester yang terbentuk dapat dihambat pembentukannya (Lueken, 1990).

Logam aktif yang digunakan pada proses hidrogenasi fasa cair biasanya diimbangkan pada penyangga dengan ukuran pori yang besar seperti Alumina atau Kieselguhr yang ditambahkan dengan senyawa fosfat (Marcelin, 1982). Penambahan senyawa fosfat tersebut bertujuan untuk memperbesar diameter pori katalis sehingga dapat mencegah terjadinya limitasi difusi. Hasil karakterisasi yang dilakukan menunjukkan bahwa penambahan fosfat dapat memperbesar diameter katalis hingga 60 Å dan meningkatkan aktivitas katalis logam Nikel. Oleh karena itu, pada penelitian ini akan dilakukan sintesis katalis dengan basis logam Ni dengan penyangga alumina yang ditambahkan senyawa fosfat.

Penelitian proses hidrogenasi 2-Etil Heksenal menjadi 2-Etil Heksanol sudah dilakukan di Laboratorium Teknik Reaksi Kimia ITB menggunakan katalis



berbasis logam Ni dengan promotor logam Cu dan K yang diemban ke dalam penyangga alumina yang ditambah fosfat 1%. Katalis tersebut telah diuji dengan studi kinetik menggunakan reaktor unggun tetap kontinu pada tekanan 30 bar dan temperatur 120° C dan hasilnya menunjukkan performa yang sangat baik dengan nilai konversi mencapai 99,99%. Dalam penelitian ini, akan dilakukan analisa lebih lanjut mengenai pengaruh dari penambahan logam Cu dan K ke dalam katalis berbasis logam Ni terhadap aktivitas katalis hidrogenasi 2-Etil Heksenal menjadi produk 2-Etil Heksanol dengan studi statistik.

### **I.3 Tujuan**

Penelitian yang dilakukan ini bertujuan untuk:

1. Mempelajari pengaruh penambahan logam Cu dan K terhadap aktivitas katalis hidrogenasi NiCuK/AIP3 dengan studi statistik.
2. Mendapatkan perkiraan komposisi penambahan logam Cu dan K dalam katalis NiCuK/AIP3 yang memberikan hasil terbaik.

### **I.4 Ruang Lingkup**

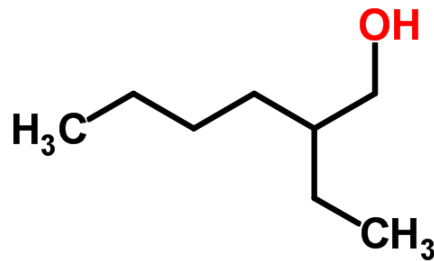
Penelitian yang dilakukan ini memiliki ruang lingkup sebagai berikut:

1. Katalis yang dibuat pada penelitian ini adalah katalis berbasis Nikel dengan kadar 10-20% wt dan ditambahkan logam promotor Cu sebesar 5-10% dan K sebesar 0,1-0,5% dengan penyangga alumina fosfat 3,3% buatan Laboratorium Teknik Reaksi Kimia ITB (AIP3). Sintesis katalis dilakukan dengan metode impregnasi kering.
2. Karakterisasi katalis dilakukan dengan metode BET (*Brunaure, Emmett, dan Teller*) untuk mendapatkan data luas permukaan, volum pori, dan diameter pori katalis.
3. Uji aktivitas katalis reaksi hidrogenasi dilangsungkan dalam reaktor unggun tetap R-301 pada kondisi operasi temperatur 120<sup>0</sup> C, tekanan 30 bar dan kecepatan ruang LHSV 1,14 h<sup>-1</sup>. Reaksi hidrogenasi menggunakan umpan campuran 2-Etil Heksenal dan 2-Etil Heksanol dengan perbandingan massa 1:4, laju alir hidrogen sebesar 10 mL/menit dengan perbandingan mol antara H<sub>2</sub>/umpan sebesar 7:1.

## Bab II Tinjauan Pustaka

### II.1 Produk 2-Etil Heksanol

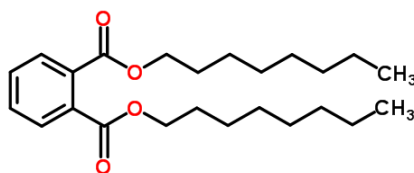
2-Etil Heksanol atau 2-Etil Heksil Alkohol merupakan senyawa organik golongan alkohol dengan rumus kimia  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3\text{CH}(\text{C}_2\text{H}_5)\text{CH}_2\text{OH}$  atau  $\text{C}_8\text{H}_{18}\text{O}$ . Pada suhu kamar senyawa ini berupa cairan tak berwarna dan sedikit larut di dalam air dengan kelarutan dalam air pada suhu  $20^\circ\text{C}$  sebesar 0,07% berat. Senyawa ini memiliki tingkat toksisitas yang rendah, akan tetapi mudah untuk terbakar. Senyawa 2-Etil Heksanol ini merupakan produk alkohol sintetik yang menempati peringkat ketiga dalam konsumsi di dunia setelah Etanol dan Butanol.



Gambar II.1. Struktur 2-Etil Heksanol (ChemSpider, Structure 7434)

Kegunaan senyawa 2-Etil Heksanol ini antara lain sebagai bahan baku dalam produksi *Diocetyl Phthalate* (DOP) yang digunakan sebagai *Plasticizer* untuk *Poly Vinyl Chloride* atau PVC, selain itu juga sebagai bahan baku dalam produksi *Diocetyl Adipate* (DOA) (Kirk-Othmer, 1978).

Senyawa 2-Etil Heksanol sudah diproduksi sejak pertengahan tahun 1930 dengan laju perkembangan sebesar 2,5% per tahun sejak tahun 1986 s/d 2000. Produksinya kurang lebih 2 juta ton/tahun di seluruh dunia (Kirk-Othmer, 1981). Kebutuhan 2-Etil Heksanol di Indonesia sendiri cukup besar dan kemungkinan akan stabil karena peranannya yang sangat penting di industri kimia.



Gambar II.2. Struktur Diocetyl Phthalate (ChemSpider, Structure 8043)

Seluruh kebutuhan Indonesia untuk senyawa 2-Etil Heksanol ini masih diperoleh dengan cara mengimpor dari luar negeri. Dari data Badan Pusat Statistik, tahun 2016 diketahui bahwa Indonesia mengimpor senyawa 2-Etil Heksanol ini sebanyak 38.065.196 kg (Badan Pusat Statistik, 2016).

Tabel II.1. Data Impor 2-Etil Heksanol oleh Indonesia (BPS, 2015)

<b>Tahun Impor</b>	<b>Jumlah (kg)</b>
2008	12.891.585
2009	7.004.278
2010	31.756.655
2011	75.701.318
2013	45.243.858
2015	31.481.029
2016	38.065.196

Di Indonesia, 2-Etil Heksanol diproduksi oleh PT PON (Petro Oxo Nusantara) di Gresik, Jawa Timur dengan kapasitas produksi sebesar 135.000 ton per tahun (ICIS, 2013). PT PON merupakan pionir dalam produksi 2-Etil Heksanol, n-Butanol, dan Iso-Butanol di Asia Tenggara dan didirikan pada tahun 1995. PT PON menggunakan teknologi Haldor Topsoe untuk gas sintesis, UOP-DOW untuk penghilangan CO<sub>2</sub>, dan plant Mitsubishi Chemical Corporation untuk plant oktanol. Oktanol dihasilkan dari propilen dan gas sintesis (campuran CO dan H<sub>2</sub>) melalui reaksi kondensasi aldol dan dilanjutkan dengan hidrogenasi.

### **II.1.1 Sifat-sifat Kimia dan Fisika 2-Etil Heksanol**

Senyawa 2-Etil Heksanol berupa cairan tak berwarna di atmosfer dengan bau yang khas pada suhu ruang. Senyawa ini mudah terbakar, dan memiliki tingkat toksisitas yang rendah. Senyawa ini larut dalam semua senyawa organik, dan sedikit larut dalam air. Senyawa ini dapat melakukan reaksi dengan senyawa oksidator dan asam kuat (IPCS, 2001).

Sedangkan untuk sifat-sifat fisika senyawa 2-Etil Heksanol dapat dilihat sebagai berikut (Yaws, 1999):

Rumus Molekul:  $C_8H_{18}O$

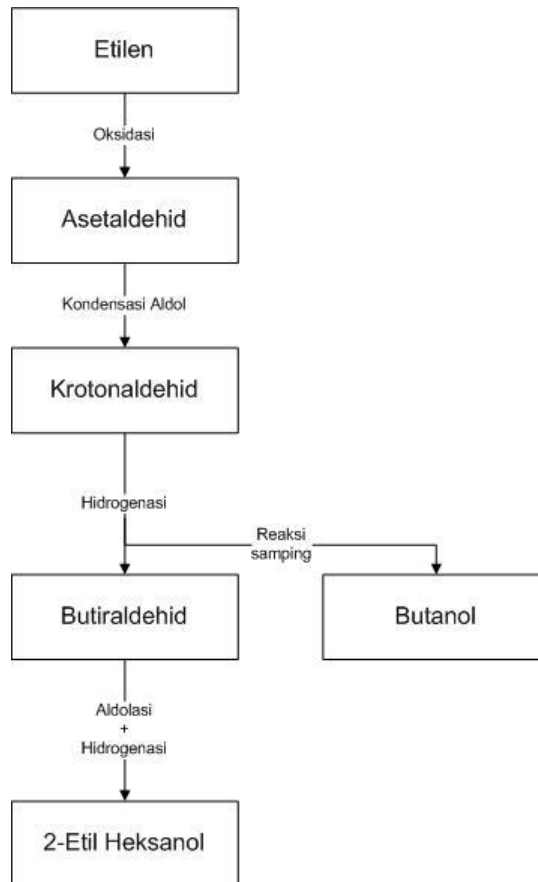
- a. Berat Molekul : 130,23 g/mol
- b. Titik Beku :  $-70^{\circ}C$
- c. Titik Didih (pada 101,3 kPa) :  $140^{\circ}C$
- d. Titik Nyala :  $75^{\circ}C$
- e. Temperatur Kritis :  $367^{\circ}C$
- f. Tekanan Kritis : 27,3 bar
- g. Volume Kritis :  $485\text{ cm}^3/\text{mol}$
- h. Densitas (pada  $25^{\circ}C$ ) :  $0,832\text{ g/cm}^3$
- i. Batas eksplosif (% volum) : 0,88-9,7

### II.1.2 Proses Produksi 2-Etil Heksanol

Proses produksi 2-Etil Heksanol dapat dilakukan dengan beberapa rute, yaitu Rute Asetaldehid, Proses Oxo, Proses Aldox, dan Proses Shell. (Kirk-Othmer, 1982)

#### a. Produksi 2-Etil Heksanol via Asetaldehid

Rute Asetaldehid ini dimulai dari Etilen ( $C_2H_4$ ) dioksidasi menjadi Asetaldehid ( $C_2H_4O$ ) yang merupakan bahan baku dalam produksi 2-Etil Heksanol, lalu kemudian dikonversi dengan reaksi aldolasi menjadi Krotonaldehid ( $C_4H_6O$ ). Di tahap berikutnya Krotonaldehid ini dihidrogenasi menjadi Butiraldehid ( $C_4H_8O$ ). Senyawa Butiraldehid tersebut kemudian direaksikan dengan reaksi kondensasi aldol dan hidrogenasi sehingga menghasilkan senyawa 2-Etil Heksanol ( $C_8H_{18}O$ ) yang diharapkan. Untuk lebih jelas dapat dilihat alur prosesnya pada Gambar II.3 berikut:

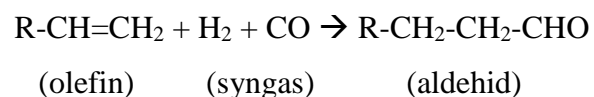


Gambar II.3. Skema produksi 2-EH jalur asetaldehid (Kirk-Othmer, 1982)

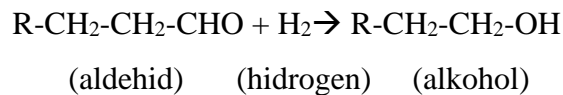
b. Produksi 2-Etil Heksanol via Proses Oxo

Proses Oxo atau Hidroformilasi pertama kali ditemukan oleh Otto Roelan di Jerman pada tahun 1938 dan pertama kali digunakan dalam skala industri oleh Enjay Chemical Company pada tahun 1948 (Kirk-Othmer, 1981). Roelan kemudian menyimpulkan bahwa reaksi tersebut berlaku untuk semua olefin secara umum dan kemudian proses tersebut dinamakan dengan Proses Oxo.

Pembentukan aldehyd di proses Oxo ini yaitu karena adanya penambahan gugus formil (-CHO) dan atom H pada ikatan rangkap olefin, sehingga reaksi ini dinamakan Hidroformilasi. Persamaan reaksinya secara umum yaitu sebagai berikut:



Selanjutnya aldehid tersebut melakukan reaksi hidrogenasi dengan gas hidrogen dan membentuk alkohol, melalui persamaan reaksi sebagai berikut:



Untuk menghasilkan produk berupa 2-Etil Heksanol, maka olefin yang dibutuhkan sebagai bahan baku adalah Propilen dan aldehid yang dihasilkan adalah n-butiraldehid.

Berdasarkan pemilihan katalisnya, proses Oxo yang digunakan dapat dibagi menjadi 2 macam, yaitu:

1. Proses Oxo Klasik

Proses Oxo klasik katalis kobalt karbonil atau  $\text{HCo}(\text{CO})_4$  pada proses Hidroformilasi. Reaksi dijalankan pada fasa cair, dengan kondisi reaktor pada tekanan dan temperatur tinggi yaitu sekitar 200-300 atm dan 150-200°C. Rasio produk n-butiraldehid dan i-butiraldehid yang dihasilkan antara 2:1 hingga 4:1.

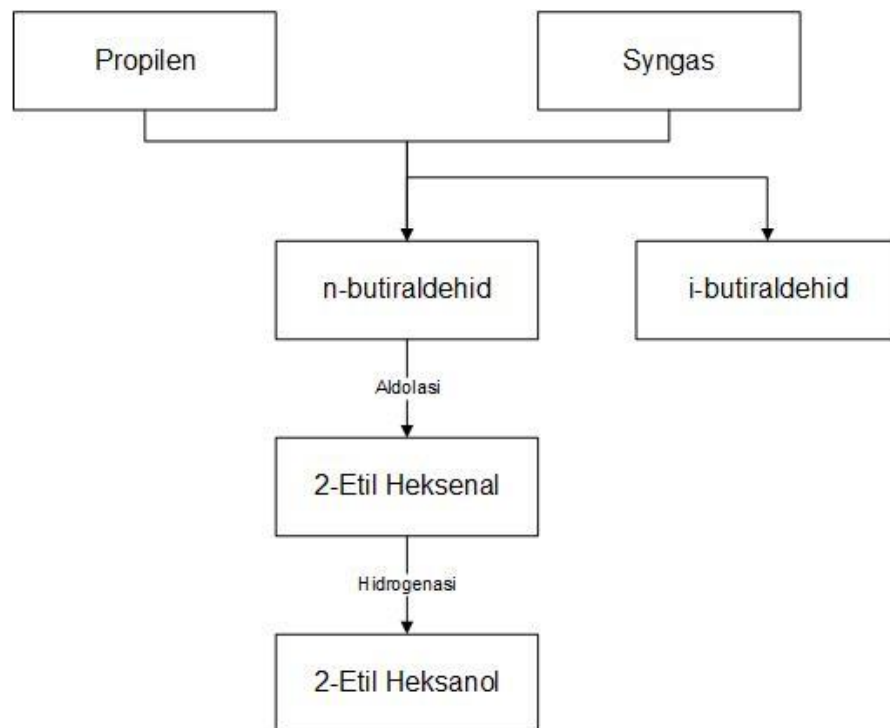
Produk aldehid yang dihasilkan dari reaksi Hidroformilasi kemudian dipisahkan dalam proses distilasi. Senyawa n-butiraldehid yang dihasilkan kemudian dimasukkan ke dalam reaktor aldolasi untuk kemudian menghasilkan 2-Etil Heksenal. Senyawa 2-Etil Heksenal ini kemudian dimasukkan ke dalam reaktor Hidrogenasi untuk menghasilkan produk utama yaitu 2-Etil Heksanol (McKetta, 1976).

2. Proses Ruhrchemie AG

Pada pertengahan tahun 1980-an, Ruhrchemie mengganti katalis kobalt karbonil yang digunakan di proses Oxo klasik dengan katalis *rhodium triphenylphosphine* yang dilarutkan dalam air, lalu teknologi ini kemudian dikembangkan bersama Rhoune Poulenc. Propilen yang merupakan bahan baku utama direaksikan dengan campuran  $\text{H}_2$  dan CO dengan rasio 1:1 di dalam reaktor dengan kondisi reaktor pada tekanan dan temperatur yang rendah yaitu 10-100 atm dan 115-125°C. Rasio

isomer n-butiraldehid dan i-butiraldehid yang didapat juga lebih tinggi yaitu sekitar 20:1. Kemudian produk aldehid yang dihasilkan dipisahkan dalam proses distilasi. Senyawa n-butiraldehid kemudian dimasukkan ke dalam reaktor aldolasi untuk kemudian direaksikan dengan larutan alkali dan menghasilkan 2-Etil Heksenal. Senyawa 2-Etil Heksenal yang dihasilkan kemudian dimasukkan ke dalam reaktor Hidrogenasi untuk menghasilkan produk utama 2-Etil Heksanol (McKetta, 1976).

Untuk lebih jelasnya, produksi 2-Etil Heksanol via proses Oxo dapat dilihat pada gambar II.4 berikut:



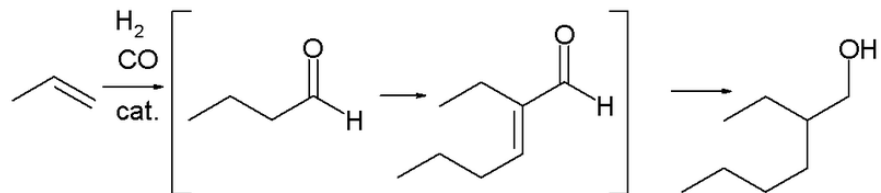
Gambar II.4. Skema produksi 2-Etil Heksanol jalur oxo (McKetta, 1976)

c. Produksi 2-Etil Heksanol via Proses Aldox

Proses Aldox adalah proses produksi 2-Etil Heksanol di mana proses hidroformilasi olefin atau proses Oxo dan kondensasi Aldol yang menghasilkan aldehid dalam satu tahap dikombinasikan. Proses Aldox ini dikembangkan oleh Royal Dutch Shell dan Exxon dengan mengubah

propilen ( $C_3H_6$ ) dan syngas secara langsung menjadi 2-Etil Heksanol via hidroformilasi menjadi butiraldehid ( $C_4H_8O$ ), kondensasi aldol menjadi 2-Etil Heksanal dan akhirnya dihidrogenasi menjadi 2-Etil Heksanol (Chauvel dan Lefebvre, 1989).

Proses Aldox ini merupakan kasus dimana kokatalis seperti garam organik *zinc* ditambahkan ke dalam katalis oxo untuk mengkatalisis reaksi kondensasi Aldol. Konsekuensinya adalah setelah hidrogenasi akan terbentuk campuran yang mengandung 2-Etil Heksanol dan isobutanal (Robbins, 1964). Skema produksi 2-Etil Heksanol melalui jalur proses Aldox dapat dilihat pada Gambar II.5:



Gambar II.5. Skema produksi 2-Etil Heksanol jalur Aldox  
(Chauvel and Lefebvre, 1989)

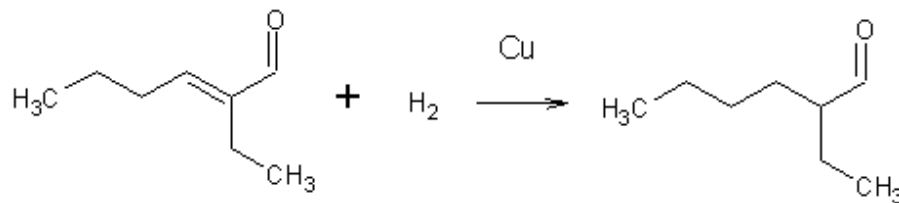
#### d. Produksi 2-Etil Heksanol via Proses Shell

Proses Shell ini merupakan proses Oxo yang dimodifikasi oleh Shell, yaitu dengan menggunakan katalis hidroformilasi kobalt karbonil dan ligan yang dimodifikasi tributilfosfin di dalam reaksinya, sehingga memungkinkan reaksi berlangsung pada kondisi tekanan yang rendah dibandingkan dengan kondisi pada reaksi Oxo, akan tetapi kecepatan reaksinya juga menjadi rendah sehingga dibutuhkan temperatur lebih tinggi untuk melakukan reaksi. Selain itu kekurangan dari proses Shell ini adalah membutuhkan waktu yang lebih lama dibandingkan proses Oxo yang membutuhkan waktu 2 jam yaitu sekitar 5 kali lipatnya atau sekitar 10 jam dan sebagian dari propilen juga akan terkonversi menghasilkan produk samping Propena (McKetta, 1978).



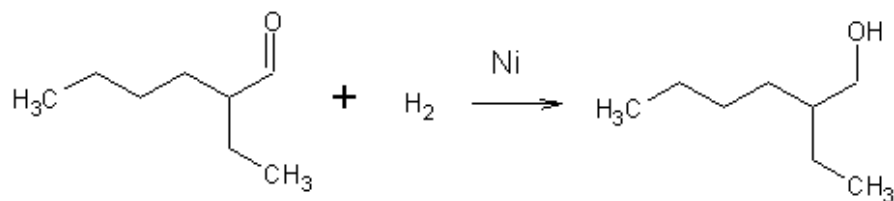
## II.2 Reaksi Hidrogenasi 2-Etil Heksenal

Reaksi Hidrogenasi 2-Etil Heksenal menjadi 2-Etil Heksanal merupakan tahap akhir di proses Oxo dan berlangsung dalam 2 tahap. Tahap pertama yaitu reaksi hidrogenasi 2-Etil Heksenal menjadi 2-Etil Heksanal berlangsung dalam fasa gas dengan bantuan katalis Cu pada kondisi operasi temperatur 150-200°C dan tekanan 5 atm (McKetta, 1978) menurut reaksi di Gambar II.6:



Gambar II.6. Hidrogenasi 2-Etil Heksenal menjadi 2-Etil Heksanal  
(McKetta, 1978)

Tahap berikutnya yaitu reaksi hidrogenasi 2-Etil Heksanal menjadi 2-Etil Heksanol yang berlangsung dalam fasa cair dengan bantuan katalis Ni pada kondisi operasi temperatur 100-180°C dan tekanan 10 atm (McKetta, 1978) menurut reaksi di Gambar II.7:

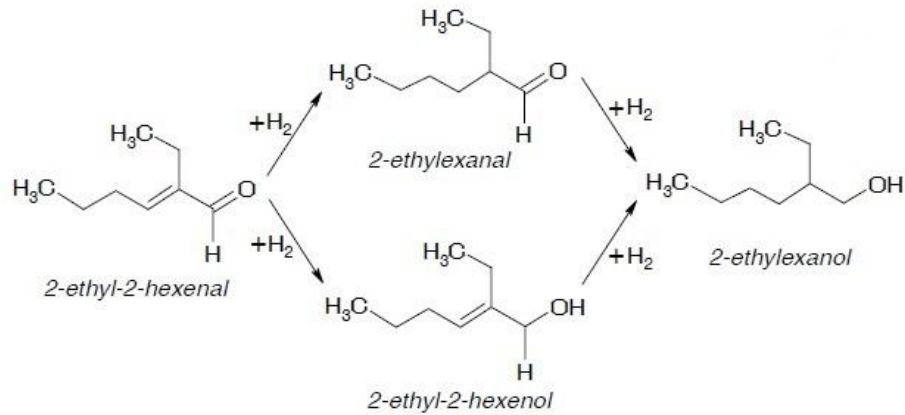


Gambar II.7. Hidrogenasi 2-Etil Heksanal menjadi 2-Etil Heksanol  
(McKetta, 1978)

Kedua tahap di atas menunjukkan bahwa reaksi hidrogenasi ikatan rangkap C (C=C) lebih reaktif dibandingkan dengan hidrogenasi gugus karbonil (C=O). Secara termodinamika, reaksi hidrogenasi aldehyd tak jenuh menjadi aldehyd jenuh lebih disukai (Gallezot & Richard, 1998).

