

**Studi Reaksi Hidrogenasi Terhadap Furfural Menggunakan
Katalis Ni/ γ -Al₂O₃**

SKRIPSI

Oleh :

SAFRENO PANGGIH PRATAMA

105090200111003



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2014**

**Studi Reaksi Hidrogenasi Terhadap Furfural Menggunakan
Katalis Ni/ γ -Al₂O₃**

SKRIPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains
dalam bidang Kimia

Oleh :

SAFRENO PANGGIH PRATAMA

105090200111003



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2014**

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

**Studi Reaksi Hidrogenasi Terhadap Furfural Menggunakan
Katalis Ni/ γ -Al₂O₃**

oleh :

**SAFRENO PANGGIH PRATAMA
105090200111003**

**Setelah dipertahankan di depan Majelis Penguji
pada tanggal
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang kimia**

Pembimbing I

Pembimbing II

**Siti Mariyah Ulfa, S.Si., M.Sc., Dr.Sc
NIP. 198104062005022009**

**Dr. Elvina D. Iftitah, S.Si., M.Si
NIP. 197204191997022001**

**Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya**

**Dr. Edi Priyo Utomo, MS
NIP. 195712271986031003**

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Safreno Panggh Pratama
NIM : 105090200111003
Jurusan : Kimia
Penulis skripsi berjudul :

“Studi Reaksi Hidrogenasi Terhadap Furfural
Menggunakan Katalis $\text{Ni}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ”

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Isi dari skripsi yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang termaktub di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam skripsi ini.
2. Apabila dikemudian hari ternyata Skripsi yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala risiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang,

Yang menyatakan,

Safreno Panggh Pratama

NIM. 105090200111003

Studi Reaksi Hidrogenasi Terhadap Furfural Menggunakan Katalis Ni/ γ -Al₂O₃

ABSTRAK

Hidrogenasi selektif terhadap furfural menjadi produk alkohol telah dilakukan menggunakan katalis Ni/ γ -Al₂O₃. Beberapa tahapan dalam penelitian ini adalah preparasi katalis Ni/ γ -Al₂O₃, karakterisasi katalis, dan reaksi hidrogenasi katalitik. Karakterisasi katalis dilakukan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy* (SEM), dan *Atomic Absorption Spectrometry* (AAS) sedangkan produk hasil reaksi hidrogenasi dianalisis menggunakan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR). Berdasarkan analisis menggunakan XRD dan SEM, diketahui bahwa logam Ni telah terimpregnasi pada γ -Al₂O₃ tanpa menunjukkan keberadaan NiO. Analisis menggunakan AAS berguna untuk mengetahui kadar Ni dalam katalis Ni/ γ -Al₂O₃ yaitu sebesar 9,96%. Reaksi hidrogenasi dilakukan pada temperatur 150 dan 180 °C selama 1; 2; 2,5; dan 3 jam dalam kondisi atmosfer hidrogen. Konversi furfural terbaik dihasilkan pada temperatur reaksi 180 °C selama satu jam sebesar 53,22%. Kondisi reaksi terbaik pada pembentukan produk alkohol pada temperatur reaksi 150 °C selama tiga jam dengan selektivitas terhadap produk alkohol sebesar 81,62%.

Kata kunci: furfural, produk alkohol, katalis Ni/ γ -Al₂O₃, reaksi hidrogenasi

Study of Hydrogenation Reaction Over Furfural Using Ni/ γ -Al₂O₃ Catalyst

ABSTRACT

The selective hydrogenation of furfural into alcohol product has been carried out using the Ni/ γ -Al₂O₃ catalyst. Several stages in this study are preparation of the Ni/ γ -Al₂O₃ catalyst, catalyst characterization, and catalytic hydrogenation reactions. Catalyst characterization was performed using *X-Ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy* (SEM), and *Atomic Absorption Spectrometry* (AAS) while hydrogenation reaction products were analyzed using *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR). Based on analysis using XRD and SEM, is known that the Ni metal was impregnated on γ -Al₂O₃ without showing the presence of NiO. Analysis using AAS determine content of Ni in the Ni/ γ -Al₂O₃ catalyst is equal to 9.96%. Hydrogenation reactions carried out at a temperature of 150 and 180 °C for 1; 2; 2,5; and 3 hours in a hydrogen atmosphere conditions. Best furfural conversion reaction occurs at a temperature of 180 °C for one hour with 53,22% conversion of furfural. The best selectivity over alcohol product is 81,62% occurs at a temperature of 150 °C for three hours.

Keywords: *furfural, alcohol product, Ni/ γ -Al₂O₃ catalyst, hydrogenation reaction*

KATA PENGANTAR

Puji syukur kepada Tuhan Yang Maha Esa, atas berkat dan anugerah-Nya, tugas akhir dengan judul “Studi Reaksi Hidrogenasi Terhadap Furfural Menggunakan Katalis Ni/ γ -Al₂O₃” ini dapat diselesaikan, sebagai salah satu persyaratan dalam mendapatkan gelar Sarjana Sains di Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya.

Penulisan tugas akhir ini dapat terlaksana dengan baik atas bantuan, bimbingan, dan saran dari semua pihak. Penulis juga mengucapkan terimakasih kepada:

1. Tuhan YME yang selalu memberikan berkat-Nya.
2. Siti Mariyah Ulfa, S.Si., M.Sc., Dr.Sc, selaku dosen pembimbing I, dan Dr. Elvina D. Iftitah, S.Si., M.Si, selaku dosen pembimbing II, yang telah banyak meluangkan waktu serta memberikan bimbingan dalam menyelesaikan tugas akhir ini.
3. Dr. Edi Priyo Utomo, MS selaku Ketua Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Brawijaya Malang, yang memberikan arahan kepada penulis selama masa studi.
4. Seluruh Bapak dan Ibu dosen yang selama ini membimbing penulis.
5. Seluruh staf pengajar dan karyawan Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya, atas semua bantuannya selama masa studi penulis.

Penulis menyadari bahwa penyusunan tugas akhir ini masih jauh dari kesempurnaan maka dari itu kritik dan saran yang membangun sangat diharapkan. Semoga tulisan ini dapat memberikan manfaat.

Malang, Juli 2014

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR LAMPIRAN	xi
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Batasan Masalah	2
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Manfaat Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Furfural	4
2.2 Furfuril Alkohol	5
2.3 Hidrogenasi Selektif	6
2.4 Katalis Ni/ γ -Al ₂ O ₃	7
2.5 Metode Pembuatan Katalis	8
2.6 XRD (<i>X-Ray Diffraction</i>)	8
2.7 SEM (<i>Scanning Electron Microscopy</i>)	9
2.8 AAS (<i>Atomic Absorbtion Spectrometry</i>)	9
2.9 FTIR (<i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i>)	10
2.10 Hipotesis	11
BAB III METODE PENELITIAN	
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	12
3.2 Bahan dan Alat	12
3.2.1 Bahan Penelitian	12
3.2.2 Alat Penelitian	12
3.3 Tahapan Penelitian	13
3.4 Prosedur Penelitian	13
3.4.1 Preparasi Katalis Ni/ γ -Al ₂ O ₃	13
3.4.2 Karakterisasi Katalis	13
3.4.3 Uji Aktivitas Katalis Ni/ γ -Al ₂ O ₃	13

3.4.4 Karakterisasi Hasil Uji Aktivitas Katalis Ni/ γ -Al ₂ O ₃	14
3.4.5 Analisa Data.....	15
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Karakterisasi Katalis Ni/ γ -Al ₂ O ₃	16
4.2 Uji Aktivitas Katalis Ni/ γ -Al ₂ O ₃ Pada Reaksi Hidrogenasi Furfural.....	18
4.2.1 Konversi Furfural Pada Reaksi Hidrogenasi.....	20
4.2.2 Selektivitas katalis Ni/ γ -Al ₂ O ₃ Terhadap Produk Hasil Reaksi Hidrogenasi Yang Mengandung Gugus -OH.....	21
BAB V PENUTUP	
5.1 Kesimpulan	24
5.2 Saran	24
DAFTAR PUSTAKA.....	25
LAMPIRAN.....	29



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Reaksi hidrolisis pentosan menjadi furfural.....	4
Gambar 2.2	Senyawa turunan furfural melalui reaksi hidrogenasi dengan katalis logam dan gas H ₂	5
Gambar 2.3	Furfuril alkohol	6
Gambar 4.1	Difraktogram katalis Ni/ γ -Al ₂ O ₃ dan γ -Al ₂ O ₃	16
Gambar 4.2	Mikrograf katalis γ -Al ₂ O ₃ dan Ni/ γ -Al ₂ O ₃ perbesaran 1000 kali.....	17
Gambar 4.3	Beberapa produk reaksi hidrogenasi furfural.....	18
Gambar 4.4	Spektra IR furfural, furfuril alkohol, dan produk.....	19



DAFTAR TABEL

Tabel 4.1	Puncak-puncak pada difraktogram katalis	17
Tabel 4.2	Konsentrasi furfural sampel berdasarkan perhitungan pada FTIR serapan $-CHO$ ($2860-2850\text{ cm}^{-1}$) pada temperatur reaksi $150\text{ }^{\circ}\text{C}$	20
Tabel 4.3	Konsentrasi furfural sampel berdasarkan perhitungan pada FTIR serapan $-CHO$ ($2860-2850\text{ cm}^{-1}$) pada temperatur reaksi $180\text{ }^{\circ}\text{C}$	21
Tabel 4.4	Konsentrasi produk alkohol yang terbentuk berdasarkan perhitungan FTIR serapan $-OH$ ($3530-3500\text{ cm}^{-1}$) pada temperatur $150\text{ }^{\circ}\text{C}$	22
Tabel 4.5	Konsentrasi produk alkohol yang terbentuk berdasarkan perhitungan FTIR serapan $-OH$ ($3530-3500\text{ cm}^{-1}$) pada temperatur $180\text{ }^{\circ}\text{C}$	22

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A	Diagram Alir	29
Lampiran A.1	Preparasi Katalis Ni/ γ -Al ₂ O ₃	29
Lampiran A.2	Karakterisasi Katalis	30
Lampiran A.2.1	Karakterisasi Katalis Ni/ γ -Al ₂ O ₃ dengan XRD	30
Lampiran A.2.2	Karakterisasi Katalis Ni/ γ -Al ₂ O ₃ dengan SEM	30
Lampiran A.2.3	Karakterisasi Katalis Ni/ γ -Al ₂ O ₃ dengan AAS	30
Lampiran A.3	Reaksi Hidrogenasi Furfural dengan Katalis Ni/ γ -Al ₂ O ₃	31
Lampiran A.4	Karakterisasi Hasil Reaksi Hidrogenasi Furfural dengan FT-IR	32
Lampiran A.4.1	Pembuatan Kurva Baku Furfural Standar	32
Lampiran A.4.2	Pembuatan Kurva Baku Furfuril Alkohol Standar	32
Lampiran A.4.3	Pengukuran Kadar Furfural Pada Tiap Sampel	33
Lampiran A.4.4	Pengukuran Kadar Produk Alkohol Pada Tiap Sampel	33
Lampiran B	Karakterisasi Katalis	34
Lampiran B.1	Karakterisasi dengan XRD	34
Lampiran B.1.1	Difraktogram γ -Al ₂ O ₃	34
Lampiran B.1.2	Difraktogram Ni/ γ -Al ₂ O ₃	34
Lampiran B.2	Karakterisasi dengan SEM Perbesaran 5000 kali	35
Lampiran B.2.1	Mikrograf γ -Al ₂ O ₃	35
Lampiran B.2.2	Mikrograf Ni/ γ -Al ₂ O ₃	36
Lampiran C	Perhitungan dan Analisis AAS	37
Lampiran C.1	Perhitungan AAS	37
Lampiran C.2	Pembuatan Katalis Ni/ γ -Al ₂ O ₃	37
Lampiran C.3	Analisis AAS	38
Lampiran D	Data Hasil Pengukuran FT-IR	39
Lampiran D.1	Persamaan Perhitungan Konsentrasi Untuk Kurva Baku	39
Lampiran D.2	Data Hasil Perhitungan Konsentrasi Furfural Standar	39

Lampiran D.3	Data Hasil Perhitungan Konsentrasi Furfuril Alkohol Standar	39
Lampiran D.4	Kurva Baku Furfural Standar	40
Lampiran D.5	Kurva Baku Furfuril Alkohol Standar	40
Lampiran D.6	Konsentrasi Furfural	41
Lampiran D.6.1	Konsentrasi Furfural Standar	41
Lampiran D.6.2	Konsentrasi Furfural Sampel 150 °C	41
Lampiran D.6.3	Konsentrasi Furfural Sampel 180 °C	41
Lampiran D.7	Persamaan Perhitungan Konversi	42
Lampiran D.7.1	Perhitungan Furfural Yang Bereaksi	42
Lampiran D.7.1.1	Temperatur 150 °C	42
Lampiran D.7.1.2	Temperatur 180 °C	42
Lampiran D.7.2	Persamaan Persen Konversi	42
Lampiran D.7.3	Konversi Pada 150 dan 180 °C	42
Lampiran D.8	Konsentrasi Produk Alkohol	43
Lampiran D.8.1	Konsentrasi Produk Alkohol 150 °C	43
Lampiran D.8.2	Konsentrasi Produk Alkohol 180 °C	43
Lampiran D.8.3	Persamaan Persen Selektivitas	43
Lampiran D.8.4	Selektivitas Terhadap Produk Alkohol	43
Lampiran E	Gambar Spektra FT-IR	44
Lampiran E.1`	Spektra FT-IR Furfural Standar	44
Lampiran E.2	Spektra FT-IR Furfural Standar Berbagai Konsentrasi Dan Perbesaran Pada Gugus Fermidoblet	44
Lampiran E.3	Spektra FT-IR Furfuril Alkohol Standar	45
Lampiran E.4	Spektra FT-IR Furfuril Alkohol Standar Berbagai Konsentrasi Dan Perbesaran Pada Gugus OH	45
Lampiran E.5	Spektra FT-IR Sampel pada Temperatur Reaksi 150 °C selama Satu Jam	46
Lampiran E.6	Spektra FT-IR Sampel pada Temperatur Reaksi 150 °C selama Dua Jam	46
Lampiran E.7	Spektra FT-IR Sampel pada Temperatur Reaksi 150 °C selama Dua Setengah Jam	46
Lampiran E.8	Spektra FT-IR Sampel pada Temperatur Reaksi 150 °C selama Tiga Jam	47
Lampiran E.9	Spektra FT-IR Sampel pada Temperatur Reaksi 180 °C selama Satu Jam	47

E.10	Spektra FT-IR Sampel pada Temperatur Reaksi 180 °C selama Dua Jam	47
E.11	Spektra FT-IR Sampel pada Temperatur Reaksi 180 °C selama Dua Setengah Jam	48
E.12	Spektra FT-IR Sampel pada Temperatur Reaksi 180 °C selama Tiga Jam	48
Lampiran F	Mekanisme Reaksi	49
F.1	Mekanisme Reaksi Hidrogenasi Furfural dengan Katalis	49

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Tongkol jagung merupakan limbah pertanian yang mengandung sekitar 30% pentosan. Pentosan merupakan polisakarida yang dapat dikonversi menjadi furfural melalui proses hidrolisis dengan asam encer selama beberapa jam [1]. Penelitian ini menarik untuk dikembangkan karena furfural adalah senyawa yang berguna untuk berbagai keperluan kimia seperti produksi resin, fiberglass, dan polimer anti karat. Hasil hidrogenasi furfural berupa furfural alkohol juga dapat digunakan untuk sintesis lisin, vitamin C [2], pelumas, agen pendispersi, dan industri plastik [3]. Furfural alkohol juga dapat digunakan sebagai pelarut tunggal atau dikombinasikan dengan pelarut lain. Sebagai contoh, pernis akrilik untuk otomotif dapat dibersihkan seluruhnya dari drum sebelum drum dapat digunakan kembali menggunakan larutan panas 40% furfural alkohol, 50% air, dan 10% trisodium fosfat [4].

