

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Sintesis Katalis

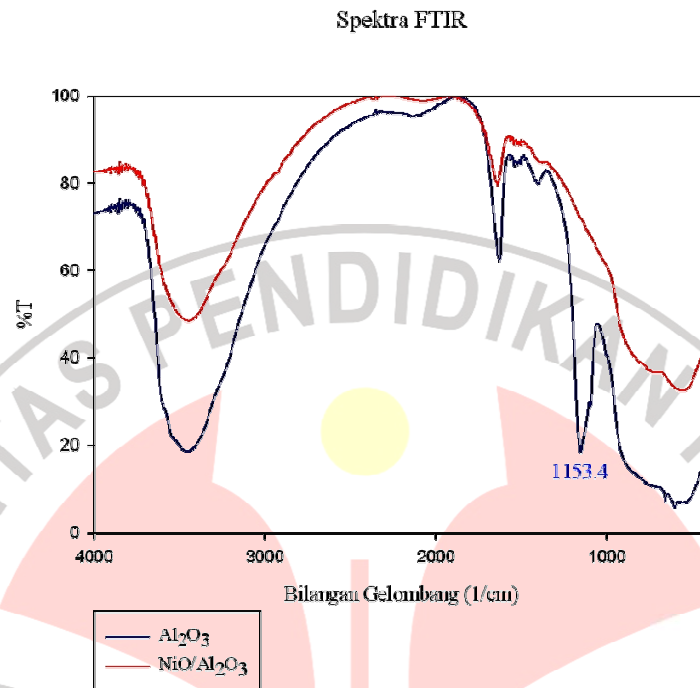
Katalis NiO/Al₂O₃ diperoleh setelah mengimpregnasikan Ni(NO₃)₂·6H₂O 0,2 M yang berupa cairan berwarna hijau jernih (Gambar 4.1.(a)) ke permukaan Al₂O₃ yang berbentuk serbuk halus berwarna putih (Gambar 4.1.(b)). Dihasilkan katalis berwarna hijau kebiruan seperti tampak pada Gambar 4.1.(c).



Gambar 4.1.(a). Larutan garam prekursor Ni(NO₃)₂·6H₂O 0,25 M, (b). Material pendukung (Al₂O₃), (c). Katalis NiO/Al₂O₃.