Selain menghasilkan produk antara 2-Etil Heksanal, terdapat kemungkinan untuk menghasilkan produk antara yang lain yaitu 2-Etil Heksenol seperti di Gambar II.8.

Akan tetapi produk antara berupa 2-Etil Heksanal lebih mudah diperoleh karena secara termodinamika ikatan rangkap C (C=C) yang lebih reaktif dibandingkan dengan ikatan rangkap gugus karbonil (C=O). (Tuta, 2014)



Gambar II.8. Jalur Hidrogenasi 2-Etil Heksenal menjadi 2-Etil Heksanol  
(Tuta, 2014)

Reaksi Hidrogenasi ini dapat berlangsung dalam fasa gas ataupun fasa cair. Akan tetapi dalam industri lebih banyak digunakan fasa cair karena membutuhkan energi yang lebih sedikit dibandingkan fasa gas dan kualitas produk yang dihasilkan juga lebih baik (Tang, 2004).

### II.3 Katalis Reaksi Hidrogenasi 2-Etil Heksenal





Katalis adalah suatu zat yang berfungsi untuk mempercepat laju reaksi dengan menurunkan energi aktivasi reaksi tanpa mengalami perubahan atau terpakai oleh reaksi tersebut. Katalis yang paling banyak digunakan dalam skala industri adalah katalis heterogen, yaitu katalis yang berada dalam fasa yang berbeda dengan pereaksi dalam reaksi katalisis. Katalis heterogen biasanya dilengkapi dengan tambahan penyangga atau *support*. Penyangga berfungsi untuk meningkatkan efektivitas komponen aktif dalam katalis karena memiliki permukaan yang besar.

#### II.3.1 Fasa Aktif Katalis

Fasa aktif katalis pada umumnya berupa logam aktif yang memiliki aktivitas baik dalam reaksi katalisis. Dalam reaksi hidrogenasi, beberapa logam aktif yang sudah terbukti memiliki aktivitas yang baik adalah logam Ni, Cu, Co, Fe, dan juga

kelompok logam mulia seperti Pt, Pd, Rh, dan Ru. Logam-logam tersebut memiliki karakteristik penggunaan yang spesifik terhadap gugus fungsi tertentu (Nishimura, 2001). Hal tersebut dapat dilihat pada Tabel II.2:

Tabel II.2 Gugus fungsi dan katalis hidrogenasi yang digunakan (Thakar, 2007)

Struktur	Gugus fungsi	Katalis hidrogenasi
	Alkuna	Pd, Pd-Pb, Ni
	Alkena	Pd, Ni
	Aromatik	Rh, Ru, Pt, Ni, Pd
	Karbonil	Pt, Rh, Ru, Ni, Cu

Dari Tabel II.2 dapat dilihat bahwa terdapat 3 jenis logam yang memenuhi kriteria sebagai fasa aktif untuk katalis hidrogenasi 2-Etil Heksenal yaitu Ni, Cu, dan logam mulia (Pt, Pd, Ru, Rh). Kelompok logam mulia dapat digunakan untuk reaksi hidrogenasi secara universal untuk semua gugus fungsi, tapi lebih sering digunakan pada reaksi hidrogenasi senyawa aromatik, karena memiliki kelebihan yaitu dapat beroperasi pada kondisi reaksi yang lunak (suhu dan tekanan rendah). Akan tetapi kompensasinya adalah biaya pembuatan dan juga *recovery* yang tinggi, sehingga kelompok logam mulia ini dikategorikan ke dalam *high cost material*. Selain itu, karena tidak terlalu selektif terhadap gugus karbonil, penggunaan logam mulia ini hanya akan melakukan reaksi hidrogenasi pada aldehid tak jenuh terhadap gugus alkena membentuk aldehid jenuh tanpa mereduksi gugus karbonilnya menjadi alkohol jenuh.

Katalis dengan logam aktif Cu memiliki selektivitas tinggi dalam reaksi hidrogenasi terutama terhadap ikatan rangkap dua dari gugus karbonil C=O, sedangkan ikatan rangkap dua dari gugus C=C tidak terlalu selektif dihidrogenasi. Pada reaksi

hidrogenasi 2-Etil Heksenal, reaksi melibatkan gugus C=O dan C=C secara bersamaan sehingga logam aktif Cu kurang tepat untuk digunakan dalam reaksi ini. Dari beberapa penelitian yang sudah dilakukan (Nishimura, 2001; Ryu, 2007), diketahui bahwa katalis logam nikel memiliki aktivitas yang baik untuk reaksi hidrogenasi. Hal tersebut yang membuat katalis logam berbasis Nikel biasa digunakan dalam industri oleokimia untuk memproduksi alkohol jenuh. Kekurangan dari katalis ini adalah selektivitasnya yang rendah dimana alkohol yang terbentuk sekitar 77% terutama disebabkan karena senyawa antara yang belum bereaksi menjadi produk alkohol, dan juga karena menyebabkan terbentuknya produk samping berupa hidrokarbon (parafin) dan eter. Jumlah produk samping misalnya butil eter yang terbentuk dapat berada di kisaran 0,5% – 3% wt dari jumlah total berat produk (Logsdon, 1988). Untuk mengatasi kekurangan tersebut, katalis dengan logam aktif ini membutuhkan logam aktif lain sebagai promotor untuk memperbaiki sifat katalis.

### **II.3.2 Promotor Katalis**

Promotor adalah senyawa yang ditambahkan ke dalam katalis logam untuk meningkatkan kinerja katalis tersebut. Kinerja katalis dapat ditingkatkan yaitu dengan adanya interaksi antara promotor dengan komponen katalis yang lain sehingga dapat mengurangi kemungkinan terjadi reaksi yang tidak diharapkan, menimbulkan efek katalitik yang tidak dimiliki oleh katalis logam sebelumnya, mencegah peracunan katalis, dan juga memperbaiki sifat fisik dari katalis tersebut (Delbecq, 1995)

Promotor yang dapat digunakan untuk meningkatkan selektivitas katalis dengan basis logam nikel dalam industri misalnya logam Cu, Mn, Cr, Pd, dan Rh (Adam, 1977). Penambahan Cu ke dalam katalis Nikel terutama dapat memberikan peningkatan selektivitas reaksi ke arah alkohol walaupun kestabilannya termasuk rendah di dalam kondisi operasi yang berat. Hal ini dapat dilihat dari hasil uji stabilitasnya pada deposisi polimer berat selama 4000 jam, di mana jumlah karbon yang dideteksi hanya 1,78% berat pada katalis percobaan, hasil ini jauh lebih rendah apabila dibandingkan dengan katalis komersial yang memiliki jumlah karbon

sebesar 29,5% wt pada katalis yang sudah dijalankan selama 4000 jam (Ryu, 2008). Penambahan logam Cu ke dalam katalis logam Nikel juga dapat mengurangi pembentukan parafin dan eter.

Selain logam transisi, logam alkali seperti misalnya Na, K, dan Ba juga dapat digunakan sebagai promotor dalam katalis logam Nikel untuk meningkatkan kualitas produk reaksi hidrogenasi, yang ditunjukkan dalam bentuk nilai bromine (tingkat jenuh hidrokarbon) yang rendah akibat dari pembentukan produk samping ester yang dapat dihambat dan juga memungkinkan reaksi dapat berlangsung pada kondisi operasi yang lebih lunak (Lueken, 1990).

### **II.3.3 Penyangga Katalis**

Katalis dengan fasa aktif logam pada umumnya memiliki luas permukaan yang rendah, sehingga diperlukan penyangga atau *support* untuk meningkatkan luas permukaan aktif pada katalis tersebut. Penyangga yang banyak digunakan untuk proses hidrogenasi adalah Alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) dan Silika ( $\text{SiO}_2$ ) yaitu penyangga dengan diameter pori rata-rata  $100 \text{ \AA} - 450 \text{ \AA}$  (Ryu, 2008). Dari segi stabilitas hidrotermal, alumina tergolong kurang bagus karena hidrasi Alumina akan menyebabkan penurunan luas permukaan aktif dan juga volume pori katalis. Sedangkan silika memiliki stabilitas hidrotermal yang lebih baik dibanding alumina sehingga silika lebih sering digunakan sebagai penyangga katalis logam nikel (Li, 2015). Akan tetapi, alumina memiliki aktivitas lebih baik dalam reaksi hidrogenasi fasa cair dibandingkan dengan silika (Almeida, 2015).

Faktor lain yang harus diperhatikan dalam memilih penyangga untuk katalis logam terutama untuk reaksi heterogen adalah ukuran dan distribusi pori. Hal tersebut dikarenakan keduanya mempengaruhi difusi umpan pada katalis yang disesuaikan dengan molekul umpan. Apabila umpannya berupa fasa cair dengan koefisien difusi yang kecil, maka akan terjadi masalah limitasi difusi yaitu difusi akan berlangsung sangat lambat dan umpan akan sulit berdifusi ke dalam pori katalis yang kecil untuk melakukan reaksi. Untuk mengatasi masalah tersebut, dibutuhkan katalis dengan

penyangga yang memiliki ukuran pori yang besar seperti alumina atau kieselguhr (Vannice, 1979).

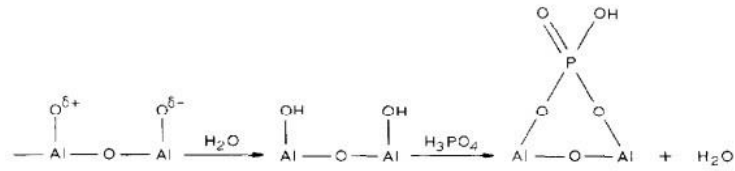
Penyangga yang dapat mengatasi permasalahan difusi pada reaksi hidrogenasi 2-Etil Heksenal ini salah satunya adalah Penyangga Alumina-Aluminium Phosphate (AAP). Alasannya karena penyangga tersebut memiliki ukuran diameter penyangga yang besar, dari sifat tersebut Marcelin dkk (1982) melakukan pengujian variasi komposisi AAP sebagai penyangga untuk katalis berbasis nikel untuk reaksi hidrogenasi 2-Etil Heksenal dalam fasa cair. Dari hasil tersebut, dapat disimpulkan bahwa katalis dengan rasio Al:P yang rendah lebih cocok untuk reaksi hidrogenasi dilihat dari ukuran pori yang lebih besar. Aktivitas katalis hidrogenasi akan mengalami peningkatan seiring dengan penurunan rasio Al:P hingga mencapai nilai maksimumnya pada rasio Al:P ~ 1,25. Aktivitas relatifnya, yaitu perbandingan antara % konversi terhadap % kandungan nikel dalam katalis mengalami penurunan pada kandungan fosfat yang tinggi disebabkan oleh penurunan luas permukaannya. Karakteristik katalis yang dihasilkan dapat dilihat pada Tabel II.3:

Tabel II.3 Karakteristik katalis variasi komposisi penyangga AAP  
(Marcelin, 1982)

Penyangga	Rasio Al/P				
	9	2	1,25	1,1	1
% Nikel	20				
Luas permukaan (m <sup>2</sup> /g)	280	225	161	92	114
Radius pori rata-rata (Å)	33,8	57,2	54,6	62,6	55,9
Volume pori (cm <sup>3</sup> /g)	0,47	0,64	0,44	0,29	0,32
Aktivitas relatif	60	100	120	80	85

Efek penambahan fosfor pada alumina diteliti oleh Wang dkk. (2009), dimana hasilnya adalah penambahan fosfor tersebut ke dalam alumina memperlihatkan peningkatan stabilitas termal alumina. Selain itu, Fosfor juga berfungsi untuk menghambat transformasi fasa dan juga memperlambat proses *sintering* atau

penggumpalan katalis akibat temperatur kalsinasi yang terlalu tinggi. Ikatan yang terbentuk antara fosfor dengan alumina yaitu sebagai berikut di Gambar II.9:



Gambar II.9. Ikatan fosfat dengan alumina (Spojakina, 1989)

Stabilitas termal Alumina-Aluminium Phosphat juga diteliti oleh Kehl (1978) yaitu dengan melakukan berbagai pengujian menggunakan beberapa agen presipitasi seperti  $\text{NH}_4\text{OH}$  dan  $\text{NH}_4\text{CO}_3$  untuk membandingkan sifat fisik dari komposit yang dihasilkan. Pada kalsinasi dengan temperatur mencapai  $900^\circ\text{C}$  selama 16 jam, dapat terlihat bahwa penurunan luas permukaan komposit hanya mencapai paling tinggi 20%. Sehingga dapat dikatakan bahwa Alumina-Aluminium Phosphat memiliki stabilitas termal yang baik. Perbandingan tersebut dapat dilihat pada Tabel II.4 berikut:

Tabel II.4. Sifat fisik komposit AAP (Kehl, 1978)

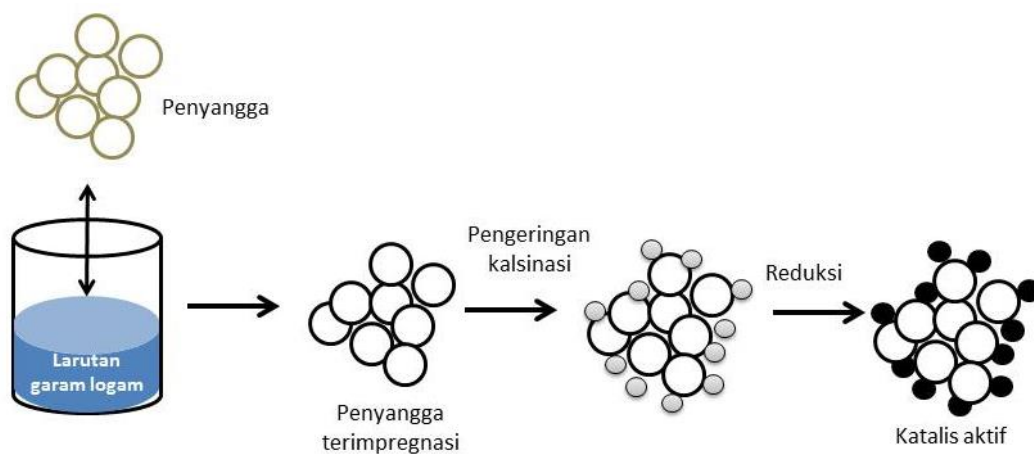
Penyangga	Rasio Al/P							
	1.5		1.5		4		4	
Agen presipitasi	$\text{NH}_4\text{OH}$		$\text{NH}_4\text{HCO}_3$		$\text{NH}_4\text{OH}$		$\text{NH}_4\text{HCO}_3$	
pH	10		10		8		10	
Suhu kalsinasi ( $^\circ\text{C}$ )	500	900	500	900	500	900	500	900
Luas permukaan ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	173,1	165,5	172,7	149,6	172,1	138,2	179	144,4
Radius pori rata-rata ( $\text{Å}$ )	90,3	97,7	94,2	96,3	114,2	127,8	80,8	84,6
Volume pori ( $\text{cm}^3/\text{g}$ )	0,78	0,81	0,81	0,72	0,98	0,88	0,72	0,61
% kehilangan luas permukaan pada $T_{\text{cal}}$ $900^\circ\text{C}$	4		7		20		19	

### II.3.4 Sintesis Katalis

Katalis berpenyangga dapat disintesis dengan 2 macam metode, yaitu metode kopresipitasi dan metode impregnasi. Metode kopresipitasi merupakan metoda pengendapan bersama antara logam dan penyangga yang digunakan, sedangkan metode impregnasi merupakan metode deposisi logam langsung ke dalam penyangga.

Marcelin dkk. (1983) menggunakan metode kopresipitasi untuk mensintesis penyangga AAP. Alumina diperoleh dari larutan murni  $\text{Al}_2\text{O}_3$  sedangkan penghasil ion fosfat digunakan asam fosfat. Larutan 97%  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  dan 85,7%  $\text{H}_3\text{PO}_4$  kemudian dicampur, dan pH campuran dikontrol konstan pada pH 8 menggunakan agen presipitan  $\text{NH}_4\text{OH}$ . Pengaturan pH dilakukan agar pengendapan dapat berlangsung sempurna. Endapan (*filter cake*) yang dihasilkan kemudian dikeringkan pada suhu  $120^\circ\text{C}$  selama 20 jam dan selanjutnya dilakukan proses kalsinasi pada suhu  $500^\circ\text{C}$  selama 10 jam.

Dalam berbagai macam penelitian mengenai katalis dengan penyangga, metode impregnasi seperti di Gambar II.10 lebih sering digunakan karena prosesnya yang lebih mudah dan pada umumnya digunakan untuk mensintesis katalis dengan kandungan nikel yang tergolong rendah (Lee, 1994).



Gambar II.10. Tahap-tahap metode impregnasi (Lee, 1994)



Pada pembuatan katalis berpenyangga dengan metode impregnasi, ada beberapa parameter penting yang perlu diperhatikan (Marceau, 2009) yaitu:

1. Larutan prekursor (garam logam) terlarut dan teradsorpsi di dalam pori penyangga selama proses impregnasi.
2. Penyangga yang digunakan dapat berbentuk bubuk akan tetapi di dalam industri yang lebih umum digunakan adalah bentuk ekstrudat atau pelet dengan ukuran yang spesifik sehingga distribusi perpindahan larutan prekursor di dalam padatan penyangga menjadi tidak homogen.
3. Larutan impregnan yang digunakan dapat mengandung beberapa senyawa berupa ion logam sebagai fasa aktif, ion asam/basa, dan koimpregnan.
4. Temperatur dan konsentrasi pada proses impregnasi sangat penting karena kondisi fisik yang berbeda dapat menyebabkan jenis fase deposisi yang berbeda sehingga mengakibatkan aktivitas katalisnya menjadi berkurang.

Proses impregnasi diawali dengan pembuatan garam logam  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ ,  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$  dan  $\text{KNO}_3$ . Garam logam yang digunakan merupakan garam dari golongan nitrat karena memiliki kelarutan yang tinggi dalam air di berbagai kondisi temperatur. Larutan garam logam tersebut kemudian disebut sebagai larutan impregnan dan dipastikan seluruh logam tercampur dengan sempurna. Larutan impregnan tersebut kemudian digunakan untuk merendam sejumlah penyangga AIP3 selama  $\pm 30$  menit. Proses impregnasi dilakukan sebanyak 2-4 kali sesuai dengan volum pori katalis yang telah dihitung sebelumnya.

Setelah impregnasi, katalis kemudian dikeringkan pada temperatur  $120^\circ\text{C}$  selama 12 jam dengan tujuan menghilangkan pelarut yang digunakan pada tahap impregnasi. Faktor-faktor yang mempengaruhi pengeringan yaitu laju pengeringan, waktu pengeringan, tekanan, dan temperatur yang digunakan perlu diperhatikan dengan seksama agar proses pengeringan berlangsung dengan baik. Laju pengeringan yang terlalu lambat akan mengakibatkan pelarut yang menguap hanya terjadi di bagian permukaan sehingga larutan garam yang tidak ikut menguap akan berdifusi ke dalam pori katalis. Hal tersebut menyebabkan konsentrasi larutan garam di pori katalis akan meningkat dan logam akan berada di bagian bawah pori

katalis. Sedangkan laju pengeringan yang terlalu cepat akan mengakibatkan larutan garam menguap dengan sangat cepat dan menyebabkan distribusi garam logam di pori katalis tidak merata.

Setelah pengeringan, tahap berikutnya yaitu kalsinasi. Katalis dikalsinasi pada temperatur 350°C selama 5 jam menggunakan *furnace*. Tujuannya adalah untuk mengubah prekursor logam yang berupa garam menjadi bentuk oksida logam dan untuk menghilangkan gas yang terbentuk seperti air dan CO<sub>2</sub>.

Setelah kalsinasi, tahap berikutnya adalah reduksi dengan temperatur reduksi sebesar 400°C. Tujuan reduksi adalah untuk mengubah oksida logam yang terbentuk pada saat kalsinasi ke dalam bentuk fasa aktif yaitu dengan mengalirkan gas hidrogen pada kondisi termal dengan temperatur reduksi yang sesuai agar mendapat fasa aktif logam yang maksimal. Laju hidrogen disesuaikan dengan jenis logam yang akan direduksi, sistem katalitik, dan reaksi yang berlangsung. Proses reduksi yang berlangsung dapat dicek apakah sudah selesai atau belum dari air yang terbentuk, apabila sudah tidak ada lagi air yang terbentuk berarti sudah tidak ada oksida logam yang direduksi menjadi logam aktif.

### **II.3 Karakterisasi Katalis Hidrogenasi 2-Etil Heksenal**

Karakterisasi katalis dilakukan untuk menentukan sifat-sifat katalis yang dihasilkan dalam suatu reaksi. Dalam penelitian ini karakterisasi yang dilakukan adalah penentuan luas permukaan, volum pori, dan diameter pori katalis hasil sintesis dengan metode BET (*Brunaure, Emmett, dan Teller*).

Luas permukaan merupakan sifat penting dalam aplikasi katalis, karena sangat menentukan jumlah situs aktif di dalam katalis dan sangat berkaitan dengan aktivitas katalis. Semakin besar luas permukaan suatu katalis, maka aktivitas katalis tersebut juga akan semakin meningkat. Pengukuran luas permukaan menggunakan teknik adsorpsi fisik dengan memanfaatkan sifat adsorpsi nitrogen ke dalam bahan. Setiap molekul nitrogen yang teradsorpsi dalam bahan ekuivalen dengan luas area tertentu. Untuk menentukan luas area ini, digunakan persamaan isotherm adsorbs.