Salah satu cara untuk mendapatkan furfural alkohol adalah melalui reaksi hidrogenasi furfural. Hidrogenasi fase gas menguapkan reaktan sehingga interaksi dengan katalis terjadi pada fasa gas. Hidrogenasi fase cair biasanya menggunakan senyawa asam atau basa sebagai katalis sehingga diperlukan pemisahan produk dengan katalis. Sebagian besar industri menggunakan hidrogenasi fase gas dengan katalis heterogen [5]. Katalis dengan partikel ukuran nano menunjukkan aktivitas katalisis yang lebih baik jika dibandingkan dengan katalis konvensional [6]. Katalis berbasis Cu memberikan selektivitas dan aktivitas hidrogenasi yang tinggi pada furfural menjadi furfural alkohol tetapi produk yang dihasilkan sedikit [2]. Katalis berbasis Pd dapat digunakan untuk hidrogenasi furfural tetapi harganya mahal dan permukaan logam yang sensitif membuat katalis jenis ini susah diaplikasikan [7]. Katalis ini juga dapat memicu produk samping yang tidak diinginkan dan tidak dapat digunakan kembali [2].

Furfural alkohol dengan hasil tinggi (konversi & selektivitas >96%) didapatkan melalui hidrogenasi fase cair menggunakan katalis Cu-Cr. Reaksi ini dilakukan pada temperatur 180 °C dan tekanan hidrogen 1000-1500 psi sehingga membutuhkan biaya operasional

tinggi karena menggunakan reaktor dan peralatan lain yang mahal. Katalis yang digunakan juga bersifat toksik dan menimbulkan pencemaran bagi lingkungan sehingga kurang cocok jika metode ini digunakan untuk kepentingan masal [8]. Penelitian lain melaporkan penggunaan katalis Cu yang diembankan pada SiO_2 . Reaksi dilakukan dengan mengalirkan gas hidrogen tekanan atmosfer pada rentang temperatur 210-290 °C. Hasil terbaik didapatkan pada 270 °C yaitu selektivitas sebesar 71% dengan 77% konversi furfural [9].

Selain tembaga, logam nikel telah lama digunakan sebagai katalis untuk proses industri seperti pada teknologi hidrogenasi. Keuntungan penggunaan Ni adalah harga yang terjangkau, mudah didapatkan, mempunyai aktivitas katalisis yang ideal, dan ramah lingkungan. Selain itu, saat aktivitasnya menurun, katalis ini dapat diregenerasi dan digunakan kembali sehingga penggunaannya bernilai ekonomis tinggi [10]. Nikel biasa diembankan pada SiO_2 , TiO_2 , $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, MgO , dan diatomik [11].

Pada penelitian ini dilakukan uji aktivitas katalis logam Ni yang diimpregnasi kedalam alumina ($\text{Ni}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) pada reaksi hidrogenasi furfural. Variasi kondisi reaksi yang digunakan adalah pada temperatur reaksi yaitu 150 °C dan 180 °C. Uji aktivitas katalis dilakukan pada waktu reaksi 60, 120, 150, dan 180 menit.

1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana aktivitas katalis $\text{Ni}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dalam reaksi hidrogenasi terhadap furfural?
2. Bagaimana selektivitas katalis $\text{Ni}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ terhadap produk hasil reaksi hidrogenasi furfural yang mengandung gugus -OH?

1.3 Batasan Masalah

1. Katalis yang digunakan adalah $\text{Ni}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$
2. Karakterisasi katalis dilakukan dengan X-Ray Diffraction (XRD), Atomic Absorption Spectrometry (AAS), dan Scanning Electron Microscopy (SEM)
3. Karakterisasi produk hasil hidrogenasi dilakukan dengan Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) secara kualitatif dan kuantitatif
4. Senyawa standar yang digunakan untuk pembuatan kurva baku standar adalah furfural dan furfural alkohol

1.4 Tujuan Penelitian

1. Mengetahui aktivitas katalis Ni/ γ -Al₂O₃ dalam reaksi hidrogenasi furfural
2. Mengetahui selektivitas katalis Ni/ γ -Al₂O₃ terhadap produk hasil reaksi hidrogenasi furfural yang mengandung gugus -OH

1.5 Manfaat Penelitian

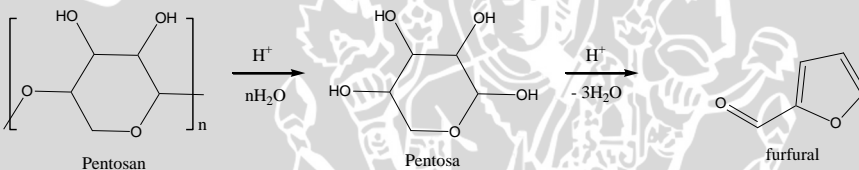
1. Memberikan informasi mengenai aktivitas katalis Ni/ γ -Al₂O₃ pada reaksi hidrogenasi furfural serta senyawa yang dihasilkannya.
2. Menggunakan katalis heterogen selektif, efektif, dan ramah lingkungan untuk menerapkan prinsip “*Green Chemistry*”.



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Furfural

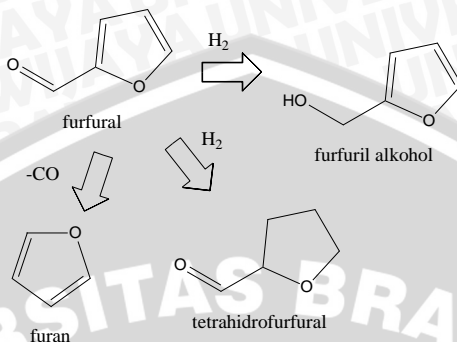
Furfural merupakan senyawa intermediet yang penting pada produksi biofuel. Furfural bisa didapatkan melalui reaksi hidrolisis pentosan menjadi pentosa dilanjutkan dengan dehidrasi untuk membentuk cincin siklis furfural (**Gambar 2.1**). Cairan kental berwarna cokelat ini mengandung gugus karbonil sehingga tidak memungkinkan untuk dijadikan bahan bakar mesin. Karena itu, perlu dilakukan suatu usaha untuk meningkatkan kestabilan dalam penyimpanan, rentang titik didih, dan angka oktan. Hidrogenasi adalah salah satu langkah potensial dalam menstabilkan furfural karena dapat menghilangkan gugus karbonil sehingga dapat digunakan sebagai bahan bakar mesin [12,13].



Gambar 2.1 Reaksi hidrolisis pentosan menjadi furfural [13]

Furfural merupakan aldehid heterosiklik dengan rumus molekul C₅H₄O₂. Pada temperatur ruang, furfural berbentuk cairan berminyak tak berwarna dengan bau almond-benzaldehid. Saat terpapar udara, warnanya berubah menjadi merah atau coklat karena autooksidasi [9].

Gambar 2.2 menunjukkan beberapa produk yang seringkali terbentuk dari konversi furfural dengan katalis logam dan gas H₂. Tiga kemungkinan reaksi yang terjadi adalah: hidrogenasi selektif gugus karbonil dari furfural menjadi furfural alkohol, merupakan reaksi yang paling sering terjadi. Kedua adalah reduksi ikatan C=C membentuk tetrahidrofurfural, dan dekarbonilasi furfural menjadi furan [14].

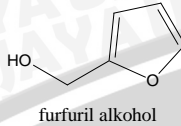


Gambar 2.2 Senyawa turunan furfural melalui reaksi hidrogenasi dengan katalis logam dan gas H_2 [14]

2.2 Furfuril Alkohol

Turunan furfural yang paling sering digunakan adalah furfuryl alkohol dengan rumus molekul $C_5H_6O_2$ (**Gambar 2.3**). Furfuryl alkohol merupakan senyawa penting dalam industri polimer. Senyawa ini banyak digunakan untuk produksi resin termostatik, resin cair sebagai penguat keramik, serat sintetis, serta bahan kimia pertanian. Furfuryl alkohol juga merupakan senyawa intermediet untuk manufaktur lisin, vitamin C, pelumas, agen pendispersi, dan industri plastik [3]. Furfuryl alkohol dapat digunakan sebagai pelarut tunggal atau dikombinasikan dengan pelarut lain. Sebagai contoh, pernis akrilik untuk otomotif dapat dibersihkan seluruhnya dari drum sebelum drum dapat digunakan kembali menggunakan larutan panas 40% furfuryl alkohol, 50% air, dan 10% trisodium fosfat [4].

Furfuryl alkohol berupa cairan kuning kecoklatan pada temperatur $20\text{ }^\circ\text{C}$ dengan bau terbakar, mempunyai titik didih $170\text{ }^\circ\text{C}$ dan tidak volatil pada temperatur ruang. Tekanan uap senyawa ini 1 mmHg pada $31,8\text{ }^\circ\text{C}$ dan meningkat hingga 271 mmHg pada $140\text{ }^\circ\text{C}$ [4,9].



Gambar 2.3 Furfuril alkohol [9]

Furfuril alkohol dihasilkan melalui reaksi hidrogenasi dengan menggunakan katalis asam maupun basa. Metode ini kurang praktis karena proses pemisahan katalis dengan produk yang berupa cairan cukup rumit. Hidrogenasi fasa uap adalah metode yang biasanya menggunakan katalis logam dan reaktan diuapkan pada temperatur tertentu serta dialiri gas H_2 sehingga reaktan dan katalis berinteraksi dalam fasa uap. Reaksi ini dapat berlangsung pada tekanan atmosfer dan lebih mudah proses pemisahan katalis dengan produknya [16].

2.3 Reaksi Hidrogenasi

Hidrogenasi adalah proses penambahan hidrogen pada senyawa dengan ikatan rangkap atau senyawa tak jenuh. Senyawa tak jenuh tidak dapat bereaksi dengan hidrogen tanpa katalis. Oleh karena itu, hidrogenasi biasanya melibatkan suatu katalis sehingga reaksi dapat tercapai dengan cepat pada temperatur yang tidak terlalu tinggi [17].

Hidrogenasi selektif senyawa organik tak jenuh merupakan reaksi yang penting pada proses sintesis. Hidrogenasi selektif gugus $C=O$ aldehyd/keton yang terkonjugasi dengan ikatan $C=C$ merupakan tantangan bagi peneliti karena ikatan $C=C$ lebih disukai daripada $C=O$. Pada umumnya, hidrogenasi aldehyd dan keton tak jenuh menghasilkan aldehyd dan keton jenuh karena kereaktifan ikatan $C=C$. Secara termodinamika, lebih dimungkinkan terbentuk alkohol jenuh karena $C=O$ terhidrogenasi seperti $C=C$. Oleh karena itu diperlukan katalis hidrogenasi yang bersifat selektif terhadap gugus $C=O$ aldehyd/keton tanpa mereduksi gugus $C=C$ alkena [18,19].

Penelitian sebelumnya melaporkan bahwa proses hidrogenasi furfural menjadi furfuril alkohol menggunakan katalis logam yang diimbangkan, $Cu-MgO$, menunjukkan aktivitas hidrogenasi 98% konversi furfural dengan selektivitas pembentukan furfuril alkohol 98%. Aktivitas ini tinggi jika dibandingkan dengan penelitian lain

dengan katalis yang sama dimungkinkan karena keberadaan situs Cu^0/Cu^+ pada permukaan katalis. Tetapi karena kurangnya jumlah partikel Cu^0 dan tidak adanya spesies Cu^+ dalam katalis, konversi furfural secara keseluruhan adalah rendah karena frekuensi terjadinya konversi balik furfural sangat tinggi [3].

Penelitian lain melaporkan konversi furfural sebesar 24,5% dan selektivitas terhadap furfural alkohol sebesar 75,0%. Reaksi dilakukan pada tekanan 1,0 MPa gas H_2 dengan temperatur 80 °C dalam pelarut etanol. Katalis yang digunakan adalah Raney Ni (RNi) dan durasi reaksi selama 60 menit. Pada kondisi reaksi yang sama, konversi furfural dan selektivitas terhadap furfural alkohol meningkat menjadi 98,1% dan 98,5% karena penambahan $\text{Cu}_2\text{PMo}_{12}$ pada katalis RNi [3].