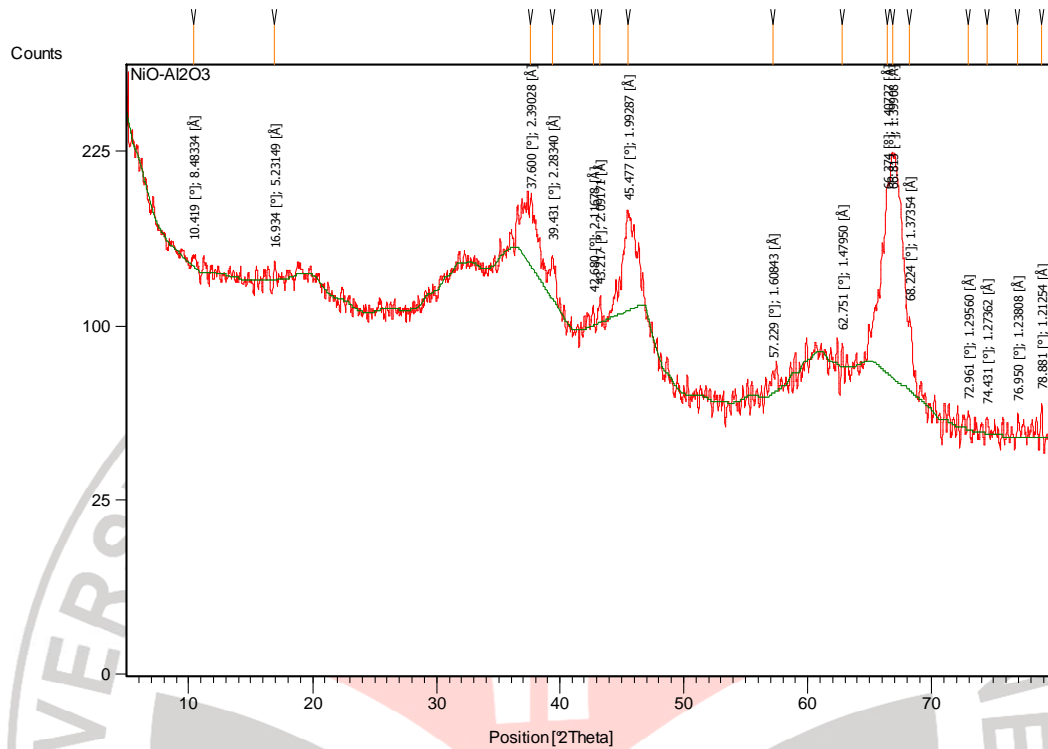
4.2. Karakterisasi Katalis

Pada spektra IR NiO/Al₂O₃, terdapat puncak baru jika dibandingkan dengan spektra Al₂O₃, seperti diperlihatkan pada Gambar 4.2. Yaitu pada puncak 1153.4 cm⁻¹. Puncak tersebut merupakan hasil interaksi Al-O-Al pada Al₂O₃ yang kemudian tidak muncul setelah NiO terimpregnasi pada Al₂O₃ (spektrum berwarna merah).



Gambar 4.2. Spektrum IR Al_2O_3 dan $\text{NiO}/\text{Al}_2\text{O}_3$

Dengan analisis menggunakan AAS diketahui logam Ni terimpregnasi pada permukaan Al_2O_3 sebanyak 0,498 %. Sedikitnya logam Ni yang terimpregnasi ini dapat disebabkan karena kurang optimalnya kondisi reaksi saat impregnasi, seperti konsentrasi larutan garam prekursor, suhu reaksi, waktu reaksi, maupun Al_2O_3 yang digunakan.



Gambar 4.3. Hasil Analisa XRD NiO/Al₂O₃

Gambar 4.3 menunjukkan pola difraksi XRD dari katalis NiO/Al₂O₃ yang telah disintesis. Dengan membandingkan hasil analisa XRD tersebut dengan pola difraksi XRD pada literatur, terdapat puncak-puncak yang serupa. Dimana pada literatur puncak-puncak NiO yang terimpregnasi pada Al₂O₃ terdapat pada $2\theta = 37,5^\circ, 43,2^\circ$ dan $62,9^\circ$. Sementara puncak-puncak Al₂O₃ terdapat pada $2\theta = 32,6^\circ, 36^\circ, 46^\circ$ dan 67° . Perbandingan antara pola difraksi literatur dengan pola difraksi katalis terdapat pada Tabel 4.1 dan Tabel 4.2.

Tabel 4.1. Perbandingan Nilai 2θ Pada Pola Difraksi NiO Literatur dan NiO yang Telah Disintesis

2 θ NiO Literatur	2 θ NiO Pada Katalis yang Telah Disintesis
37,5°	37.5997°
43,2°	43.2170°
62,9°	62.7513°

Tabel 4.2. Perbandingan Nilai 2θ Pada Pola Difraksi Al₂O₃ Literatur dan Al₂O₃ Pada Katalis yang Telah Disintesis

2 θ Al ₂ O ₃ Literatur	2 θ Al ₂ O ₃ Pada Katalis yang Telah Disintesis
32,6°	32°
36°	37.5997°
46°	45.4773°
	66.3739°
67°	66.8132°
	68.2238°

Dari hasil perbandingan dengan data literatur, maka difraksi yang terjadi pada katalis NiO/Al₂O₃ mirip dengan data literatur dimana menunjukkan bahwa NiO terdispersi pada Al₂O₃.

