



Studi pengaruh waktu dan suhu *recovery* limbah katalis nikel terpakai (*spent catalyst*) pasca proses hidrogenasi RBDPO dengan metode kalsinasi

MUHAMAD HENDRI HARDIKO¹, ANDI NURALIYAH^{1*}, MUHAMMAD RIDWAN¹

¹ *Progam Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Bhayangkara Jakarta Raya Bekasi*

*Correspondence: andi.nuraliyah@dsn.ubharajaya.ac.id

Accepted Date: January 31, 2024

ABSTRACT

Many palm oil processing industries use hydrogenation catalysts to optimize yields and produce quantities of catalyst residues containing metals harmful to the environment. Residue catalyst disposal also creates new problems for the industry because the category includes hazardous waste. Use of nickel catalyst at PT. Dua Kuda Indonesia in 2007 as much as 54 tons / year, 2014 as much as 108 tons / year and year 2018 as much as 216 tons / year. The price of nickel catalyst in Indonesia also has a fairly high value of about Rp. 120,000,000, - per ton. This study focused on the recovery of nickel catalyst activity by washing with etanol and activation catalyst with calcination at temperature 300°C, 400°C and 500°C. In the characterization stage, to see functional groups used Fourier Transform Infrared (FT-IR) instrument instrument, X-Ray Diffraction (XRD) crystallization test and structural test with Scanning Electron Microscope (SEM). The hydrogenated catalyst, tested quantity, quality of nickel catalyst with Iodine Value Test.

KEYWORDS: nickel; palm oil; RBDPO; spent catalyst

ABSTRAK

Banyak industri pengolahan kelapa sawit menggunakan katalis hidrogenasi untuk mengoptimalkan hasil dan menghasilkan jumlah residu katalis yang mengandung logam berbahaya bagi lingkungan. Pembuangan katalis residu juga menimbulkan masalah baru bagi industri karena kategori termasuk limbah berbahaya. Pemakaian katalis nikel di PT. Dua Kuda Indonesia pada tahun 2007 sebanyak 54 ton/tahun, 2014 sebanyak 108 ton/tahun dan tahun 2018 sebanyak 216 ton/tahun. Harga katalis nikel di Indonesia juga memiliki nilai yang cukup tinggi yaitu sekitar Rp. 120.000.000,- per ton. Penelitian ini memfokuskan pada pemulihan aktivitas katalis nikel dengan cara pencucian dengan etanol dan aktivasi katalis nikel dengan kalsinasi suhu 300°C, 400°C dan 600°C. Pada tahap karakterisasi, untuk melihat kelompok-kelompok fungsional digunakan instrumen alat Fourier Transform Infrared (FT-IR), uji kristalisasi dengan X-Ray Diffraction (XRD) dan uji struktur dengan Scanning Electron Microscope (SEM). Katalis yang telah terhidrogenasi, diuji kuantitas, kualitas katalis nikel dengan Uji Iodine Value.

KATAKUNCI: kelapa sawit; nikel; RBDPO; spent catalys

1. Pendahuluan

Sebagai negara produsen dan negara tropis Indonesia banyak menghasilkan minyak nabati yang penting, antara lain kelapa dan kelapa sawit. Hampir semua bagian dari kelapa

Cite This Article:

Hardiko, M. H., Nuraliyah, A., & Ridwan, M. (2024). Studi pengaruh waktu dan suhu recovery limbah katalis nikel terpakai (spent catalyst) pasca proses hidrogenasi RBDPO dengan metode kalsinasi. *Journal of Innovation Materials, Energy, and Sustainable Engineering*, 1(2), 140-161. <https://doi.org/10.61511/jimese.v1i2.2024.562>

Copyright: © 2024 by the authors. Submitted for possible open access publication under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).



dapat dimanfaatkan Karena didalamnya terkandung asam lemak seperti asam oleat, linoleat dan linolenat sehingga pohon kelapa sangat dibutuhkan bagi kehidupan manusia. Dalam pembuatan mentega putih dan margarin minyak kelapa terhidrogenasi sering digunakan dalam proses pembuatannya (Deliy and Simakova, 2008). Laju perkembangan pemasaran minyak sawit cukup menjanjikan. Munculnya minyak sawit dalam pemasaran dengan cepat dan pesat mampu mengisi dan bersaing dengan minyak nabati yang lain.

Daerah penghasil kelapa sawit ini menghasilkan minyak kelapa sawit yang langsung diolah. Masyarakat sering menggunakan minyak sawit untuk membuat minyak goreng, dan dapat menghasilkan produk seperti gliserin dan stearic acid. Sampai saat ini, minyak sawit masih merupakan komoditas ekspor utama industri perkebunan. Namun demikian, perbandingan produksi minyak sawit dengan volume ekspor tidak seimbang, yang mengakibatkan Indonesia mengalami surplus minyak sawit yang selama ini belum dimanfaatkan. Selain memiliki nilai jual yang lebih tinggi, asam lemak juga digunakan sebagai bahan baku untuk berbagai industri oleokimia, seperti sabun, cat, lilin, farmasi, kosmetik, dan lainnya.

Beberapa produk makanan dapat dibuat dari minyak sawit, seperti margarin, minyak goreng, shortening, cocoa butter pengganti, cocoa butter setara, dan sebagainya. Selain itu, minyak sawit dapat juga dikembangkan menjadi produk non pangan seperti fatty acid, fatty alcohol, fatty acid methyl ester, sabun gliserol, stearic acid, gliserin dll. Dengan menggunakan proses hidrogenasi untuk memodifikasi produk pangan dan non pangan maka akan diperoleh sifat fisiko kimia produk yang diinginkan (Basiron, 2000)

Katalis yang umum digunakan dalam proses hidrogenasi di pabrik oleokimia dan cocoa butter substitute adalah katalis nikel. Katalis nikel dapat dimanfaatkan dalam proses lain untuk memodifikasi lemak seperti hidrosulfurasi dan hidroolefin (Miazga, 2008)

Nikel yang mempunyai ciri berwarna perak merupakan logam, banyak digunakan dalam bahan baku industri non pangan seperti baja tahan karat, baja tahan temperature tinggi, bahan magnet katalis dan bahan kimia. Seiring perkembangan waktu dengan kegunaan nikel sangat luas maka pola produksi nikel makin meningkat sebanyak 10 kali lipat dibandingkan tahun 1950 (Subagja. R. 2015).

Ikatan rangkap dalam senyawa jenuh dapat diputuskan dengan menambahkan hydrogen, sehingga katalis nikel sangat dianjurkan dalam proses hidrogenasi (Widiyarti dan Rahayu, 2010). Umumnya katalis dari sisa hasil hidrogenasi yang biasa disebut katalis nikel terpakai (*spent nickel catalyst*) berbentuk padat. Katalis nikel sebesar 100 kg/hari pada proses hidrogenasi dapat dihasilkan dengan kapasitas 200 ton/hari (Hui, 1996). Dalam dunia kimia katalis berfungsi sebagai sintesis produk dan dapat mengabsorb hidrogen dalam jumlah besar (Weinberg Group 2007).

Dengan pertimbangan diatas maka telah dilakukan beberapa penelitian, diantaranya yaitu:

Tabel 1. *State Of The Art*

No	Nama Peneliti	Judul Makalah	Inti Penelitian
1	Al-Mansi. 2002	Recovery of Nickel Oxide From Spent Catalyst	Dilaporkan dengan menggunakan asam sulfat dapat merekoveri nikel sebesar 99%
2	Hasibuan. 2009	Perolehan Kembali Nikel Dari Katalis Nikel Terpakai (Spent Catalyst) Pasca Proses Hidrogenasi Minyak Sawit Dengan Proses Pelindian (Leaching) Asam Sulfat	Dilaporkan telah merekoveri nikel dengan asam sulfat 6M, waktu elindian 3 jam, rasio solid:volume pelarut 1:16 g/ml dan temperature rekasi 80C didapatkan hasil 98.66%
3	Oza R. 2012	Recovery of Nickel from Spent Ni/Al ₂ O ₃ Catalysts using Acid Leaching, Chelation and Ultrasonication	Dilaporkan dengan konsentrasi 40%, suhu 90C,S:L=1:10 dengan waktu 50 menit dapat menghasilkan rekoveri nikel sebesar 95%

4	Sirajuddin. 2004	Electrolytic Recovery of Nickel from Industrial Hydrogenated Vegetable Oil (Ghee)	Dilaporkan dapat merekoveri nikel dengan electrolytic recovery sebesar 65%
5	Garole D.J. 2012	Recovery of Nickel and Oil from Spent Nickel Hydrogenation Catalyst	Dilaporkan dapat merekoveri 98.5 % dengan asam klorida 4 N, dengan suhu 90 dan waktu reaksi 2 jam

Dalam penelitian ini, masalah yang akan diidentifikasi adalah karakterisasi katalis nikel dan katalis nikel terpakai (spent catalyst), dengan menggunakan Spektroskopi IR, X-Ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscope (SEM) dan Uji Iodine Value dan kondisi kalsinasi pada sesudah pencucian, kalsinasi 300° C dan kalsinasi 400 °C. Tujuan penelitian ini untuk mengetahui pengaruh pelarut untuk aktivasi katalis nikel, mengetahui kondisi optimum teknik kalsinasi dalam mengaktivasi katalis nikel, mengetahui pemanfaatan sisa katalis nikel agar dapat digunakan dalam industry minyak sawit.