Isoterm adsorpsi dapat digambarkan dimana volume yang teradsorpsi diplotkan terhadap  $p/p_0$  (tekanan relatif). Metode teoritis untuk menyatakan keseimbangan dalam adsorpsi adalah model *Brunauer, Emmet, Teller* yang lebih dikenal dengan persamaan BET:

$$\frac{P_{N_2}}{V(P_{0N_2}-P_{N_2})} = \frac{1}{V_{MC}} + \frac{c-1}{V_{MC}} \cdot \frac{P_{N_2}}{P_{0N_2}} \quad (\text{II.1})$$

$P_{N_2}$  merupakan tekanan parsial dari nitrogen,  $P_{0N_2}$  merupakan tekanan saturasi nitrogen pada temperatur eksperimen,  $V$  adalah volume yang teradsorp pada tekanan  $P_{N_2}$ ,  $V_m$  adalah volume lapis tunggal dan  $c$  adalah panas adsorpsi dan pencairan (liquefaction) yang konstan. Nilai  $V_m$  dan  $c$  dapat diperoleh dari hubungan persamaan regresi antara  $\frac{P_{N_2}}{V(P_{0N_2}-P_{N_2})}$  dan  $\frac{P_{N_2}}{P_{0N_2}}$  sehingga diperoleh gradien dan intersepnya. Dengan mengetahui nilai gradien dan titik potong grafik, nilai  $V_m$  dapat ditentukan dan jumlah gas molekul yang terserap di dalam adsorbat dapat ditentukan. Satu molekul nitrogen yang teradsorb kira-kira setara dengan luas area  $16,2\text{\AA}^2$  (Che dan Védrine, 2012).

#### II.4 Kinerja Katalis Hidrogenasi 2-Etil Heksenal

Kinerja suatu katalis nikel dapat dilihat dari beberapa faktor sebagai berikut:

##### 1. Konversi

Konversi merupakan ukuran banyaknya reaktan 2-Etil Heksenal yang bereaksi membentuk produk baik produk utamanya beserta produk samping. Konversi dapat dihitung dengan persamaan berikut:

$$X(\%) = \frac{\text{Konsentrasi umpan aldehid} - \text{Konsentrasi aldehid produk}}{\text{Konsentrasi umpan aldehid}} \times 100\% \quad (\text{II.2})$$

##### 2. Selektivitas

Selektivitas merupakan ukuran banyaknya produk utama yaitu alkohol (2-Etil Heksanol) yang terbentuk dibandingkan dengan jumlah umpan aldehid yang terkonversi. Selektivitas dapat dihitung dengan persamaan berikut:

$$S(\%) = \frac{\text{Jumlah produk alkohol (2-Etil Heksanol)}}{\text{Jumlah umpan aldehid yang terkonversi}} \times 100\% \quad (\text{II.3})$$

Komposisi produk keluaran reaktor diidentifikasi dengan menggunakan proses *Gas Chromatography* (GC). Larutan standar terdiri dari 2-Etil Heksenal, 2-Etil Heksanal, 2-Etil Heksenol, dan 2-Etil Heksanol diinjeksi untuk menentukan waktu retensi tiap komponen.

## **II.5 Penentuan Komposisi Katalis Hidrogenasi 2-Etil Heksenal**

Komposisi katalis NiCuK/AIP3 yang paling baik dapat ditentukan dengan metode statistik menggunakan program Minitab 16, yaitu dengan desain faktorial 2 level (range minimal dan maksimal) dan 3 faktor yaitu konsentrasi Ni, Cu, dan K sehingga dapat dibuat model matriks  $2^3$  lalu selanjutnya dapat dilihat nilai signifikansi dari masing-masing variabel dan juga interaksi tiap variabel dengan variabel lainnya. Berikutnya dapat ditentukan komposisi katalis NiCuK/AIP3 yang paling baik secara statistik, yaitu dengan membuat persamaan regresi linear dari interaksi tiap-tiap variabel penelitian. Dari persamaan tersebut dapat diperkirakan berapa komposisi penambahan logam Cu dan K yang paling baik ke dalam katalis hidrogenasi berbasis Nikel ini sehingga dapat memberikan kinerja katalis yang paling baik dalam konversi dan selektivitas.

### **II.5.1 Desain Faktorial $2^k$**

Banyak penelitian yang dilakukan dengan melibatkan dua atau lebih faktor. Dengan menggunakan desain faktorial, setiap kemungkinan level kombinasi dari faktor-faktor yang terlibat dapat diteliti. Desain faktorial  $2^k$  adalah suatu bentuk desain eksperimen apabila terdapat k faktor, dan hanya ada 2 level percobaan untuk masing-masing faktor. Desain faktorial  $2^k$  berguna terutama dalam tahapan awal suatu eksperimen, ketika terdapat cukup banyak faktor yang harus diteliti. Efek dari faktor-faktor tersebut dapat didefinisikan sebagai respon yang dihasilkan dari perubahan level faktor tersebut, biasanya disebut sebagai efek utama karena mengacu kepada faktor primer dari penelitian. Selain efek utama, terdapat juga efek interaksi yaitu perbedaan antara efek satu faktor pada level yang berbeda dari faktor lain. (Salomon, 2015)

Rancangan percobaan dengan menggunakan desain faktorial ini umumnya memiliki 3 tujuan utama, yaitu:

1. Mengukur pengaruh variabel terhadap hasil
2. Menentukan variabel yang berpengaruh terhadap hasil
3. Meneliti pengaruh dari kombinasi perlakuan tertentu dalam penelitian

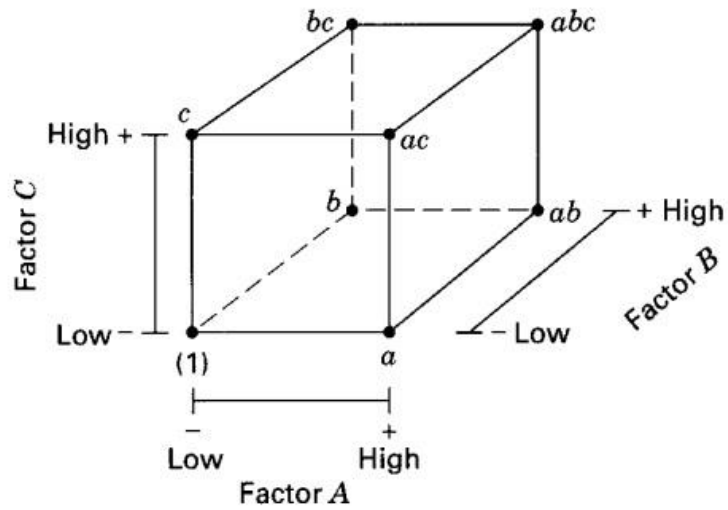
Penelitian ini menggunakan desain faktorial  $2^3$ , artinya ada 3 faktor percobaan misalnya A, B, C dengan 2 level percobaan untuk masing-masing faktor, yaitu level minimal (-) dan level maksimal (+) sehingga data yang diperoleh dapat dilihat pada Tabel II.5 berikut:

Tabel II.5. Matrix desain faktorial  $2^3$  (Montgomery, 2001)

Run	A	B	C	Labels
1	-	-	-	(1)
2	+	-	-	a
3	-	+	-	b
4	+	+	-	ab
5	-	-	+	c
6	+	-	+	ac
7	-	+	+	bc
8	+	+	+	abc

Apabila digambar secara geometrik, maka akan didapat bentuk kubus yang tersusun dari 8 titik dimana:

1. Delapan kombinasi pada titik tersebut diwakilkan oleh huruf kecil
2. Pada kombinasi yang memiliki level maksimal (+), dinotasikan dengan huruf kecil dari masing-masing faktor
3. Pada kombinasi yang memiliki level minimal (-), dinotasikan dengan (1)



Gambar II.11. Tampak geometris desain faktorial  $2^3$  (Montgomery, 2001)

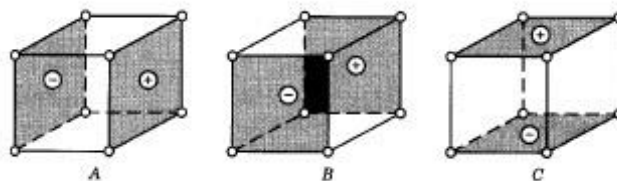
Untuk menentukan pengaruh utama dari tiap faktor pada desain faktorial  $2^3$ , digunakan persamaan berikut:

$$A = \frac{1}{4n} [a + ab + ac + abc - (1) - b - c - bc] \quad (\text{II.4})$$

$$B = \frac{1}{4n} [b + ab + bc + abc - (1) - a - c - ac] \quad (\text{II.5})$$

$$C = \frac{1}{4n} [c + ac + bc + abc - (1) - a - b - ab] \quad (\text{II.6})$$

Dimana  $n$  adalah jumlah replikasi yang dilakukan di dalam penelitian. Secara geometrik, pengaruh utama dari tiap faktor dapat dilihat seperti pada Gambar II.12 berikut:



Gambar II.12 Pengaruh utama tiap faktor pada desain faktorial  $2^3$  (Montgomery, 2001)

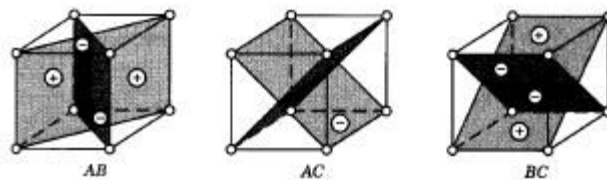
Lalu untuk menentukan pengaruh dari interaksi tiap faktor yaitu AB, AC, dan BC digunakan persamaan berikut:

$$AB = \frac{1}{4n} [(1) + ab + c + abc - a - b - ac - bc] \quad (\text{II.7})$$

$$AC = \frac{1}{4n} [(1) - a + b - ab - c + ac - bc + abc] \quad (\text{II.8})$$

$$BC = \frac{1}{4n} [(1) + a - b - ab - c - ac + bc + abc] \quad (\text{II.9})$$

Interaksi tiap faktor secara geometrik dapat dilihat pada Gambar II.13 berikut:

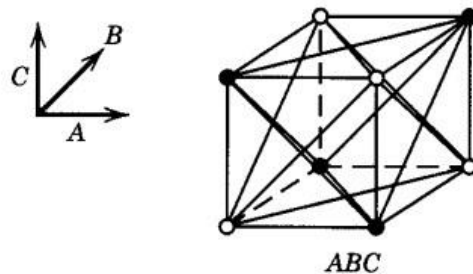


Gambar II.13 Interaksi tiap faktor pada desain faktorial  $2^3$  (Montgomery, 2001)

Selanjutnya untuk mengetahui pengaruh interaksi dari ketiga faktor atau ABC, digunakan persamaan berikut:

$$ABC = \frac{1}{4n} [(1) + ab + ac + bc - a - b - c - abc] \quad (\text{II.10})$$

Interaksi antara ketiga faktor A,B,C secara geometrik dapat dilihat pada Gambar II.14 berikut:



Gambar II.14 Interaksi ketiga faktor pada desain faktorial  $2^3$  (Montgomery, 2001)

Jumlah dari perhitungan interaksi 3 faktor ABC untuk tiap efek merupakan suatu *contrast* dalam kombinasi perlakuan dan dapat digunakan untuk menghitung *Sum of Square* (SS) atau nilai jumlah kuadrat dari tiap efek atau kombinasi perlakuan, sehingga dapat dianalisa lebih lanjut dengan analisa variansi atau ANOVA.

Dari kontras yang terbentuk, dapat dibuat tabel yang terdiri dari tanda plus dan minus, dimana tanda plus menunjukkan level maksimal dan minus menunjukkan level minimal. Setelah tanda untuk efek utama yaitu A, B, dan C sudah ditentukan maka tanda untuk efek-efek lainnya dapat ditentukan dengan mengalikan tanda di tiap kolom dengan kolom lainnya di baris yang sama, misalnya tanda pada kolom AB adalah produk hasil perkalian antara kolom A dan B di tiap barisnya. Dari tabel ini tiap kontras bisa didapatkan untuk perhitungan SS.

Pada desain faktorial  $2^3$  dengan jumlah replikasi n, nilai SS untuk tiap efek dapat dihitung dengan persamaan:

$$SS = \frac{1}{8n} (\text{contrast})^2 \quad (\text{II.11})$$

Hubungan antara kombinasi perlakuan dan efek yang membentuk kontras dapat dilihat dengan menyusunnya seperti Tabel II.6 berikut:

Tabel II.6. Tanda koefisien efek pada desain faktorial  $2^3$  (Montgomery, 2001)

Kombinasi Perlakuan	Efek							
	Total	A	B	AB	C	AC	BC	ABC
(1)	+	-	-	+	-	+	+	-
a	+	+	-	-	-	-	+	+
b	+	-	+	-	-	+	-	+
ab	+	+	+	+	-	-	-	-
c	+	-	-	+	+	-	-	+
ac	+	+	-	-	+	+	-	-
bc	+	-	+	-	+	-	-	-
abc	+	+	+	+	+	+	+	+



### II.5.2 Analisa Variansi (ANOVA) Desain Faktorial $2^k$

Analisis variansi atau ANOVA adalah suatu prosedur untuk uji perbedaan mean beberapa populasi. Konsep analisis variansi ini berdasarkan pada konsep distribusi F dan dapat diaplikasikan untuk berbagai macam analisis hubungan antara variabel-variabel yang diamati. Pada perhitungan statistik, analisis variansi ini sangat dipengaruhi oleh asumsi-asumsi yang digunakan seperti misalnya kenormalan distribus, homogenitas variansi, dan kebebasan dari kesalahan. (Sudjana, 2005)

Asumsi kenormalan distribusi memberi penjelasan terhadap karakteristik data setiap kelompok. Asumsi adanya homogenitas variansi menjelaskan bahwa variansi dalam masing-masing kelompok dianggap sama. Sedangkan asumsi bebas menjelaskan bahwa variansi masing-masing terhadap rata-ratanya pada setiap kelompok bersifat saling bebas.

Dalam suatu desain faktorial  $2^k$  terdapat 2 klasifikasi jenis faktor, dimana jenis faktor yang diklasifikasikan tergantung bagaimana kondisinya yaitu faktor tetap dan faktor acak. Faktor tetap adalah sebuah faktor dimana seluruh percobaannya diuji, sedangkan faktor acak adalah faktor dimana hanya sebagian percobaannya diambil sebagai sampel untuk diuji. Untuk desain faktorial  $2^k$  tabel ANOVA yang digunakan adalah Tabel II.7 berikut:

Tabel II.7. Tabel ANOVA pada desain faktorial  $2^k$  (Montgomery, 2001)

<b>Sumber Variasi</b>	<b>Sum of Square (SS)</b>	<b>Degree of Freedom (DF)</b>	<b>Mean Square (MS)</b>	<b>Fo</b>
A	$SS_A$	a-1	$SS_A/DF_A$	$MS_A/MS_E$
B	$SS_B$	b-1	$SS_B/DF_B$	$MS_B/MS_E$
AB	$SS_{AB}$	(a-1)(b-1)	$SS_{AB}/DF_{AB}$	$MS_{AB}/MS_E$
Error	$SS_E$	ab(n-1)	$SS_E/DF_E$	
Total	$SS_T$	abn-1		

Dari Tabel II.7 tersebut dapat dilihat bahwa nilai-nilai yang terdapat pada tabel ANOVA adalah:

1. Derajat Kebebasan atau *Degree of Freedom* (DF), yaitu sebuah nilai dimana menunjukkan jumlah informasi minimum yang diperlukan untuk menentukan satu atau lebih titik data.
2. Kuadrat Tengah atau *Mean Square* (MS) adalah varian atau ragam dari semua data pengamatan.
3. Distribusi Fo, yang merupakan perbandingan varian yang disebabkan oleh perbedaan perlakuan dengan efek lain (*error*) pada percobaan. Nilai Fo ini akan dibandingkan dengan nilai F pada tabel distribusi F, untuk menentukan keputusan yang akan diambil.

Untuk menghitung nilai  $SS_A$ ,  $SS_B$ , dan  $SS_{AB}$  digunakan persamaan sebagai berikut:

$$SS_A = \frac{1}{bn} \sum_{i=1}^a y_i^2 - \frac{y^2}{abn} \quad (\text{II.12})$$

$$SS_B = \frac{1}{an} \sum_{j=1}^b y_j^2 - \frac{y^2}{abn} \quad (\text{II.13})$$

$$SS_{subtotal} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b y_{ij}^2 - \frac{y^2}{abn} \quad (\text{II.14})$$

$$SS_{AB} = SS_{subtotal} - SS_A - SS_B \quad (\text{II.15})$$

Lalu untuk menghitung *Sum of Square Total* (SST) digunakan persamaan sebagai berikut:

$$SS_T = \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \sum_{k=1}^n y_{ijk}^2 - \frac{y^2}{abn} \quad (\text{II.16})$$

Sedangkan untuk menghitung *Sum of Square Error* (SSE) digunakan persamaan sebagai berikut:

$$SS_E = SS_T - SS_{subtotal} \quad (\text{II.17})$$

## Bab III Metode Penelitian

### III.1 Metodologi

Tujuan utama dari penelitian ini adalah untuk menganalisa pengaruh dari penambahan promotor logam Cu dan K pada pembuatan katalis hidrogenasi berbasis nikel untuk reaksi hidrogenasi 2-Etil Heksenal menjadi 2-Etil Heksanol.

Metodologi percobaan yang dilakukan pada penelitian adalah sebagai berikut:

1. Penentuan variasi komposisi logam Ni, Cu, dan K dan desain percobaan yang dilakukan dengan metode DOE (*Design Of Experiments*) di program minitab. Logam Ni yang digunakan adalah Nikel konsentrasi 10% dan 20% atau disingkat dengan N10 dan N20. Lalu variasi logam Cu dan K yang dilakukan adalah logam Cu di konsentrasi 5% dan 10%, lalu untuk K di konsentrasi 0,1% dan 0,5%
2. Sintesis katalis berbasis logam Nikel dengan penambahan promotor Cu dan K menggunakan metode impregnasi yaitu deposisi logam Ni, Cu, dan K ke dalam penyangga alumina fosfat 3,3% (AIP3) buatan Laboratorium Teknik Reaksi Kimia ITB.
3. Karakterisasi katalis hasil sintesis dengan metode BET untuk menentukan luas permukaan, volum pori, dan diameter pori katalis.
4. Uji aktivitas katalis terhadap reaksi hidrogenasi 2-Etil Heksenal menggunakan reaktor unggun tetap kontinu dengan kondisi operasi temperatur  $120^{\circ}\text{C}$ , tekanan 30 bar, dan LHSV  $1,14\text{ jam}^{-1}$ . Produk hasil reaksi kemudian dianalisa menggunakan metode kromatografi untuk mendapatkan nilai Konversi (X) dan Selektivitas (S).
5. Penentuan komposisi katalis NiCuK/AIP3 terbaik dari 8 sample yang sudah dibuat dan diuji aktvitasnya dengan menggunakan analisa signifikansi dan persamaan regresi linear yang didapat dari program minitab, berdasarkan desain percobaan yang sudah dibuat sebelumnya.

## **III.2 Percobaan**

### **III.2.1 Alat**

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini dapat dikelompokkan menjadi dua bagian yaitu peralatan untuk sintesis katalis dan peralatan untuk uji aktivitas katalis. Pada proses sintesis katalis dibutuhkan peralatan gelas berupa gelas beker, spatula, pipet tetes dan botol vial, pengaduk magnet (*stirrer*), neraca analitik, pH-meter, oven sebagai alat pengeringan katalis dan *furnace* untuk kalsinasi katalis. Karakterisasi dengan metode BET dilakukan menggunakan *Surface Area Analyzer* (SAA) merk NOVA 3200e. Uji aktivitas katalitik dilakukan dalam reaktor unggun tetap, *Reaction Engineering R-SCS* model R-301. Untuk analisa komposisi campuran reaksi yang dihasilkan, digunakan seperangkat peralatan gas chromatography (GC) merk Shimadzu tipe 2010 plus dengan jenis kolom Rtx-5, detektor FID, dan gas pembawa helium dan hidrogen.

### **III.2.2 Bahan**

Katalis hidrogenasi 2-Etil Heksenal terdiri dari tiga komponen, yaitu logam aktif Ni sebagai fasa aktif (komponen utama), penyangga alumina fosfat 3,3% (AIP3) dan logam Cu dan K sebagai promotor. Sebagai sumber logam untuk sintesis katalis dipilih larutan garam nitrat berupa  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$  (sumber Ni),  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$  (sumber Cu), dan  $\text{KNO}_3$  (sumber K).

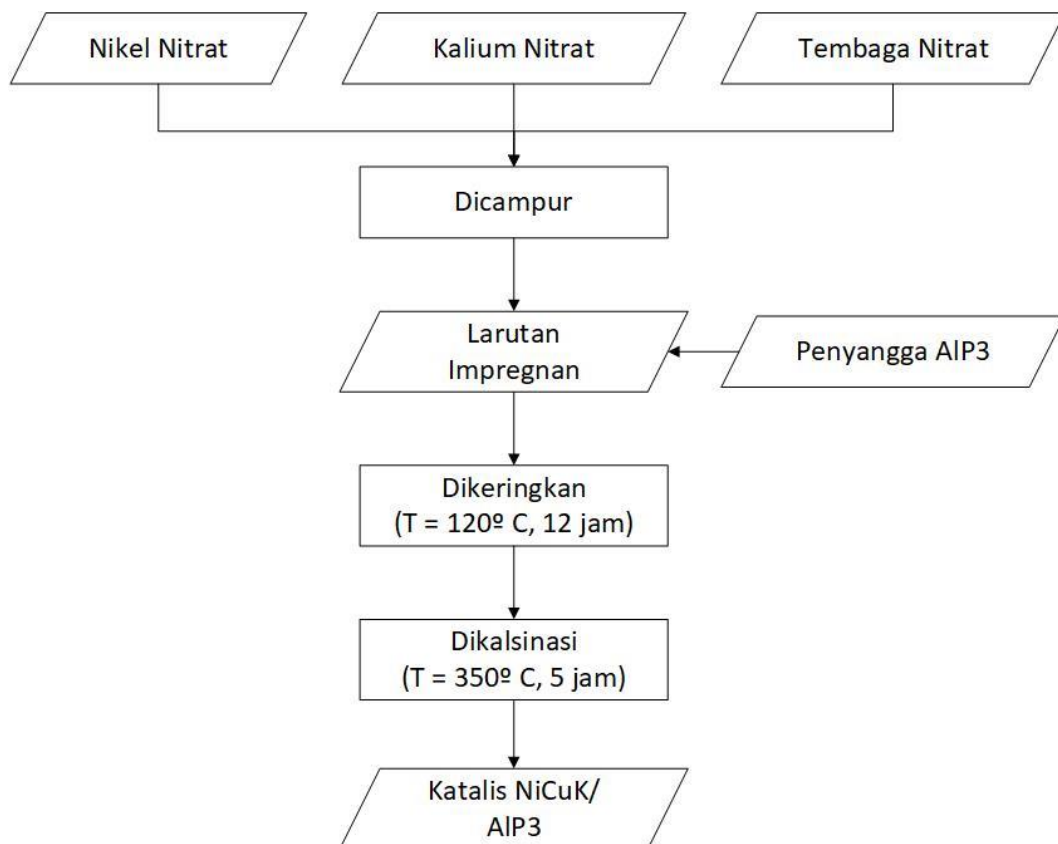
Umpan uji aktivitas katalitik yang digunakan dalam penelitian ini adalah campuran 2-etilheksenal dan 2-etilheksanol. Gas hidrogen (hidrogen produk IGI) untuk melangsungkan proses hidrogenasi 2-etilheksenal. Selain itu, diperlukan gas nitrogen dan helium (produk IGI) untuk analisa gas kromatografi.