4.3. Uji Coba Reaktor

Reaktor yang digunakan tahan terhadap reaksi kimia, ditunjukkan dengan kondisi fisik reaktor yang baik setelah kontak dengan zat kimia. Reaktor juga tahan terhadap suhu dan tekanan tinggi.

Seal diujicobakan terhadap parameter tekanan, suhu dan reaksi kimia. Jenis-jenis *seal* yang digunakan dan ketahanannya terhadap suhu diperlihatkan pada tabel 4.3.

Tabel 4.3. Data Uji Coba Ketahanan Seal Terhadap Suhu

No.	Jenis Seal	Suhu (°C)
1.	Garlo	< 300 °C
2.	Silikon	250 °C
3.	Teflon	> 300 °C

Hasil uji coba menunjukkan bahwa *seal* Garlo tidak tahan terhadap suhu tinggi dan reaksi kimia. Hal ini ditunjukkan dengan melelehnya *seal* setelah digunakan. *Seal* silikon meleleh pada suhu reaksi diatas 250 °C sehingga menyebabkan turunnya

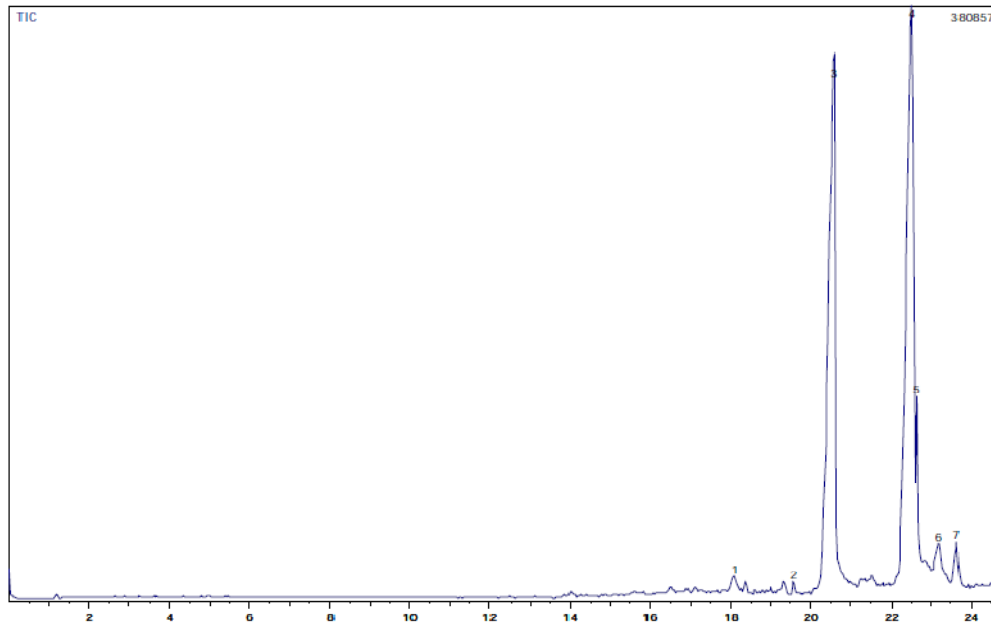
tekanan di dalam reaktor meskipun tahan terhadap reaksi kimia. *Seal* teflon dapat digunakan pada suhu diatas 300 °C dan tahan terhadap reaksi kimia.

4.4. Analisa GCMS Sampel Minyak Goreng (Bimoli)

Hasil analisa GCMS dari minyak goreng (Bimoli) asal (sebelum terhidrogenasi) telah mengandung asam lemak bebas seperti diperlihatkan pada Gambar 4.4. Komponen-komponen asam lemak yang terdapat dalam sampel ditunjukkan pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4. Komponen Utama dalam Sampel Minyak Goreng (Bimoli)

No. Puncak	Komponen	Komposisi (%)
3	Asam Palmitat	40,67
4	Asam 8-oktadekenoat	49,34
5	Asam Stearat	4.90