2.4 Katalis Ni/ γ - Al_2O_3

Berbagai penelitian telah membuktikan bahwa katalis logam transisi seperti nikel, platinum, dan paladium yang diimbakan pada padatan mampu mendorong interaksi selektif antar reaktan. Logam yang diimbakan dapat meningkatkan aktivitas dan selektivitas dengan meningkatkan luas permukaan atau bertindak sebagai situs asam Lewis untuk mempolarisasi ikatan $\text{C}=\text{O}$ [22]. Padatan pengemban juga menjadi faktor yang berpengaruh pada aktivitas dan selektivitas katalis [20]. Aktivitas katalis Ni/ γ - Al_2O_3 dapat ditingkatkan melalui kalsinasi pada temperatur rendah (300 °C) [21].

Oksida aluminium banyak digunakan oleh industri karena titik didihnya tinggi, tidak volatil, dan tahan terhadap proses oksidasi dan korosi. Keunggulan alumina sebagai katalis atau pengemban katalis telah banyak dibuktikan pada beberapa reaksi kimia. Oksida γ -alumina mempunyai bidang yang luas dengan struktur mesopornya sehingga banyak digunakan sebagai katalis temperatur tinggi atau sebagai media pengemban katalis [22].

Performa suatu katalis dapat ditingkatkan jika dibuat dalam bentuk aerogel. Salah satu penelitian mempelajari katalis Ni/ γ - Al_2O_3 dalam bentuk aerogel dan menunjukkan bahwa katalis tersebut memiliki ukuran kristalit nikel yang lebih kecil, permukaan spesifik lebih luas, dan dispersi nikel lebih tinggi. Hal yang lebih penting adalah katalis aerosol mempunyai aktivitas katalitik yang lebih baik dan lebih stabil [23].

Pada penelitian sebelumnya telah digunakan katalis Ni/ γ -Al₂O₃ untuk reaksi hidrogenasi. Logam nikel yang digunakan berasal dari 7,43g Ni(NO₃)₂.6H₂O yang diimbangkan pada 8,5 g γ -Al₂O₃. Komposisi ini menunjukkan efisiensi logam terimpregnasi sebesar 84,93%. Sementara logam nikel yang tidak terimpregnasi sekitar 15,07%. Kurangnya kadar logam nikel dapat menurunkan aktivitas katalis karena tidak banyak nikel yang tersebar sehingga aktivitasnya tidak maksimal. Sedangkan kadar nikel yang berlebih menambah biaya operasional dan boros pemakaian bahan [20].

2.5 Metode Pembuatan Katalis

Metode impregnasi terdiri dari tiga langkah yaitu mereaksikan pengemban dengan larutan pengimpregnasi selama periode waktu tertentu, mengeringkan pengemban, dan mengaktivasi katalis dengan kalsinasi dan/atau reduksi. Impregnasi dilakukan dengan membuat larutan pengimpregnasi berlebih, pengemban ditambahkan dan dicampur selama waktu yang dibutuhkan lalu padatan dikeringkan. Cara lain yang lebih presisi adalah dengan penggunaan berulang larutan pengimpregnasi. Pengemban dicampur dengan larutan pengimpregnasi pada konsentrasi yang tepat berdasarkan volume pori atau massa atom yang diketahui. Katalis diaduk pada suatu tabung atau labu [24].

Pada intinya, impregnasi adalah teknik preparasi dimana larutan prekursor sebagai situs aktif diimbangkan pada suatu padatan pengemban. Dua metode impregnasi yang dikenal adalah impregnasi kering dan basah. Pada impregnasi kering, konsentrasi larutan prekursor digunakan secukupnya untuk mengisi pori pada padatan pengemban. Pada impregnasi basah, pengemban diaduk dalam larutan prekursor dengan konsentrasi berlebih [25].

2.6 XRD (*X-Ray Diffraction*)

Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) bertujuan menentukan sifat kristal atau kristalinitas suatu katalis. Kebanyakan katalis berupa padatan kristal seperti oksida logam dan logam berpenyangga. Kristal katalis memantulkan sinar-X yang dikirimkan dari sumber dan diterima oleh detektor. Pola difraksi diplotkan berdasarkan intensitas puncak yang menyatakan peta parameter kisi kristal

sebagai fungsi 2θ , dimana θ menyatakan sudut difraksi berdasarkan persamaan Bragg [26].

Difraksi sinar-X terjadi saat penghamburan foton oleh atom pada kisi-kisi kristal. Penghamburan ini menyebabkan terjadinya interferensi berdasarkan hukum Bragg (Persamaan 2.1). Sudut intensitas maksimum menunjukkan jarak antar bidang kisi dan berguna untuk identifikasi [27].

Hukum Bragg:

$$n\lambda = 2d \sin \theta; n = 1, 2, 3, \dots \quad (2.1)$$

dimana d menyatakan jarak antar lapisan atom, λ menyatakan panjang gelombang sinar-X, dan n adalah urutan pantulan. Pada penelitian yang telah dilakukan, munculnya puncak pada $2\theta = 44,7^\circ$; 52° ; dan 76° menunjukkan adanya logam nikel pada permukaan γ - Al_2O_3 dan Ni^{2+} telah tereduksi menjadi Ni^0 [20].

2.7 SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

SEM merupakan mikroskop yang menggunakan berkas elektron untuk menggambar profil permukaan benda. Prinsip kerjanya adalah elektron berenergi tinggi ditembakkan ke permukaan suatu sampel. Permukaan yang dikenai berkas akan memantulkan kembali berkas tersebut atau menghasilkan elektron sekunder ke segala arah. Detektor akan mendeteksi elektron yang dipantulkan dan menentukan lokasi berkas pantulan. Informasi yang didapatkan adalah profil permukaan berupa kelandaian dan arah kemiringan [28].

Agar dapat dihasilkan citra yang tajam, permukaan benda harus bersifat sebagai pemantul elektron atau dapat melepaskan elektron sekunder ketika ditembak dengan berkas elektron. Material yang memiliki sifat demikian adalah logam. Permukaan logam yang diamati di bawah SEM akan menampilkan profil permukaan dengan jelas [28].

2.8 AAS (*Atomic Absorption Spectrometry*)

Apabila cahaya dengan panjang gelombang tertentu dilewatkan pada suatu spesi maka sebagian cahaya tersebut akan diserap dan intensitas penyerapan akan berbanding lurus dengan banyaknya atom bebas logam yang berada pada spesi. Hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi diturunkan dari Hukum

Lambert- Beer. Bila suatu sumber sinar monokromatik melewati medium transparan maka intensitas sinar yang diteruskan berkurang dengan bertambahnya ketebalan medium yang mengabsorpsi. Intensitas sinar yang diteruskan berkurang secara eksponensial dengan bertambahnya konsentrasi spesi yang menyerap sinar tersebut.

$$A = \log \frac{I_0}{I_t} = -\log T = abc \quad (2.2)$$

dimana A = absorpsi, I_0 = intensitas sumber, I_t = intensitas yang diteruskan, T = transmittansi, a = absorptivitas molar, b = panjang medium, dan c = konsentrasi atom menyerap sinar. Dari persamaan di atas dapat diketahui bahwa absorpsi berbanding lurus dengan konsentrasi spesi [29].

2.9 FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*)

Spektroskopi inframerah banyak dipakai untuk mengidentifikasi senyawa baik alami maupun buatan. Bila sinar inframerah dilewatkan melalui cuplikan senyawa organik maka sejumlah frekuensi akan diserap. Transisi yang terjadi didalam serapan inframerah berkaitan dengan perubahan-perubahan vibrasi dalam molekul [32].

Panjang gelombang dari absorpsi suatu ikatan tertentu bergantung pada macam vibrasi dari ikatan tersebut. Oleh karena itu, tipe ikatan yang berlainan akan menyerap radiasi inframerah pada panjang gelombang yang berlainan. Suatu ikatan dalam sebuah molekul dapat mengalami berbagai macam osilasi sehingga suatu ikatan tertentu dapat menyerap energi pada lebih dari satu panjang gelombang [32].

Informasi absorpsi inframerah pada umumnya dalam bentuk spektrum dengan panjang gelombang (μm) atau bilangan gelombang (cm^{-1}) sebagai absis (x) dan intensitas absorpsi atau persen transmittansi sebagai ordinat (y) [32]. Pengukuran menggunakan inframerah biasanya berada pada daerah bilangan gelombang 400-4500 cm^{-1} . Daerah pada bilangan gelombang ini merupakan daerah optimum untuk penyerapan sinar inframerah bagi ikatan-ikatan dalam senyawa organik [32].

Daerah spektra dapat dibagi menjadi dua yaitu daerah frekuensi gugus fungsional dan daerah sidik jari. Daerah frekuensi gugus fungsi terletak pada daerah 4000-1400 cm^{-1} . Pita-pita absorpsi

pada daerah ini umumnya disebabkan oleh vibrasi dua atom. Daerah sidik jari terletak pada $1400\text{--}400\text{ cm}^{-1}$. Pita-pita absorpsi pada daerah ini berhubungan dengan vibrasi molekul secara keseluruhan. Setiap atom dalam molekul akan saling mempengaruhi sehingga dihasilkan pita-pita absorpsi yang khas untuk setiap molekul [32].

Spektroskopi inframerah banyak digunakan dalam analisis kualitatif juga analisis kuantitatif. Metode analisisnya berdasarkan pada interaksi gelombang elektromagnetik pada daerah inframerah dengan materi berupa absorpsi pada frekuensi atau panjang gelombang tertentu. Hubungan kuantitatif antara absorpsi dan konsentrasi pada spektroskopi inframerah diberikan oleh persamaan *Lambert-Beer*:

$$A = \log \frac{I_0}{I_t} = -\log T = abc \quad (2.2)$$

dimana A = absorpsi, I_0 = intensitas sumber, I_t = intensitas yang diteruskan, T = transmitan, a = absorptivitas molar, b = panjang medium, dan c = konsentrasi atom menyerap sinar. Dari persamaan di atas dapat diketahui bahwa absorpsi berbanding lurus dengan konsentrasi spesi [29,33].

2.10 Hipotesis

Hipotesis berdasarkan uraian di atas adalah selektivitas yang tinggi dari katalis $\text{Ni}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ terhadap hidrogenasi furfural menjadi produk alkohol. Konversi furfural pada reaksi hidrogenasi semakin meningkat sebanding dengan waktu reaksi. Produk akhir yang diharapkan adalah produk yang mengandung gugus -OH.

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia organik Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya Malang pada bulan Maret hingga Juni 2014. Analisis kristalinitas katalis dengan XRD dilakukan di Laboratorium Karakterisasi Material Fakultas Teknologi Industri Insitut Teknologi Sepuluh November Surabaya. Analisis morfologi katalis dengan SEM dan pemisahan dengan metode setrifuge dilakukan di Laboratorium Biosains Universitas Brawijaya. Analisis persentase kandungan logam dengan AAS dilakukan di Laboratorium Perusahaan Air Minum Jasa Tirta Malang. Analisis hasil reaksi hidrogenasi dengan Spektrofotometer FT-IR dilakukan di Laboratorium Instrumen Jurusan Kimia Universitas Brawijaya Malang.

3.2 Bahan dan Alat

3.2.1 Bahan penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (*Merck*), $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (*Merck*), methanol (*Merck PA*), gas N_2 (PT Tira Austenite Tbk), gas H_2 (PT Tira Austenite Tbk), 2-propanol (*Merck*), furfural alkohol 98% (*SIGMA-ALDRICH*), dan furfural 98% (*SIGMA-ALDRICH*).

3.2.2 Alat penelitian

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah pemanas listrik, *magnetic stirer*, *rotary evaporator vacuum*, *sentrifuge microtube 1,5 mL*, oven, termometer raksa, botol sampel, pipet mikro, neraca analitik, gelas arloji, spatula, jarum injeksi *One Med 10 mL*, pompa vakum, reaktor autoklaf modifikasi, tanur modifikasi Ititah [34], SEM *HITACHI TM3000*, XRD *XPert PRO PANalytical*, AAS AA-6800, dan FT-IR Shimadzu (8400S).

3.3 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian yang dilakukan adalah sebagai berikut:

1. Preparasi katalis Ni/ γ -Al₂O₃
2. Karakterisasi katalis Ni/ γ -Al₂O₃
3. Uji Aktivitas katalis Ni/ γ -Al₂O₃
4. Karakterisasi hasil uji aktivitas
5. Analisa Data

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Preparasi katalis Ni/ γ -Al₂O₃

Katalis Ni/ γ -Al₂O₃ disiapkan dengan cara Ni(NO₃)₂.6H₂O 7,43 g dilarutkan dalam 100 mL metanol, kemudian 8,5 g γ -Al₂O₃ ditambahkan ke dalam larutan dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* pada temperatur kamar selama 24 jam lalu metanol diuapkan. Padatan dikeringkan dengan oven pada 90 °C selama empat jam lalu dikalsinasi pada \pm 500 °C selama dua jam dengan dialiri gas nitrogen dan dihidrogenasi dengan gas hidrogen pada \pm 500 °C selama dua jam [20]. Kalsinasi dan reduksi dilakukan menggunakan tanur modifikasi Iftitah [34].

3.4.2 Karakterisasi katalis

Karakterisasi katalis dilakukan terhadap Ni/ γ -Al₂O₃ meliputi penentuan kristalinitas, morfologi katalis, dan kadar logam katalis. Penentuan kristalinitas katalis dilakukan menggunakan XRD *XPert PRO PANalytical*. Penentuan morfologi katalis dilakukan menggunakan SEM *HITACHI TM3000*. Penentuan kadar logam katalis dilakukan menggunakan AAS AA-6800.

3.4.3 Uji aktivitas katalis Ni/ γ -Al₂O₃

Katalis Ni/ γ -Al₂O₃ terlebih dahulu diaktivasi dengan cara sebanyak 0,1 g katalis dimasukkan kedalam reaktor autoklaf kemudian sistem divakumkan hingga pada tekanan \pm 30 mmHg. Gas N₂ dialirkan kedalam sistem dengan tekanan \pm 20 psi lalu sistem divakumkan kembali hingga pada tekanan \pm 30 mmHg. Gas H₂ dialirkan kedalam sistem dengan tekanan \pm 25 psi. Autoklaf dipanaskan pada temperatur yang digunakan untuk reaksi hidrogenasi (150 dan 180 °C) selama 30 menit.