Penelitian ini bersifat eksperimen laboratorium, dimana bahan yang akan digunakan katalis nikel terpakai yang diperoleh dari PT. Dua Kuda Indonesia. Katalis nikel yang terpakai dicampur dengan asam nitrat di ultrasonic untuk dilakukan pengecekan Spektroskopi IR, X-Ray Diffraction (XRD, Scanning Electron Microscope (SEM) dan Uji Iodine Value. Kondisi reaksi optimum dengan hasil terbaik dengan kalsinasi pada sesudah pencucian, kalsinasi 300° C dan kalsinasi 400 °C. Variasi waktu aktivasi (menit) adalah 2 jam.

2. Kajian Pustaka

2.1 Minyak sawit dan minyak inti sawit

Minyak sawit, inti sawit, dan tanaman perkebunan adalah sumber devisa non-migas Indonesia. Pemerintah Indonesia dimotivasi untuk mendorong, mempermudah perijinan, dan mendorong pengembangan areal perkebunan kelapa sawit dari hulu ke hilir karena prospek komoditi minyak kelapa sawit yang luar biasa dalam perdagangan minyak nabati global. Berkembangnya sub-sektor perkebunan kelapa sawit di Indonesia merupakan langkah dari adanya kebijakan pemerintah yang memberikan berbagai insentif, terutama kemudahan dalam hal perijinan dan bantuan subsidi investasi untuk pembangunan perkebunan rakyat dengan pola PIR-Bun dan dalam pembukaan wilayah baru untuk areal perkebunan besar swasta.

Minyak kelapa sawit memiliki dua cara untuk membedakan mutunya. Yang pertama adalah karena minyak kelapa sawit benar-benar murni dan tidak tercampur dengan minyak nabati lain. Mutu ini dapat dinilai dengan menilai sifat-sifat fisiknya, termasuk titik lebur, jumlah iodium, nilai peroksida, dan nilai asam. Yang kedua adalah karena ukurannya. Spesifikasi standar mutu internasional yang digunakan untuk mengukur kualitas ini mencakup air, kadar ALB, kotoran, logam besi, logam tembaga, peroksida, dan ukuran pemucutan. Industri makanan dan non-makanan membutuhkan kualitas minyak kelapa sawit yang berbeda. Oleh karena itu, perhatian lebih besar harus diberikan pada kualitas minyak kelapa sawit. Beberapa faktor yang memengaruhi standar kualitas minyak sawit adalah *crude palm oil*, *crude palm stearin*, *RBD palm oil*, *RBD olein*, *RBD stearin*, *palm kernel oil*, *palm kernel fatty acid*, dan *Palm Kernel Expeller* (PKE).

Nikel Raney adalah sejenis katalis padat yang terdiri dari butiran halus aloi nikel-alumunium yang digunakan dalam berbagai proses industri. Ia dikembangkan pada tahun 1926 oleh insinyur Amerika Murray Raney sebagai katalis alternatif untuk hidrogenasi minyak nabati pada berbagai proses industri. Baru-baru ini, ia digunakan sebagai katalis heterogen pada berbagai macam sintesis organik, umumnya untuk reaksi hidrogenasi.

Pada bulan September 2015, komoditas ekspor terbesar dari Sulawesi Selatan adalah nikel, yang menghasilkan nilai US\$ 31,60 juta, atau 35,26 persen dari total nilai ekspor. Komoditas ekspor lainnya termasuk kakao (US\$ 21,37 juta), ikan dan udang (US\$ 6,76 juta),

biji-bijian berminyak dan tanaman obat (US\$ 6,15 juta), dan buah-buahan (US\$ 4,16 juta). Tabel 1 menunjukkan komposisi tambahan.

Pada tahun 2014 Indonesia mengimpor nikel sebanyak 4 160 120,7 ton/tahun dengan nilai 85 913,0 US\$. Pada bulan September 2015 nikel merupakan komoditas ekspor terbesar di Sulawesi selatan, dengan 35,26 persen dari total nilai ekspor di Sulawesi selatan dengan nilai ekspor sebesar US\$ 31,60 juta (Badan Pusat Statistik. 2015)

Kelompok Komoditas	Nilai FOB (Juta US\$)				Peran terhadap total Sep (5)	Prbh Sep 15 terhadap p Aug 16 (5)	Prbh Sep 15 terhadap p Aug 14 (&)	Prbh Jan-Sep 15 terhadap p Jan-Sep 14 (&)	
	Sep 14	Jan-Sep 14	Aug 15	Sep 15*)					
Nikel (75)	100.10	772.29	70.13	31.60	582.33	35.26	-54.94	-68.43	-24.60
Kakao (18)	22.26	192.86	11.35	21.37	153.79	23.84	88.35	-3.99	-20.26
Ikan dan Udang (03)	11.90	74.92	5.73	6.76	58.79	7.54	17.85	-43.25	-21.52
Biji-bijian berminyak dan obat (12)	15.38	108.13	9.89	6.15	87.31	6.87	-37.74	-59.99	-19.25
Buah-buahan (08)	2.18	20.19	3.41	4.16	30.46	4.64	22.06	90.52	50.88
Sayuran (07)	0.05	1.43	4.36	3.99	18.23	4.46	-8.38	7329.35	1179.10
Kopi, the dan rempah-rempah (09)	2.84	11.78	2.66	2.51	14.68	2.80	-5.78	-11.68	24.64
Daging dan ikan olahan (16)	3.62	19.39	1.30	2.41	15.90	2.69	84.79	-33.45	17.98
Garam, belerang, kapur (25)	2.69	15.95	1.36	1.98	11.87	2.20	45.07	-26.55	-25.53
Kayu dan barang dari kayu (44)	2.69	32.99	2.41	1.85	24.83	2.07	-23.17	-35.87	-24.74
Total 10 Kelommpok	147.03	147.03	104.26	82.78	998.20	92.35	-20.61	-43.70	64.28
Lainnya	23.84	696.14	16.85	6.95	56.92	7.65	-5.38	-3.84	-83.35
Total Ekspor	170.88	1,303.76	121.11	89.63	1055.12	100.00	-25.99	-45.74	-19.07

Inti dan minyak kelapa sawit terdiri dari fatty acids, esterified, dan glycerol yang masih banyak lemaknya. Kedua terdiri dari 50% hingga 80% fatty acids penuh dan tinggi. Minyak kelapa sawit sebagian besar mengandung lauric acid, yang merupakan sumber alami tocotrienol, yang merupakan bagian dari vitamin E. Minyak kelapa sawit juga banyak mengandung magnesium, vitamin K, dan asam lemak palmitic acid. Nama "napalm" berasal dari pyrotechnics, acid, naphthenic palmitic acid, atau hanya dari cara menggunakan nafta dan minyak kelapa sawit. Ukuran dari asam lemak (Fas) dalam minyak kelapa sawit sebagai acuan :



Gambar 2. Asam lemak dalam minyak inti

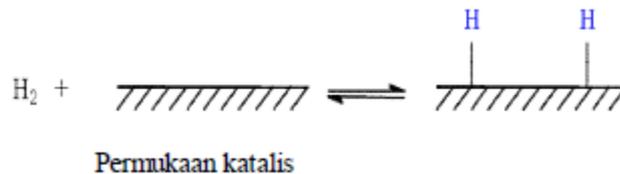
2.2 Hidrogenasi minyak sawit dan minyak inti sawit

Minyak Sawit dan Minyak Inti Sawit: Kelapa sawit (*Elaeis guineensis* Jacq) terdiri dari beberapa bagian pada buahnya: eksokarp (kulit paling luar), mesokarp (serabut, mirip serabut kelapa), endokarp (tempurung), dan kernel. Bagian serabut (mesokarp) dapat diolah untuk menghasilkan minyak sawit mentah, dan bagian kernel (inti) dapat diolah untuk menghasilkan minyak inti sawit (Haryati, 1999). Walaupun berasal dari pohon yang sama, minyak sawit dan minyak inti sawit memiliki karakteristik yang berbeda. Minyak sawit memiliki asam lemak C16 dan C18, sedangkan minyak inti sawit memiliki asam lemak C12 (O'Brien, 2009)

Hidrogenasi adalah adisi hydrogen (H₂) pada suatu reaksi kimia. Proses ini umumnya terdiri dari adisi sepasang atom hidrogen ke sebuah molekul. Suatu katalis dibutuhkan pada reaksi agar reaksi yang berjalan efisien dan cepat. Pada temperatur yang sangat tinggi hidrogenasi non katalitik dapat beradisi ke ikatan rangkap dua dan tiga hidrokarbon.