### **III.2.3 Prosedur**

#### **III.2.3.1 Sintesis**

Sintesis katalis NiCuK/AIP3 dilakukan menggunakan metode impregnasi untuk membebaskan logam ke dalam penyangga AIP3. Penyangga AIP3 telah tersedia di Laboratorium Teknik Reaksi Kimia ITB. Proses pembuatan katalis dengan metode impregnasi insipien basah diawali dengan pembuatan larutan garam logam

$\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ ,  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ , dan  $\text{KNO}_3$  dilarutkan dalam air deion hingga konsentrasi larutan impregnan mengandung Ni 10% berat atau Ni 20% berat, Cu 5% berat atau 10% berat, dan K 0,1% berat atau 0,5% berat. Larutan impregnan tersebut kemudian dipakai untuk merendam sejumlah penyangga AIP3 selama  $\pm 30$  menit. Perendaman dilakukan hingga semua logam aktif terserap di dalam penyangga dan dilakukan sebanyak 2-3 kali sesuai dengan perhitungan volum pori katalis. Setelah itu, proses selanjutnya adalah pengeringan pada temperatur  $120^\circ\text{C}$  selama 12 jam. Kemudian katalis dikalsinasi pada temperatur  $350^\circ\text{C}$  selama 5 jam menggunakan *furnace*. Diagram alir untuk prosedur pembuatan katalis Ni-Cu-K dapat dilihat pada Gambar III.1:



Gambar III.1 Diagram alir pembuatan katalis NiCuK/AIP3 (Mutiara, 2016)

### III.2.3.2 Karakterisasi Katalis dengan metode BET

Untuk mengetahui sifat fisik sampel katalis hasil sintesis yang berupa luas permukaan, volum pori, dan diameter rata-rata pori katalis (porositas katalis) dapat

dilakukan dengan alat *Surface Area Analyzer* (SAA) Nova 3200e. Pertama sampel katalis ditempatkan ke dalam tabung sampel yang terbuat dari kuarsa. Selanjutnya sampel dipanaskan dan dilakukan proses *degassing* pada temperatur 300<sup>0</sup>C selama 4 jam. Setelah itu, sampel dijenuhkan dengan nitrogen pada temperatur nitrogen cair (77,40 K). Selanjutnya volume gas atau berat gas nitrogen yang teradsorpsi, ditentukan dengan dengan mengukur pengurangan tekanan atau volume gas nitrogen setelah kondisi keseimbangan adsorpsi-desorpsi tercapai.

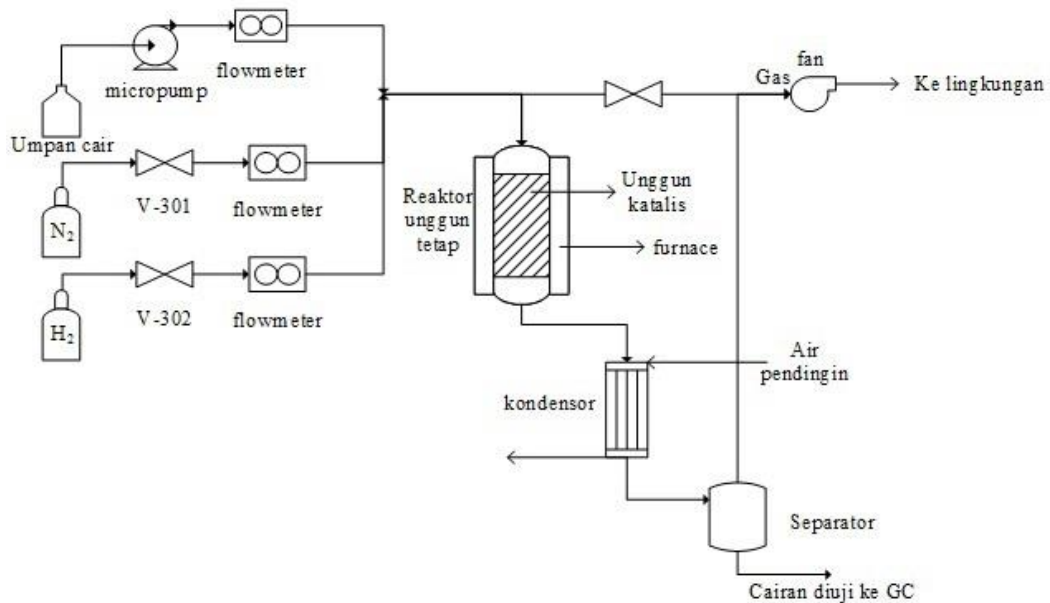
### **III.2.3.3 Uji Aktivitas Katalitik dan Analisa Produk**

#### **a. Uji aktivitas katalitik pada reaktor unggun tetap**

Katalis dimasukkan ke dalam keranjang kawat dengan berat sebesar 8,55 gram dan dimasukkan ke dalam reaktor. Reaktor yang digunakan merupakan reaktor kontinu unggun tetap, *Reaction Engineering* R-SCS model R-301 yang memiliki elemen pemanas untuk memanaskan reaktor. Setelah komputer terhubung dengan reaktor, valve gas N<sub>2</sub> dibuka dan laku alirnya diatur dengan komputer. Lalu pada saat gas N<sub>2</sub> sudah mulai mengalir dan menunjukkan tekanan tertentu, dilakukan uji kebocoran terlebih dahulu menggunakan busa sabun pada beberapa sambungan alat. Apabila sudah dipastikan tidak ada kebocoran, berikutnya reaktor digurah (*purging*) dengan gas N<sub>2</sub> selama 30 menit dengan laju alir 100 mL/menit dan dilanjutkan dengan campuran gas H<sub>2</sub> selama 30 menit. Selanjutnya dilakukan reduksi terhadap katalis di unggun pada tekanan 3 bar menggunakan gas H<sub>2</sub> dengan laju alir 5 mL/menit pada temperatur 400<sup>0</sup>C. Umpan campuran 2-Etil Heksenal dan 2-Etil Heksanol dengan perbandingan 1:4 dialirkan ke dalam reaktor dengan laju alir dalam LHSV (*Liquid Hourly Space Velocity*) 1,14 h<sup>-1</sup>.

Penggunaan umpan berupa campuran 2-Etil Heksenal dan 2-Etil Heksanol dilakukan dengan tujuan untuk mengantisipasi kenaikan temperatur yang tinggi karena reaksinya yang bersifat eksotermis. Kenaikan temperatur yang berlebihan selama reaksi hidrogenasi harus dihindari karena dapat merusak katalis di dalam unggun. Kemudian dialirkan gas H<sub>2</sub> dengan laju alir 10 mL/menit ke dalam reaktor. Selanjutnya reaktor dikondisikan pada temperatur 120<sup>0</sup>C dan tekanan 30 bar. Tekanan dinaikkan dengan mengalirkan gas H<sub>2</sub> pada laju tertentu hingga tekanan

operasi tercapai, sedangkan temperatur ditingkatkan dengan pengaturan menggunakan komputer. Reaksi hidrogenasi diselenggarakan selama 6 jam hingga mencapai kondisi *steady-state*. Produk keluaran reaktor kemudian diambil tiap jam untuk analisa menggunakan kromatografi gas. Skema reaktor kontinu yang digunakan dalam penelitian ini dapat dilihat pada Gambar III.2 berikut:



Gambar III.2 Skema reaktor unggun tetap Reaction Engineering model R-301

### b. Analisa Produk Hasil

Perhitungan konversi dan selektivitas dilakukan melalui pengolahan data % luas area yang didapat dari kromatogram alat GC. Sebanyak 0,02  $\mu\text{L}$  sampel berupa produk cair hasil campuran reaksi diinjeksikan ke dalam GC dan dilakukan proses analisa kromatografi gas merk Shimadzu tipe 2010 plus dengan kolom Rtx-5, detektor FID dan *temperature injector* 210°C. Analisa tiap sampel dilakukan sebanyak dua kali untuk menghindari kesalahan analisa.

### III.3 Variasi

Variasi yang dilakukan pada penelitian ini yaitu variasi komposisi *loading* logam Nikel di dalam katalis dan variasi komposisi *loading* promotor logam Cu dan K di dalam katalis Nikel tersebut. Proses hidrogenasi dilakukan pada temperatur 120°C

dan tekanan 30 bar. Nilai variasi *loading* logam yang dilakukan adalah 10 & 20% berat Nikel; 5 & 10% berat Tembaga, lalu 0,1 & 0,5% berat Kalium terhadap massa total katalis. Variasi penambahan logam Cu dan K dilakukan untuk melihat pengaruh penambahan logam promotor tersebut terhadap aktivitas katalis hidrogenasi. Total variasi yang dibuat adalah 8 macam yang dapat dilihat pada Tabel III.1 berikut:

Tabel III.1 Variasi katalis yang dibuat

<b>Logam (%)</b>	<b>N10-51</b>	<b>N10-55</b>	<b>N10-101</b>	<b>N10-105</b>	<b>N20-51</b>	<b>N20-55</b>	<b>N20-101</b>	<b>N20-105</b>
<b>Ni</b>	<b>10</b>	<b>10</b>	<b>10</b>	<b>10</b>	<b>20</b>	<b>20</b>	<b>20</b>	<b>20</b>
<b>Cu</b>	<b>5</b>	<b>5</b>	<b>10</b>	<b>10</b>	<b>5</b>	<b>5</b>	<b>10</b>	<b>10</b>
<b>K</b>	<b>0,1</b>	<b>0,5</b>	<b>0,1</b>	<b>0,5</b>	<b>0,1</b>	<b>0,5</b>	<b>0,1</b>	<b>0,5</b>

#### III.4 Interpretasi Data

Data yang diperoleh dari analisa kromatografi gas adalah data waktu retensi dan luas puncak. Waktu retensi menunjukkan jenis komponen, sedangkan luas puncak menunjukkan kuantitas komponen yang dianalisa. Kromatografi gas perlu dilakukan kalibrasi terlebih dahulu menggunakan komponen-komponen yang mungkin terdapat dalam sampel, yakni 2-etilheksenal (reaktan), 2-etilheksanal (produk antara), dan 2-etilheksanol (produk akhir). Setelah dilakukan kalibrasi terhadap masing-masing komponen, data luas puncak yang diperoleh dapat digunakan untuk menghitung konsentrasi masing-masing komponen dalam sampel.

Analisa data dilakukan terhadap konversi dan selektivitas katalis untuk membandingkan performa katalis yang dibuat dengan katalis komersial. Komposisi umpan dan produk keluaran reaktor diuji untuk menghitung konversi dan selektivitas katalis. Kemudian dari uji aktivitas dilakukan analisa terhadap efek dari penambahan promotor logam Cu dan K pada katalis hidrogenasi berbasis logam Ni tersebut.



Komposisi katalis NiCuK/AIP3 yang paling baik dapat ditentukan dari perhitungan signifikansi dari tiap-tiap variabel terhadap hasil konversi dan juga selektivitas dalam desain penelitian bentuk  $2^3$  dan faktorial level 2 yang sudah dibuat sebelum melakukan penelitian. Dari data tersebut dapat diperoleh kurva normal plot residual dan juga pareto chart untuk melihat validitas dari model tersebut apakah sudah sesuai dengan model yang seharusnya. Lalu dari analisa variansi yang dilakukan, bisa didapat persamaan regresi untuk memperkirakan komposisi katalis NiCuK/AIP3 yang memberikan kinerja terbaik dalam konversi dan selektivitas.

## Bab IV Hasil dan Pembahasan

### IV.1 Sintesis Katalis Hidrogenasi NiCuK/AIP3

Sintesis katalis NiCuK/AIP3 dilakukan dengan 2 basis komposisi Nikel 10% dan 20% yang ditambahkan dengan promotor Cu dan K dengan jumlah yang bervariasi yaitu 5% dan 10% untuk Cu dan 0,1% dan 0,5% untuk K dengan total variasi sebanyak 8 katalis. Katalis hasil sintesis diberi kode sesuai dengan jumlah logam yang terkandung di dalamnya, dimana untuk 3 kode pertama yaitu N10 dan N20 menandakan katalis tersebut mengandung logam Nikel sebagai fasa aktif sebanyak 10% dan 20%, lalu 3 angka di belakangnya menunjukkan jumlah dari promotor Cu dan K yang digunakan yaitu 5 dan 10 di awal untuk Cu menandakan katalis tersebut mengandung 5% dan 10% Cu, lalu 1 dan 5 di akhir menandakan katalis tersebut mengandung 0,1% dan 0,5% K.

Sintesis katalis dilakukan dengan metode impregnasi kering dan dilakukan beberapa kali tergantung jumlah dari logam yang digunakan. Berikut di Tabel IV.1 adalah detail dari komposisi tiap katalis yang disintesis dan juga tahapan impregnasinya:

Tabel IV.1 Komposisi katalis hidrogenasi hasil sintesis

No	Katalis	Ni (%)	Cu (%)	K (%)	Tahap impregnasi
1	N10-51	10	5	0,1	2
2	N10-55	10	5	0,5	2
3	N10-101	10	10	0,1	2
4	N10-105	10	10	0,5	2
5	N20-51	20	5	0,1	3
6	N20-55	20	5	0,5	3
7	N20-101	20	10	0,1	4
8	N20-105	20	10	0,5	4

Larutan impregnan yang berisi ketiga logam Ni, Cu, dan K dengan berbagai variasi komposisi digunakan untuk merendam sejumlah penyangga AIP3 sehingga seluruh logam tersebut terserap aktif di dalam penyangga AIP3. Proses impregnasi ini

dilakukan secara bertahap dengan tujuan supaya menyesuaikan dengan volum pori penyangga AIP3 yaitu 6,5 mL/10 g.

Setelah impregnasi, proses berikutnya adalah pengeringan pada temperatur 120°C selama 12 jam, tujuannya yaitu untuk menguapkan pelarut dan untuk mengkristalkan garam logam di permukaan penyangga. Laju pengeringan yang dilakukan tidak boleh terlalu cepat atau terlalu lambat, karena akan menyebabkan penyebaran logam fasa aktif tidak merata di pori-pori katalis.

Setelah pengeringan, katalis kemudian dikalsinasi pada temperatur 350°C selama 5 jam di dalam *furnace*, tujuannya adalah untuk mengubah garam logam ke dalam bentuk oksida agar distribusi logam di dalam pori-pori katalis lebih merata (Richardson, 1989). Selain itu, pada temperatur kalsinasi yang cukup tinggi ini molekul air yang terikat secara kimia dapat disingkirkan, karena dapat menghambat pembentukan fasa aktif.

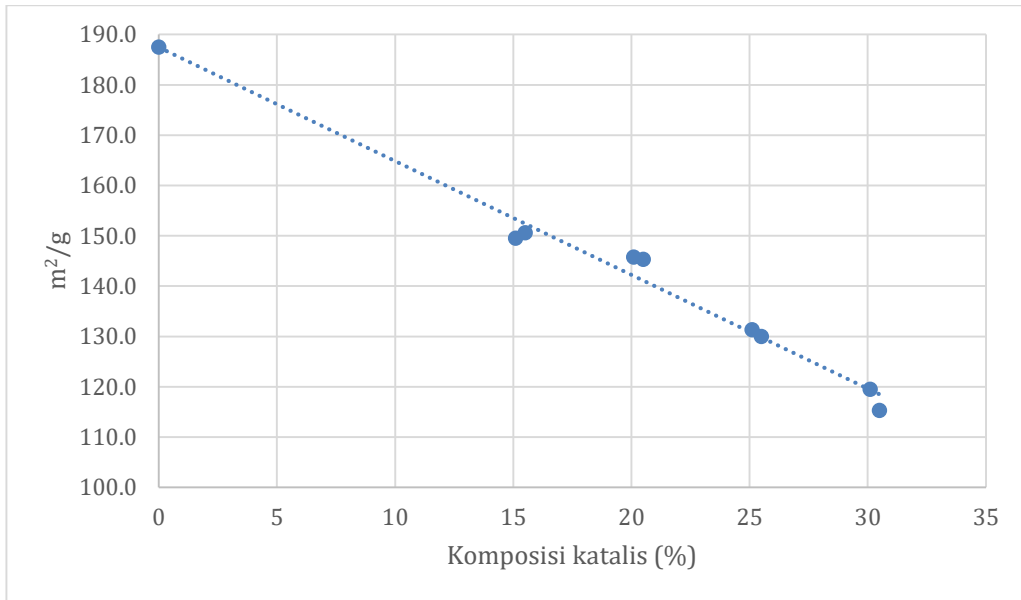
#### IV.2 Karakterisasi Katalis

Analisa katalis hasil sintesis dengan metode BET digunakan untuk mengetahui seberapa besar luas permukaan, volum pori, dan diameter pori dari katalis-katalis tersebut. Hasil analisisnya dapat dilihat pada Tabel IV.2 berikut:

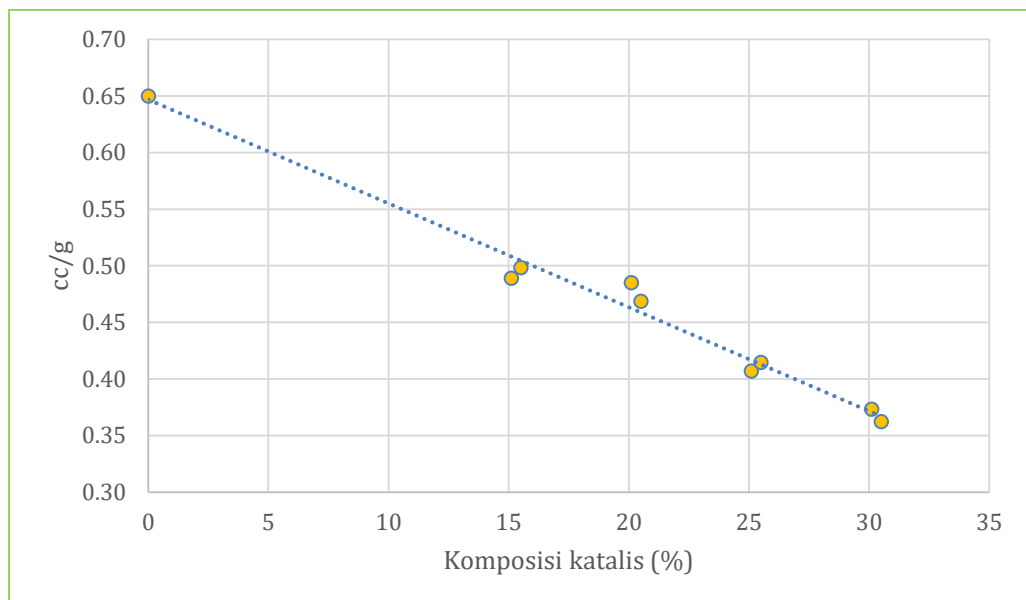
Tabel IV.2 Hasil Karakterisasi katalis NiCuK/AIP3 dengan metode BET

No	Katalis	Konsentrasi (%)	SA (m <sup>2</sup> /g)	pV (cc/g)	pD (Å)
1	Support AIP3 (P 3,3%)	0	187,5	0,65	139
2	Nikel 10%, Cu 5%, K 0,1%	15,1	149,5	0,49	131
3	Nikel 10%, Cu 5%, K 0,5%	15,5	150,6	0,5	132
4	Nikel 10%, Cu 10%, K 0,1%	20,1	145,8	0,49	133
5	Nikel 10%, Cu 10%, K 0,5%	20,5	145,3	0,47	129
6	Nikel 20%, Cu 5%, K 0,1%	25,1	131,3	0,41	124
7	Nikel 20%, Cu 5%, K 0,5%	25,5	130,0	0,41	128
8	Nikel 20%, Cu 10%, K 0,1%	30,1	119,5	0,37	125
9	Nikel 20%, Cu 10%, K 0,5%	30,5	115,3	0,36	126

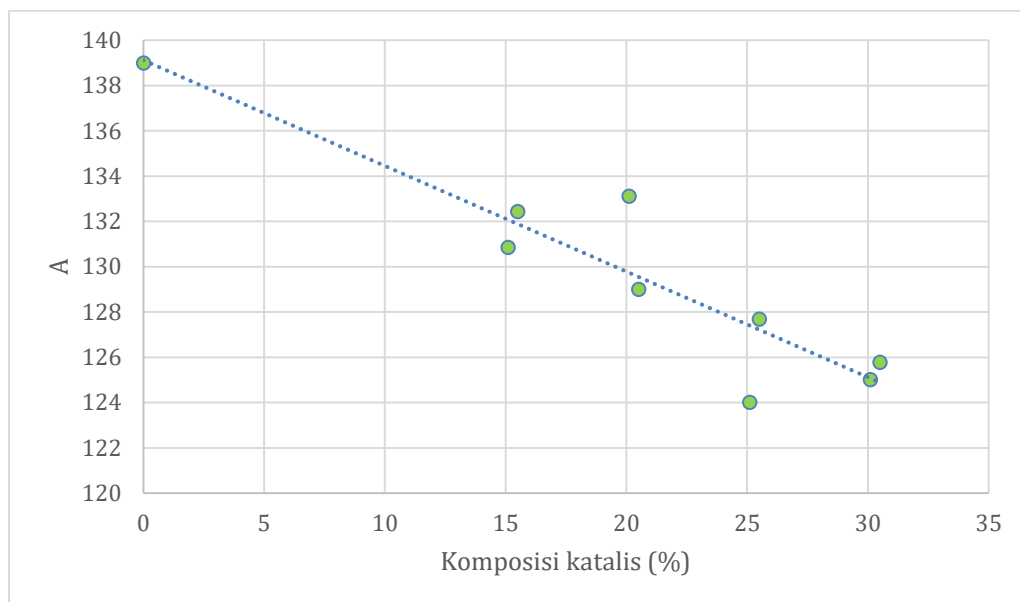
Dari Tabel IV.2 tersebut, dapat dilihat bagaimana tren dari luas permukaan, volum pori, dan diameter pori katalis NiCuK/AIP3 hasil sintesis dari sebelum impregnasi masih berupa support AIP3 hingga setelah dilakukan impregnasi beberapa kali untuk mendapatkan kadar yang diharapkan di dalam katalis tersebut pada Gambar IV.1, IV.2, dan IV.3 berikut:



Gambar IV.1 Tren luas permukaan katalis NiCuK/AIP3



Gambar IV.2 Tren volum pori katalis NiCuK/AIP3



Gambar IV.3 Tren diameter pori katalis NiCuK/AIP3

Dari Gambar IV.1, dapat dilihat bahwa luas permukaan katalis NiCuK/AIP3 hasil sintesis yang diukur dengan metode BET mengalami penurunan linear dengan semakin besarnya konsentrasi logam yang diimpregnasi ke dalam penyangga. Penurunan luas permukaan tersebut disebabkan oleh permukaan pori yang terlapis dengan logam yang diimpregnasikan.

Dari Gambar IV.2 dan IV.3, dapat dilihat juga bahwa jumlah logam yang melapisi permukaan pori penyangga juga mempengaruhi besarnya volum pori dan diameter pori katalis. Besarnya jumlah logam yang diimpregnasikan ke dalam penyangga menyebabkan semakin tebalnya lapisan logam pada permukaan pori katalis, sehingga menyebabkan penurunan pada besarnya ukuran diameter pori dan volum pori pada katalis tersebut.