Reaksi hidrogenasi dilakukan dengan cara sebanyak 1 mL furfural, 5 mL 2-propanol, dan *magnetic stirer* dimasukkan kedalam autoklaf yang telah berisi 0,1 g katalis Ni/ γ -Al₂O₃. Autoklaf divakumkan hingga pada tekanan ± 30 mmHg kemudian gas N₂ dialirkan dengan tekanan ± 20 psi. Autoklaf divakumkan kembali hingga pada tekanan ± 30 mmHg lalu gas H₂ dialirkan dengan tekanan ± 25 psi kemudian dipanaskan. Reaksi berlangsung pada temperatur 150 °C dan 180 °C dengan waktu pemanasan 60, 120, 150, dan 180 menit. Pada akhir reaksi, produk disaring menggunakan kertas saring dan ditampung kedalam botol sampel. Pelarut diuapkan menggunakan *rotary evaporator vacuum* kemudian produk dianalisis menggunakan FTIR.

3.4.4 Karakterisasi hasil uji aktivitas katalis Ni/ γ -Al₂O₃

Karakterisasi menggunakan FT-IR bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi spesifik yang terbentuk. Karakterisasi FT-IR tidak hanya dilakukan terhadap hasil tetapi juga terhadap furfural standar dan furfural alkohol standar. Karakterisasi dilakukan dengan meneteskan (sampel cair) ke lempengan NaCl. Kemudian sampel diletakkan pada *sample holder* dan disinari dengan sinar *Infra red*. Hasil dari karakterisasi FT-IR berupa kromatogram yang memperlihatkan puncak dengan intensitas tertentu pada bilangan gelombang 4000-400 cm⁻¹. FT-IR yang digunakan mempunyai spesifikasi sebagai berikut:

Tipe alat	: Shimadzu 8400S
Interferometer	: Tipe Michelson
Sistem optik	: Sinar tunggal
Sumber Inframerah	: Keramik globular
S/N	: 20000:1
Medium sampel	: lempengan NaCl

Berdasarkan spektra yang didapatkan, diketahui nilai transmittan kemudian dikonversi menjadi nilai absorbansi. Konsentrasi senyawa yang diukur dapat diketahui dengan cara membuat kurva baku untuk mendapatkan suatu persamaan berdasarkan hukum *Lambert-Beer* yaitu absorbansi berbanding lurus dengan konsentrasi. Nilai absorbansi dimasukkan kedalam persamaan ini untuk mendapatkan nilai konsentrasi.

3.4.5 Analisa data

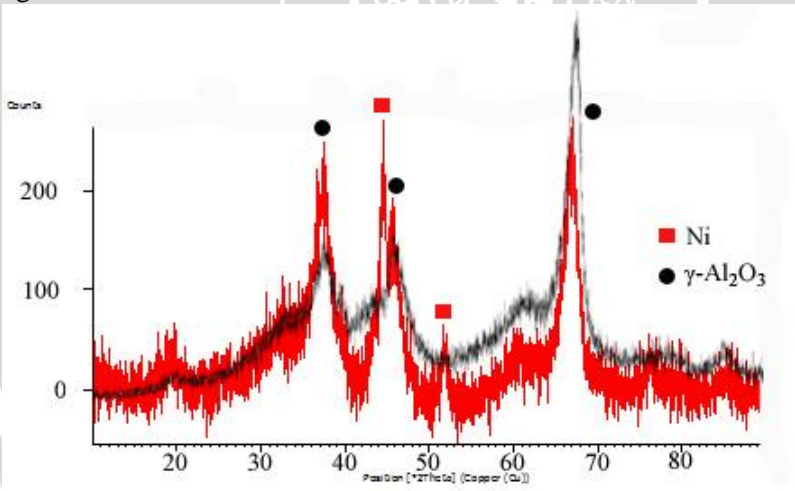
Instrumen yang digunakan untuk menganalisa data adalah XRD, SEM, AAS, dan FTIR. Difraktogram XRD dibandingkan dengan literatur untuk memastikan logam Ni telah terimpregnasi kedalam katalis. Munculnya puncak pada $2\theta = 44,7^\circ$ dan 52° menunjukkan adanya logam nikel pada permukaan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Ni^{2+} telah tereduksi menjadi Ni jika tidak ditemukan puncak pada $2\theta = 43^\circ$ dan 63° [20]. Mikrograf dan grafik SEM menggambarkan profil permukaan dan komposisi katalis serta persebaran nikel pada $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Hasil uji AAS digunakan untuk mengetahui kadar nikel dalam katalis $\text{Ni}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Spektra FTIR digunakan untuk mengetahui konversi furfural dan selektivitas terhadap produk alkohol melalui pembacaan spektra yang spesifik pada masing-masing ikatan atau gugus fungsi.



BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Karakterisasi Katalis Ni/ γ -Al₂O₃

Nikel diimbangkan pada alumina dengan metode impregnasi karena prosesnya yang sederhana. Nikel nitrat dilarutkan dalam metanol dan direndam bersama dengan alumina selama 24 jam. Pada proses perendaman, larutan diaduk dengan pengaduk magnet agar nikel dapat terdistribusi merata pada permukaan alumina. Setelah pengadukan, metanol diuapkan dan katalis dikeringkan pada temperatur 90 °C selama empat jam untuk menghilangkan sisa pelarut. Katalis dikalsinasi dalam tanur pada temperatur 500 °C selama dua jam dengan dialiri gas nitrogen agar porinya terbuka dan tidak bereaksi dengan gas lain dalam atmosfer ruang. Kemudian katalis direduksi dalam tanur pada temperatur 500 °C selama dua jam dengan dialiri gas hidrogen untuk mereduksi nikel oksida menjadi logam nikel.



Gambar 4.1 Difraktogram katalis Ni/ γ -Al₂O₃ (merah) dan γ -Al₂O₃ (hitam)

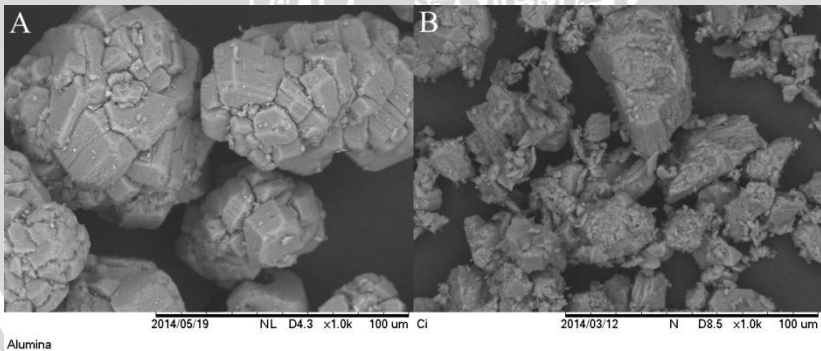
Kristalinitas katalis dapat dianalisis melalui hubungan antara sudut difraksi 2θ dengan intensitas sinar-X yang dipantulkan (**Gambar 4.1** dan **Tabel 4.1**).

Tabel 4.1 Puncak-puncak pada difraktogram katalis

Karakterisasi	Nilai sudut 2θ	
	Karakterisasi	Literatur
γ -Al ₂ O ₃	37,5° ; 45,6° ; 67,3°	37° ; 45,54° ; 67,3° [31]
Ni	44,47° ; 51,76°	44,5° ; 52° [20]
NiO	-	43° ; 63° [31]

Difraktogram pada **Gambar 4.1** menunjukkan perbandingan katalis Ni/ γ -Al₂O₃ dan γ -Al₂O₃. Keduanya memiliki kemiripan pada $2\theta = 37,5^\circ$; $45,6^\circ$; dan $67,3^\circ$ dan $2\theta = 37^\circ$; $45,5^\circ$; dan $67,3^\circ$ yang merupakan puncak difraksi γ -Al₂O₃ [31]. Kemiripan ini menunjukkan bahwa γ -Al₂O₃ pada kedua katalis tidak mengalami perubahan morfologi. Munculnya puncak baru pada $2\theta = 44,5^\circ$ dan 52° menunjukkan logam Ni telah tersebar pada permukaan katalis [20]. Penurunan intensitas pada $2\theta = 67,3^\circ$ mengindikasikan adanya logam nikel yang tersebar pada permukaan γ -Al₂O₃ [20]. Oksida nikel telah tereduksi menjadi logam Ni karena tidak muncul puncak pada $2\theta = 43^\circ$ dan 63° yang menunjukkan keberadaan NiO [31].

SEM memanfaatkan interaksi antar elektron sehingga dapat menggambarkan profil permukaan katalis karena memiliki perbesaran lebih tinggi dari mikroskop optik biasa.



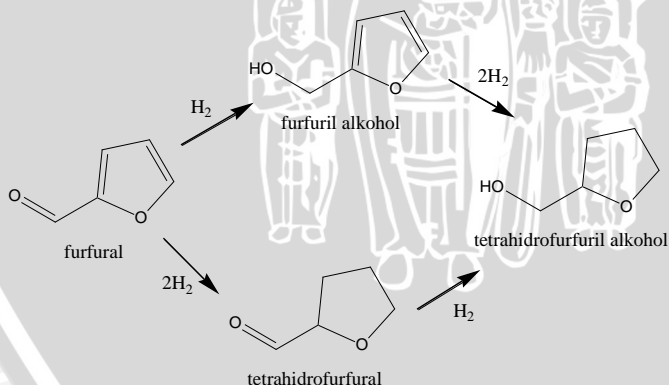
Gambar 4.2 Mikrograf katalis γ -Al₂O₃ (A) dan Ni/ γ -Al₂O₃ (B) perbesaran 1000 kali

Mikrograf pada **Gambar 4.2** menunjukkan perbedaan morfologi antara kedua katalis. Katalis Ni/ γ -Al₂O₃ telah mengalami proses kalsinasi dan reduksi sehingga ukuran partikelnya lebih kecil sehingga memiliki luas permukaan yang lebih besar. Bidang permukaan yang luas diharapkan meningkatkan aktivitas katalis. Sebaran logam Ni yang terimpregnasi pada γ -Al₂O₃ dapat terlihat pada **Lampiran B2.2**.

Kadar nikel dalam katalis ditentukan menggunakan analisis AAS. Sebanyak 1 mg katalis dilarutkan kedalam 100 mL asam nitrat. Larutan sampel dianalisis dan didapatkan konsentrasi nikel dalam katalis Ni/ γ -Al₂O₃ sebesar 0,996 ppm. Melalui perhitungan (**Lampiran C.1**) dapat diketahui kadar nikel dalam katalis adalah 9,96 %.

4.2 Uji Aktivitas Katalis Ni/ γ -Al₂O₃ pada Reaksi Hidrogenasi Furfural

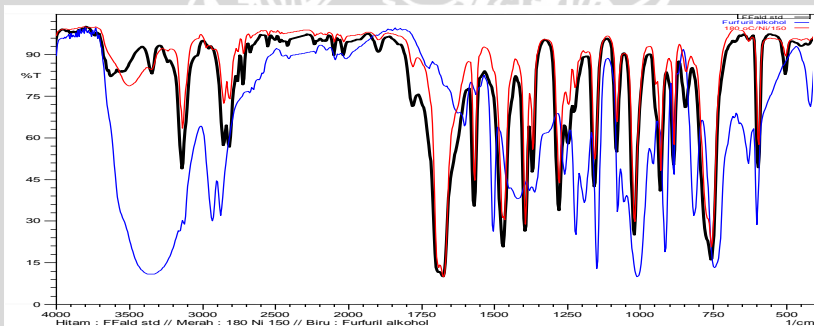
Reaksi hidrogenasi furfural dapat membentuk beberapa produk bergantung pada selektivitas katalis yang digunakan. Reduksi pada ikatan rangkap gugus karbonil membentuk furfural alkohol. Jika yang tereduksi adalah ikatan rangkap karbon-karbon maka akan terbentuk tetrahidrofurfural. Kedua reaksi ini dapat berlanjut membentuk produk akhir yang sama yaitu tetrahidrofurfural alkohol jika semua ikatan rangkap tereduksi (**Gambar 4.3**).



Gambar 4.3 Beberapa produk reaksi hidrogenasi furfural

Reaksi hidrogenasi diawali dengan aktivasi katalis dengan cara katalis dimasukkan kedalam autoklaf kemudian dipanaskan dalam keadaan atmosfer H_2 pada temperatur reaksi selama 30 menit dalam penangas minyak. Furfural sebanyak 1 mL, pengaduk magnet, dan 5 mL 2-propanol sebagai pelarut dimasukkan kedalam autoklaf yang telah berisi 0,1 g katalis aktif. Autoklaf kemudian dipanaskan pada temperatur 150 dan 180 °C selama 60, 120, 150, dan 180 menit. Aktivitas katalis dihitung berdasarkan persen konversi terhadap furfural dan konsentrasi produk furfural alkohol. Perhitungan aktivitas dan konsentrasi dilakukan dengan analisis FTIR.

Spektra FTIR furfural, furfural alkohol, dan produk hasil reaksi hidrogenasi dibandingkan dalam **Gambar 4.4**. Analisis spektra dilakukan pada serapan fermidoblet ($2860-2850\text{ cm}^{-1}$ dan $2820-2810\text{ cm}^{-1}$) yang mengalami perubahan intensitas untuk mengetahui aktivitas katalis. Serapan baru yang muncul pada $3530-3500\text{ cm}^{-1}$ diduga merupakan produk alkohol karena mirip dengan serapan gugus alkohol pada spektra furfural alkohol standar. Spektra ini digunakan untuk menghitung jumlah produk alkohol yang terbentuk.