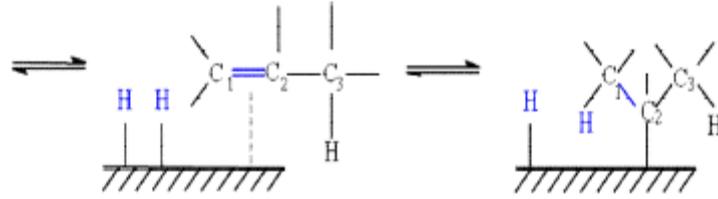
2.2.1 Skema Diagram Reaksi Hidrogenasi

Ikatan hydrogen terabsorpsi ke permukaan katalis logam.



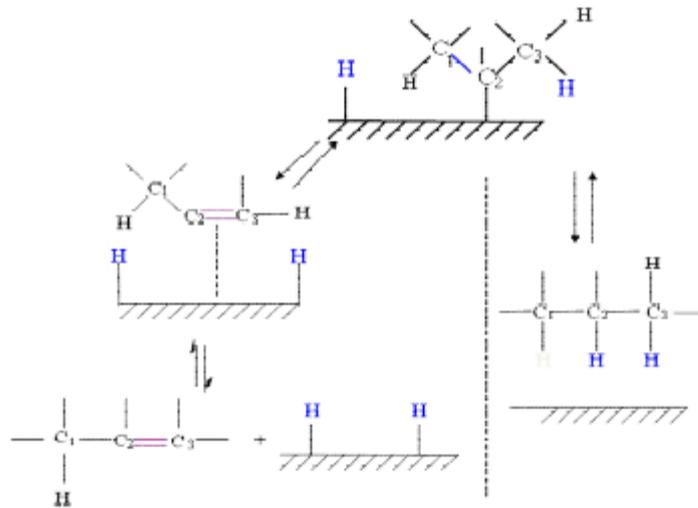
Gambar 3. Absorpsi Hidrogen Kepermukaan Katalis

2.2.2 Sebuah atom hydrogen ditransfer dari permukaan katalis logam ke dalam ikatan rangkap dan atom karnon yang lain akan berikatan dengan permukaan logam.

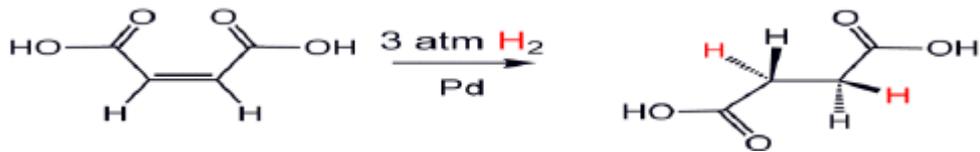


Gambar 4. Transfer Atom Hidrogen Dari Permukaan Katalis

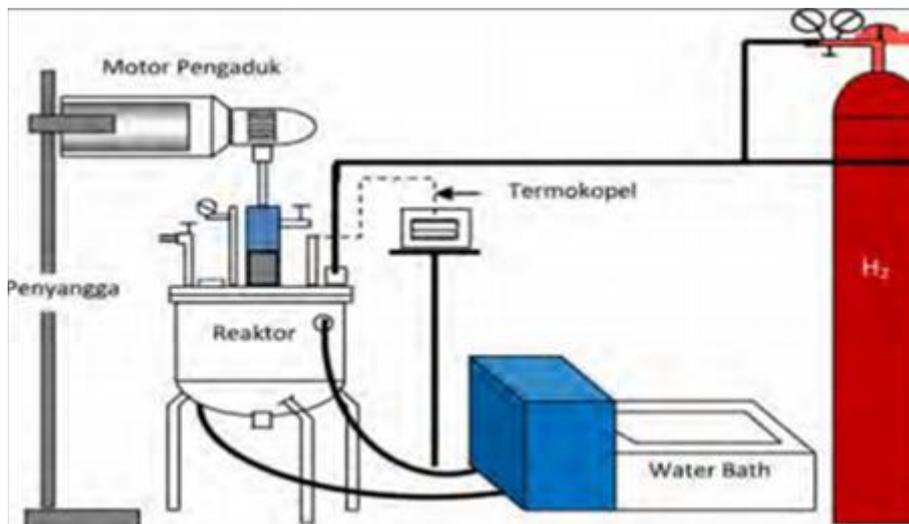
2.2.3 Atom hidrogen kedua ditransfer dari permukaan katalis logam ke atom terakhir



Gambar 5. Mekanisme Reaksi Hidrogenasi



Gambar 6 : Reaksi Hidrogenasi



Gambar 7. Mekanisme Reaktor Hidrogenasi

Minyak kelapa sawit biasanya dihidrogenasi dengan memanaskan dalam keadaan vakum pada suhu 110 °C hingga 180 °C. Setelah mencapai suhu 110 °C hingga 180 °C, katalis ditambahkan 0,2% dari berat minyak yang ditambahkan pada minyak kelapa sawit. Menurut Wongsoon (2002), peningkatan lambat jumlah katalis disebabkan oleh proses minyak hidrogenasi. Gas hidrogen ditambahkan ke reactor dan diaduk selama dua hingga delapan jam. Minyak dengan karakteristik tertentu dikumpulkan dan dipisahkan dari katalis melalui proses penyaringan. Katalis nikel adalah katalis yang dihasilkan dari penyaringan.

2.3 Katalis nikel

Katalis merupakan suatu komponen yang digunakan untuk mempercepat suatu reaksi menuju suatu kesetimbangan dengan cara menurunkan energi aktivasi (fungsi aktivitas) dan meningkatkan produk yang sesuai (fungsi selektivitas) (Nasikin dan Susanto, 2010).

Katalis nikel adalah campuran nikel, alumina, dan silika. Raney adalah paduan aluminium yang sering digunakan dalam reaksi komersial. Setelah reaksi, akan teteapi dari paduan menghasilkan sisa nikel yang dapat merusak minyak. Alonso et al. (2009), Guitierrez et al. (2009), Li et al. (2009), Sooknoi et al. (2008). Nikel Raney adalah katalis padat yang digunakan dalam berbagai proses industri dan terdiri dari butiran halus dan butiran padat nikel-aluminium. Rata rata pemakaian katalis nikel adalah 3 sampai 5 tahun (Wagner et al. 2003). Limbah katalis NiO/Al₂O₃ akan membahayakan lingkungan jika tidak dikelola dengan baik dan golongan limbah berbahaya (B3). (Yang et al. 2010). Nikel raney dikembangkan pada tahun 1926 oleh insinyur Amerika Murray Raney sebagai katalis alternatif yang digunakan sebagai hidrogenasi minyak kelapa sawit pada berbagai proses industri.

Nikel Raney dihasilkan dengan mencampurkan aloi nikel-aluminium dan natrium hidroksida pekat dan sering disebut "aktivasi" dengan melarutkan keluar kebanyakan aluminium kedalam aloi. Struktur berpori-pori yang ditinggalkan mempunyai luas permukaan yang besar, menyebabkan tingginya aktivitas katalitik katalis ini. Katalis ini pada umumnya mengandung 85% nikel berdasarkan massa, dengan dua atom nikel untuk setiap atom aluminium. Aluminium membantu menjaga stuktur pori katalis ini secara keseluruhan.

Sama dengan jenis unsur lainnya, nikel juga sangat bermanfaat untuk digunakan dalam berbagai bidang industri , termasuk dalam pembuatan stainless steel (pelindung baja), magnet, mata uang, isi ulang baterai , string gitar listrik dan alloy khusus. Nikel dapat digunakan bahan tahan korosi dalam pembuatan alloy dan pembuatan baja tahan karat, seperti *Invar*, *Monel*, dan *Hastelloys*. Alloy tembaga-nikel berbentuk tabung dapat dimanfaatkan untuk pembuatan instalasi dalam proses penghilangan garam untuk mengubah air laut menjadi air segar (dalam bentuk *alloy* tembaga). Alloy tembaga-nikel berbentuk tabung dapat dimanfaatkan untuk pembuatan instalasi dalam proses penghilangan garam untuk mengubah air laut menjadi air segar (dalam bentuk alloy tembaga). Nikel digunakan dalam industri keramik. Nikel umum digunakan secara efisien sebagai katalis untuk hidrogenasi minyak sayur. Nikel dapat dimanfaatkan sebagai pupuk dalam industry pertanian. Pembuatan koin 5 sen Amerika dimana terdapat 75% Cu dan 25% Ni (Dewi, P.A 2015).