Gambar 4.4. Hasil Analisa GCMS Minyak Goreng

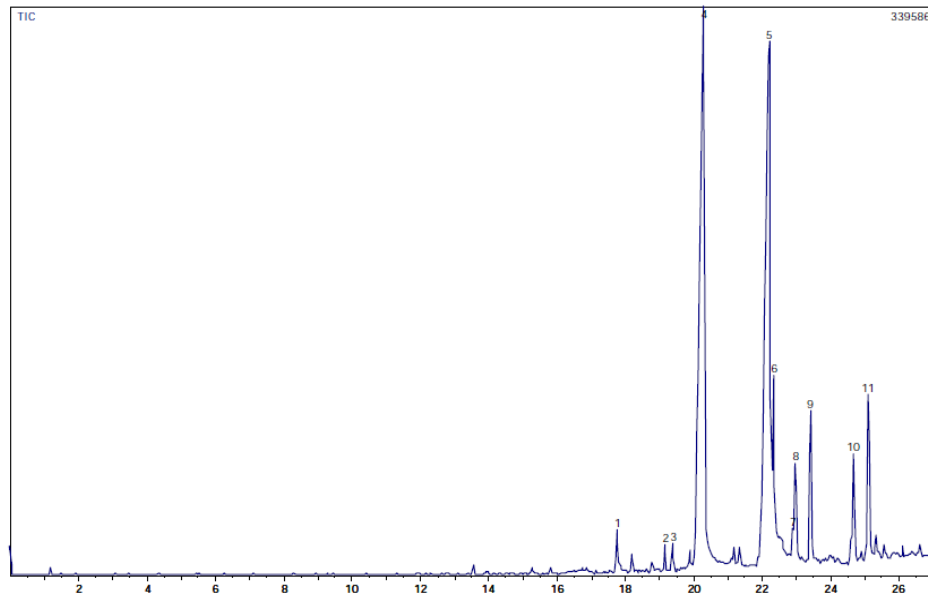
Dari hasil analisa GCMS minyak goreng, terdapat beberapa senyawa asam lemak sebagai komponen utama, selain itu terdapat juga puncak-puncak lain yang menunjukkan senyawa-senyawa turunan asam lemak namun dengan kadar yang sangat sedikit seperti dicantumkan pada Tabel 4.5.

Tabel 4.5. Puncak-puncak Senyawa Turunan Asam Lemak

No. Puncak	Waktu Retensi	Kadar (%)	Massa Molekul	Kemungkinan Senyawa
1	18,092	0,65	129	C ₇ H ₁₃ O ₂ C ₈ H ₁₇ O
2	19,583	0,42	97	C ₅ H ₅ O ₂
6	23,200	2,22	239	C ₁₅ H ₂₇ O ₂ C ₁₆ H ₃₁ O
7	23,642	1,80	129	C ₇ H ₁₃ O ₂ C ₈ H ₁₇ O

4.5. Analisa GCMS Sampel Minyak Goreng Terhidrogenasi Pada Tekanan (7,5 - 8) kg/cm²

Hasil analisa GCMS dari minyak goreng terhidrogenasi pada Tekanan (7,5 - 8) kg/cm² ditunjukkan pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5. Hasil Analisa GCMS Minyak Goreng Terhidrogenasi di tekanan (7,5 - 8) kg/cm^2

Dengan membandingkan hasil analisa GCMS minyak goreng asal dengan minyak goreng yang telah terhidrogenasi pada tekanan (7,5 - 8) kg/cm^2 , komponen-komponen utama minyak goreng belum terputus menjadi fraksi-fraksi yang lebih kecil seluruhnya seperti dicantumkan pada Tabel 4.6. Selain itu, minyak hasil reaksi *hydrocracking* pada tekanan (7,5 - 8) kg/cm^2 mengalami beberapa perubahan dibandingkan minyak goreng asal.