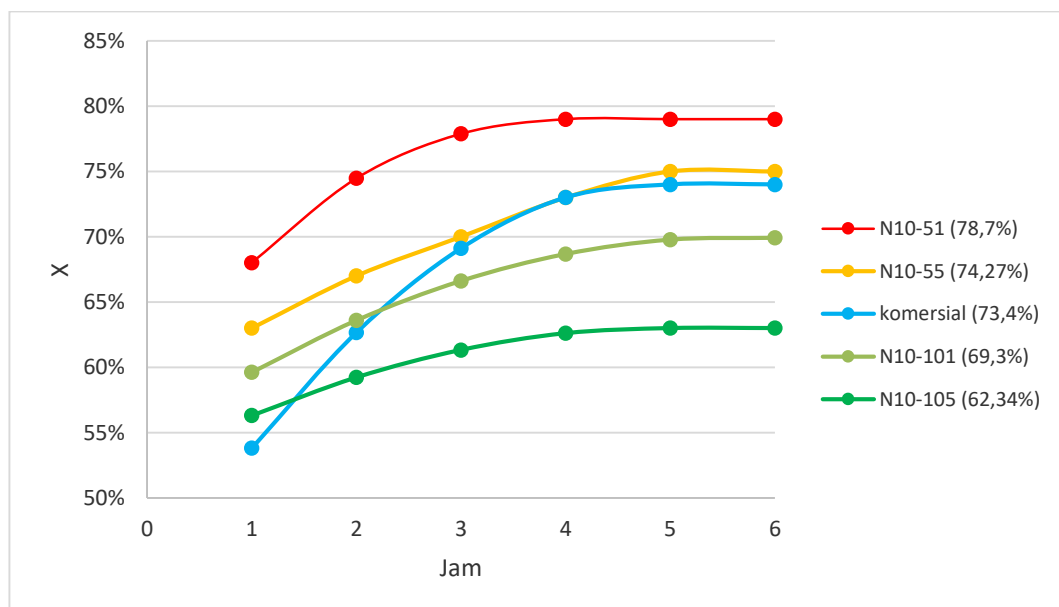
### IV.3 Uji Aktivitas Katalitik: Proses Hidrogenasi 2-Etil Heksenal menjadi 2-Etil Heksanol

Katalis hasil disintesis kemudian dievaluasi dengan menggunakan reaktor unggun tetap R301 yang terdapat di lab Tekanan Tinggi departemen Teknik Kimia ITB untuk melakukan proses hidrogenasi 2-Etil Heksenal menjadi 2-Etil Heksanol,

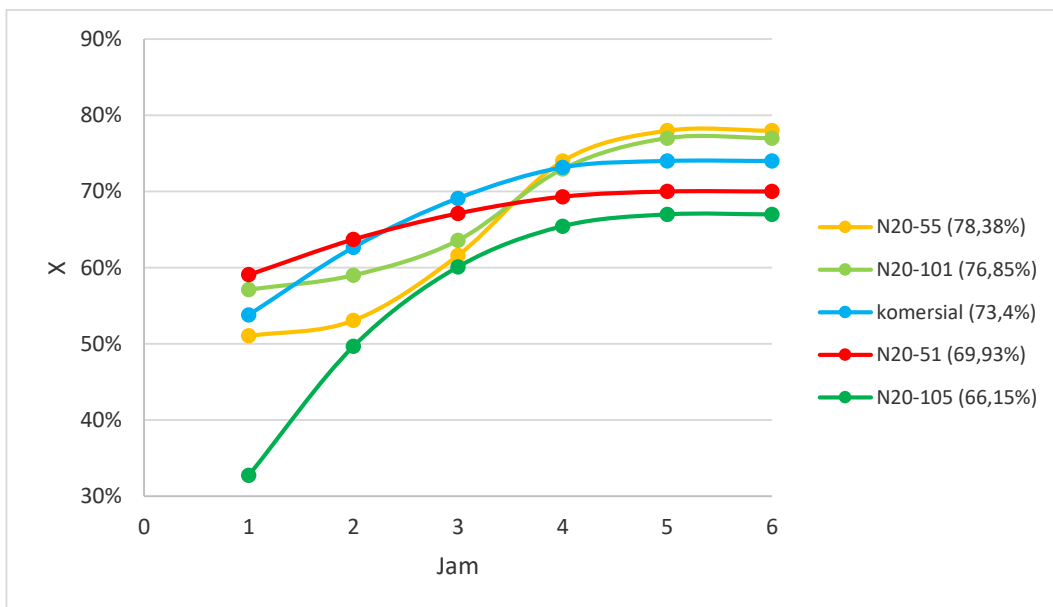
dimana kinerja katalis tersebut dapat dilihat berdasarkan jumlah 2-Etil Heksenal yang terkonversi menjadi 2-Etil Heksanol beserta selektivitasnya dari 2-Etil Heksenal ke arah 2-Etil Heksanol. Reaksi dilangsungkan di dalam kondisi operasi yang mirip dengan di industri yaitu sebagai berikut;  $P = 30$  bar,  $T = 120^{\circ}\text{C}$  dan gas hidrogen yang dialirkan sebesar 10 mL/menit. Umpan yang digunakan adalah campuran dari reaktan 2-Etil Heksenal dan produk 2-Etil Heksanol dengan rasio 1:4 terhadap massa larutan. Pencampuran ini bertujuan agar dapat mencegah kenaikan temperatur yang drastis pada saat reaksi karena reaksi hidrogenasi 2-Etil Heksenal ini bersifat sangat eksotermis. Laju alir umpan yang digunakan pada saat reaksi adalah 1 mL/menit agar menghasilkan LHSV sebesar  $1,14 \text{ jam}^{-1}$ . Reaksi dilangsungkan selama 6 jam untuk memastikan bahwa reaksinya sudah mencapai kondisi *steady state* atau tunak.

#### IV.3.1 Konversi Katalis Hidrogenasi NiCuK/AIP3

Berikut dapat dilihat di Gambar IV.4 dan IV.5 adalah kurva yang menampilkan kinerja katalis hidrogenasi NiCuK/AIP3 hasil sintesis dalam konversi 2-Etil Heksenal menjadi 2-Etil Heksanol:



Gambar IV.4 Konversi katalis NiCuK/AIP3 basis Nikel 10%



Gambar IV.5 Konversi katalis NiCuK/AIP3 basis Nikel 20%

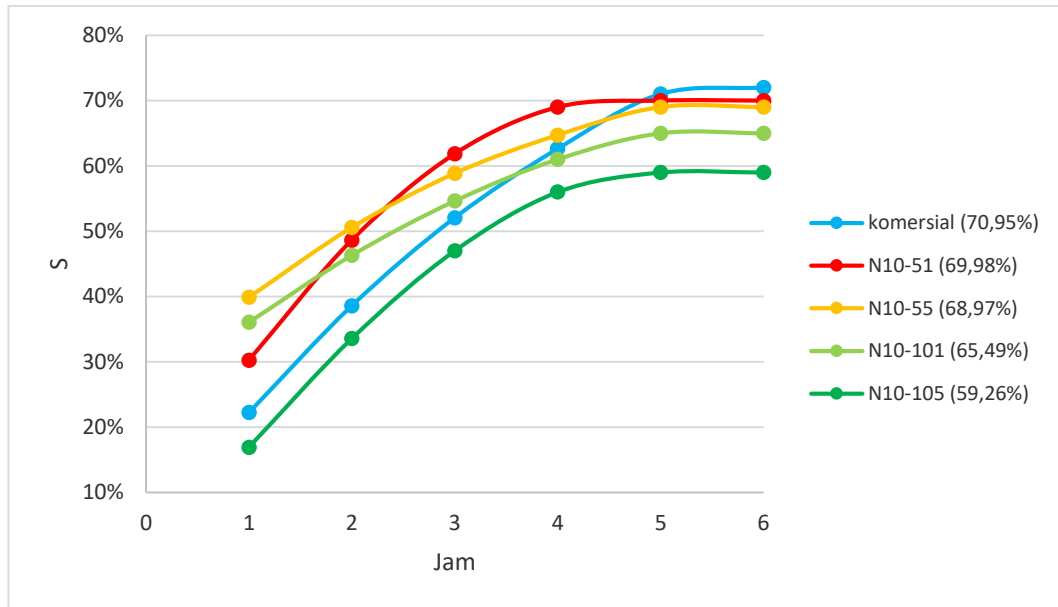
Dari kedua gambar tersebut dapat dilihat bahwa katalis NiCuK/AIP3 hasil sintesis dan juga katalis komersial mencapai keadaan *steady state* atau tunak mulai di jam ke-5, sehingga kinerja katalis untuk studi statistik akan dinyatakan dalam konversi di kondisi *steady state* yang dapat dilihat di Tabel IV.3 berikut:

Tabel IV.3 Konversi katalis pada kondisi *steady state*

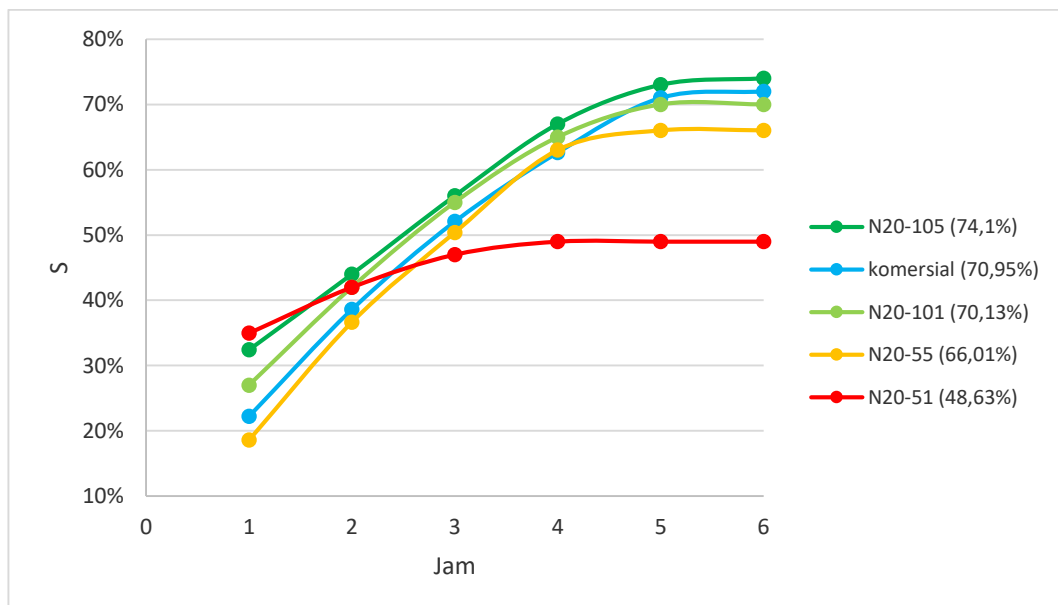
No	Katalis	5	6	X Avg
1	Komersial	72,82%	73,99%	73,40%
2	N10-51	77,78%	78,56%	78,7%
3	N10-55	74,76%	73,78%	74,27%
4	N10-101	68,88%	69,72%	69,3%
5	N10-105	61,90%	62,78%	62,34%
6	N20-51	70,58%	69,99%	69,93%
7	N20-55	79,11%	77,66%	78,38%
8	N20-101	76,36%	76,64%	76,85%
9	N20-105	64,18%	66,89%	66,15%

### IV.3.2 Selektivitas Katalis Hidrogenasi NiCuK/AIP3

Berikut di Gambar IV.6 dan IV.7 adalah kurva yang menampilkan kinerja katalis hidrogenasi NiCuK/AIP3 hasil sintesis dalam selektivitas 2-Etil Heksenal menjadi 2-Etil Heksanol:



Gambar IV.6 Selektivitas katalis NiCuK/AIP3 basis Nikel 10%



Gambar IV.7 Selektivitas katalis NiCuK/AIP3 basis Nikel 20%



Dari kedua gambar tersebut, dapat dilihat bahwa katalis NiCuK/AlP3 hasil sintesis dan juga katalis komersial mencapai keadaan *steady state* atau tunak dalam selektivitasnya ke arah 2-Etil Heksanol mulai di jam ke-5, sehingga kinerja katalis untuk studi statistik akan dinyatakan dalam selektivitas di kondisi *steady state* yang dapat dilihat di Tabel IV.4 berikut:

Tabel IV.4 Selektivitas katalis pada kondisi *steady state*

No	Katalis	5	6	S Avg
1	Komersial	69,78%	72,13%	70,95%
2	N10-51	68,35%	71,62%	69,98%
3	N10-55	67,97%	69,98%	68,97%
4	N10-101	64,89%	66,09%	65,49%
5	N10-105	60,72%	57,81%	59,26%
6	N20-51	48,25%	49,01%	48,63%
7	N20-55	72,34%	69,75%	71,04%
8	N20-101	69,70%	70,57%	70,13%
9	N20-105	72,09%	76,11%	74,1%

### IV.3.3 Yield (Perolehan) Katalis NiCuK/AlP3

Dari hasil uji aktivitas berupa konversi dan selektivitas, dapat diperoleh juga nilai *yield* (perolehan) yang merupakan salah satu parameter dalam menilai kinerja dari katalis yaitu dengan mengalikan hasil konversi dan selektivitas katalis tersebut. Berikut hasil *yield* masing-masing katalis hasil sintesis pada jam ke-5 dan ke-6 atau kondisi *steady state* dapat dilihat di Tabel IV.5 berikut:

Tabel IV.5 Yield (Perolehan) katalis pada kondisi *steady state*

No	Katalis	5	6	Y Avg
1	Komersial	50,81%	53,37%	52,09%
2	N10-51	53,16%	56,26%	54,71%
3	N10-55	50,81%	51,63%	51,22%
4	N10-101	44,7%	46,08%	45,39%
5	N10-105	37,58%	36,29%	36,94%
6	N20-51	34,06%	34,3%	34,18%
7	N20-55	57,22%	54,17%	55,7%
8	N20-101	53,23%	54,08%	53,74%
9	N20-105	46,27%	50,91%	49,83%

#### **IV.4 Analisa Variansi (ANOVA) pada Katalis Hidrogenasi**

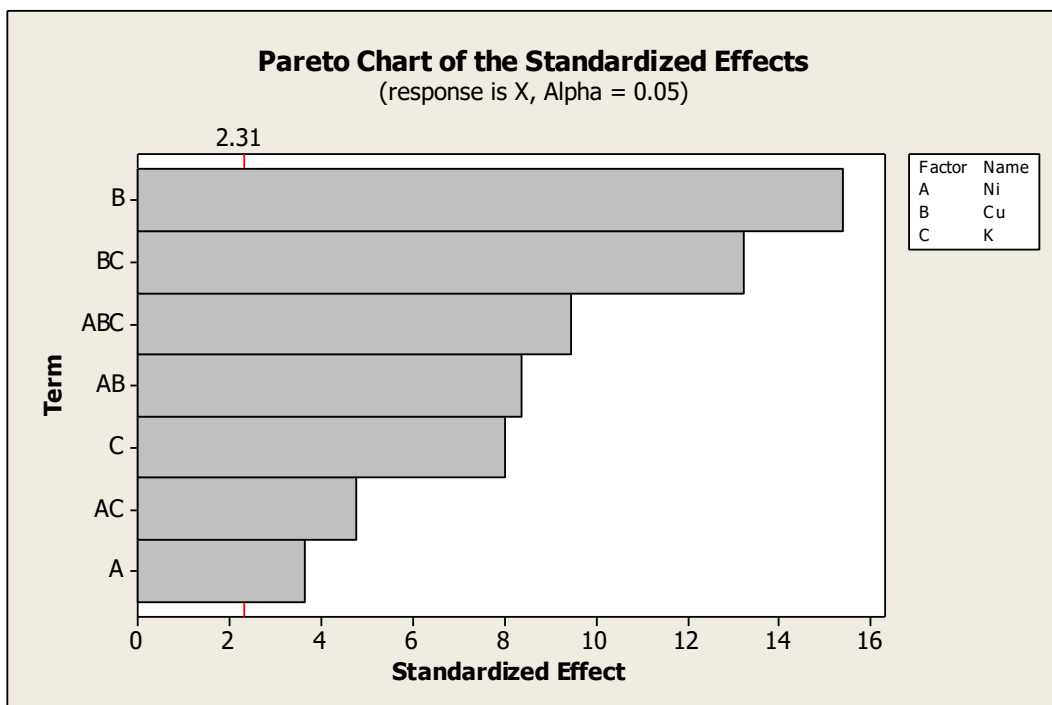
Dalam penelitian ini, hasil uji aktivitas 8 varian katalis hidrogenasi NiCuK/AIP3 yang sudah dilangsungkan dalam kondisi operasi yang hamper sama dengan kondisi di industri yaitu PT PON akan dianalisa lebih lanjut dengan studi statistik menggunakan desain faktorial  $2^3$  dan analisis variansi atau ANOVA menggunakan program minitab untuk mempelajari pengaruh dari penambahan promotor Cu dan K ke dalam katalis NiCuK/AIP3 dan seberapa besar pengaruh tersebut pada aktivitas katalis hidrogenasi terutama konversi, selektivitas, dan juga *yield* (perolehan) katalis. Lalu dari hasil analisa tersebut dilanjutkan dengan metode regresi linear bertingkat untuk memperkirakan komposisi katalis hidrogenasi berbasis Nikel dengan promotor Cu dan K yang memberikan kinerja terbaik dalam konversi dan selektivitas.

##### **IV.4.1 ANOVA pada kinerja Konversi Katalis**

Pada analisa variansi terhadap kinerja konversi (X) katalis hasil sintesis, digunakan data-data konversi katalis NiCuK/AIP3 pada kondisi tunak atau *steady state* yaitu pada jam ke-5 dan ke-6 seperti dapat dilihat pada Tabel IV.3 untuk mempelajari pengaruh dari penambahan promotor Cu dan K di dalam katalis NiCuK/AIP3.

Dari data-data konversi tersebut dapat dilakukan pengujian secara statistik pada desain faktorial  $2^3$  yang telah disiapkan sebelumnya untuk menentukan besarnya pengaruh dari tiap faktor dan juga interaksinya terhadap hasil penelitian yang sudah dilakukan, dalam hal ini yang diteliti menggunakan studi statistik pada program minitab adalah pengaruh penambahan promotor logam Cu dan K ke dalam katalis hidrogenasi berbasis Nikel 10% dan 20% terhadap konversi katalis.

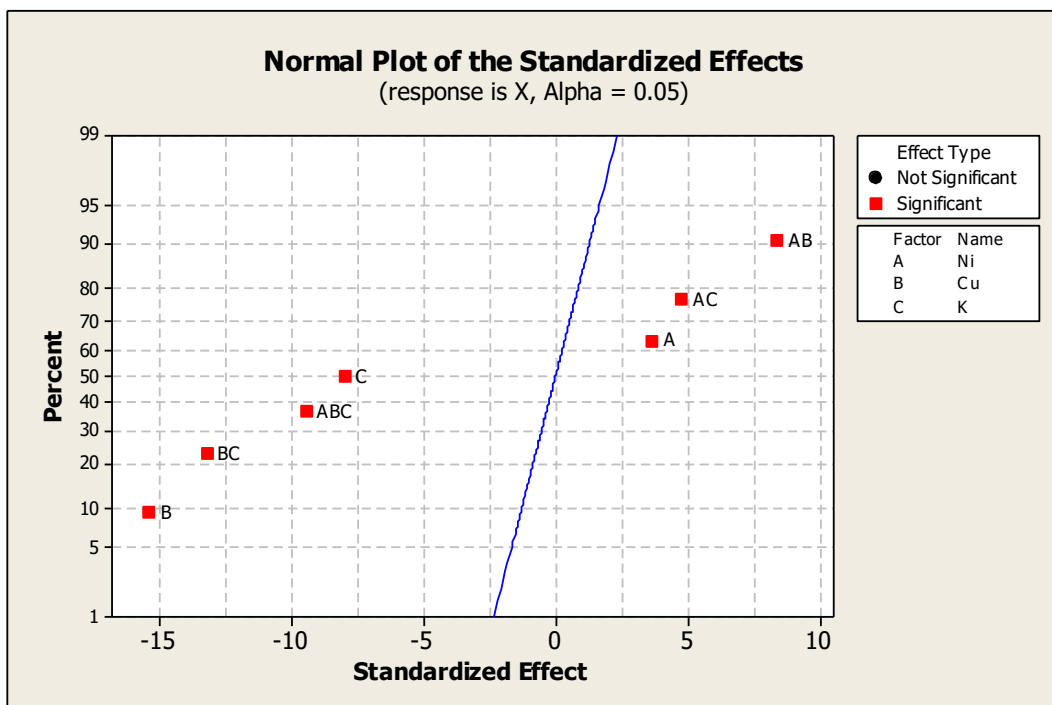
Pertama-tama yang dilakukan adalah analisis diagram pareto pada program minitab untuk mengetahui signifikansi atau besarnya pengaruh dari tiap faktor dan juga interaksi antar faktor di dalam katalis hidrogenasi NiCuK/AIP3 yaitu faktor logam Ni, logam Cu, dan logam K, dan didapatkan hasil yang dapat dilihat pada Gambar IV.8 berikut:



Gambar IV.8 Diagram Pareto konversi katalis NiCuK/AIP3

Berdasarkan diagram Pareto tersebut, dapat dilihat bahwa seluruh faktor dalam katalis NiCuK/AIP3 memiliki signifikansi yang tinggi terhadap konversi terutama faktor B atau logam Cu. Hal itu dapat dilihat dari nilai efek tiap faktor yang lebih besar dibandingkan dengan nilai standar efek pada diagram pareto yang bernilai 2,31. Faktor A (logam Ni) dan C (logam K) juga memiliki efek yang signifikan terhadap konversi katalis akan tetapi nilainya lebih kecil dibandingkan faktor B. Sedangkan interaksi antar faktor yaitu BC (Cu-K) menunjukkan efek yang paling signifikan apabila dibandingkan dengan efek dari interaksi lainnya yaitu AB (Ni-Cu), AC (Ni-K), dan juga interaksi antara 3 faktor yaitu ABC (Ni-Cu-K) yang memberikan efek cukup signifikan terhadap konversi katalis hidrogenasi NiCuK/AIP3.

Berikutnya analisa signifikansi yang dilakukan adalah dengan membuat kurva efek normal untuk melihat arah dan juga besarnya signifikansi dari tiap-tiap faktor dan juga interaksi antara tiap faktor, dan hasilnya dapat dilihat pada Gambar IV.9 berikut:



Gambar IV.9 Kurva efek normal konversi katalis NiCuK/AIP3

Dari kurva tersebut dapat dilihat bahwa pada kinerja konversi katalis NiCuK/AIP3 terdapat perilaku sebagai berikut:

1. Seluruh faktor baik dari efek utama maupun efek interaksi memiliki signifikansi yang tinggi terhadap kinerja konversi katalis, hal ini dapat dilihat dari titik-titik yang letaknya jauh dari kurva efek normal.
2. Faktor A (logam Ni) dan interaksi AB (Ni-Cu) dan AC (Ni-K) yang berada di sebelah kanan kurva efek normal menunjukkan pengaruh positif terhadap konversi, sehingga penambahan konsentrasi logam Ni dalam katalis akan meningkatkan konversi katalis hidrogenasi.
3. Faktor B (logam Cu) dan C (logam K) beserta interaksi BC (Cu-K) dan ABC (Ni-Cu-K) yang berada di sebelah kiri kurva efek normal menunjukkan pengaruh negatif terhadap konversi, sehingga penambahan konsentrasi logam Cu dan K dalam katalis akan menurunkan konversi katalis hidrogenasi.