Tabel 2 : Karakteristik Katalis Hidrogenasi

Katalis	Selektivitas		Asam lemak trans (%w)
	S32	S21	
Nikel	2-3	40	40
Ni3S2	1-2	75	90
Tembaga	10-12	50	10

Sumber: Blitz dan Grosch. 1987

2.4 Katalis nikel terpakai

Katalis terpakai adalah limbah yang digunakan untuk menghidrogenasi minyak dan lemak. Nikel adalah katalis yang paling umum digunakan dalam hidrogenasi karena

memiliki luas area permukaan yang besar dan berbentuk serpihan dan granula. Katalis terpakai yang mengandung nikel, bahan lain, dan sisa minyak atau lemak dikeluarkan dari minyak dengan penyaringan atau filter press (Hui. 1996).

2.5 Refined bleached deoderized palm olein (RBDPO)

Dalam proses pembuatan minyak kelapa sawit mempunyai hasil samping yaitu stearin. Minyak kelapa sawit terdiri dari dua fraksi yaitu fraksi padatan stearin dan fraksi cairan olein. Proses fraksinasi seing dilakukan untuk pemisahan kedua fraksi tersebut. Pada proses fraksinasi akan menghasilkan fraksi stearin 25% dan fraksi olein sebanyak 75%. Stearin memiliki *slip melting point* lebih tinggi dalam bentuk padat (suhu kamar) yaitu sekitar 44.5-56.20C sedangkan olein pada kisaran 13-230C. (Harjono, 2009).

Pada tahun 2013 Indonesia merupakan salah satu penghasil minyak sawit terbesar di dunia dengan hasil produksi mencapai 27,8 juta ton (Badan Pengawas Perdagangan Berjangka Komoditi, 2014).

Tabel 3 : Karakteristik produk minyak sawit

Jumlah sampel	Rata-rata	Palm Olein 193	Palm Stearin 150
Komposisi asam lemak	Rata-rata	Kisaran	Kisaran
C12:0	0.2	0.1-0.5	0.1-0.6
C14:0	1	0.9-1.4	1.1-1.9
C16:0	39.8	37.9-41.7	47.2-73.8
C18:0	4.4	4.0-4.8	4.4-5.6
C18:1	42.5	40.7-43.9	15.6-37.0
C18:2	11.2	10.4-13.4	3.2-9.8
C20:0	0.4	0.2-0.5	0.1-0.6
Bilangan iodin (wijs)	58	56.1-60.6	21.6-49.4
Titik leleh	21.6	19.4-23.5	44.5-56.2

Sumber: Tan. 1981 dalam Basiron. 2004
Keterangan:ND=no detection (tidak terdeteksi)

2.6 Ultrasonik

Selama dua dekade terakhir, banyak dilakukan studi ultrasonic dan telah menghasilkan tentang sifat dalam interaksi molekul. Dalam aplikasi sonochemistry telah dilaporkan dalam jurnal dan terkait dalam teknologi kimia. Penelitian Dalam publikasi kami sebelumnya telah melaporkan bahwa ultrasonik lebih baik dalam pemulihan katalis nikel dengan bantuan pencucian dibandingkan dengan teknik pencucian asam secara konvensional

Teknik ultrasonik mempunyai potensi besar dalam pengelolaan lumpur dan media cair dengan meningkatkan teknik pencampuran dan dapat diaplikasikan diberbagai industri. Ultrasonik secara bergantian menghasilkan tekanan rendah dan tekanan tinggi yang searah di dalam media cair dan menciptakan terbentuknya gelembung vakum. Setiap gelembung yang jatuh biasa disebut sebagai microreactor dimana dapat menciptakan secara instant suhu beberapa ribu derajat dan tekanan yang lebih tinggi dari seribu atmosfer. Fenomena ini umum disebut kavitasi dan menyebabkan kuat hidrodinamik gaya gesek dengan kecepatan tinggi dalam media cair. Kavitasi dalam media cair dapat meningkatkan laju reaksi secara drastic dan menyebabkan zat terlarut thermolysis bersama dengan pembentukan reaktif radikal dan reagent, seperti radikal hidroksil, hidroksil, hydronium ion. Selain itu, apabila kontak dengan padatan dalam media cair maka ukuran sampel partikel akan berkurang, sehingga meningkatkan permukaan padat total kontak dan beraksi dengan pelarut Hal ini dapat dihindari dengan menggunakan teknik ultrasonic dibantu dengan pencucian Karena dapat membantu menghilangkan logam terkecil partikel dari substrat. Pemulihan katalis nikel sangat bagus ditingkatkan dan dapat di aplikasi di industri kelapa sawit dengan utrasonik karena kemampuan untuk menciptakan permukaan yang sangat reaktif, meningkatkan laju reaksi, hemat energi dan meningkatkan

transportasi massal. Jadi teknik ultrasonic dapat memastikan produk murni tanpa ada produk samping (Oza R. 2012)

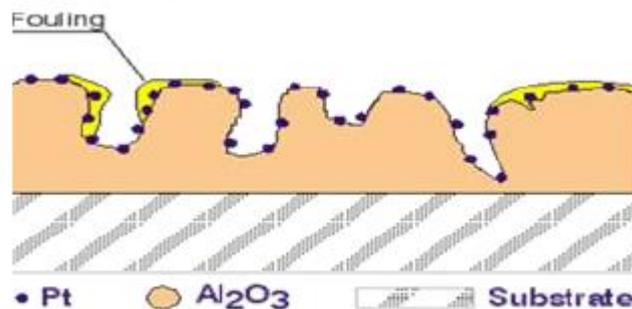
Prinsip kerja alat ultrasonik adalah dengan memanfaatkan vibrasi dari gelombang ultrasound. Dari vibrasi ultrasonik akan ditransmisikan dengan alat transducer yang secara elektronik akan mengaktifkan gelombang ultrasonik dalam air. Mekanisme utama ultrasonik adalah container yang berisi cairan akan mengalami pergerakan sehingga menimbulkan gelembung-gelembung kecil yang semakin lama semakin besar dan gelembung gelembung akan pecah akibat adanya vibrasi gelombang ultrasonik. Dari pemecahan gelembung yang semakin besar akan menghasilkan gelombang dengan tekanan tinggi yang akan menciptakan seketika tegangan permukaan cairan sehingga dapat mengangkat kotoran dan memisahkan komponen. (Moulson *et al*, 2003).



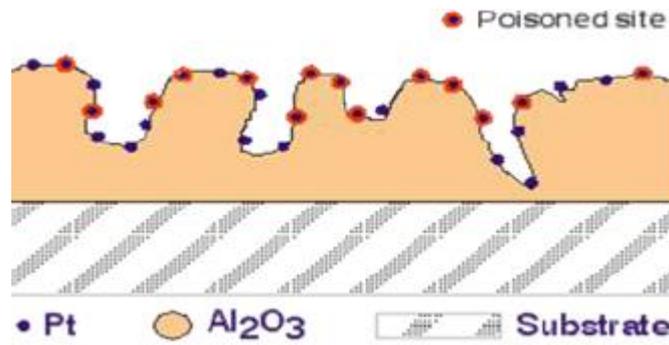
Gambar 8. Alat Ultrasonik (KQ3200E)

2.7 Kalsinasi

Proses kalsinasi dilakukan untuk mengaktifasi limbah katalis nikel dan menghilangkan kotoran poisoning. Limbah katalis nikel di kalsinasi dengan suhu 300°C, 400°C dan 500°C selama 2 jam. Fouling, proses fouling atau coking adalah suatu proses dimana terbentuknya zat yang tidak diinginkan diatas permukaan katalis.



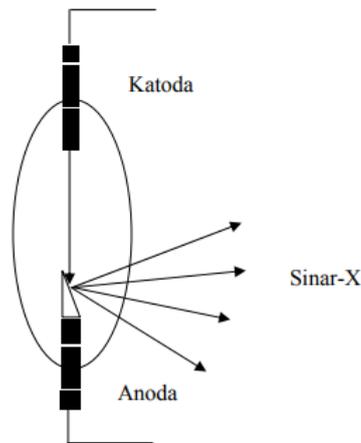
Gambar 9. Deaktivasi Katalis Fouling



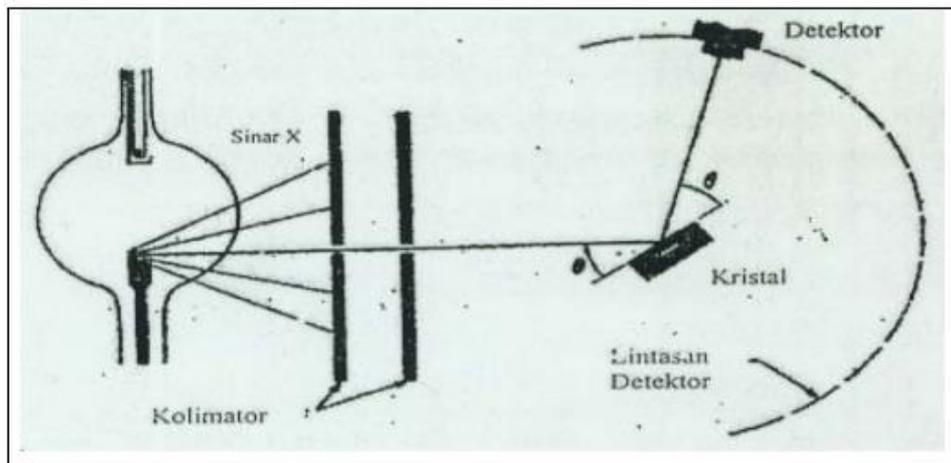
Gambar 10. Deaktivasi Katalis Poisoning

2.8 X-Ray diffraction (XRD)

Wilhelm Roentgen (1845-1923) menemukan sinar-X yang diberi nama sesuai penemunya yaitu sinar Roentgen. Berdasarkan penelitian, gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang yang ordonya 10⁻¹⁰ adalah sinar-X. (Wiyatmo, Yusman. 2003).