Gambar 4.4 Spektra IR furfural (hitam), furfural alkohol (biru), dan produk (merah)

4.2.1 Konversi furfural pada reaksi hidrogenasi

Konversi furfural ditentukan melalui analisis menggunakan spektra FTIR. Perhitungan konversi dilakukan menggunakan serapan fermidoblet pada bilangan gelombang $2860\text{-}2850\text{ cm}^{-1}$ dan $2820\text{-}2810\text{ cm}^{-1}$ yang khas dari gugus aldehyd pada furfural. Untuk mengetahui konsentrasi furfural, terlebih dahulu dibuat kurva baku furfural standar (**Lampiran D.4**) berdasarkan hukum Lambert-Beer yaitu absorbansi berbanding lurus dengan konsentrasi. Melalui kurva baku ini didapatkan persamaan yang digunakan untuk menghitung konsentrasi furfural. Nilai absorbansi pada serapan hasil reaksi hidrogenasi digunakan untuk menghitung konsentrasi furfural yang tersisa.

Tabel 4.2 Konsentrasi furfural sampel berdasarkan perhitungan FTIR serapan -CHO ($2860\text{-}2850\text{ cm}^{-1}$) pada temperatur reaksi $150\text{ }^{\circ}\text{C}$

Waktu reaksi (jam)	%T	A	Konsentrasi (ppm)	Konversi (%)
Awal	0,60	0,22	48,85	0
1	0,57	0,24	53,85	35,10
2	0,56	0,25	55,38	44,76
2,5	0,66	0,17	38,28	21,61
3	0,61	0,20	46,15	29,96

Tabel 4.2 menunjukkan aktivitas katalis yang dihitung berdasarkan konsentrasi furfural pada akhir reaksi. Pada temperatur $150\text{ }^{\circ}\text{C}$, konsentrasi furfural pada waktu reaksi satu dan dua jam sebanyak $53,85$ dan $55,38$ ppm. Produk yang terbentuk mempengaruhi intensitas serapan fermidoblet aldehyd sehingga didapatkan konsentrasi yang lebih besar daripada furfural awal. Pada waktu reaksi satu jam, furfural terkonversi sebanyak $35,10\%$. Konversi menjadi lebih besar pada waktu reaksi dua jam sebanyak $44,76\%$ tetapi pada $2,5$ dan tiga jam konversinya menjadi lebih rendah yaitu $21,61$ dan $29,96\%$. Hal ini dapat terjadi karena kurangnya kemampuan katalis mengikat gas hidrogen. Oleh karena itu energi aktivasi tidak tercapai sehingga gas hidrogen dan furfural tidak bertumbukan dengan maksimal dan reaksi hidrogenasi tidak terfasilitasi dengan baik. Pada temperatur $150\text{ }^{\circ}\text{C}$, konversi furfural terbaik adalah pada reaksi selama dua jam yaitu sebesar $44,76\%$.

Tabel 4.3 Konsentrasi furfural sampel berdasarkan perhitungan FTIR serapan -CHO ($2860\text{-}2850\text{ cm}^{-1}$) pada temperatur reaksi $180\text{ }^{\circ}\text{C}$

Waktu reaksi (jam)	%T	A	Konsentrasi (ppm)	Konversi (%)
Awal	0,60	0,22	48,85	0
1	0,78	0,10	22,84	53,22
2	0,67	0,17	37,96	22,29
2,5	0,55	0,25	56,17	45,38
3	0,56	0,24	54,55	11,66

Konversi furfural pada temperatur $180\text{ }^{\circ}\text{C}$ disajikan dalam **Tabel 4.3**. Konversi furfural pada waktu reaksi satu jam sebesar 53,22% dan menjadi lebih sedikit pada reaksi selama dua jam sebesar 22,29%. Tren yang sama terjadi pada reaksi selama 2,5 dan tiga jam yaitu sebesar 45,38 dan 11,66%. Furfural terkonversi paling banyak pada reaksi selama satu jam sebesar 53,22%. Data ini didukung oleh penelitian sebelumnya yang menyebutkan bahwa hasil konversi furfural terbanyak didapatkan pada reaksi selama satu jam [3] pada temperatur $180\text{ }^{\circ}\text{C}$ [9]. Berdasarkan data pada **Tabel 4.2** dan **4.3**, kondisi terbaik untuk reaksi hidrogenasi dengan katalis $\text{Ni}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ adalah pada temperatur $180\text{ }^{\circ}\text{C}$ dengan reaksi selama satu jam.

4.2.2 Selektivitas katalis $\text{Ni}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ terhadap produk hasil reaksi hidrogenasi yang mengandung gugus -OH

Konsentrasi produk hasil reaksi hidrogenasi yang mengandung alkohol dilakukan dengan analisis menggunakan spektra FTIR. Bilangan gelombang spesifik yang dibaca adalah pada $3530\text{-}3500\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan serapan khas dari gugus -OH. Untuk menghitung konsentrasi produk, dibuat kurva baku furfural alkohol (**Lampiran D.5**) berdasarkan hukum Lambert-Beer. Persamaan kurva baku ini digunakan untuk menghitung konsentrasi produk alkohol yang terbentuk dengan memasukan nilai absorbansi. Konsentrasi produk alkohol yang terbentuk dapat dilihat pada **Tabel 4.4** dan **4.5**.

Tabel 4.4 Konsentrasi produk alkohol yang terbentuk berdasarkan perhitungan FTIR serapan -OH ($3530\text{-}3500\text{ cm}^{-1}$) pada temperatur $150\text{ }^{\circ}\text{C}$

Waktu reaksi (jam)	%T	A	Konsentrasi (ppm)	Selektivitas (%)
1	0,73	0,13	12,15	70,84
2	0,67	0,16	15,35	70,18
2,5	0	0	0	0
3	0,74	0,13	11,95	81,62

Tabel 4.4 menunjukkan konsentrasi produk alkohol yang terbentuk pada temperatur $150\text{ }^{\circ}\text{C}$. Konsentrasi produk alkohol terbentuk sebanyak $12,15\text{ ppm}$ (selektivitas $70,84\%$) dengan reaksi selama satu jam kemudian didapatkan konsentrasi yang lebih banyak pada reaksi selama dua jam yaitu sebesar $15,35\text{ ppm}$ (selektivitas $70,18\%$). Pada reaksi selama $2,5\text{ jam}$ tidak terbentuk produk alkohol sedangkan pada reaksi selama tiga jam terbentuk $11,95\text{ ppm}$ (selektivitas $81,62\%$) produk alkohol. Selektivitas terbaik terhadap produk yang mengandung alkohol didapatkan pada reaksi selama tiga jam sebesar $81,62\%$.

Tabel 4.5 Konsentrasi produk alkohol yang terbentuk berdasarkan perhitungan FTIR serapan -OH ($3530\text{-}3500\text{ cm}^{-1}$) pada temperatur $180\text{ }^{\circ}\text{C}$

Waktu reaksi (jam)	%T	A	Konsentrasi (ppm)	Selektivitas (%)
1	0	0	0	0
2	0	0	0	0
2,5	0,68	0,16	14,85	66,98
3	0	0	0	0

Produk alkohol yang terbentuk berdasarkan **Tabel 4.5** pada temperatur $180\text{ }^{\circ}\text{C}$ hanya pada reaksi selama $2,5\text{ jam}$ sebesar $14,85\text{ ppm}$ (selektivitas $66,98\%$). Jika kedua tabel dibandingkan, katalis $\text{Ni}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ lebih selektif terhadap produk alkohol pada reaksi dengan temperatur $150\text{ }^{\circ}\text{C}$. Tiga dari empat reaksi membentuk produk alkohol sedangkan pada temperatur $180\text{ }^{\circ}\text{C}$ hanya terbentuk produk

alkohol pada satu reaksi. Data ini menyatakan bahwa katalis Ni/ γ - Al_2O_3 selektif mereduksi ikatan rangkap gugus karbonil menjadi gugus alkohol. Gugus karbonil pada cincin aromatis lebih mudah tereduksi karena elektron pada senyawa aromatis terkonjugasi [18]. Menaikan temperatur akan menambah laju reaksi tetapi belum tentu berpengaruh terhadap kenaikan selektivitas produk [3] sehingga hanya satu reaksi saja yang membentuk produk alkohol pada temperatur 180 °C.

Pada temperatur 150 °C furfural terkonversi sebanyak 21,61% selama 2,5 jam tetapi tidak terbentuk produk alkohol menandakan pada kondisi ini konversi furfural bukan ke arah produk alkohol. Selektivitas paling baik sebanyak 81,62% terjadi pada temperatur reaksi 150 °C selama tiga jam. Konversi furfural terbanyak terjadi pada temperatur 180 °C dengan reaksi selama satu jam sebesar 53,22%. Kondisi optimum untuk reaksi hidrogenasi furfural adalah pada temperatur 150 °C selama dua jam meskipun hasil konversinya hanya sebesar 44,76% tetapi selektivitas terhadap produk alkohol cukup tinggi yaitu sebesar 70,18% menandakan bahwa sebagian besar dari total produk yang dihasilkan pada kondisi ini merupakan produk alkohol.

BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat diketahui bahwa katalis Ni/ γ -Al₂O₃ mempunyai aktivitas membentuk produk alkohol. Aktivitas katalis dihitung berdasarkan konversi furfural menjadi produk. Kondisi optimum untuk konversi furfural adalah pada temperatur 150 °C selama dua jam reaksi sebesar 44,76% dengan selektivitas terhadap produk alkohol sebesar 70,18%.

5.2 Saran

Pada penelitian selanjutnya, uji aktivitas katalis Ni/ γ -Al₂O₃ terhadap reaksi hidrogenasi furfural dilakukan menggunakan parameter rentang waktu dan temperatur yang lebih rendah/tinggi agar dapat diketahui kondisi terbaik untuk konversi furfural dan selektivitasnya terhadap produk alkohol atau turunan furfural lainnya.



Daftar Pustaka

- [1] Suharto dan Susanto, H., 2006, **Pengaruh Konsentrasi Katalis Terhadap Perolehan Furfural pada Hidrolisis Tongkol Jagung**, *Prosiding Seminar Nasional Iptek Solusi Kemandirian Bangsa*, Yogyakarta, 2-3 Agustus 2006
- [2] Sharma, R. V., Das, U., Sammynaiken, R., Dalai, A. K., 2013, **Liquid Phase Chemo-selective Catalytic Hydrogenation of Furfural to Furfuryl Alcohol**, *Applied Catalysts A: General*, Vol. 454, 127-136
- [3] Baijun, L., Lianhai, L., Bingchun, W., 1998, **Liquid Phase Selective Hydrogenation of Furfural on Raney Nickel Modified by Impregnation of Salts of Heteropolyacids**, *Applied Catalysis A: General*, Vol. 171, 117-122
- [4] Robbins, A., 1979, **Occupational Exposure to Furfuryl Alcohol**, National Institute for Occupational Safety and Health, U.S. Department of Health, Education and Welfare
- [5] Nagaraja, B. M., Padmasri, A. H., Raju, B. D., Rao, K. S. R., 2007, **Vapor Phase Selective Hydrogenation of Furfural to Furfuryl Alcohol Over Cu-MgO Coprecipitated Catalysts**, *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, Vol. 265, 90-97
- [6] Hao, Z., Zhu, Q., Jiang, Z., Hou, B., 2009, **Characterization of Aerogel Ni/Al₂O₃ Catalysts and Investigation on Their Stability for CH₄-CO₂ Reforming in a Fluidized Bed**, *Fuel Processing Technology*, Vol. 90, 113-121
- [7] Yan, K. dan Chen, A., 2014, **Selective Hydrogenation of Furfural and Levulinic Acid to Biofuel on The Ecofriendly Cu-Fe Catalyst**, *Fuel*, Vol. 115, 101-108
- [8] Liu, D., Wu, T., Zemlyanov, D., 2013, **Deactivation Mechanistic Studies of Copper Chromite Catalyst for Selective Hydrogenation of 2-furfuraldehyde**, *Journal of Catalysis*, Vol. 299, 336-345
- [9] Malinowsky, A. dan Wardzinska, D., 2012, **Catalytic Conversion of Furfural Towards Fuel Biocomponents**, *CHEMIK*, Vol. 66, No. 9, 982-990
- [10] Oza, R. dan Patel, S., 2012, **Recovery of Nickel from Spent Ni/Al₂O₃ Catalysts Using Acid Leaching, Chelation, and**

- Ultrasonication**, *Research Journal of Recent Sciences*, Vol. 1, 434-443
- [11] Yingxin, L., Jixiang, C., Jiyan, Z., 2007, **Effects of The Supports on Activity of Supported Nickel Catalysts for Hydrogenation of *m*-Dinitrobenzene to *m*-Phenylenediamine**, *Chinese Journal Chemical Engineering*, Vol. 15, 63-67
- [12] Sitthisa, S., Sooknoi, T., Ma, Y., Balbuena, P. B., 2011, **Kinetics and Mechanism of Hydrogenation of Furfural on Cu/SiO₂ Catalysts**, *Journal of Catalysis*, Vol. 277, 1-13
- [13] Dias, A. S., Pillinger, M., Valente, A. A., 2005, **Dehydration of Xylose into Furfural over Micro-mesoporous Sulfonic Acid Catalysts**, *Journal of Catalysis*, Vol. 229, 414-423
- [14] Villaverde, M. M., Bertero, N. M., Garetto, T. F., Marchi, A. J., 2013, **Selective Liquid-phase Hydrogenation of Furfural to Furfuryl Alcohol over Cu-based Catalysts**, *Catalysis Today*, Vol. 213, 87-92
- [15] Hidajati, N., 2006, **Pengolahan Tongkol Jagung sebagai Bahan Pembuatan Furfural**, *Jurnal ILMU DASAR*, Vol. 8 No. 1, 45-53
- [16] Vargas-Hernandez, D., Rubio-Caballero, J. M., Santamaria-Gonzalez, J., Moreno-Tost, R., Merida-Robles, J. M., Perez-Cruz, M. A., Jimenez-Lopez, A., Maireles-Torres, P., 2014, **Furfuryl Alcohol from Furfural Hydrogenation over Copper Supported on SBA-15 Silica Catalysts**, *Journal of Molecular Catalysis A: Chemica*, Vol. 383-384, 106-113
- [17] Jamaliah, M., 2011, **Sintesis Etanol Melalui Reaksi Hidrogenasi Heksil Asetat dengan Menggunakan Berbagai Katalis**, *Skripsi*, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah, Jakarta
- [18] Maki-Arvela, P., Hajek, J., Salmi, T., Murzin, D. Y., 2005, **Chemoselective Hydrogenation of Carbonyl Compounds over Heterogeneous Catalysts**, *Applied Catalysis A: General*, Vol. 292, 1-49
- [19] Sangeetha, P., Nagaraja, B. M., Shanthi, K., Rao, K. S. R., Narayanan, S., 2009, **Vapour Phase Hydrogenation of Furfural over Palladium Supported Catalysts**, *Catalysis Society of India*, Vol. 8, 52-63