Tabel 4.6. Komponen Utama Dalam Minyak Goreng Terhidrogenasi Pada (7,5 - 8)kg/cm²

No. Puncak	Komponen	Komposisi (%)
3, 4	Asam Palmitat	40,56
5	Asam 8-oktadekenoat	41,70
6	Asam Stearat	3,99

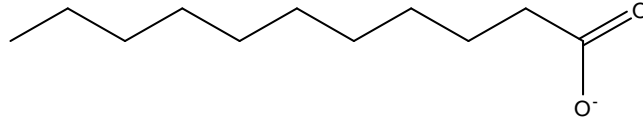
Dari Tabel 4.6 terlihat bahwa komposisi komponen utama dalam minyak goreng terhidrogenasi pada (7,5 - 8) kg/cm² berkurang jika dibandingkan dengan komposisi komponen minyak goreng asal. Hal ini dikarenakan pada tekanan tersebut asam lemak-asam lemak penyusun minyak goreng terengkahi menjadi fraksi-fraksi asam lemak yang muncul di puncak-puncak lain seperti ditunjukkan pada Tabel 4.7.

Tabel 4.7. Puncak-puncak GCMS Hasil Analisa Minyak Goreng Terhidrogenasi
Pada (7,5 - 8) kg/cm²

No. Puncak	Waktu Retensi	Kadar (%)	Massa Molekul	Kemungkinan Senyawa
1	17,775	1,33	185	C ₁₂ H ₉ O ₂ C ₁₂ H ₂₅ O
2	19,408	0,51	143	C ₈ H ₁₅ O ₂ C ₉ H ₁₉ O C ₁₀ H ₇ O
7	22,917	0,82	240	C ₁₆ H ₃₂ O
8, 9	22,992, 23,433	5,27	239	C ₁₅ H ₂₇ O ₂ C ₁₆ H ₃₁ O
10	24,700	1,75	264	C ₁₈ H ₃₂ O
11	25,133	3,49	265	C ₁₈ H ₃₃ O

Adapun kemungkinan-kemungkinan senyawa-senyawanya antara lain sebagai berikut:

- a) Pada waktu retensi 17,775 terdapat senyawa dengan massa molekul 185, kemungkinan rumus molekulnya antara lain:
- Rumus molekul C₁₂H₉O₂. Kemungkinan-kemungkinan struktur molekulnya antara lain:



Senyawa tersebut kemungkinan berasal dari molekul asam palmitat atau asam stearat yang mengalami putusnya ikatan hidrogen pada gugus hidroksil seperti berikut:



Struktur lain yang mungkin adalah

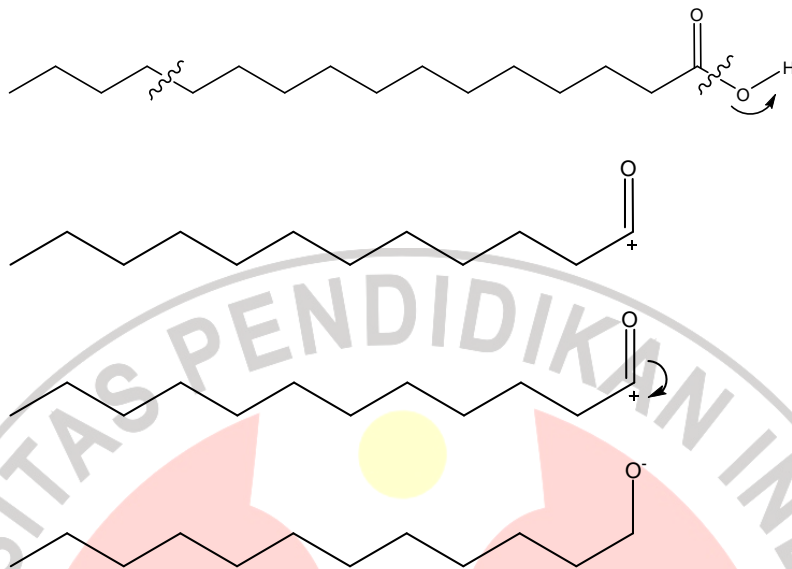


Senyawa tersebut kemungkinan berasal dari asam palmitat yang telah mengalami pemutusan ikatan C-C dan mengalami polimerisasi.