Gambar 11. Skema Pembangkitan Sinar-X

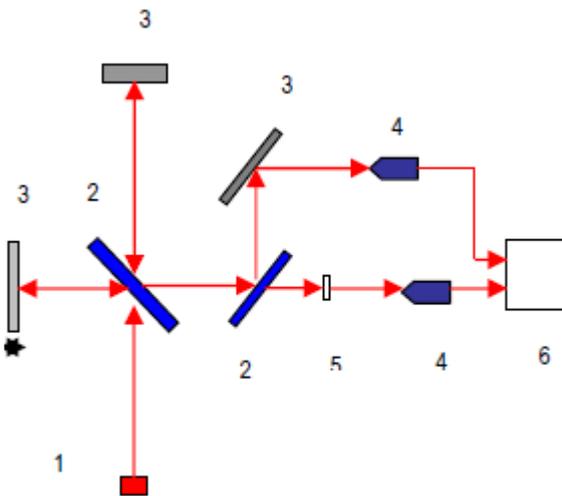


Gambar 12. Skema Difraktometer sinar-X

2.9 Analisis fourier transform infrared (FT-IR)

Spektroskopi inframerah (FT-IR) adalah alat yang menggunakan prinsip spektroskopi dan adalah spektroskopi inframerah yang dilengkapi dengan transformasi fourier yang digunakan untuk mendeteksi dan menganalisis hasil spektrumnya. Karena spektrumnya yang sangat kompleks yang terdiri dari banyak puncak-puncak, teknik ini bertujuan untuk

mengidentifikasi senyawa organik (Chusnul. 2011). Selain itu, sinar inframerah diserap oleh masing-masing kelompok fungsional pada frekuensi yang berbeda. Penelitian sebelumnya bertujuan untuk mengidentifikasi jenis-jenis gugus fungsi yang dapat mengidentifikasi komposisi umum dari berbagai obat dan limbah balur (Diena.2009). Penelitian ini menggunakan FT-IR untuk mengamati obat balur dan limbah balur untuk mengetahui perbedaan jenis jenis dari gugus fungsi yang terdapat dalam obat balur dan limbah balur pada individu yang menderita miom. Pentrasmisian cahaya yang melewati sampel diukur dengan detektor dan dibandingkan dengan intensitas cahaya tanpa sampel (blanko) sebagai fungsi panjang gelombang. Spektrum inframerah kemudian diplot sebagai intensitas fungsi energi, panjang gelombang (μm) atau bilangan gelombang (cm^{-1}) Anam (2007)).

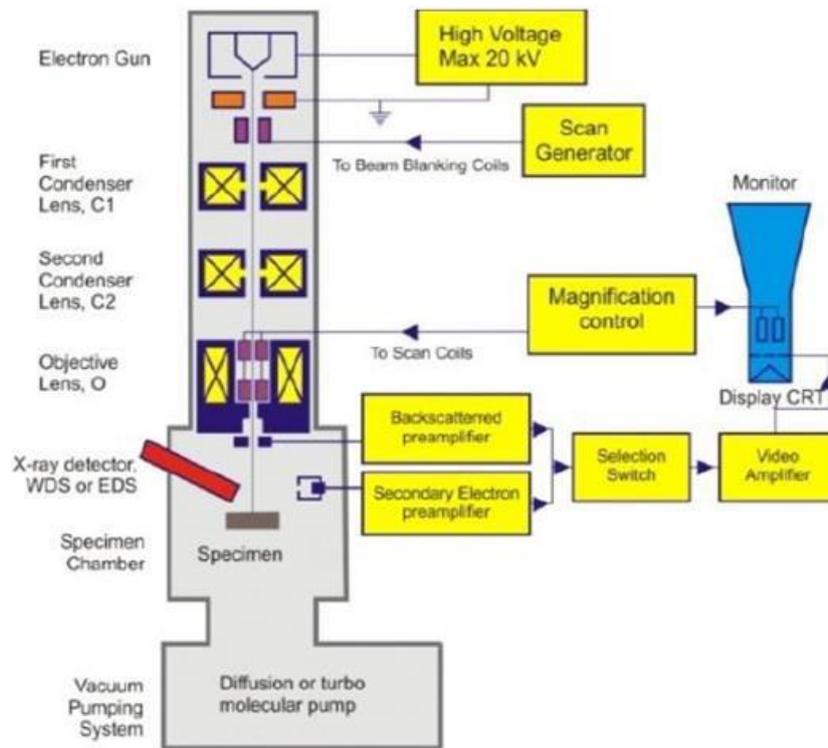


Gambar 13. Skema Alat Spektroskopi FT-IR. (1) Sumber inframerah. (2) Pembagi berkas (beam spliter). (3) Kaca pemantul. (4) Sensor inframerah. (5) Sampel (6) Display (Anam dkk.2007)

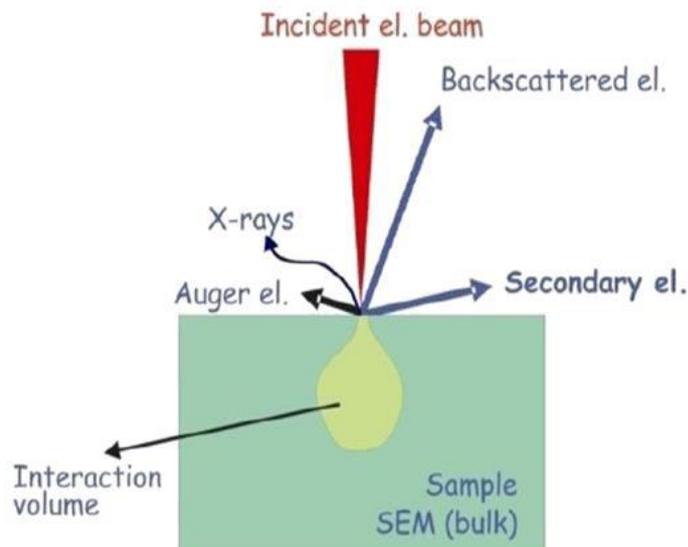
2.10 Scanning electron microscope (SEM)

Scanning Electron Mikroskop (SEM) merupakan mikroskop yang bekerja yang didasarkan pada prinsip emisi electron pada sampel yang akan diradiasi. Scanning Electron Mikroskop (SEM) dilakukan untuk mengecek sifat fisik dari katalis nikel. Sampel yang diuji menggunakan Scanning Electron Mikroskop (SEM) harus merupakan sampel kering.

Tiga komponen utama alat SEM adalah tiga lensa elektromagnetik yang memfokuskan titik kecil berkas elektron. Selanjutnya, dua pasang scan oli akan discan di permukaan sampel dengan frekuensi yang berbeda. Sumber elektron kedua adalah hexaboride Lantanum LaB₆ atau hexaboride Cerium CeB₆ yang biasanya dalam bentuk jarum atau tungsten dengan bahan kawat. Ini memiliki energi tunggal (monokromatik) dan secara teoritis memiliki kemampuan untuk menyediakan berkas elektron. Ketiga adalah imaging detektor yang berfungsi meneruskan sinyal electron menjadi gambar/image yang akan disesuaikan oleh detektor sesuai dengan jenis elektronnya (Sujatno, dkk 2015)



Gambar 14. Blok Diagram SEM



Gambar 15. Skema Interaksi Antara Bahan dan Elektron Didalam SEM

3. Methods

3.1 Waktu dan tempat penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Universitas Bhayangkara Jakarta Raya, Balai Besar Kimia dan Kemasan (BBKK) Laboratorium PT Dua Kuda Indonesia, Laboratorium Bea Cukai Cempaka Putih, Laboratorium UIN Syarif Hidayatulloh dan BATAN Serpong.