- [20] Al Anshori, J. dan Muchalal, 2009, **Hidrogenasi Pulegil Asetat Dikatalisis Ni/ γ -Al₂O₃**, *Sains dan Terapan Kimia*, Vol. 3 No. 2, 104-111
- [21] Tu, X., Gallon, H. J., Whitehead, J. C., 2012, **Plasma-catalytic Dry Reforming of Methane over γ -Al₂O₃ Supported Ni Catalysts**, University of Manchester, Manchester, UK
- [22] Karim, M. R., Rahman, M. A., Miah, M. A. J., Ahmad, H., Yanagisawa, M., Ito, M., 2011, **Synthesis of γ -Alumina Particles and Surface Characterization**, *The Open Colloid Science Journal*, Vol. 4, 32-36
- [23] Jiang, Z., Liao, X., Zhao, Y., 2013, **Comparative Study of The Dry Reforming of Methane on Fluidised Aerogel and Xerogel Ni/Al₂O₃ Catalysts**, *Applied Petrochemical Research*, DOI 10.1007/s13203-013-0035-9
- [24] Perego, C. dan Villa, P., 1997, **Catalyst Preparatiion Methods**, *Catalysis Today*, Vol. 34, 281-305
- [25] Anderson, J. A. dan Garcia, M. F., 2005, **Supported Metals in Catalysis Vol. 5**, Imperial College Press, London
- [26] Margayu, R., 2008, **Produksi Furfural dari Bonggol Jagung**, *Tesis*, Institut Teknologi Bandung, Bandung
- [27] Chorkendorff, I. dan Niemantsverdriet, J. W., 2003, **Concepts of Modern Catalysis and Kinetics**, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KgaA, Weinheim
- [28] Abdullah, M. dan Khairurrijal, 2009, **Karakterisasi Nanomaterial**, *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*, Vol. 2 No. 1
- [29] Day, R. A. dan Underwood, A. L., 1989, **Analisis Kimia Kuantitatif**, Erlangga, Jakarta
- [30] Li, H., Wang, S., Wang, W., Ren, J., Peng, F., Sun, R., Liang, L., 2013, **One-Step Heterogenous Catalytic Process for The Dehydration of Xylan into Furfural**, *BioResources*, Vol. 8 No. 3, 3200-3211
- [31] Li, G., Hu, L., Hill, J. M., 2006, **Comparasion of Reducibility and Stability of Alumina-supported Ni Catalysts Prepared by Impregnation and Co-precipitation**, *General*, Vol. 301, 16-24
- [32] Fessenden, 2006, **Kimia Organik**, Erlangga, Jakarta

- [33] Sungkono, H. dan Darminto, 2006, **Studi Spektral Inframerah pada Ferit Spinel Nanokristal $M\text{Fe}_2\text{O}_3$ ($M=\text{Ni}$, Mn , dan Zn)**, Jurnal Fisika dan Aplikasinya, Vol. 2, No.2
- [34] Iftitah, E. D., Muchalal, M., Trisunaryanti, W., Armunanto, R., 2010, **Cyclization and Hydrogenation of (+)-citronellal to Menthols over ZnBr_2 and Ni Catalysts Supported on $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$** , *Indonesian Journal of Chemistry*, Vol. 10 (2), 208-213

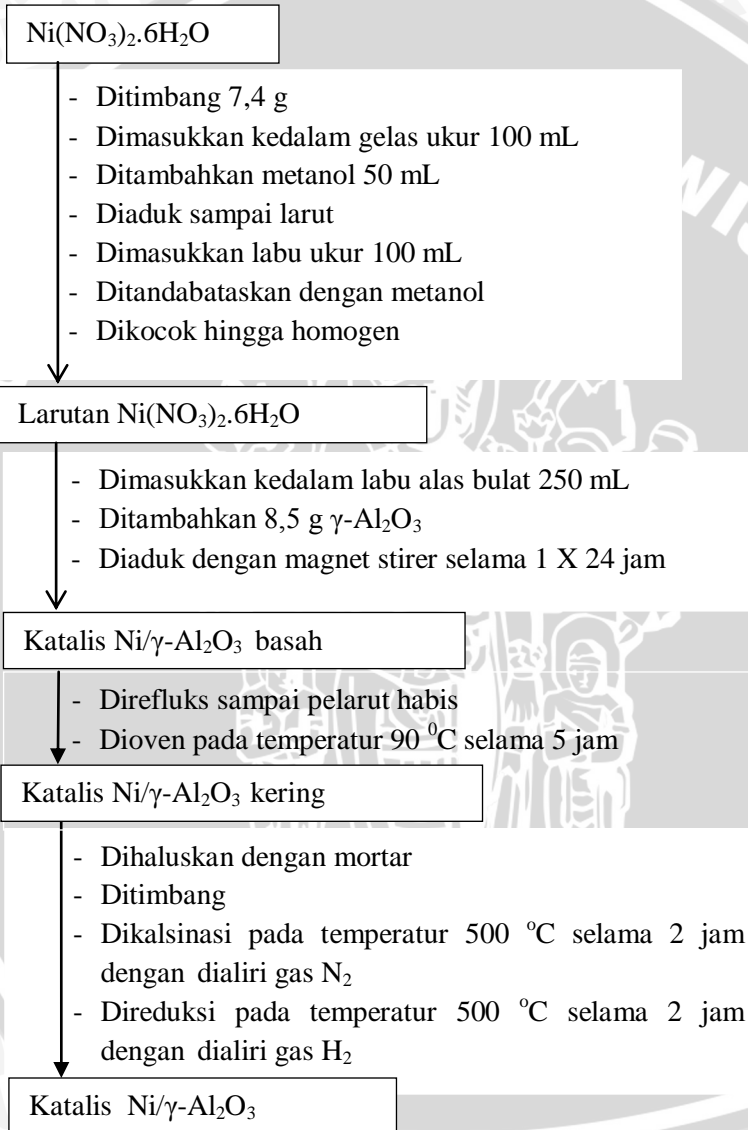
UNIVERSITAS BRAWIJAYA



LAMPIRAN

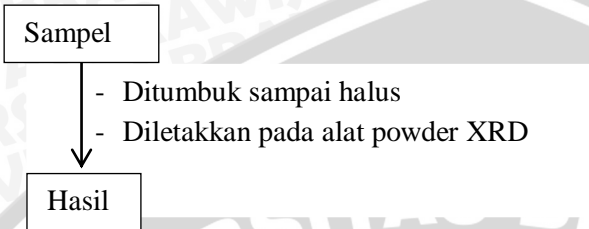
Lampiran A. Diagram Alir

A.1 Preparasi katalis Ni/ γ -Al₂O₃

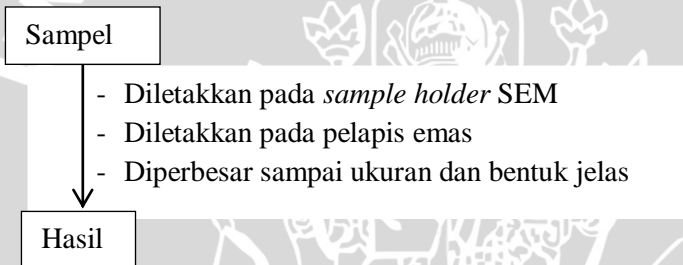


A.2 Karakterisasi katalis

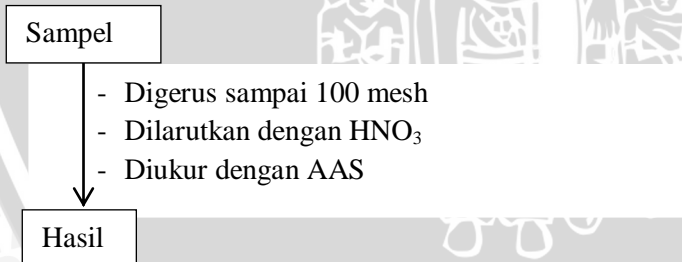
A.2.1 Karakterisasi katalis Ni/ γ -Al₂O₃ dengan XRD



A.2.2 Karakterisasi Katalis Ni/ γ -Al₂O₃ dengan SEM



A.2.3 Karakterisasi Katalis Ni/ γ -Al₂O₃ dengan AAS



A.3 Reaksi hidrogenasi furfural dengan katalis Ni/ γ -Al₂O₃

Katalis Ni/ γ -Al₂O₃

- Ditimbang sebanyak 0,1 gram
- Dimasukkan dalam reaktor *autoclave*
- Reaktor *autoclave* divakumkan (tekanan \pm 30 mmHg)
- Diisi gas N₂ dengan tekanan \pm 20 psi
- Reaktor *autoclave* divakumkan (tekanan \pm 30 mmHg)
- Diisi gas H₂ dengan tekanan \pm 25 psi
- Dipanaskan sesuai variasi suhu selama 30 menit

Hasil

Furfural

- Diambil 1 mL
- Dimasukkan kedalam reaktor
- Ditambahkan 5 mL 2-propanol
- Ditambahkan pengaduk magnet
- Reaktor divakumkan sampai \pm 30 mmHg
- Dimasukkan gas N₂ dengan tekanan \pm 20 psi
- Reaktor divakumkan sampai \pm 30 mmHg
- Dimasukkan gas H₂ dengan tekanan \pm 25 psi
- Dipanaskan sesuai dengan variasi suhu dan waktu
- Disaring
- Pelarut diuapkan dengan *rotary evaporator vacuum*

Hasil

A.4 Karakterisasi hasil reaksi hidrogenasi furfural dengan FTIR

A.4.1 Pembuatan kurva baku furfural standar

Furfural standar

- Dipipet masing-masing 10, 20, 30, 40, 50 dan 60 μL
- Dilarutkan dengan 1 mL CCl_4
- Diteteskan pada *pellet* NaCl sebanyak 5 tetes
- Diukur %T dengan FTIR
- Diubah %T menjadi absorbansi dengan persamaan $A = -\log\%T$
- Dibuat kurva standar

Kurva baku furfural standar

A.4.2 Pembuatan kurva baku furfural alkohol standar

Furfural alkohol Standar

- Dipipet masing-masing 1, 5, 10, 15, 20, dan 25 μL
- Dilarutkan dengan 1 mL CCl_4
- Diteteskan pada *pellet* NaCl sebanyak 5 tetes
- Diukur %T dengan FTIR
- Diubah %T menjadi absorbansi dengan persamaan $A = -\log\%T$
- Dibuat kurva standar

Kurva baku furfural alkohol standar

A.4.3 Pengukuran kadar furfural pada tiap sampel

Sampel tiap variasi waktu dan suhu

- Diteteskan pada *pellet* NaCl
- Dimasukkan ke dalam instrumen IR
- Dianalisis dengan FTIR pada kisaran bilangan gelombang 400-4000 cm^{-1}

Spektra IR

- Dihitung absorbansi serapan -CH=O pada spektra sampel dengan persamaan $A = -\log T$
- Diintrapolasikan pada kurva standar furfural

Kadar furfural sisa

A.4.4 Pengukuran kadar produk alkohol pada tiap sampel

Sampel tiap variasi waktu dan suhu

- Diteteskan pada *pellet* NaCl
- Dimasukkan ke dalam instrumen IR
- Dianalisis dengan FTIR pada kisaran bilangan gelombang 400-4000 cm^{-1}

Spektra IR

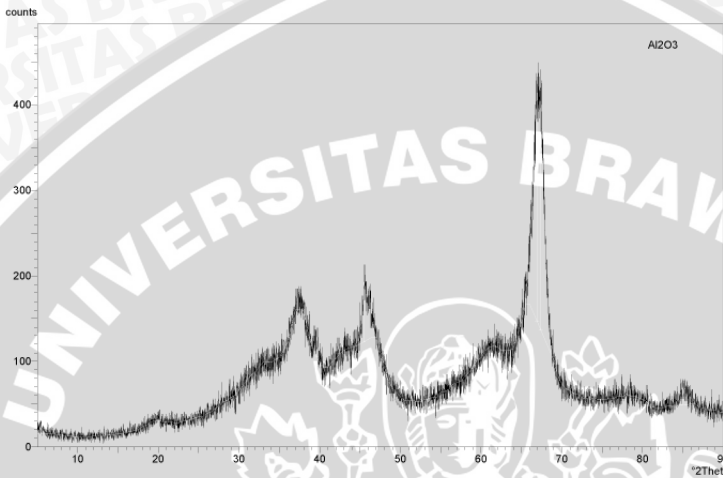
- Dihitung absorbansi serapan OH pada spektra sampel dengan persamaan $A = -\log T$
- Diintrapolasikan pada kurva standar furfural alkohol