- Rumus molekul $C_{12}H_{25}O$. Kemungkinan-kemungkinan struktur molekulnya antara lain:

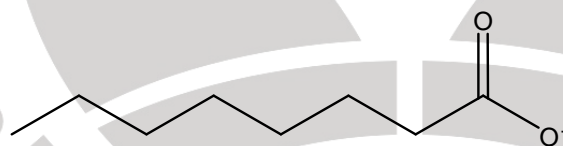


Senyawa diatas kemungkinan berasal dari asam palmitat atau asam stearat yang mengalami putusnya ikatan C-C dan juga putusnya gugus karbonil dan H pada gugus hidroksil dengan mekanisme seperti berikut:



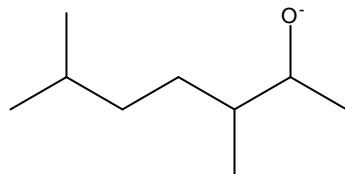
- b) Pada waktu retensi 19,408, terdapat senyawa dengan massa molekul sebesar 143. Kemungkinan-kemungkinannya seperti berikut:

- Rumus molekul $C_8H_{15}O_2$ dengan kemungkinan struktur molekul antara lain



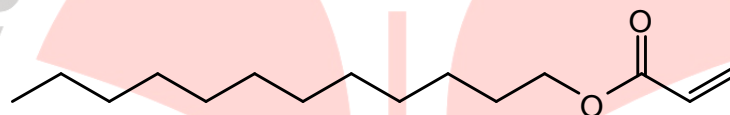
Senyawa diatas memiliki gugus karbonil dan diperkirakan mengalami putusnya ikatan hidrogen pada gugus hidroksil, sehingga diperkirakan senyawa diatas berasal dari asam lemak jenuh (asam palmitat atau asam stearat) yang telah kehilangan sebagian rantai karbonnya.

- Rumus molekul $C_9H_{19}O$ dengan kemungkinan struktur molekul yaitu



Senyawa tersebut diperkirakan berasal dari asam lemak yang mengalami pemutusan sebagian rantai karbonnya, juga mengalami polimerisasi dan lepasnya atom H pada gugus fungsi hidroksil atau putusnya ikatan rangkap pada gugus karbonil.

- Rumus molekul $C_{10}H_{18}O$ dengan kemungkinan struktur molekul yaitu



Senyawa diatas diperkirakan berasal dari gabungan asam lemak jenuh yang telah mengalami pemutusan gugus fungsinya dengan asam lemak lain yang telah mengalami pemutusan rantai karbonnya.

- c) Pada waktu retensi 22,917, hasil MS menunjukkan senyawa dengan massa molekul 240 dengan kemungkinan struktur molekulnya seperti berikut:

- Rumus molekul $C_{16}H_{32}O$



Diperkirakan senyawa diatas berasal dari asam lemak jenuh (asam palmitat dan asam stearat) dimana gugus hidroksil lepas dari molekul digantikan oleh metil dari molekul lain.

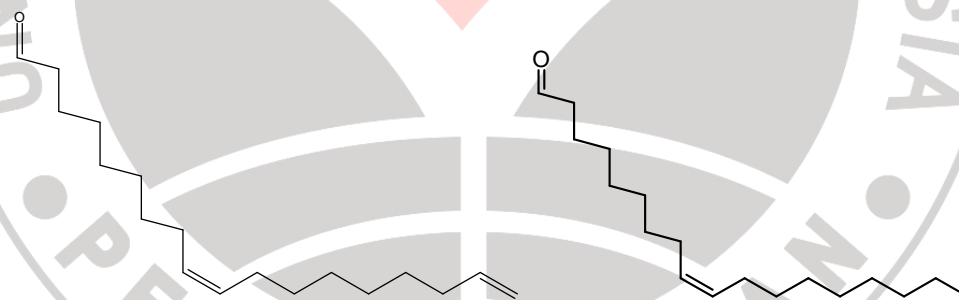
- d) Pada puncak ke 8 dan 9 terdapat senyawa dengan massa molekul 239 sebagaimana juga terdapat pada minyak goreng asal di puncak ke 6. Kemungkinan senyawa dengan massa molekul 239 adalah