3.2 Alat dan bahan penelitian

Alat dan bahan yang digunakan dalam pembuatan bioetanol adalah neraca analitik, *hot plate stirrer*, termometer, seperangkat alat hidrogenasi, kertas saring whatman,

ultrasonik, x-ray diffraction (XRD), dan fourier transform infrared (FT-IR). Sedangkan bahan yang diperlukan yakni, katalis niker baru, katalis nikel terpakai, etanol, akuadest.

3.3 Rancangan percobaan

Percobaan awal dilakukan untuk menentukan temperature reaksi optimum. Dalam percobaan ini dilakukan dengan Variabel Tttap dilakukan selama 4 kali dengan hidrogenasi suhu 120°C – 140°C dengan waktu 2 jam. Variabel Bebas variasi waktu kalsinasi 300°C dan 400°C dengan waktu 2 jam. Variabel terikat Iodine Value (IV), X-RD , SEM dan FTIR.

3.4 Set-up dan prosedur percobaan

Pencucian Kadar Nikel Terpakai Dengan Ultrasonik

Ditimbang katalis nikel 100g kedalam gelas beaker 1000 ml. Ditimbang etanol 1000ml dan dimasukkan kedalam gelas beaker. Lakukan ultrasonic selama 1 jam. Dibiarkan sampai terbentuk endapan. Buang endapan dan lakukan hingga bersih

Analisa Kadar Nikel Fresh dan Sesudah Ultrasonik

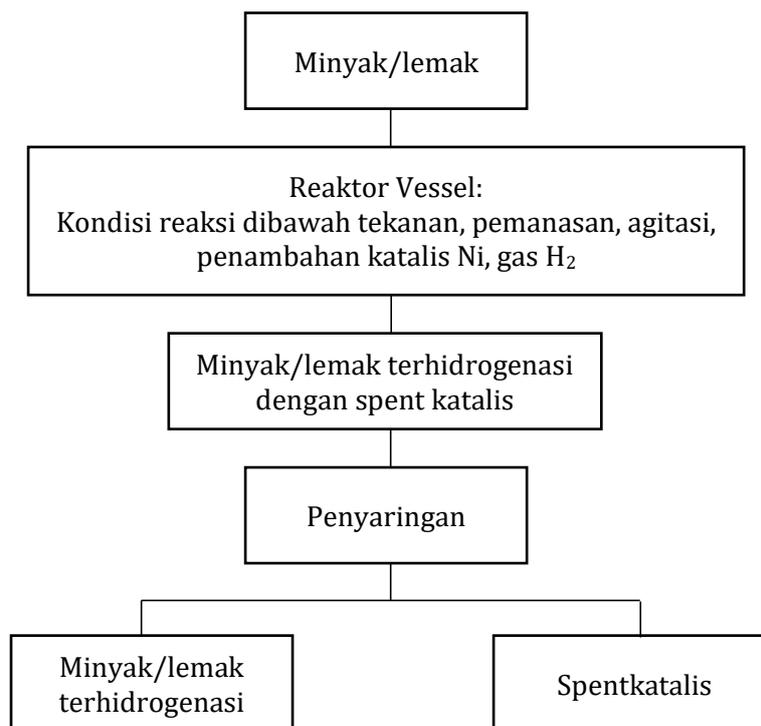
Percobaan dilakukan dengan metode Fourier Transform Infrared (FT-IR).

Aktivasi Kadar Nikel Terpakai Dengan Kalsinasi

Timbang katalis nikel terpakai 150g. Kalsinasi katalis nikel terpakai dengan suhu 300 C DAN 400 C dengan waktu 2 jam.

Perbandingan Katalis Nikel Fresh dan katalis Nikel Terpakai Dengan Hidrogenasi

Proses dilakukan dengan seperangkat alat reaktor hidrogenasi yang mempunyai volumu 2 liter yang dilengkapi dengan agitator, termocouple dan pendingin. Reaktor diisi dengan katalis Sejumlah katalis terpakai dengan konsentrasi 10:1 RBDPO : katalis nikel terpakai. Didalam reactor reaksi dilakukan dalam keadaan reaktor ditutup dan dialirkan gas H_2 sebesar 2 atm supaya terjadi reaksi hidrogenasi. Pada waktu yang telah ditentukan campuran di cek kadar bilangan iodine value (IV).



Gambar 1. Diagram alus proses hidrogenasi

Analisa Kadar Bilangan Iodine Value (IV).

Iodine Value (IV) (AOAC, 2005). Langkah pertama, Timbang sampel 3 g, Larutkan pada chloroform, Tambahkan larutan WIJS 25 ml, Simpan dalam ruang gelap 30 menit, Tambahkan KI 20 ml, Tambahkan aquadest 40 ml, Titrasi dengan menggunakan natrium tio sulfat.

$$IV = \frac{(\text{Blanko} - \text{hasil titrasi}) \times 12.69 \times I \text{ natrium tio sulfat}}{\text{Berat sampel}}$$

Analisa Kadar Kristal Dengan X-Ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Mikroskop dan Fourier Transform Infrared (FT-IR) dan SEM

3.5 Variabel percobaan

Variabel percobaan pada penelitian ini terdiri dari variabel tetap, variabel bebas, dan variabel terikat. Variabel tetap pada penelitian ini yaitu percobaan ini dilakukan selama 4 kali dengan hidrogenasi suhu 120° C – 140° C dengan waktu 2 jam. Variabel bebas adalah variasi waktu kalsinasi 300° C dan 400° C dengan waktu 2 jam, dan variabel terikat pada penelitian ini yakni Iodine value (IV), X-RD, SEM dan FTIR.

Tabel 4. Variabel Percobaan

No Percobaan	Temperatur Kalsinasi	Waktu Kalsinasi
1	300°C	2 jam
2	400°C	2 jam

4. Results and Discussion

4.1 Analisa kadar iodine value (IV) (AOAC, 2005).

Rumus:

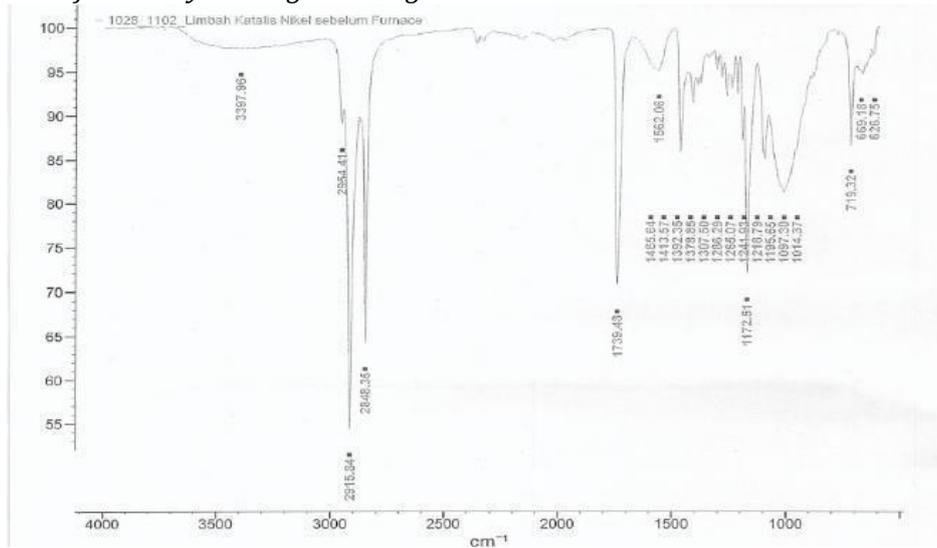
$$IV = \frac{(\text{Blanko} - \text{hasil titrasi}) \times 12.69 \times I \text{ natrium tio sulfat}}{\text{Berat sampel}}$$

Table 1. Kadar Iodine Value (IV) Pasca Hidrogenasi

IV RBDPO Olein (I2/100g)	IV Katalis Nikel Fresh (I2/100g)	IV Limbah Katalis Sebelum Furnace (I2/100g)	IV Limbah Katalis Nikel Setelah Furnace 300 C (I2/100g)	IV Limbah Katalis Nikel Setelah Furnace 400 C (I2/100g)
54	34	52	46	43
Presentase Konversi	37 %	4 %	15 %	20 %