Berikutnya analisis yang dilakukan adalah ANOVA terhadap tiap faktor dan juga interaksinya pada desain faktorial  $2^3$  konversi katalis hidrogenasi yang dibuat di program minitab untuk melihat besarnya nilai tiap-tiap efek dan juga *p-value* dari tiap faktor untuk menentukan apakah faktor tersebut signifikan atau tidak, dan didapat hasil sebagai berikut:

### Factorial Fit: X versus Ni; Cu; K

Estimated Effects and Coefficients for X (coded units)

Term	Effect	Coef	SE Coef	T	P
Constant		71.864	0.2166	331.74	0.000
Ni	1.584	0.792	0.2166	3.66	0.006
Cu	-6.664	-3.332	0.2166	-15.38	0.000
K	-3.464	-1.732	0.2166	-7.99	0.000
Ni*Cu	3.631	1.816	0.2166	8.38	0.000
Ni*K	2.071	1.036	0.2166	4.78	0.001
Cu*K	-5.726	-2.863	0.2166	-13.22	0.000
Ni*Cu*K	-4.091	-2.046	0.2166	-9.44	0.000

S = 0.866527      PRESS = 24.0278  
R-Sq = 98.82%      R-Sq(pred) = 95.29%      R-Sq(adj) = 97.79%

Analysis of Variance for X (coded units)

Source	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Main Effects	3	235.646	235.646	78.549	104.61	0.000
Ni	1	10.033	10.033	10.033	13.36	0.006
Cu	1	177.622	177.622	177.622	236.56	0.000
K	1	47.990	47.990	47.990	63.91	0.000
2-Way Interactions	3	201.064	201.064	67.021	89.26	0.000
Ni*Cu	1	52.744	52.744	52.744	70.24	0.000
Ni*K	1	17.160	17.160	17.160	22.85	0.001
Cu*K	1	131.160	131.160	131.160	174.68	0.000
3-Way Interactions	1	66.953	66.953	66.953	89.17	0.000
Ni*Cu*K	1	66.953	66.953	66.953	89.17	0.000
Residual Error	8	6.007	6.007	0.751		
Pure Error	8	6.007	6.007	0.751		
Total	15	509.670				

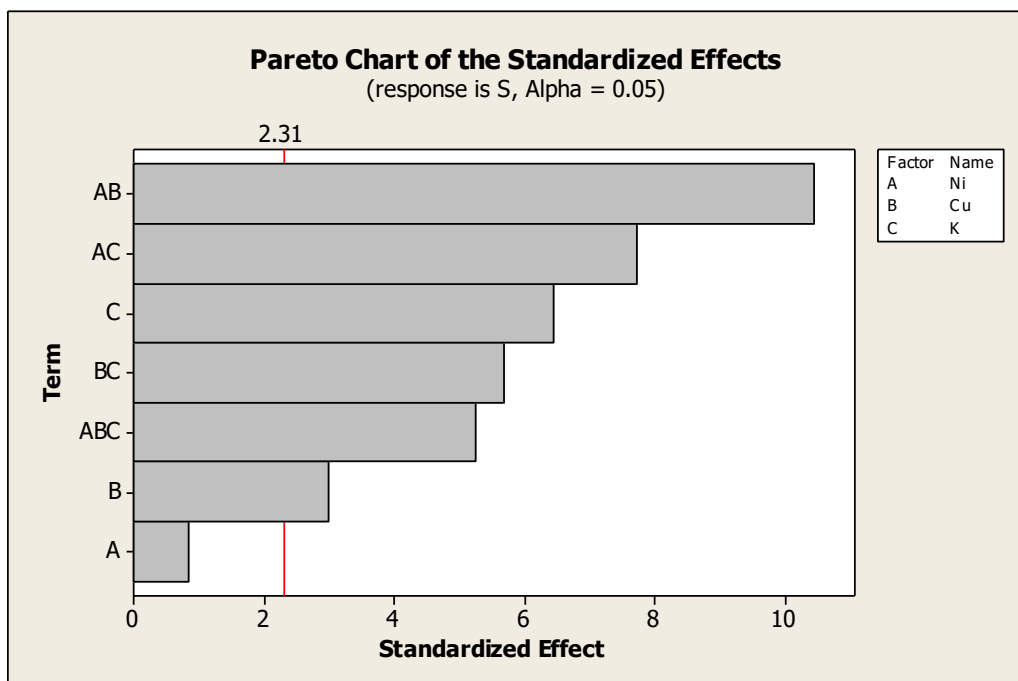
Dari hasil ANOVA yang dilakukan, dapat dilihat bahwa pada derajat kepercayaan 95% ( $\alpha=0,05$ ) seluruh faktor dan juga interaksi di dalam desain faktorial  $2^3$  ini signifikan terhadap kinerja konversi katalis. Hal ini dapat dilihat dari P-value tiap faktor dan juga interaksinya yang lebih kecil dari 0,05. Lalu dari nilai  $R^2$  yang bernilai 97,79% dapat disimpulkan bahwa desain faktorial  $2^3$  yang dibuat ini dapat menjelaskan variabilitas data hingga 97,79%

#### IV.4.2 ANOVA pada kinerja Selektivitas Katalis

Setelah melakukan analisa variansi terhadap kinerja konversi katalis, berikutnya dilakukan juga analisa variansi terhadap selektivitas katalis hidrogenasi NiCuK/AlP3. Pada analisa ini, digunakan data-data selektivitas katalis hidrogenasi pada kondisi tunak yaitu pada jam ke-5 dan ke-6 seperti dapat dilihat pada Tabel IV.4 untuk mempelajari pengaruh dari penambahan promotor Cu dan K di dalam katalis NiCuK/AlP3 basis Nikel 10% dan Nikel 20%.

Dari data-data selektivitas tersebut, selanjutnya dilakukan analisa pada desain faktorial  $2^3$  untuk menentukan besarnya pengaruh dari tiap faktor yang diteliti terhadap hasil percobaan, dalam hal ini pengaruh penambahan promotor logam Cu dan K ke dalam katalis berbasis Nikel 10% dan 20% terhadap selektivitas katalis.

Pertama dilakukan analisis diagram pareto pada program minitab dan didapatkan hasil pada Gambar IV.10 berikut:

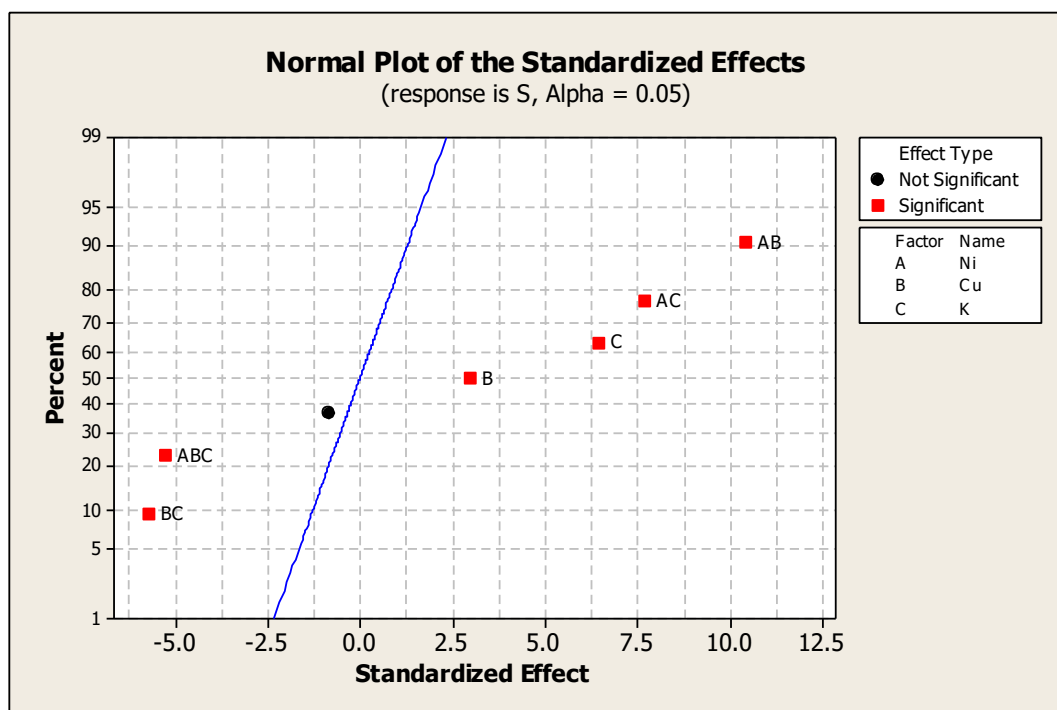


Gambar IV.10 Diagram Pareto selektivitas katalis NiCuK/AlP3

Berdasarkan diagram Pareto tersebut, dapat dilihat bahwa hampir seluruh faktor dalam katalis NiCuK/AlP3 memiliki signifikansi yang cukup besar terhadap

selektivitas katalis kecuali faktor A atau logam Ni karena nilainya di bawah standar efek yaitu 2,31. Akan tetapi interaksi AB (Ni-Cu) dan AC (Ni-K) memberikan signifikansi yang paling tinggi terhadap selektivitas katalis hidrogenasi, sehingga faktor A atau logam Ni tetap dimasukkan ke dalam analisa variansi.

Selanjutnya dilakukan analisa signifikansi dengan membuat kurva efek normal untuk melihat arah signifikansi dari tiap-tiap faktor dan interaksi dalam katalis hidrogenasi, hasilnya dapat dilihat pada Gambar IV.11 berikut:



Gambar IV.11 Kurva efek normal selektivitas katalis NiCuK/AIP3

Dari kurva tersebut dapat dilihat bahwa pada kinerja selektivitas katalis NiCuK/AIP3 terdapat perilaku sebagai berikut:

1. Hampir seluruh faktor dan juga interaksi tiap faktor pada katalis hidrogenasi memberikan signifikansi yang cukup tinggi terhadap kinerja selektivitas katalis kecuali faktor A atau logam Ni, yang dapat dilihat dari posisi titiknya yang terlalu dekat dengan kurva efek normal.
2. Faktor B (logam Cu) dan C (logam K), juga interaksi AB (Ni-Cu) dan AC (Ni-K) yang berada di sebelah kanan kurva efek normal menunjukkan

pengaruh positif terhadap selektivitas, sehingga penambahan konsentrasi logam Cu dan K dalam katalis akan meningkatkan selektivitas katalis hidrogenasi.

3. Interaksi faktor BC (Cu-K) dan ABC (Ni-Cu-K) yang berada di sebelah kiri kurva efek normal menunjukkan pengaruh negatif terhadap selektivitas sehingga dibutuhkan faktor A atau logam Ni agar dapat mengurangi efek dari interaksi BC tersebut dengan menambahkan interaksi AB dan AC yang memberikan pengaruh positif terhadap selektivitas katalis hidrogenasi.

Berikutnya analisis yang dilakukan adalah ANOVA terhadap tiap faktor dan juga interaksinya pada desain faktorial  $2^3$  selektivitas katalis hidrogenasi yang dibuat di program minitab, dan didapat hasil sebagai berikut:

#### Factorial Fit: S versus Ni; Cu; K

Estimated Effects and Coefficients for S (coded units)

Term	Effect	Coef	SE Coef	T	P
Constant		64.373	0.6156	104.57	0.000
Ni	-1.041	-0.521	0.6156	-0.85	0.422
Cu	3.679	1.839	0.6156	2.99	0.017
K	7.946	3.973	0.6156	6.45	0.000
Ni*Cu	12.851	6.426	0.6156	10.44	0.000
Ni*K	9.494	4.747	0.6156	7.71	0.000
Cu*K	-7.006	-3.503	0.6156	-5.69	0.000
Ni*Cu*K	-6.469	-3.234	0.6156	-5.25	0.001

S = 2.46235      PRESS = 194.021  
R-Sq = 97.22%      R-Sq(pred) = 88.88%      R-Sq(adj) = 94.79%

Analysis of Variance for S (coded units)

Source	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Main Effects	3	311.04	311.04	103.680	17.10	0.001
Ni	1	4.34	4.34	4.337	0.72	0.422
Cu	1	54.13	54.13	54.133	8.93	0.017
K	1	252.57	252.57	252.572	41.66	0.000
2-Way Interactions	3	1217.49	1217.49	405.831	66.93	0.000
Ni*Cu	1	660.62	660.62	660.619	108.96	0.000
Ni*K	1	360.53	360.53	360.525	59.46	0.000
Cu*K	1	196.35	196.35	196.350	32.38	0.000
3-Way Interactions	1	167.38	167.38	167.379	27.61	0.001
Ni*Cu*K	1	167.38	167.38	167.379	27.61	0.001
Residual Error	8	48.51	48.51	6.063		
Pure Error	8	48.51	48.51	6.063		
Total	15	1744.42				

Dari hasil ANOVA yang dilakukan, dapat dilihat bahwa pada derajat kepercayaan 95% ( $\alpha=0,05$ ) hampir seluruh faktor dan juga interaksi di dalam desain faktorial  $2^3$

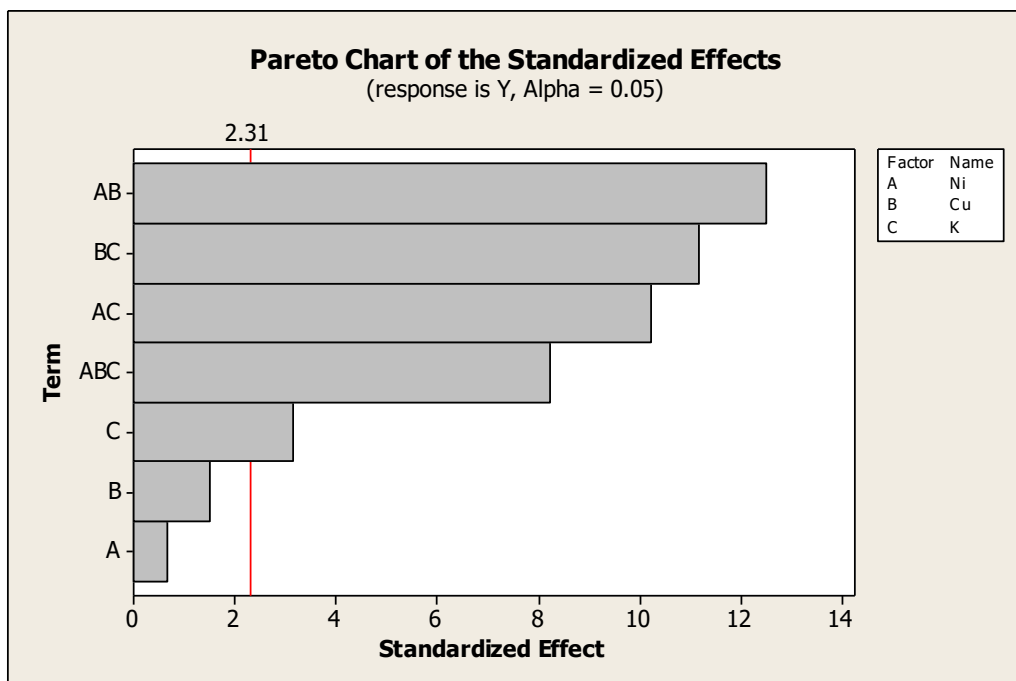


selektivitas katalis hidrogenasi ini signifikan terhadap kinerja selektivitas katalis kecuali faktor Ni. Hal ini dapat dilihat dari P-value Ni yang memiliki nilai 0,442 atau lebih besar dari 0,05. Lalu dari nilai  $R^2$  yang bernilai 94,79% dapat disimpulkan bahwa desain faktorial  $2^3$  selektivitas katalis yang dibuat ini dapat menjelaskan variabilitas data hingga 94,79%.

#### IV.4.3 ANOVA pada kinerja *Yield* (Perolehan) Katalis

Selain konversi dan selektivitas, parameter yang digunakan untuk menunjukkan kinerja katalis adalah *Yield* (perolehan). Pada analisa ini, digunakan data-data konversi dan selektivitas katalis hidrogenasi pada kondisi tunak yaitu pada jam ke-5 dan ke-6 untuk mendapatkan *yield* (perolehan) dari katalis hidrogenasi NiCuK/AIP3 seperti dapat dilihat pada Tabel IV.5.

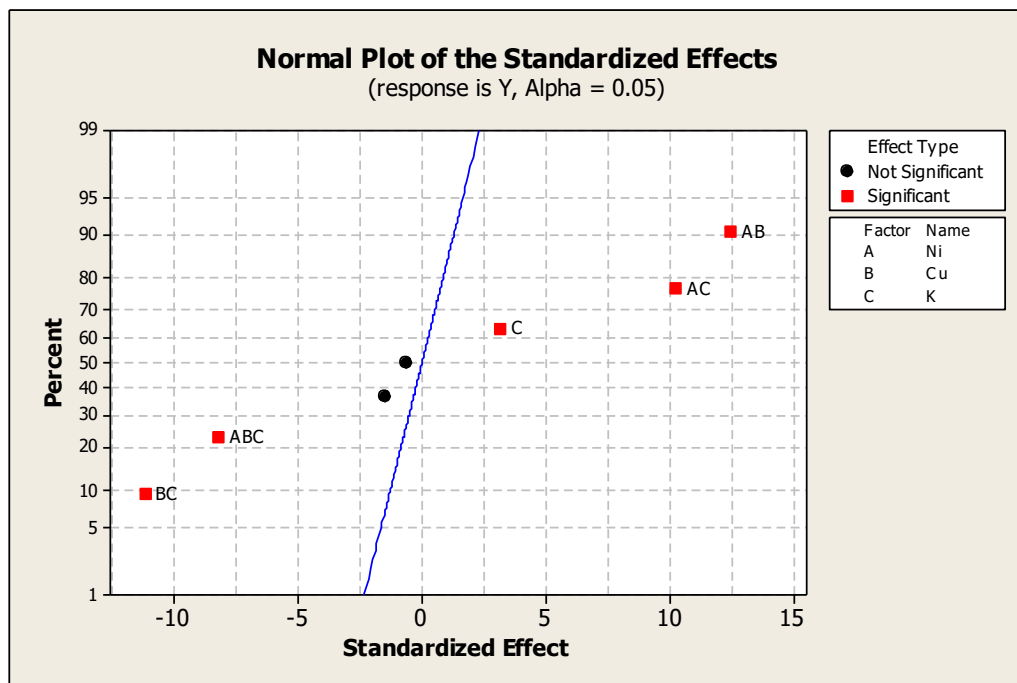
Pertama dilakukan analisis diagram pareto pada program minitab dan didapatkan hasil pada Gambar IV.12 berikut:



Gambar IV.12 Diagram Pareto *yield* (perolehan) katalis NiCuK/AIP3

Berdasarkan diagram Pareto tersebut, dapat dilihat bahwa hampir seluruh faktor dalam katalis NiCuK/AIP3 memiliki signifikansi yang cukup besar terhadap *yield* (perolehan) katalis kecuali faktor A (Ni) dan faktor B (Cu) karena nilainya di bawah standar efek. Akan tetapi interaksi AB (Ni-Cu), BC (Cu-K), dan AC (Ni-K) memberikan signifikansi yang tinggi terhadap *yield* (perolehan) katalis hidrogenasi, sehingga faktor A dan B tetap dimasukkan ke dalam analisa variansi.

Selanjutnya dilakukan analisa signifikansi dengan membuat kurva efek normal untuk melihat arah signifikansi dari tiap-tiap faktor dan interaksi dalam katalis hidrogenasi, hasilnya dapat dilihat pada Gambar IV.13 berikut:



Gambar IV.13 Kurva efek normal *yield* (perolehan) katalis NiCuK/AIP3

Dari kurva tersebut dapat dilihat bahwa pada kinerja *yield* (perolehan) katalis NiCuK/AIP3 terdapat perilaku sebagai berikut:

1. Hampir seluruh faktor dan juga interaksi tiap faktor pada katalis hidrogenasi memberikan signifikansi yang cukup tinggi terhadap kinerja selektivitas katalis kecuali faktor A (Ni) dan B (Cu), yang dapat dilihat dari posisi titiknya yang terlalu dekat dengan kurva efek normal sehingga dianggap tidak signifikan.

2. Faktor C (logam K), lalu interaksi AB (Ni-Cu) dan AC (Ni-K) yang berada di sebelah kanan kurva efek normal menunjukkan pengaruh positif terhadap *yield* (perolehan) katalis, sehingga penambahan konsentrasi logam K dalam katalis NiCuK/AIP3 ini akan meningkatkan *yield* (perolehan) katalis hidrogenasi.
3. Faktor interaksi BC (Cu-K) dan ABC (Ni-Cu-K) yang berada di sebelah kiri kurva efek normal menunjukkan pengaruh negatif terhadap *yield* (perolehan) sehingga penambahan logam Cu dalam katalis NiCuK/AIP3 ini sebaiknya diminimalisir agar tidak terjadi pengurangan *yield* terlalu besar dalam katalis hidrogenasi NiCuK/AIP3.

Berikutnya analisis yang dilakukan adalah ANOVA terhadap tiap faktor dan juga interaksinya pada desain faktorial  $2^3$  *yield* (perolehan) katalis hidrogenasi yang dibuat di program minitab, dan didapat hasil sebagai berikut:

#### Factorial Fit: Y versus Ni; Cu; K

Estimated Effects and Coefficients for Y (coded units)

Term	Effect	Coef	SE Coef	T	P
Constant		46.783	0.4212	111.06	0.000
Ni	-0.561	-0.281	0.4212	-0.67	0.524
Cu	-1.281	-0.641	0.4212	-1.52	0.167
K	2.654	1.327	0.4212	3.15	0.014
Ni*Cu	10.521	5.261	0.4212	12.49	0.000
Ni*K	8.626	4.313	0.4212	10.24	0.000
Cu*K	-9.414	-4.707	0.4212	-11.17	0.000
Ni*Cu*K	-6.931	-3.466	0.4212	-8.23	0.000

S = 1.68495      PRESS = 90.8502  
R-Sq = 98.31%      R-Sq(pred) = 93.25%      R-Sq(adj) = 96.84%

Analysis of Variance for Y (coded units)

Source	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Main Effects	3	36.00	36.00	11.999	4.23	0.046
Ni	1	1.26	1.26	1.260	0.44	0.524
Cu	1	6.57	6.57	6.566	2.31	0.167
K	1	28.17	28.17	28.170	9.92	0.014
2-Way Interactions	3	1094.91	1094.91	364.970	128.55	0.000
Ni*Cu	1	442.79	442.79	442.787	155.96	0.000
Ni*K	1	297.65	297.65	297.649	104.84	0.000
Cu*K	1	354.47	354.47	354.475	124.86	0.000
3-Way Interactions	1	192.17	192.17	192.169	67.69	0.000
Ni*Cu*K	1	192.17	192.17	192.169	67.69	0.000
Residual Error	8	22.71	22.71	2.839		
Pure Error	8	22.71	22.71	2.839		
Total	15	1345.79				

Dari hasil ANOVA yang dilakukan, dapat dilihat bahwa pada derajat kepercayaan 95% ( $\alpha=0,05$ ) hampir seluruh faktor dan juga interaksi di dalam desain faktorial  $2^3$  selektivitas katalis hidrogenasi ini signifikan terhadap kinerja selektivitas katalis kecuali faktor K. Hal ini dapat dilihat dari *P-value* logam Ni dan K yang memiliki nilai 0,524 dan 0,167 atau lebih besar dari 0,05. Lalu dari nilai  $R^2$  yang bernilai 96,84% dapat disimpulkan bahwa desain faktorial  $2^3$  selektivitas katalis yang dibuat ini dapat menjelaskan variabilitas data hingga 96,84%.