- Rumus molekul $C_{16}H_{31}O$



Senyawa diatas diperkirakan berasal dari asam lemak tak jenuh (asam 8-oktadekenoat) yang terputus gugus fungsi karbonilnya dan juga atom H pada gugus hidroksilnya.

- e) Pada puncak ke 10 dan 11 terdapat senyawa dengan massa molekul 264 dan 265 yang sebelumnya tidak terdapat pada minyak goreng asal. Perkiraan struktur senyawanya adalah



Sebagaimana pada puncak ke 8 dan 9, senyawa diatas juga diperkirakan berasal dari Asam 8-oktadekenoat.

4.6. Analisa GCMS Sampel Minyak Goreng Terhidrogenasi Pada Tekanan (13 - 15) kg/cm²

Hasil analisa GCMS dari minyak goreng terhidrogenasi pada Tekanan (13 - 15) kg/cm² ditunjukkan pada Gambar 4.6. Komponen penyusun minyak goreng terhidrogenasi pada (13 - 15) kg/cm² terlihat pada Tabel 4.8.

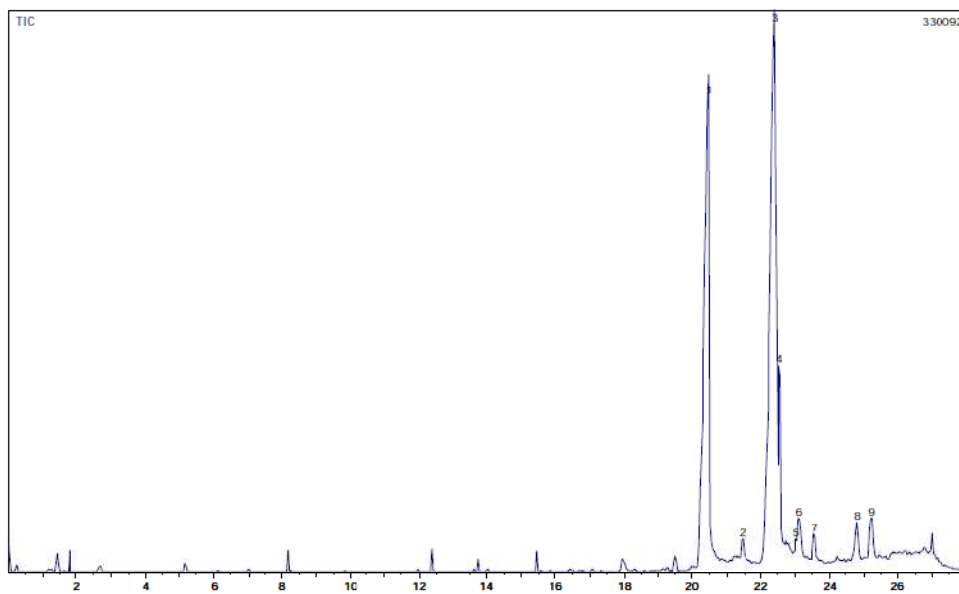
Tabel 4.8. Komponen Utama Dalam Minyak Goreng Terhidrogenasi Pada (13-15) kg/cm²

No. Puncak	Komponen	Komposisi (%)
2	Asam Palmitat	37,91
4	Asam 8-oktadekenoat	48,55
5	Asam Stearat	5,31

Berbeda dengan analisa minyak goreng terhidrogenasi pada (7,5 - 8) kg/cm², hidrogenasi pada (13 - 15) kg/cm² menghasilkan komposisi yang bertambah pada asam 8-oktadekenoat dan asam stearat.