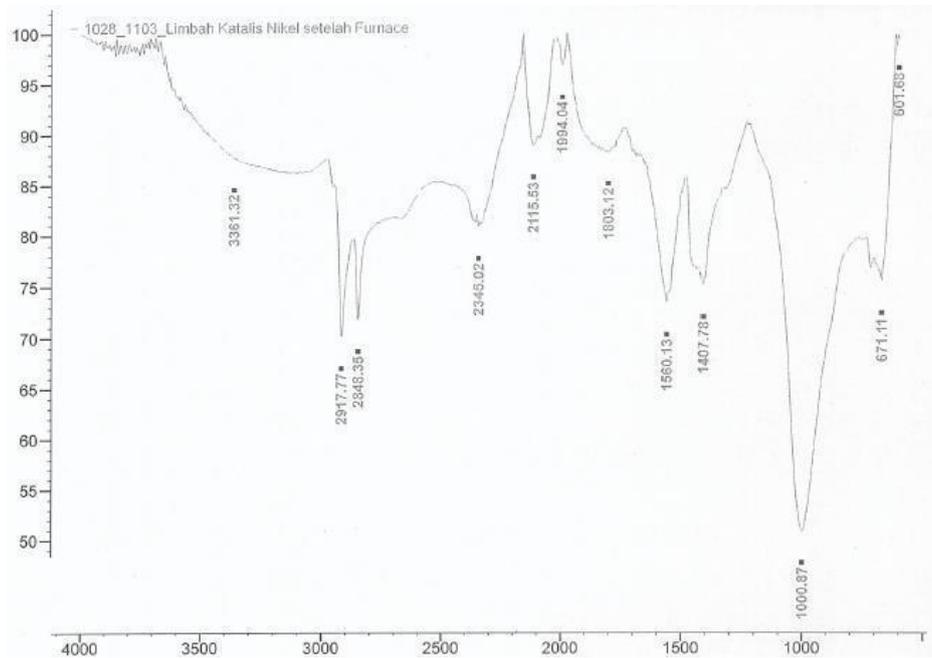
Table 1 memperlihatkan bahwa tingkat kejenuhan minyak/lemak dan kemampuan asam lemak tidak jenuh dalam menyerap sejumlah iod dan membentuk senyawa yang jenuh (Ahsly. 2015). IV RBD stearin masih tinggi 54, dikarenakan kandungan asam lemak jenuhnya banyak, sehingga bersifat cair dan banyaknya ikatan rangkap (tak jenuh). IV katalis nikel fresh rendah 34, karena masih reaktif nya katalis nikel dan kandungan asam lemaknya sedikit, sehingga ikatan rangkap (tak jenuh) juga sedikit. IV Limbah Katalis 52, penurunan IV masih kecil dikarenakan kurang maksimalnya kemampuan katalis nikel. Limbah katalis masih terdapat gugus eter sehingga kurang reaktif dan poisoning (pengotor) yang harus di kalsinasi dengan furnace. IV limbah katalis nikel setelah furnace 46, karena gugus eter dapat dikurangi sehingga luas permukaan katalis menjadi lebih reaktif. IV limbah katalis nikel setelah furnace 43, karena gugus eter dapat dikurangi sehingga luas permukaan katalis menjadi lebih reaktif.

4.2 Identifikasi senyawa organic dengan FTIR



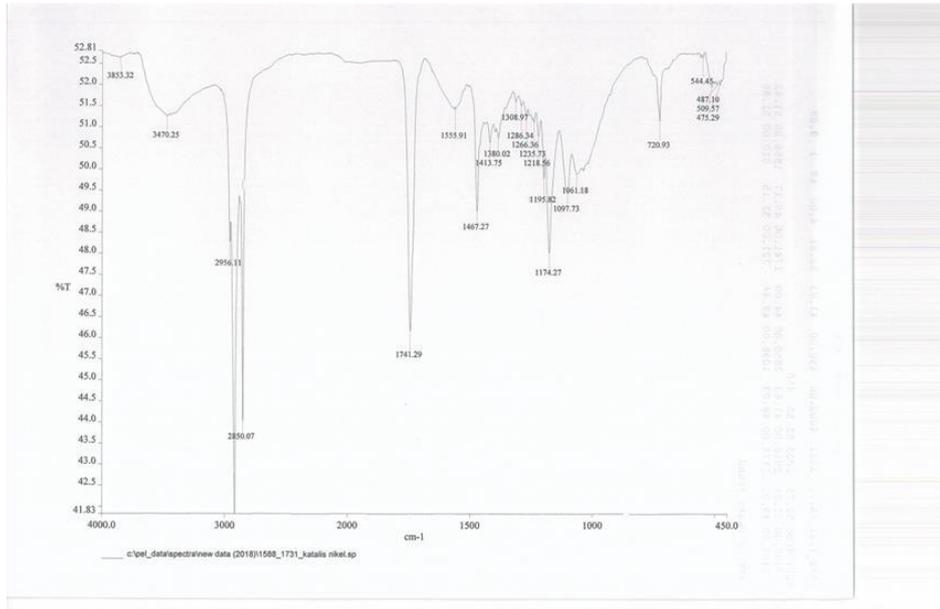
Gambar 17. Limbah katalis sebelum furnace

Teridentifikasi gugus eter C-O peak 1014.37– 1307.50 cm⁻¹, gugus alkena dan aromatis C=C 1465.64 – 1562.06 cm⁻¹, gugus aldehida C-H peak 2848.35 cm⁻¹ dan gugus –OH asam karboksilat peak 2848.35 cm⁻¹.



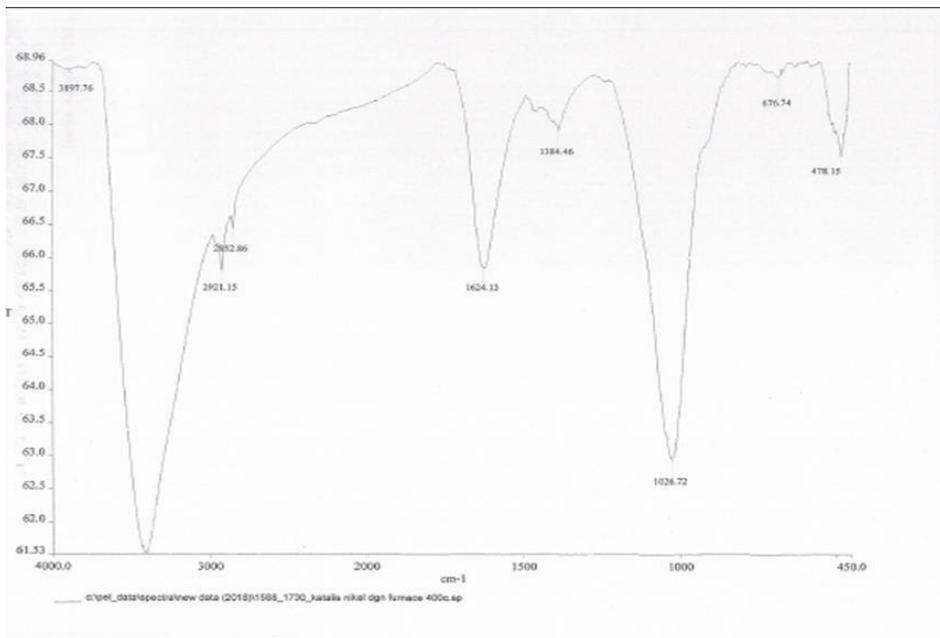
Gambar 18. Limbah Katalis Setelah Furnace

Teridentifikasi gugus eter peak 1000.87 cm⁻¹, gugus alkena dan aromatis peak 1560.13 cm⁻¹, gugus anhidrida C=O peak 1803.12 cm⁻¹, gugus aldehida C-H peak 2848.35 cm⁻¹ dan gugus asam karboksilat -OH 3361.36 cm⁻¹.



Gambar 19 Katalis Nikel

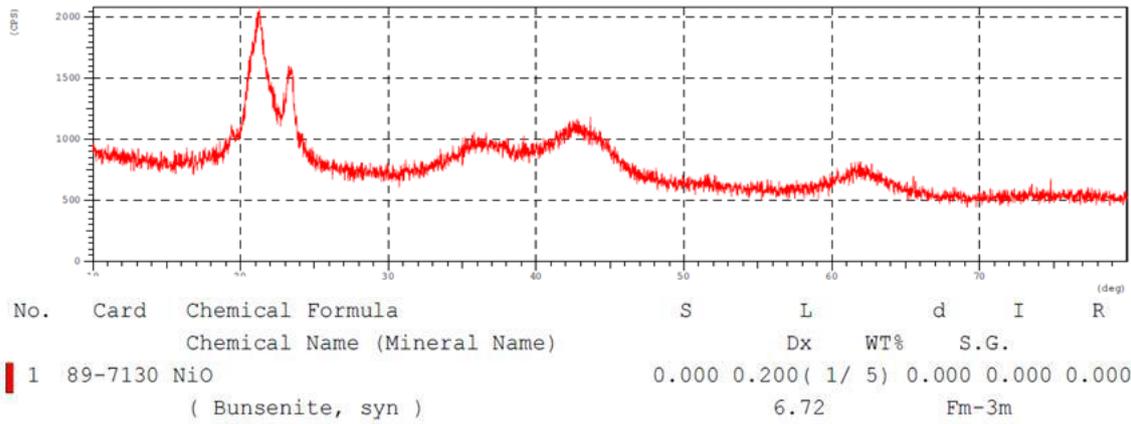
Teridentifikasi gugus OH peak 3470.25 cm-1, gugus ester C-O 1061.18-1286.34 cm-1, gugus aldehida C-H 2850 cm-1, alkena C-H 1555.91 cm-1.