Kadar produk alkohol

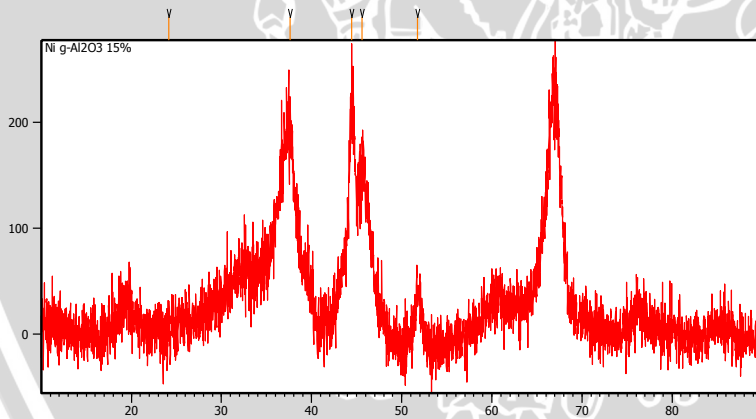
Lampiran B Karakterisasi Katalis

B.1 Karakterisasi dengan XRD

B.1.1 Difraktogram γ -Al₂O₃

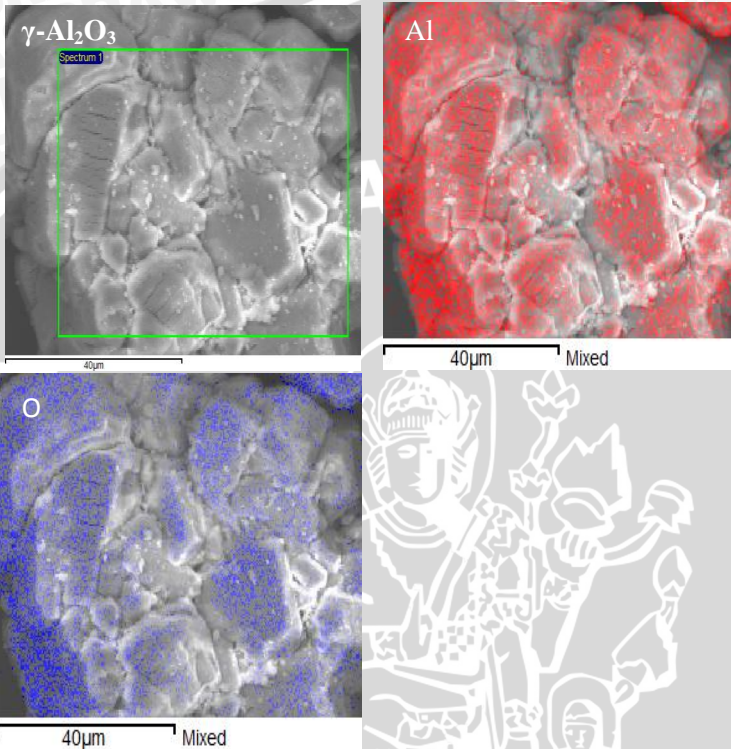


B.1.2 Difraktogram Ni/ γ -Al₂O₃

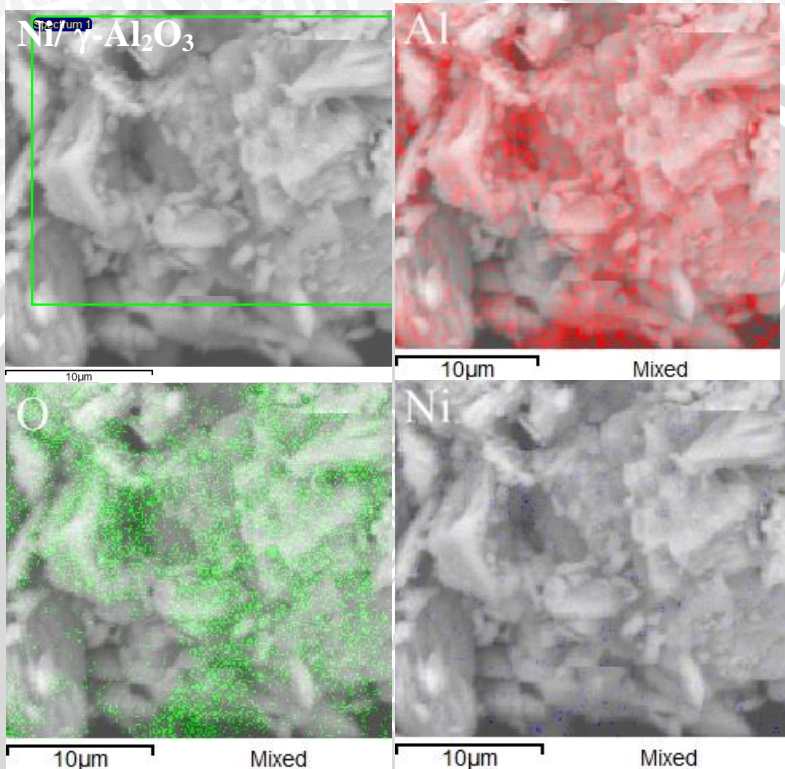


B.2 Karakterisasi dengan SEM Perbesaran 5000 kali

B.2.1 Mikrograf γ - Al_2O_3



Lampiran B.2.2 Mikrograf Ni/ γ -Al₂O₃



Lampiran C. Perhitungan dan Analisis AAS

C.1 Perhitungan AAS

$$\begin{aligned} \text{Massa yang ditimbang} &= 1 \text{ mg} \\ \text{Volume pelarut} &= 100 \text{ mL} \\ \text{Konsentrasi} &= \frac{1 \text{ mg}}{100 \text{ mL}} = 10 \text{ ppm} \\ \text{Hasil pengukuran Ni} &= 0.996 \text{ ppm} \\ \text{Presentase Ni dalam katalis} &= \frac{0,996 \text{ ppm}}{10 \text{ ppm}} \times 100\% = 9,96\% \end{aligned}$$

C.2 Pembuatan Katalis Ni/ γ -Al₂O₃



$$\text{Mr Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 291 \text{ g/mol}$$

$$\text{Ar Ni} = 58,69 \text{ g/mol}$$

Massa Ni(NO₃)₂·6H₂O yang dibutuhkan adalah :

$$\frac{\text{Ar Ni}}{\text{Mr Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} = \frac{\text{Massa Ni}}{\text{Massa Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}$$

$$\frac{58,69 \text{ g/mol}}{291 \text{ g/mol}} = \frac{1,5 \text{ g}}{\text{Massa Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}$$

$$\text{Massa Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 7,4 \text{ g}$$

Dalam 7,4 g Ni(NO₃)₂·6H₂O terdapat 1,5 g Ni

Pembuatan katalis Ni/ γ -Al₂O₃:

$$\text{Massa Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 7,4 \text{ g}$$

$$\text{Massa } \gamma\text{-Al}_2\text{O}_3 = 8,5 \text{ g}$$

$$\text{Kadar Ni}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3 = \frac{1,5 \text{ g}}{15,9 \text{ g}} \times 100\% = 9,43\%$$

C.3 Analisis AAS



LABORATORIUM KUALITAS AIR

Jl. Surabaya 2A Malang 65115, Indonesia. Telp. (0341) 551971, Fax. (0341) 551976
Desa Lengkong Kec. Mojoanyar-Mojokerto, Indonesia Telp. (0321) 331860, Fax. (0321) 333370
E-mail : laboratoriumjasatirta1@yahoo.co.id

No : 2238 S/LKA MLG/VI/2014

Halaman 2 dari 2

Page 2 of 2

Kode Contoh Uji
Sample Code

Ext. 498 - 499 /PC/V/2014/ 556 - 557

Metode Pengambilan Contoh Uji
Sampling Method

: -

Tempat Analisa
Place of Analysis

: Laboratorium Kualitas Air PJT I Malang

Tanggal Analisa
Testing Date(s)

: 22 Mei - 06 Juni 2014

HASIL ANALISA Result of Analysis

No	Parameter	Satuan	Hasil	Metode Analisa	Keterangan
1	Terbuk Ni A1203				
	Nikel	ppm	0.996	APHA. 3111 B-2005	-
2	Terbuk Cu A1203				
	Tembaga (Cu)	ppm	0.456	APHA. 3111 B-2005	-



Sertifikat atau laporan ini hanya berlaku pada contoh uji di atas dan dilarang memperbanyak dan atau mempublikasikan isi sertifikat ini tanpa izin dari Laboratorium Kualitas Air Perum Jasa Tirta I

Sertifikat atau laporan ini sah bila dibubuhi cap oleh Laboratorium Kualitas Air Perum Jasa Tirta I

This Certificate or report is valid just for sample mentioned above and shall not be reproduced and or published without any approval from Water Quality Laboratory of Jasa Tirta I Public Corporation

This Certificate or report is valid after being stamped by Water Quality Laboratory of Jasa Tirta I Public Corporation

Lampiran D Data Hasil Pengukuran FT-IR

D.1 Persamaan perhitungan konsentrasi untuk kurva baku

$$A=B \cdot C$$

A= Volume standar yang dibutuhkan

B= Konsentrasi (ppm)

C=volume CCl_4 (mL)

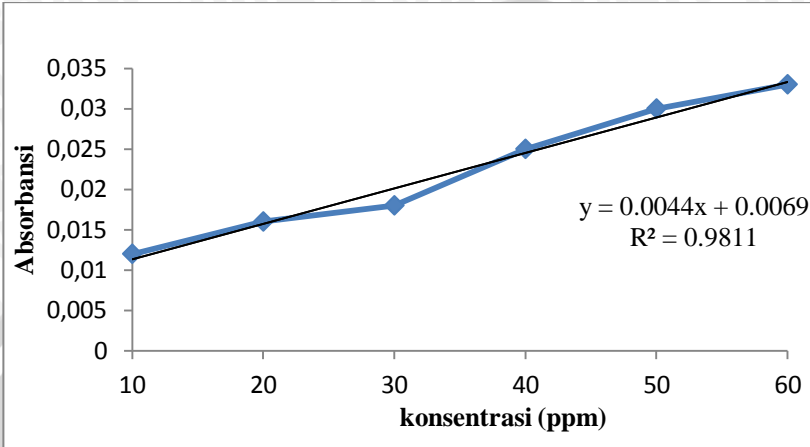
D.2 Data hasil perhitungan konsentrasi furfural standar

Konsentrasi (ppm)	Volume CCl_4 (mL)	Volume furfural standar (μL)
10	1	10
20	1	20
30	1	30
40	1	40
50	1	50
60	1	60

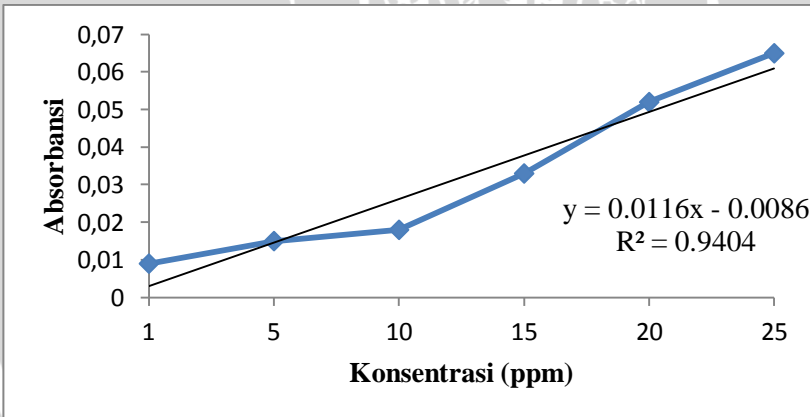
D.3 Data hasil perhitungan konsentrasi furfural alkohol standar

Konsentrasi (ppm)	Volume CCl_4 (mL)	Volume furfural standar (μL)
1	1	1
5	1	5
10	1	10
15	1	15
20	1	20
25	1	25

D.4 Kurva baku furfural standar



D.5 Kurva baku furfural alkohol standar



D.6 Konsentrasi furfural

D.6.1 Konsentrasi furfural standar

$$y = 0.0044x + 0.0069; y=\text{absorbansi}, x=\text{konsentrasi}$$

%T	Absorbansi	Konsentrasi (ppm)
60,13	0,221	48,85

D.6.2 Konsentrasi furfural sampel 150 °C

$$y = 0.0044x + 0.0069; y=\text{absorbansi}, x=\text{konsentrasi}$$

Waktu reaksi (jam)	%T	Absorbansi	Konsentrasi (ppm)
1	0,57	0,24	53,85
2	0,56	0,25	55,38
2,5	0,66	0,17	38,28
3	0,61	0,20	46,15

D.6.3 Konsentrasi furfural sampel 180 °C

$$y = 0.0044x + 0.0069; y=\text{absorbansi}, x=\text{konsentrasi}$$

Waktu (jam)	%T	Absorbansi	Konsentrasi (ppm)
1	0,78	0,10	22,84
2	0,67	0,17	37,96
2,5	0,55	0,25	56,17
3	0,56	0,24	54,55

D.7 Persamaan perhitungan konversi

D.7.1 Perhitungan furfural yang bereaksi

Produk total = furfural sampel - furfural awal

D.7.1.1 Temperatur 150 °C

Waktu reaksi (jam)	Konsentrasi awal (ppm)	Konsentrasi sampel (ppm)	Produk total (ppm)
1	48,85	53,85	5,00
2	48,85	55,38	6,52
2,5	48,85	38,28	-10,56
3	48,85	46,15	-2,69

D.7.1.2 Temperatur 180 °C

Waktu reaksi (jam)	Konsentrasi awal (ppm)	Konsentrasi sampel (ppm)	Produk total (ppm)
1	48,85	22,84	-26,00
2	48,85	37,96	-10,98
2,5	48,85	56,17	7,32
3	48,85	54,55	5,70

D.7.2 Persamaan persen konversi

$$\frac{\text{furfural sampel} - \text{furfural awal}}{\text{furfural awal}} \times 100\%$$

D.7.3 Konversi pada 150 dan 180 °C

Waktu reaksi (jam)	% konversi	
	150 °C	180 °C
1	35,10	53,22
2	44,76	22,29
2,5	21,61	45,38
3	29,96	11,66

D.8 Konsentrasi Produk Alkohol

D.8.1 Konsentrasi produk alkohol 150 °C

$y = 0.0116x - 0.0086$; y =absorbansi, x = konsentrasi

Waktu (jam)	%T	Absorbansi	Konsentrasi (ppm)
1	0,73	0,13	12,15
2	0,67	0,16	15,35
2,5	0	0	0
3	0,74	0,13	11,95

D.8.2 Konsentrasi produk alkohol 180 °C

$y = 0.0116x - 0.0086$; y =absorbansi, x = konsentrasi

Waktu (jam)	%T	Absorbansi	Konsentrasi (ppm)
1	0	0	0
2	0	0	0
2,5	0,68	0,16	14,85
3	0	0	0