Tabel 4.9. Puncak-puncak GCMS Hasil Analisa Minyak Goreng Terhidrogenasi
Pada (13-15) kg/cm²

No. Puncak	Waktu Retensi	Kadar (%)	Massa Molekul	Kemungkinan Senyawa
1	19,525	0,48	87	C ₄ H ₇ O ₂
3	21,483	0,63	97	C ₅ H ₅ O ₂
6	23,125	0,82	240	C ₁₆ H ₃₂ O
7, 9	23,558, 25,258	1,01, 1,32	129	C ₇ H ₁₃ O ₂



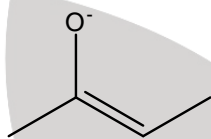
Gambar 4.6. Hasil Analisa GCMS Minyak Goreng Terhidrogenasi di tekanan (13 -
15) kg/cm²

Dengan membandingkan hasil analisa GCMS minyak goreng asal dengan minyak goreng yang telah terhidrogenasi pada tekanan (13 - 15) kg/cm², minyak goreng mengalami perubahan-perubahan.

Jika dibandingkan dengan hasil analisa minyak goreng asal, terdapat beberapa senyawa-senyawa baru pada minyak hasil *hydrocracking* 10 kg/cm². Kemungkinan senyawa-senyawa tersebut antara lain,

- a) Pada waktu retensi 19,525 terdapat senyawa dengan massa molekul 87, kemungkinan rumus molekulnya antara lain:

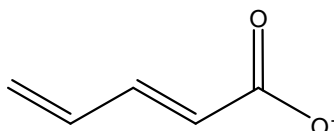
- Rumus molekul C₄H₇O₂. Kemungkinan struktur molekulnya adalah:



Senyawa diatas kemungkinan berasal dari asam palmitat atau asam stearat yang mengalami putusnya ikatan C-C juga putusnya gugus karbonil dan H pada gugus hidroksil.

- b) Pada waktu retensi 21,483, terdapat senyawa dengan massa molekul sebesar 97. Kemungkinannya struktur molekulnya seperti berikut:

- Rumus molekul C₅H₅O₂ dengan kemungkinan struktur molekul antara lain



Senyawa diatas memiliki gugus karbonil dan diperkirakan mengalami putusnya ikatan hidrogen pada gugus hidroksil, sehingga diperkirakan senyawa diatas berasal dari asam lemak tak jenuh (asam 8-oktadekenoat) atau asam lemak jenuh (asam palmitat dan stearat) yang telah kehilangan sebagian rantai karbonnya dan salah satu atom H tereduksi membentuk ikatan rangkap.

c) Pada waktu retensi 23,125, terdapat senyawa dengan massa molekul sebesar 240.

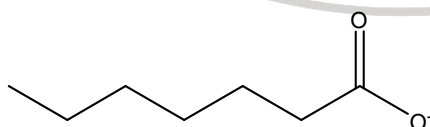
- Rumus molekul $C_9H_{19}O$ dengan kemungkinan struktur molekul yaitu



Senyawa tersebut diperkirakan berasal dari asam lemak yang mengalami pemutusan sebagian rantai karbonnya, juga mengalami polimerisasi dan lepasnya atom H pada gugus fungsi hidroksil atau putusnya ikatan rangkap pada gugus karbonil.

d) Pada waktu retensi 23,558 dan 25,258, terdapat senyawa dengan massa molekul 129 dengan kemungkinan struktur molekulnya seperti berikut:

- Rumus molekul $C_7H_{13}O_2$



Diperkirakan senyawa diatas berasal dari asam lemak jenuh (asam palmitat dan asam stearat) dimana atom H lepas dari gugus hidroksil.