#### IV.5 Penentuan Komposisi Katalis Hidrogenasi 2-Etil Heksenal dengan Metode Regresi

Dari hasil ANOVA yang sudah dilakukan, selain dapat mempelajari pengaruh dari penambahan logam Cu dan K ke dalam katalis hidrogenasi berbasis Nikel dapat dibangun juga suatu persamaan regresi linear bertingkat untuk menentukan nilai konversi, selektivitas, dan *yield* (perolehan) katalis hidrogenasi NiCuK/AIP3. Persamaan regresi ini dapat digunakan untuk memperkirakan komposisi katalis hidrogenasi NiCuK/AIP3 yang memberikan kinerja konversi, selektivitas, dan *yield* (perolehan) terbaik.

Dengan menggunakan program minitab, didapat konstanta persamaan regresi untuk konversi katalis sebagai berikut:

Estimated Coefficients for X using data in uncoded units

Term	Coef
Constant	117.815
Ni	-3.08275
Cu	-5.47575
K	-73.3000
Ni*Cu	0.390725
Ni*K	7.17250
Cu*K	6.54750
Ni*Cu*K	-0.818250

Sehingga persamaan regresi untuk menghitung konversi katalis hidrogenasi NiCuK/AIP3 adalah sebagai berikut:

$$X = 117,815 - 3,08275x_1 - 5,47575x_2 - 73,3x_3 + 0,390725x_1x_2 + 7,1725x_1x_3 + 6,5475x_2x_3 - 0,81825x_1x_2x_3 \quad (IV.1)$$

Lalu untuk selektivitas katalis, didapat konstanta persamaan regresi dari program minitab sebagai berikut:

Estimated Coefficients for S using data in uncoded units

Term	Coef
Constant	140.299
Ni	-6.16950
Cu	-8.57000
K	-101.837
Ni*Cu	0.689675
Ni*K	10.2000
Cu*K	8.15000
Ni*Cu*K	-0.868750

Sehingga persamaan regresi untuk menghitung selektivitas katalis hidrogenasi NiCuK/AIP3 adalah sebagai berikut:

$$S = 140,299 - 6,1695x_1 - 8,57x_2 - 101,837x_3 + 0,689675x_1x_2 + 10,2x_1x_3 + 8,15x_2x_3 - 0,86875x_1x_2x_3 \quad (IV.2)$$

Lalu untuk *yield* (perolehan) katalis, didapat konstanta persamaan regresi dari program minitab sebagai berikut:

Estimated Coefficients for Y using data in uncoded units

Term	Coef
Constant	139.916
Ni	-7.62550
Cu	-9.98300
K	-143.089
Ni*Cu	0.836725
Ni*K	14.7100
Cu*K	11.3800
Ni*Cu*K	-1.38625

Sehingga persamaan regresi untuk menghitung selektivitas katalis hidrogenasi NiCuK/AIP3 adalah sebagai berikut:

$$Y = 139,916 - 7,6255x_1 - 9,983x_2 - 143,089x_3 + 0,836725x_1x_2 + 14,71x_1x_3 + 11,38x_2x_3 - 1,38625x_1x_2x_3 \quad (IV.3)$$

Dalam ketiga persamaan tersebut,  $X_1$  adalah komposisi logam Nikel (%),  $X_2$  adalah komposisi logam Cu (%), dan  $X_3$  adalah komposisi logam K (%) dalam katalis NiCuK/AIP3. Dengan menggunakan tiga persamaan regresi linear bertingkat tersebut, maka katalis NiCuK/AIP3 berbasis Nikel 20% yang merupakan kadar nikel standar di katalis hidrogenasi yang banyak digunakan di industri terutama PT

PON dapat dicari komposisi terbaiknya apabila ditambahkan logam Cu dan K sebagai promotor untuk meningkatkan konversi dan selektivitasnya hingga mencapai kinerjanya yang terbaik. Dari hasil penelitian sebelumnya oleh Mutiara, 2016 diketahui bahwa reaksi hidrogenasi 2-Etil Heksenal menjadi 2-Etil Heksanol menggunakan katalis berbasis logam Ni dapat mencapai konversi 99,99%. Sehingga komposisi katalis NiCuK/AIP3 yang dapat mencapai kinerja tersebut dapat diperkirakan dengan menggunakan fungsi *solver* pada *Microsoft Excel* pada ketiga persamaan regresi linear bertingkat tersebut dan hasilnya dapat dilihat pada Tabel IV.6 berikut:

Tabel IV.6 Komposisi terbaik katalis hidrogenasi NiCuK/AIP3

<b>Komposisi Katalis</b>	<b>Konsentrasi</b>	<b>X</b>	<b>S</b>	<b>Yield</b>
Ni	20%	99,99%	99,77%	99,768%
Cu	2,97%			
K	0,90%			

Dapat dilihat dari Tabel IV.6 tersebut bahwa katalis NiCuK/AIP3 untuk reaksi hidrogenasi 2-Etil Heksenal diperkirakan memberi kinerja paling baik yaitu konversi sebesar 99,99%, selektivitas ke arah 2-Etil Heksanol sebesar 99,77%, dan *yield* (perolehan) sebesar 99,768% dengan komposisi logam di dalam katalis tersebut adalah Nikel 20%, Cu 2,97%, dan K 0,9%.

## **Bab V      Kesimpulan dan Saran**

### **V.1      Kesimpulan**

Kesimpulan yang didapat dari penelitian ini adalah:

1. Katalis berbasis logam Ni yang ditambahkan dengan promotor logam Cu dan K memberikan kinerja yang baik dalam reaksi hidrogenasi 2-Etil Heksenal menjadi 2-Etil Heksanol pada kondisi reaksi di industri dan tidak berbeda jauh dengan kinerja katalis komersial berbasis logam Ni 20%
2. Logam Cu dan K memiliki pengaruh yang signifikan dalam kinerja katalis berbasis logam Ni, terutama dalam meningkatkan selektivitas katalis dalam reaksi hidrogenasi 2-Etil Heksenal ke arah 2-Etil Heksanol.
3. Komposisi logam penyusun katalis hidrogenasi berbasis Ni dengan promotor logam Cu dan K terbaik yang didapatkan setelah studi statistik adalah Katalis dengan kandungan Ni 20%, Cu 2,97%, dan K 0,9% yang diperkirakan menghasilkan aktivitas konversi 99,99% dan selektivitas 99,77%.

### **V.2      Saran**

Saran untuk penelitian selanjutnya adalah:

1. Optimasi dari studi statistik yaitu dengan desain penelitian CCD (*Central Composite Design*) untuk mendapatkan titik optimum dari desain yang sudah disiapkan untuk penelitian.
2. Validasi dari studi statistik yang sudah dilakukan yaitu membuat katalis NiCuK/AIP3 dengan komposisi yang diperkirakan memberi hasil terbaik dari studi statistik dan melakukan uji aktivitas katalis untuk membandingkan hasilnya dengan yang diperoleh melalui studi statistik.

## DAFTAR PUSTAKA

- Adam, L. K. dan Haarer, B.D.E. (1977): Production of 2-ethylhexanol-(1) by hydrogenation of 2-ethylhexen-(2)-al-(1), *US Patent* 4 021 497.
- Aji, C dan Dasari, D. (2009): *Desain Faktorial Fraksional 2k-p serta analisisnya berbasis web*, Universitas Pendidikan Indonesia
- Almeida, J. L., Dieguez, L. C., dan Schmal, M. (1984): Hydrogenation of unsaturated aldehyde, *Proceedings of the 9th Ibero-American Symposium on Catalysis*, 1, 751-760.
- Bahrmann, H., Hahn, H. dan Mayer, D. (2005): 2-Ethylhexanol, *Wiley Oberhausen*.
- Bowes, E.G. dan Chute, R. E. (1975): Production of 2-ethylhexanal, *US Patent* 4 018 831.
- Delbecq, F. dan Sautet, P. (1995): Competitive C=C and C=O adsorption of  $\alpha,\beta$ -unsaturated aldehydes on Pt and Pd surface in relation with the selectivity of hydrogenation reactions: A theoretical approach, *J. Catal*, 152, 271-236.
- Fogler, H.S. (2006): Element of Chemical Reaction Engineering. (N.R. Amundson, Ed) 4<sup>th</sup> Edition, *Prentice Hall Professional Technical Reference, Michigan*.
- Gallezot, P. dan Richard, D. (1998): Selective hydrogenation of  $\alpha,\beta$ -unsaturated aldehydes, *Catalysis Review: Scientific Engineering*, 40, 81-126
- Genium. (1999): Genium's Handbook of safety, health and environmental data for common hazardous substance, *McGraw-Hill*.
- Kehl, W.L. (1978): Thermally stable phosphate containing alumina precipitates and their method of preparation, *US Patent* 4 080 311.
- Khairat, M. (2016): *Hidrogenasi 2-Etilheksenal Berkatalis Nikel: Pemilihan Promotor Dan Studi Kinetika Reaksi*, Tesis Program Magister, Institut Teknologi Bandung.
- Kirk, R. E. dan Othmer, D. F. (1981): Kirk-Othmer encyclopedia of chemical technology 3rd Ed, *John Wiley and Sons*, New York.
- Lee, H., Moon, S., Coh, B., Hur, S., Han, S., Park, H. dan Lee, J. (1997): Processes of regenerating Ni catalysts and of preparing Ni catalysts, *US Patent* 5 674 796, 1997.
- Levenspiel, O. (1999): Chemical Reaction Engineering 3<sup>rd</sup> Edition, John Wiley & Sons,.
- Logsdon, E.J. dan Loke, R.A. (1988): Aldehyde hydrogenation catalyst, *US Patent* 4 762 817.
- Lueken, H.M.; Tanger, B. U.; Droste, M.W.; Ludwig, H.B. dan Gubisch, E.D. (1990): Process for the preparation of 2-ethylhexanol by liquid-phase catalytic hydrogenation of 2-ethylhexenal, and catalyst, *US Patent* 4 968 849.
- Marcelin, G.P., Roger, F.V. dan Harold, E.S. (1982): Processes for hydrogenating unsaturated compound, *US Patent* 4 361 705.
- Marcelin, G.P., Roger, F.V. dan Harold, E.S. (1983): Alumina-Aluminum Phosphate as a Large-Pore Support and Its Application to Liquid Phase Hydrogenation, *Journal of Catalyst*, 83, 42-49.
- McKetta, John J. (1975): Encyclopedia of chemical processing and design 1, *CRC Press*, Florida.
- McKetta, John J. (1976): Encyclopedia of chemical processing and design 1, *CRC Press*, Florida.



- McKetta, John J. (1978): Encyclopedia of chemical processing and design 6, *CRC Press*, Florida.
- Montgomery, Douglas. C (2001), *Design and Analysis of Experiments (6<sup>th</sup> Ed)*, Arizona, *John Wiley & Sons, Inc*
- Niklasson, C. dan Smedler, G. (1987): Kinetics of Adsorption and Reaction for the Consecutive Hydrogenation of 2-ethylhexenal on Ni/SiO<sub>2</sub> Catalyst, *Ind. Eng. Chem. Res.*, 26, 403-410.
- Nishimura, S. (2001): Handbook of Heterogeneous Catalytic Hydrogenation For Organic Synthesis, Tokyo University of Agriculture and Technology, *John Wiley & Sons*.
- Perry, R.H. dan Green, D. (1999): Perry's Chemical Engineers' Handbook, 7th Ed., *McGraw Hill Companies Inc.*, USA.
- Sudjana, Prof. Dr. (2005), *Metode Statistika*, Transito, Bandung
- Richardson, J.T. (1989): Principles of Catalyst Development., *Plenum Press*, New York.
- Rylander, P. (1979): Catalytic Hydrogenation in Organic Syntheses, *Academic Press, Inc*.
- Ryu, J.Y. (2008): Ni catalyst, process for making catalysts and selective hydrogenation process, *US Patent 2008/0119354*.
- Salomon, L.L. (2015): *Perancangan Eksperimen untuk Meningkatkan Kualitas Ketangguhan Material dengan Pendekatan Analisis General Factorial Design (Studi Kasus: Produk Solid Surface)*, Jurnal Rekayasa Sistem Industri vol.4, No.1
- Smedler, G. (1989): Kinetic analysis of the liquid phase hydrogenation of 2-ethylhexenal in the presence of supported Ni, Pd, and Ni-S catalyst, Department of Chemical Reaction Engineering, Sweden, 1989.
- Smedler, G., "Selective Hydrogenation of 2-Ethylhexenal. 1. Analysis of Sorption Kinetics for 2-Ethylhexenal and 2-Ethylhexanal on Working Ni/SiO<sub>2</sub>, NiS/SiO<sub>2</sub>, and Pd/SiO<sub>2</sub> Catalysts", *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 67 (1), 51-61.
- Tang, Z., Zhou, Y. dan Feng, Y. (2004): Preparation of 2-propyl heptanol by catalyst hydrogenation of 2-propyl-2-heptenal, *App. Cat.*, 273, 171-176.
- Thakar, N. (2007): Structured Reactors For Deactivating Systems In Fine Chemistry, Dissertation, T.U. Delft, Nederland.
- Tuta, E. dan Bozga, G. (2014): A kinetic study of the liquid phase 2-ethyl-2-hexenal hydrogenation over Ni-Cu/silica catalyst, *Rev. Chem*, 65 (5), 603-607.
- Vannice, M.A. dan Garten, R.L. (1979): Metal-support effects on the activity and selectivity of Ni catalyst in Co/H<sub>2</sub> synthesis reactions, *Journal of Catalysis*, 56 (2), 236-248.
- Yang, R., Li, X., Wu, J., Zhang, X., Cheng, Y. dan Guo, J. (2009): Hydrotreating of crude 2-ethylhexanol over Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> catalysts: Surface Ni species-catalytic activity correlation, *App. Cat.*, 368, 105-112.
- Yaws, C.L. (1999): Chemical properties handbook", McGraw Hill Companies Inc., New York.

## **LAMPIRAN**

## Lampiran A Perhitungan Massa Senyawa Penyusun Katalis

Metode sintesis katalis yang digunakan pada penelitian adalah metode impregnasi kering. Bahan yang digunakan untuk pembuatan katalis NiCuK/AIP3 terdiri dari larutan Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, larutan Cu(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, dan padatan KNO<sub>3</sub> yang di impregnasikan pada penyangga AIP3. Massa molekul tiap bahan ditampilkan sebagai berikut :

$$\text{Ni} = 58,7 \text{ g/mol}$$

$$\text{Cu} = 63,5 \text{ g/mol}$$

$$\text{K} = 39 \text{ g/mol}$$

$$\text{K}_2\text{O} = 94,2 \text{ g/mol}$$

Sedangkan untuk larutan Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, larutan Cu(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> dan KNO<sub>3</sub>, konsentrasi logam Ni, Cu dan K dalam masing-masing larutan ditampilkan sebagai berikut :

$$\text{Ni(NO}_3)_2 = 214 \text{ g Ni/L larutan}$$

$$\text{Cu(NO}_3)_2 = 288 \text{ g Cu/L larutan}$$

$$\text{KNO}_3 = 101,1 \text{ g/mol}$$

Pada pembuatan katalis N10-51 komposisi 10%-wt Ni, 5%-wt Cu dan 0,25%-wt K<sub>2</sub>O dalam 10 gram penyangga AIP3 (84,9%) dengan basis berat total 100% maka kebutuhan larutan Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, larutan Cu(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, dan padatan KNO<sub>3</sub> sebagai berikut:

$$\text{berat total katalis} = \frac{100\%}{84,9\% \text{ AIP3}} \times 10 \text{ g AIP3} = 11,78 \text{ g}$$

$$V_{\text{Ni(NO}_3)_2} = \frac{10\% \times 11,78 \text{ g}}{214 \text{ g/L}} \times \frac{1000 \text{ mL}}{1 \text{ L}} = 5,5 \text{ mL}$$

$$V_{\text{Cu(NO}_3)_2} = \frac{5\% \times 11,78 \text{ g}}{288 \text{ g/L}} \times \frac{1000 \text{ mL}}{1 \text{ L}} = 2,04 \text{ mL}$$

$$\text{massa}_{\text{KNO}_3} = \frac{0,25\% \times 11,78 \text{ g K}_2\text{O}}{94,2 \text{ g K}_2\text{O/mol}} \times \frac{101,1 \text{ g KNO}_3}{1 \text{ mol KNO}_3} \times \frac{1 \text{ mol KNO}_3}{1 \text{ mol K}_2\text{O}} = 0,032 \text{ g}$$

Setelah semua bahan pembuatan katalis tercampur kemudian diimpregnasikan pada penyangga AIP3 sesuai dengan volume pori penyangga yaitu 6,5 mL/ 10 g. Karena jumlah larutan impregnan hampir sama dibandingkan volume pori penyangga, maka impregnasi dilakukan bertahap. Hal ini dilakukan agar semua bahan logam terserap merata pada permukaan penyangga.

Dengan perhitungan yang sama, maka komposisi lengkap bahan-bahan yang dibutuhkan untuk sintesis 8 jenis varian katalis dengan komposisi Ni, Cu, dan K yang lain dapat dilihat di Tabel A.1 berikut:

Tabel A.1 Kebutuhan bahan pembuatan katalis NiCuK/AIP3

No	Katalis	Ni (%)	Cu(%)	K (%)	Ni(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	Cu(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	KNO <sub>3</sub>
1	N10-51	10	5	0,1	5,5 mL	2 mL	0,03 g
2	N10-55	10	5	0,5	5,5 mL	2 mL	0,17 g
3	N10-101	10	10	0,1	5,9 mL	4,4 mL	0,03 g
4	N10-105	10	10	0,5	5,9 mL	4,4 mL	0,17 g
5	N20-51	20	5	0,1	12,6 mL	2,4 mL	0,04 g
6	N20-55	20	5	0,5	12,6 mL	2,4 mL	0,2 g
7	N20-101	20	10	0,1	13,5 mL	5 mL	0,04 g
8	N20-105	20	10	0,5	13,5 mL	5 mL	0,2 g

Setelah bahan-bahan tersebut dicampur, impregnasi dilakukan secara bertahap pada 10 g penyangga AIP3 sesuai dengan volum pori penyangga yaitu 6,5 mL/10 g. Karena jumlah total larutan impregnan lebih besar daripada volum pori, impregnasi dilakukan secara bertahap agar semua bahan logam tersebut dapat terserap secara merata pada permukaan penyangga. Kebutuhan larutan impregnan per tahap impregnasi dapat dilihat pada Tabel A.2 berikut:

Tabel A.2 Kebutuhan larutan impregnan pada sintesis katalis NiCuK/AIP3

No	Katalis	Impreg 1	Impreg 2	Impreg 3	Impreg 4
1	N10-51	6,5 mL	1 mL + 4,9 mL aquades	-	-
2	N10-55	6,5 mL	1,2 mL + 4,7 mL aquades	-	-
3	N10-101	6,5 mL	3,8 mL + 2,1 mL aquades	-	-
4	N10-105	6,5 mL	4 mL + 1,9 mL aquades	-	-
5	N20-51	6,5 mL	5,9 mL	2,6 mL + 2,8 mL aquades	-
6	N20-55	6,5 mL	5,9 mL	2,8 mL + 2,6 mL aquades	-
7	N20-101	6,5 mL	5,9 mL	5,4 mL	0,7 mL + 4,1 mL aquades
8	N20-105	6,5 mL	5,9 mL	5,4 mL	0,9 mL + 3,9 mL aquades

## Lampiran B Perhitungan Konversi dan Selektivitas

Perhitungan hasil konversi dan selektivitas 2-Etil Heksenal dilakukan dengan analisa sampel menggunakan metode gas kromatografi. Sebagai simplifikasi, pengotor dengan jumlah yang sangat kecil (kurang dari 1% total luas) diabaikan. Untuk meningkatkan akurasi analisa, digunakan faktor koreksi yang telah didapatkan dari kalibrasi gas kromatografi.

Data yang dikumpulkan adalah data konversi dan selektivitas katalis seperti bisa dilihat pada Tabel B.1 dan B.2 berikut:

Tabel B.1 Data konversi (X) katalis hidrogenasi NiCuK/AlP3

No	Katalis	1	2	3	4	5	6	X Avg
1	Komersial	56,53%	57,24%	69,39%	77,99%	72,82%	73,99%	73,40%
2	N10-51	68,39%	73,39%	78,59%	79,85%	77,78%	78,56%	78,70%
3	N10-55	63,65%	63,75%	66,09%	72,47%	74,76%	73,78%	74,27%
4	N10-101	60,56%	62,47%	64,70%	72,02%	68,88%	69,72%	69,30%
5	N10-105	56,63%	58,93%	60,14%	64,69%	61,90%	62,78%	62,34%
6	N20-51	58,70%	64,78%	66,34%	69,22%	70,58%	69,99%	69,93%
7	N20-55	51,05%	53,00%	61,81%	71,38%	79,11%	77,66%	78,38%
8	N20-101	57,03%	57,51%	60,40%	77,54%	76,36%	76,64%	76,85%
9	N20-105	33,56%	47,29%	61,44%	67,37%	64,18%	66,89%	66,15%

Tabel B.2 Data selektivitas (S) katalis hidrogenasi NiCuK/AlP3

No	Katalis	1	2	3	4	5	6	Avg
1	Komersial	28,15%	29,95%	45,25%	75,48%	69,78%	72,13%	70,95%
2	N10-51	34,42%	37,31%	69,79%	72,55%	68,35%	71,62%	69,98%
3	N10-55	38,60%	52,72%	59,57%	62,86%	67,97%	69,98%	68,97%
4	N10-101	39,63%	41,91%	48,30%	70,70%	64,89%	66,09%	65,49%
5	N10-105	29,82%	36,40%	58,21%	63,52%	60,72%	57,81%	59,26%
6	N20-51	35,39%	44,85%	51,53%	51,69%	48,25%	49,01%	48,63%
7	N20-55	24,75%	28,80%	42,84%	67,54%	72,34%	69,75%	71,04%
8	N20-101	33,89%	40,33%	39,83%	69,52%	69,70%	70,57%	70,13%
9	N20-105	32,41%	32,56%	38,22%	77,64%	72,09%	76,11%	74,10%

## Lampiran C      Prosedur Operasi Alat Percobaan dan MSDS

Judul Penelitian	HIDROGENASI 2-ETILHEKSENAL BERKATALIS NIKEL: PENGARUH PENAMBAHAN LOGAM Cu DAN K TERHADAP AKTIVITAS KATALIS DENGAN STUDI STATISTIK	
Nama Mahasiswa	Rizki Aditya S.P	NIM: 23015005
Dosen Pembimbing	Prof. Dr. Subagjo Dr. Ir. Melia Laniwati Gunawan	

### C.1 Prosedur Operasi Furnace Nabertherm LHT 02/16

1. Sambungkan kabel tiga fasa ke stop kontak bertegangan 220 V. (biasanya kabel arus sudah terpasang ke sumber listrik..)
2. Nyalakan *Furnace* dengan memutar tombol POWER ke-arah kanan. (tunggu sampai layar pada *furnace* menunjukkan temperature ruang (40°C)
3. Tekan tombol indikator penunjuk waktu (simbol berbentuk jam)
4. Set waktu dengan cara :
  - Tekan [ cur ],.
  - Set tanggal, bulan, dan tahun (dengan format bulan.hari.tahun.contoh; 12.31.13)
  - Set waktu sesuai dengan waktu lokasi (contoh untuk daerah Bandung adalah WIB)
5. Tekan tombol [ prog ], lalu set tanggal dan waktu yang diinginkan untuk running. (Jika setting waktu pada *furnace* berbeda dengan waktu program, *furnace* tidak akan bekerja)
  - Set suhu target pertama dengan menekan digit angka sesuai dengan suhu yang diinginkan,..
  - Set Waktu yang dibutuhkan untuk mencapai suhu target pertama,..
  - Set waktu untuk lama pemanasan pada suhu target pertama,.
  - Set suhu target kedua dengan menekan digit angka sesuai dengan suhu yang diinginkan,..