D.8.3 Persamaan persen selektivitas

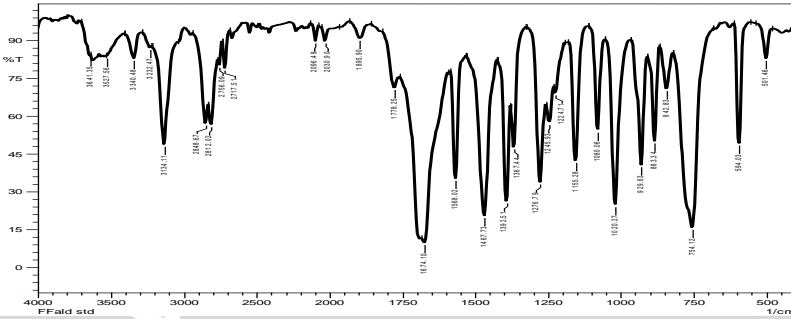
$$\text{selektivitas} = \frac{\text{Konsentrasi pada serapan OH}}{\text{total produk}} \times 100\%$$

D.8.4 Selektivitas terhadap produk alkohol

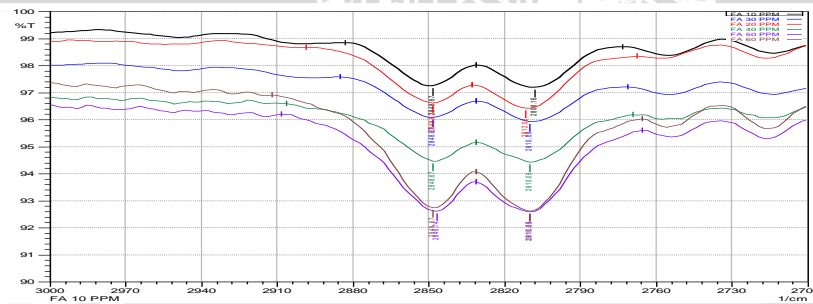
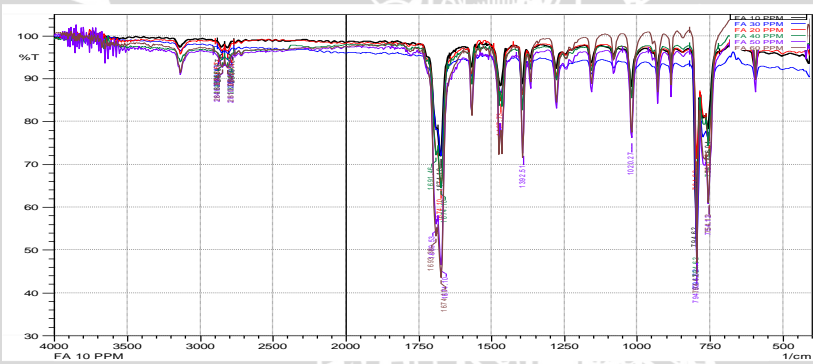
Waktu reaksi (jam)	% selektivitas	
	150 °C	180 °C
1	70,84	0
2	70,18	0
2,5	0	66,98
3	81,62	0

Lampiran E Gambar Spektra FTIR

E.1 Spektra FT-IR furfural standar

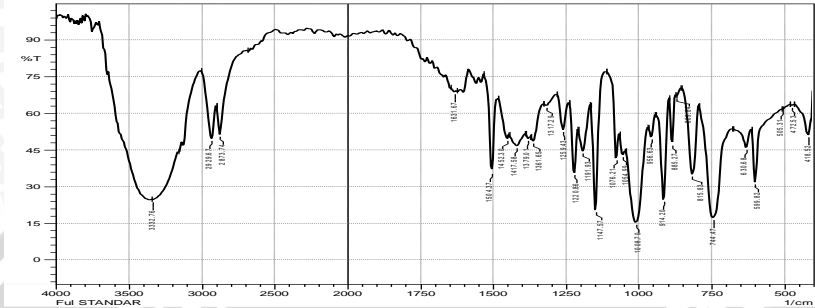


E.2 Spektra FT-IR furfural standar berbagai konsentrasi dan perbesaran pada gugus *fermidoble*

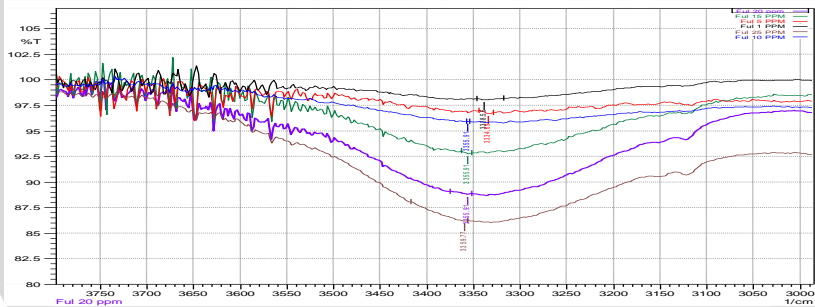
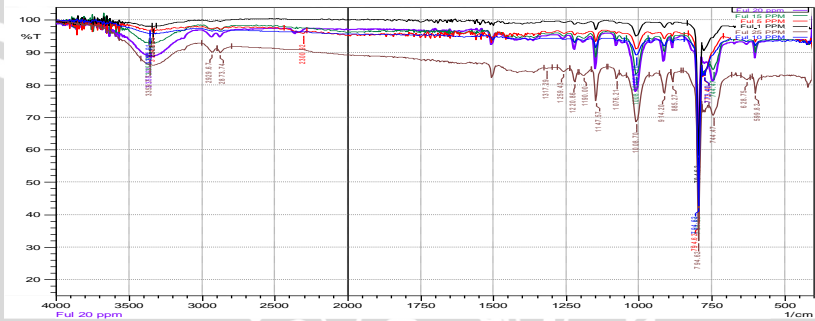


Keterangan — 10 ppm — 20 ppm — 30 ppm
— 40 ppm — 50 ppm — 60 ppm

E.3 Spektra FT-IR furfural alkohol standar



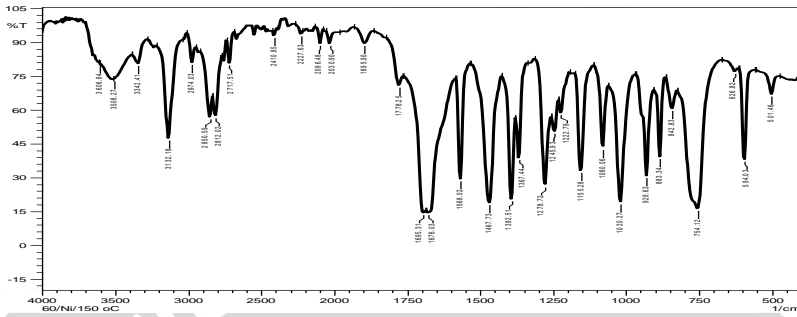
E.4 Spektra FT-IR furfural alkohol standar berbagai konsentrasi dan perbesaran pada gugus OH



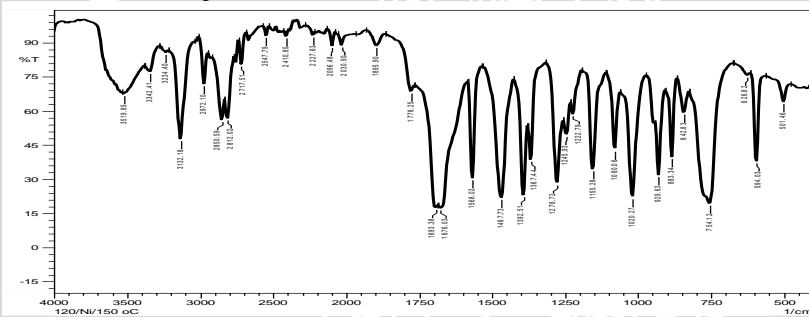
Keterangan

— 1 ppm	— 5 ppm	— 10 ppm
— 15 ppm	— 20 ppm	— 25 ppm

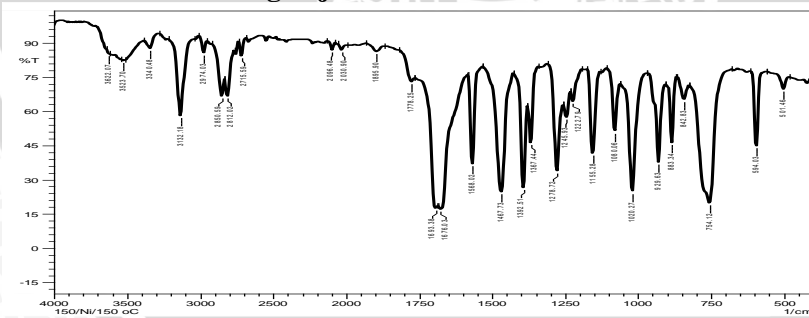
E.5 Spektra FT-IR sampel pada temperatur reaksi 150 °C selama satu jam



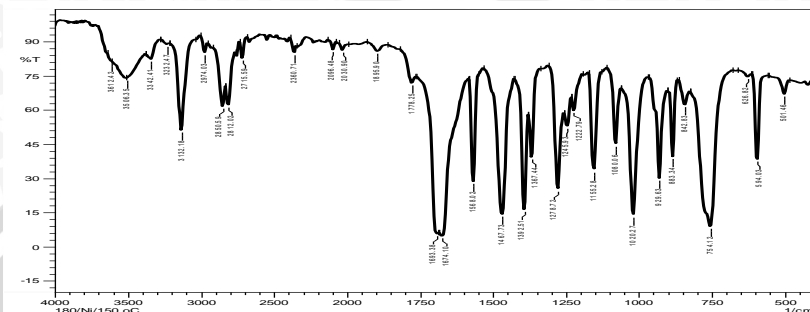
E.6 Spektra FT-IR sampel pada temperatur reaksi 150 °C selama dua jam



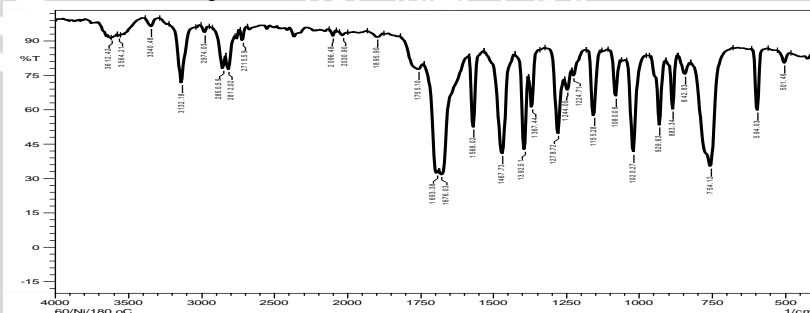
E.7 Spektra FT-IR sampel pada temperatur reaksi 150 °C selama dua setengah jam



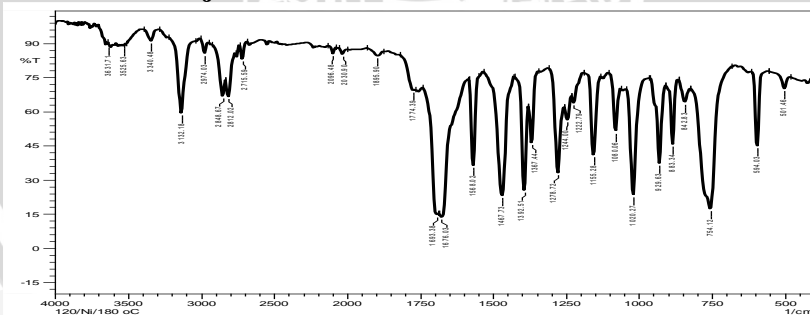
E.8 Spektra FT-IR sampel pada temperatur reaksi 150 °C selama tiga jam



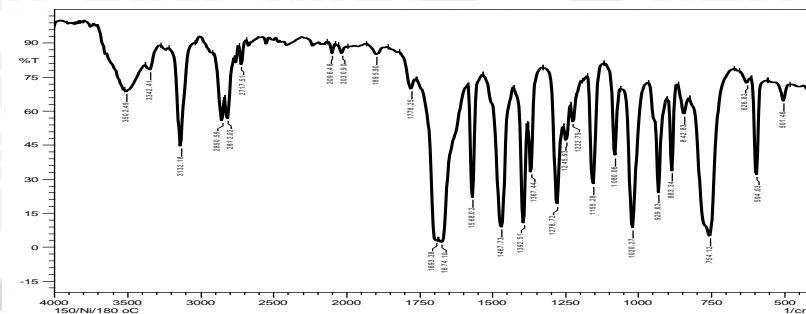
E.9 Spektra FT-IR sampel pada temperatur reaksi 180 °C selama satu jam



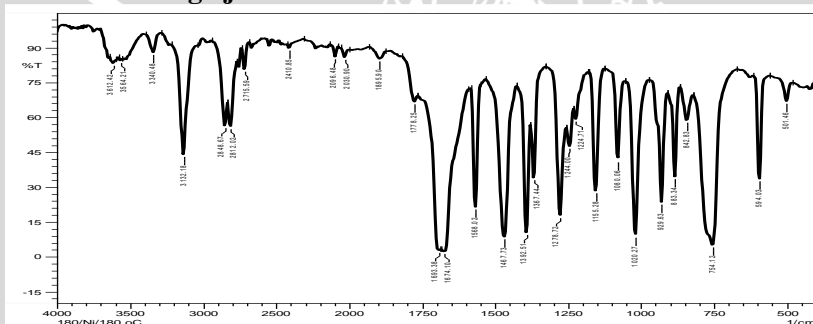
E.10 Spektra FT-IR sampel pada temperatur reaksi 180 °C selama dua jam



E.11 Spektra FT-IR sampel pada temperatur reaksi 180 °C selama dua setengah jam



E.12 Spektra FT-IR sampel pada temperatur reaksi 180 °C selama tiga jam



Lampiran F Mekanisme Reaksi

F.1 Mekanisme Reaksi Hidrogenasi Furfural dengan Katalis [2]