- Set Waktu yang dibutuhkan untuk mencapai suhu target kedua,,
- Set waktu untuk lama pemanasan pada suhu target kedua,,
- lakukan sampai suhu target terakhir..
- Setelah selesai memasukkan semua suhu target, setting target terakhir ke suhu 40°C dengan lama penurunan 1 jam.

Note : Apabila suhu target ke-2 dan ke-3 tidak ada, maka setelah suhu target pertama langsung diturunkan ke suhu kamar.

6. Tekan tombol start pada *control panel*.

## **C.2 Uji Aktivitas Reaktor Unggun Tetap R-301**

### **Prosedur Startup**

Setelah katalis dimasukkan ke dalam reaktor, berikut adalah prosedur bagaimana mengoperasikan reaktor CR-301:

1. Nyalakan tombol utama sumber listrik ke posisi ON (terletak pada dinding)
2. Nyalakan tombol *Controller Power* pada CR-301 ke posisi ON
3. Nyalakan tombol Pemanas Ruang Reaktor ke posisi *Fan & Heater*
4. Nyalakan tombol *Reactor Heater Power* ke posisi ON
5. Nyalakan tombol *Transfer Heater Power* ke posisi ON
6. Nyalakan tombol power pompa air pendingin dan sistem pendingin ke posisi ON
7. Jalankan program komputer CR-301 SW ver 1.0
8. Pada program komputer CR-301 SW ver 1.0, tekan tombol START di sudut kiri atas, sehingga muncul status: OPERATION
9. Reaktor CR-301 siap untuk dioperasikan.

### **Mengatur Temperatur**

Terdapat tiga (3) lokasi temperatur yang dapat dikendalikan besarnya, yaitu: (1) temperatur reaktor, (2) temperatur ruang reaktor, dan (3) temperatur pipa keluaran reaktor menuju GC. Terdapat dua cara untuk menetapkan temperatur pada alat pengendali temperatur (temperature controller):

1. Tetapkan set point temperatur yang diinginkan pada kolom TIC SV

2. Tekan tombol ENTER untuk menetapkan SETPOINT, dan memulai proses pengendalian.

**PERHATIAN**

Temperatur maksimal reaktor: 700°C

Temperatur maksimal ruang reaktor: 170°C

Temperatur maksimal pipa keluaran reaktor: 150°C

**Mengumpankan Gas Umpan**

1. Buka kerangan utama gas pada botol gas
2. Set tekanan gas keluar dengan mengatur kerangan pengatur tekanan pada botol gas
3. Buka kerangan F/V-301 sd 304 ke posisi OPEN
4. Tetapkan set point laju alir yang diinginkan pada kolom MFC SP
5. Tekan tombol ENTER untuk menetapkan SETPOINT
6. Tekan tombol ON untuk memulai proses pengendalian.

**PERHATIAN**

Laju maksimal gas: 200 ml/menit

**Mengendalikan Tekanan Reaktor**

1. Tekanan reaktor dikendalikan secara manual dengan mengatur kerangan TESCO
2. Putar ke kanan untuk menaikkan tekanan dalam reaktor
3. Putar ke kiri untuk menurunkan tekanan dalam reaktor.

**PERHATIAN**

Tekanan reaktor maksimal yang diijinkan adalah 60 bar absolut

**Mengumpankan Cairan**

1. Nyalakan pompa HPLC Eldex
2. Letakkan botol umpan pada tempat umpan sedemikian rupa sehingga pipa umpan terendam dalam umpan cairan
3. Menjalankan pompa: tetapkan laju alir yang diinginkan pada program komputer CR-301 SW pada kolom P-301, kemudian tekan tombol ON.

**Prosedur Shut Down**

1. Matikan laju alir cairan



2. Turunkan tekanan reaktor dengan memutar kerangan TESCOOM ke kiri perlahan-lahan
3. Setelah tekanan reaktor sama dengan tekanan ruang, buka kerangan VENT VALVE untuk membuang seluruh sisa tekanan dalam reaktor, kemudian tutup kembali VENT VALVE
4. Turunkan temperatur reaktor, temperatur ruang reaktor dan temperatur pipa keluaran ke temperatur ruangan
5. Matikan laju alir gas
6. Lepas kerangan pengatur tekanan dan tutup kerangan gas pada botol gas
7. Matikan *reactor heater power*, dan *transfer heater power*
8. Putar tombol pemanas ruang reactor ke posisi FAN dan tunggu hingga temperature reactor dan temperature ruang reactor turun ke temperature ruang, kemudian putar ke posisi OFF
9. Matikan pompa pendingin, dan sistem pendingin
10. Matikan *micropump* (pompa umpan)
11. Tekan tombol STOP pada program komputer, tutup program komputer
12. Matikan komputer
13. Matikan *Controller Power*
14. Matikan saklar power utama.

### C.3 Material Safety Data Sheet

No.	Bahan	Sifat Bahan		Tindakan Penanggulangan
1	Gas Hidrogen (H <sub>2</sub> )	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Wujud: gas yang tidak berwarna pada temperature dan tekanan normal</li> <li>• Berat molekul: 2,016 g/mol</li> <li>• Titik didih: 252,8°C</li> <li>• Specific gravity: 0,06960</li> <li>• Titik leleh: - 259,2°C</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Kelarutan: tidak larut dalam air</li> <li>• Kestabilan kimia: stabil pada temperatur dan tekanan normal</li> <li>• Ketidakcocokan dengan bahan lain: agen pengoksida kuat</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Terhirup:</b> Pindah ke udara segar. Jika tidak bernapas, berikan pernapasan buatan. Jika sulit bernapas, beri oksigen. Segera minta bantuan medik.</li> <li>• <b>Terhirup serius:</b> Evakuasi korban ke area aman segera. Longgarkan pakaian ketat. Jika sulit bernapas, beri oksigen. Jika tidak bernapas, lakukan pernapasan mulut ke mulut.</li> </ul>
2	Aluminium Nitrat	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Wujud: padatan</li> <li>• Berat molekul: 375,13 gram/mol</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Stabilitas kimia: stabil</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Kontak mata:</b> Bilas mata dengan air secukupnya selama ± 15 menit.</li> </ul>


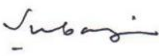

	(Al(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ·9H <sub>2</sub> O)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Titik didih: 135°C</li> <li>• Titik leleh: 73°C</li> <li>• Spesific gravity: 1,058</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Kelarutan: larut dalam air dingin dan air panas</li> <li>• Bersifat korosif terhadap zinc</li> </ul>	<p>Bisa dengan air dengan air dingin. Segera minta pertolongan medik.</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Kontak kulit:</b> Bilas kulit dengan air secukupnya selama ± 15 menit dan lepaskan pakaian dan sepatu terkontaminasi. Tutup kulit yang teriritasi dengan emollient. Air dingin dapat digunakan. Minta pertolongan medik segera.</li> <li>• <b>Terhirup:</b> Pindah ke udara segar. Jika tidak bernapas, berikan pernapasan buatan. Jika sulit bernapas, beri oksigen. Segera minta bantuan medik.</li> <li>• <b>Tertelan:</b> Berikan sejumlah besar air minum. Segera cari anjuran pengobatan. Hanya didalam kasus khusus, jika pertolongan tidak tersedia dalam 1 jam, rangsang untuk muntah (hanya jika korban tak sadarkan diri), konsultasikan kepada dokter secepatnya.</li> </ul>
3	Asam fosfat (H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> )	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Wujud: cairan</li> <li>• Berat molekul: 98 gram/mol</li> <li>• Titik didih: 158°C</li> <li>• Titik leleh: 21°C</li> <li>• Spesific gravity: 1,658</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Stabilitas kimia: stabil</li> <li>• Kelarutan: larut dalam air dingin dan air panas</li> <li>• Bersifat korosif terhadap tembaga dan aluminium</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Kontak mata:</b> Bilas mata dengan air secukupnya selama ± 15 menit. Bisa dengan air dengan air dingin. Segera minta pertolongan medik.</li> <li>• <b>Kontak kulit:</b> Bilas kulit dengan air secukupnya selama ± 15 menit dan lepaskan pakaian dan sepatu terkontaminasi. Tutup kulit yang teriritasi dengan emollient. Air dingin dapat digunakan. Minta pertolongan medik segera.</li> <li>• <b>Terhirup:</b> Pindah ke udara segar. Jika tidak bernapas, berikan pernapasan buatan. Jika sulit bernapas, beri oksigen. Segera minta bantuan medik.</li> <li>• <b>Tertelan:</b> Berikan sejumlah besar air minum. Segera cari anjuran pengobatan. Hanya didalam kasus khusus, jika pertolongan tidak tersedia dalam 1 jam, rangsang untuk muntah (hanya jika korban tak sadarkan diri), konsultasikan kepada dokter secepatnya.</li> </ul>
4	Ammonium hidroksida (NH <sub>4</sub> OH)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Wujud: cairan</li> <li>• Aroma menyengat</li> <li>• Berat molekul: 98 gram/mol</li> <li>• Titik leleh: -69,2°C</li> <li>• Spesific gravity: 0,898</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Stabilitas kimia: stabil</li> <li>• Kelarutan: larut dalam air dingin</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Kontak mata:</b> Bilas mata dengan air secukupnya selama ± 15 menit. Bisa dengan air dengan air dingin. Segera minta pertolongan medik.</li> <li>• <b>Kontak kulit:</b> Bilas kulit dengan air secukupnya selama ± 15 menit dan lepaskan pakaian dan sepatu terkontaminasi. Tutup kulit yang teriritasi dengan emollient. Air dingin dapat digunakan. Minta pertolongan medik segera.</li> </ul>

				<ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Terhirup:</b> Pindah ke udara segar. Jika tidak bernapas, berikan pernapasan buatan. Jika sulit bernapas, beri oksigen. Segera minta bantuan medik.</li> <li>• <b>Tertelan:</b> Berikan sejumlah besar air minum. Segera cari anjuran pengobatan. Hanya didalam kasus khusus, jika pertolongan tidak tersedia dalam 1 jam, rangsang untuk muntah (hanya jika korban tak sadarkan diri), konsultasikan kepada dokter secepatnya.</li> </ul>
5	Nikel nitrat (NiNO <sub>3</sub> )	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Berwujud bubuk kristal padatan</li> <li>• Berat molekul: 290,81 gram/mol</li> <li>• Titik leleh: 57°C</li> <li>• Specific gravity: 2,05</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Stabilitas kimia: stabil</li> <li>• Kelarutan: larut dalam air dingin</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Kontak mata:</b> Bilas mata dengan air secukupnya selama ± 15 menit. Bisa dengan air dengan air dingin. Segera minta pertolongan medik.</li> <li>• <b>Kontak kulit:</b> Bilas kulit dengan air secukupnya selama ± 15 menit dan lepaskan pakaian dan sepatu terkontaminasi. Tutup kulit yang teriritasi dengan emollient. Air dingin dapat digunakan. Minta pertolongan medik segera.</li> <li>• <b>Terhirup:</b> Pindah ke udara segar. Jika tidak bernapas, berikan pernapasan buatan. Jika sulit bernapas, beri oksigen. Segera minta bantuan medik.</li> <li>• <b>Tertelan:</b> Berikan sejumlah besar air minum. Segera cari anjuran pengobatan. Hanya didalam kasus khusus, jika pertolongan tidak tersedia dalam 1 jam, rangsang untuk muntah (hanya jika korban tak sadarkan diri), konsultasikan kepada dokter secepatnya.</li> </ul>
6	Tembaga nitrat (Cu(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ·3H <sub>2</sub> O)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Wujud: padatan</li> <li>• Berat molekul: 241,6 gram/mol</li> <li>• Titik leleh: - 114°C</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Stabilitas kimia: tahan panas</li> <li>• Kelarutan: larut dalam air dingin</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Kontak mata:</b> Bilas mata dengan air secukupnya selama ± 15 menit. Bisa dengan air dengan air dingin. Segera minta pertolongan medik.</li> <li>• <b>Kontak kulit:</b> Bilas kulit dengan air secukupnya selama ± 15 menit dan lepaskan pakaian dan sepatu terkontaminasi. Tutup kulit yang teriritasi dengan emollient. Air dingin dapat digunakan. Minta pertolongan medik segera.</li> <li>• <b>Terhirup:</b> Pindah ke udara segar. Jika tidak bernapas, berikan pernapasan buatan. Jika sulit bernapas, beri oksigen. Segera minta bantuan medik.</li> </ul>

				<ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Tertelan:</b> Berikan sejumlah besar air minum. Segera cari anjuran pengobatan. Hanya didalam kasus khusus, jika pertolongan tidak tersedia dalam 1 jam, rangsang untuk muntah (hanya jika korban tak sadarkan diri), konsultasikan kepada dokter secepatnya.</li> </ul>
7	Kalium dikromat ( $K_2Cr_2O_7$ )	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Wujud: padatan</li> <li>• Titik didih: <math>&gt;500^{\circ}C</math></li> <li>• Titik leleh: <math>-398^{\circ}C</math></li> <li>• Densitas: 2,7 g/mL</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Stabilitas kimia: stabil</li> <li>• Kelarutan: larut dalam air dingin</li> <li>• Bersifat sangat toksik, zat pengoksidasi</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Kontak mata:</b> Bilas mata dengan air secukupnya selama <math>\pm 15</math> menit. Bisa dengan air dengan air dingin. Segera minta pertolongan medik.</li> <li>• <b>Kontak kulit:</b> Bilas kulit dengan air secukupnya selama <math>\pm 15</math> menit dan lepaskan pakaian dan sepatu terkontaminasi. Tutup kulit yang teriritasi dengan emollient. Air dingin dapat digunakan. Minta pertolongan medik segera.</li> <li>• <b>Terhirup:</b> Pindah ke udara segar. Jika tidak bernapas, berikan pernapasan buatan. Jika sulit bernapas, beri oksigen. Segera minta bantuan medik.</li> </ul>
8	Kalium oksida ( $K_2O$ )	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Wujud: padatan</li> <li>• Specific gravity: 2,5-2,7</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Stabilitas kimia: stabil</li> <li>• Kelarutan: tidak larut dalam air</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Kontak mata:</b> Bilas mata dengan air secukupnya selama <math>\pm 15</math> menit. Bisa dengan air dengan air dingin. Segera minta pertolongan medik.</li> <li>• <b>Kontak kulit:</b> Bilas kulit dengan air secukupnya selama <math>\pm 15</math> menit dan lepaskan pakaian dan sepatu terkontaminasi. Tutup kulit yang teriritasi dengan emollient. Air dingin dapat digunakan. Minta pertolongan medik segera.</li> <li>• <b>Terhirup:</b> Pindah ke udara segar. Jika tidak bernapas, berikan pernapasan buatan. Jika sulit bernapas, beri oksigen. Segera minta bantuan medik.</li> <li>• <b>Tertelan:</b> Berikan sejumlah besar air minum. Segera cari anjuran pengobatan. Hanya didalam kasus khusus, jika pertolongan tidak tersedia dalam 1 jam, rangsang untuk muntah (hanya jika korban tak sadarkan diri), konsultasikan kepada dokter secepatnya.</li> </ul>
9	2- etilheksena 1 ( $C_8H_{14}O$ )	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Wujud: cairan</li> <li>• Berat molekul: 126,22 gram/mol</li> <li>• Titik didih: <math>175^{\circ}C</math></li> <li>• Titik leleh: <math>-76^{\circ}C</math></li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Stabilitas kimia: stabil</li> <li>• Kelarutan: larut dalam air dingin</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Kontak mata:</b> Bilas mata dengan air secukupnya selama <math>\pm 15</math> menit. Bisa dengan air dengan air dingin. Segera minta pertolongan medik.</li> <li>• <b>Kontak kulit:</b> Bilas kulit dengan air secukupnya selama <math>\pm 15</math> menit dan lepaskan pakaian dan sepatu</li> </ul>

		<ul style="list-style-type: none"> <li>• Densitas: 833 mg/mL</li> </ul>		<p>terkontaminasi. Tutup kulit yang teriritasi dengan emollient. Air dingin dapat digunakan. Minta pertolongan medik segera.</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Terhirup:</b> Pindah ke udara segar. Jika tidak bernapas, berikan pernapasan buatan. Jika sulit bernapas, beri oksigen. Segera minta bantuan medik.</li> <li>• <b>Tertelan:</b> Berikan sejumlah besar air minum. Segera cari anjuran pengobatan. Hanya didalam kasus khusus, jika pertolongan tidak tersedia dalam 1 jam, rangsang untuk muntah (hanya jika korban tak sadarkan diri), konsultasikan kepada dokter secepatnya.</li> </ul>
10	2- etilheksano 1 (C <sub>8</sub> H <sub>18</sub> O)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Wujud: cairan</li> <li>• Berat molekul: 130,23 gram/mol</li> <li>• Titik didih: 180°C</li> <li>• Titik leleh: -76°C</li> <li>• Densitas: 833 mg/mL</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Stabilitas kimia: stabil</li> <li>• Kelarutan: larut dalam air dingin</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Kontak mata:</b> Bilas mata dengan air secukupnya selama ± 15 menit. Bisa dengan air dengan air dingin. Segera minta pertolongan medik.</li> <li>• <b>Kontak kulit:</b> Bilas kulit dengan air secukupnya selama ± 15 menit dan lepaskan pakaian dan sepatu terkontaminasi. Tutup kulit yang teriritasi dengan emollient. Air dingin dapat digunakan. Minta pertolongan medik segera.</li> <li>• <b>Terhirup:</b> Pindah ke udara segar. Jika tidak bernapas, berikan pernapasan buatan. Jika sulit bernapas, beri oksigen. Segera minta bantuan medik.</li> <li>• <b>Tertelan:</b> Berikan sejumlah besar air minum. Segera cari anjuran pengobatan. Hanya didalam kasus khusus, jika pertolongan tidak tersedia dalam 1 jam, rangsang untuk muntah (hanya jika korban tak sadarkan diri), konsultasikan kepada dokter secepatnya.</li> </ul>

Bandung, Februari 2018

<p>Ketua Satuan Tugas Keselamatan Kerja Teknik Kimia ITB</p>  <p>Dr. Hary Devianto</p>	<p>Dosen Pembimbing,</p>   <p>Prof. Subagio    Dr. Melia Laniwati Gunawan</p>
---	---


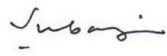

## Lampiran D HAZOP Alat Percobaan

Judul Penelitian	HIDROGENASI 2-ETILHEKSENAL BERKATALIS NIKEL: PENGARUH PENAMBAHAN LOGAM CU DAN K TERHADAP AKTIVITAS KATALIS DENGAN STUDI STATISTIK	
Nama Mahasiswa	Rizki Aditya S.P	NIM: 23015005
Dosen Pembimbing	Prof. Dr. Subagjo Dr. Melia Laniwati Gunawan	

No	Guide Word + Parameter	Penyebab	Konsekuensi	Safeguard	Tindakan yang dilakukan
1	Reactor temperature too high	Temperatur furnace/ reaktor terlalu tinggi	Tekanan di dalam reaktor meningkat, dapat menyebabkan backflow gas H <sub>2</sub>	Temperatur e indicator	Lakukan pengecekan dan pengontrolan temperatur secara berkala
2	Operational Safety	Gas-gas yang keluar dari reaktor	Kesehatan terganggu (gangguan pada mata, kulit, atau saluran pernapasan)	Penggunaan alat pelindung diri (google, masker, dan jaslab)	Pastikan alat pelindung dari digunakan dengan baik selama operasi
		Temperatur dinding reaktor sangat tinggi	Luka bakar pada anggota badan	Penggunaan alat pelindung diri (google, masker,	Pastikan alat pelindung dari digunakan dengan baik

				dan jaslab)	selama operasi
5	Operability	Lokasi atau akses yang buruk untuk operasi	Kaca penutup reaktor dalam keadaan terbuka dapat mengganggu praktikan lain yang melintas	Kunci pada kaca penutup	Pastikan kaca penutup reaktor selalu dalam keadaan tertutup

Bandung, Maret 2018



<p>Ketua Satuan Tugas Keselamatan Kerja Teknik Kimia ITB</p>  <p>Dr. Hary Devianto</p>	<p>Dosen Pembimbing,</p>   <p>Prof. Subagjo Dr. Melia Laniwati Gunawan</p>
---	--

## Lampiran E Analisa Keselamatan Kerja (*Job Safety Analysis*)

Judul Penelitian	HIDROGENASI 2-ETILHEKSENAL BERKATALIS NIKEL: PENGARUH PENAMBAHAN LOGAM CU DAN K TERHADAP AKTIVITAS KATALIS DENGAN STUDI STATISTIK	
Nama Mahasiswa	Rizki Aditya S.P	NIM: 23015005
Dosen Pembimbing	Prof. Dr. Subagjo Dr. Melia Laniwati Gunawan	

Identifikasi Bahaya	Mitigasi Risiko
Risiko kebocoran pada penutup reaktor	Matikan alat, lepaskan reaktor, dan kencangkan sambungan dengan klem penjepit
Risiko kebocoran gas H <sub>2</sub> pada sambungan tube fitting masukan reaktor	Matikan alat, pastikan tidak ada gas H <sub>2</sub> yang mengalir dan kencangkan kembali sambungan
Risiko terpaparnya tangan pada reaktor suhu tinggi pada saat pengambilan sampel	Gunakan sarung tangan dan lakukan pengambilan sampel dengan hati-hati
Keteraturan alat	Pastikan alat berada pada tempatnya sebelum memulai kegiatan
<b>Perlengkapan keselamatan kerja</b>	
	

Bandung, Maret 2018

<p>Ketua Satuan Tugas Keselamatan Kerja Teknik Kimia ITB</p>  <p>Dr. Hary Devianto</p>	<p>Dosen Pembimbing,</p>  <p>Prof. Subagjo Dr. Melia Laniwati Gunawan</p>
---	---