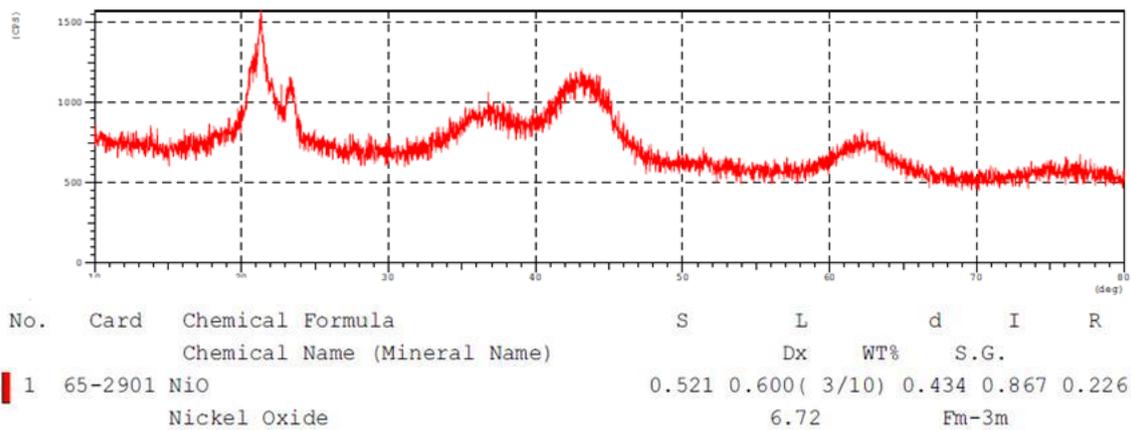
Gambar 20 Katalis Nikel 400 C

Teridentifikasi gugus ester C-O peak 1026.72 cm-1, gugus aldehida C-H peak 2852.86 cm-1, gugus aromatis C=C peak 1624.13 cm-1, gugus NO2 peak 1384.46 cm-1.

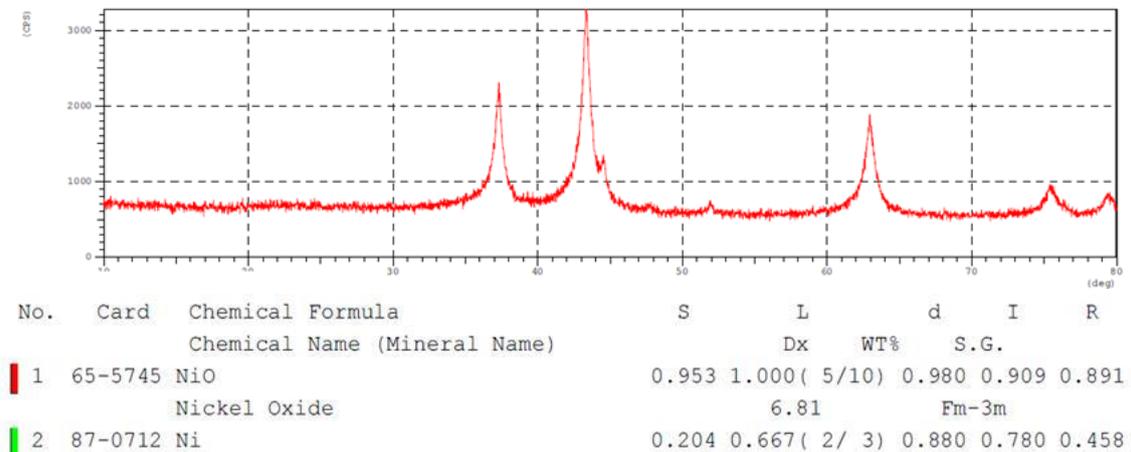
4.3 Identifikasi senyawa dengan x-ray diffraction (XRD)



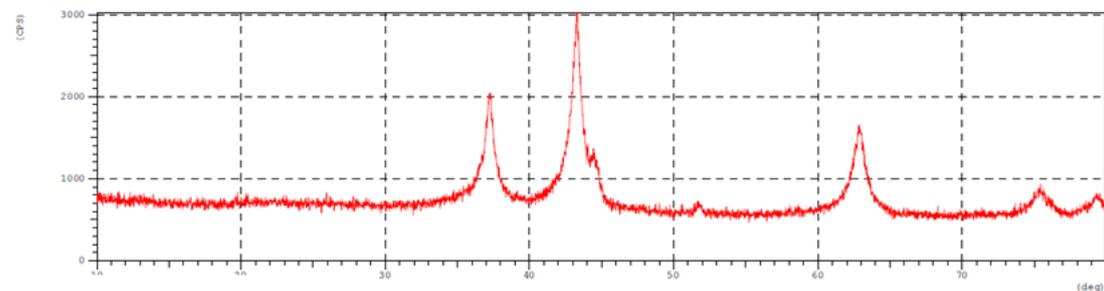
Gambar 21 Identifikasi Katalis Nikel



Gambar 22 Identifikasi Katalis Nikel Setelah Ultrasonik



Gambar 23 Identifikasi Katalis Nikel Furnace 300 C

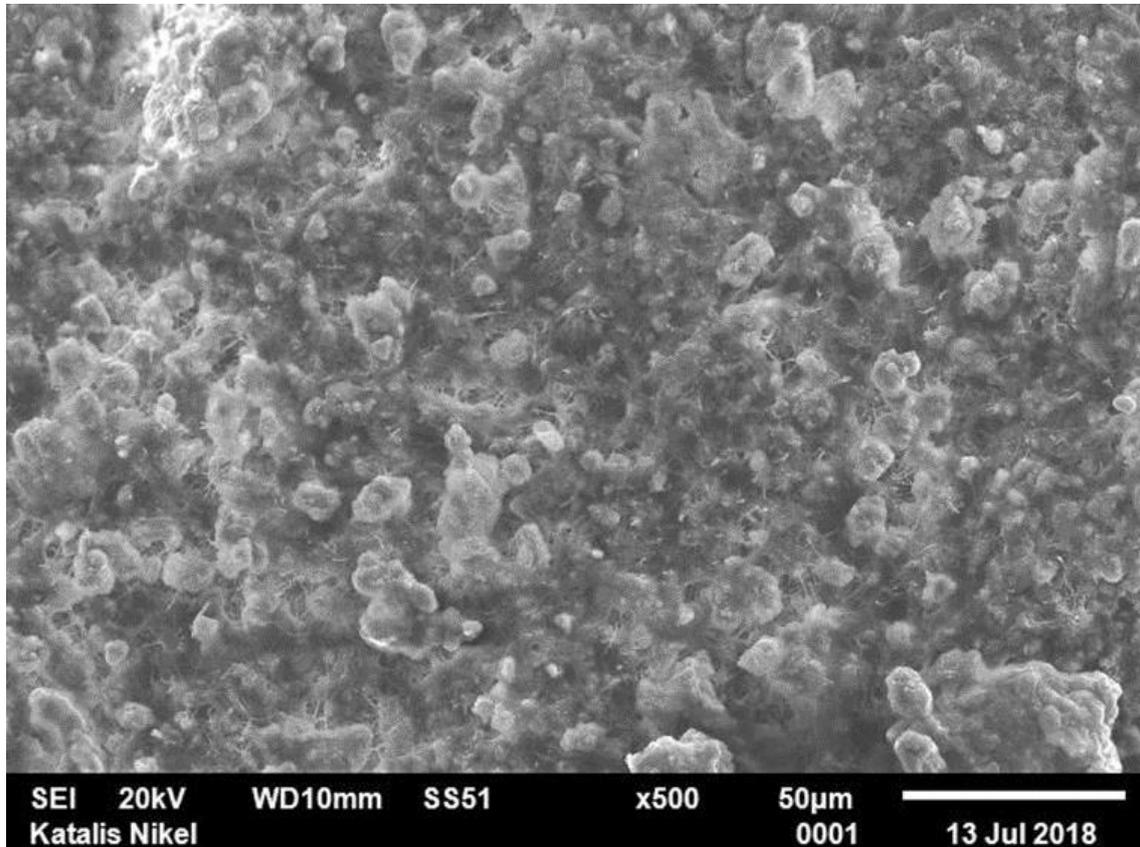


No.	Card	Chemical Formula	S	L	d	I	R
Chemical Name (Mineral Name)			Dx	WT%	S.G.		
1	73-1523	NiO	0.941	1.000 (5/ 5)	0.928	0.908	0.843
			6.79	Fm-3m			
2	65-0380	Ni	0.239	0.667 (2/ 7)	0.939	0.741	0.464
Nickel			8.83	Fm-3m			

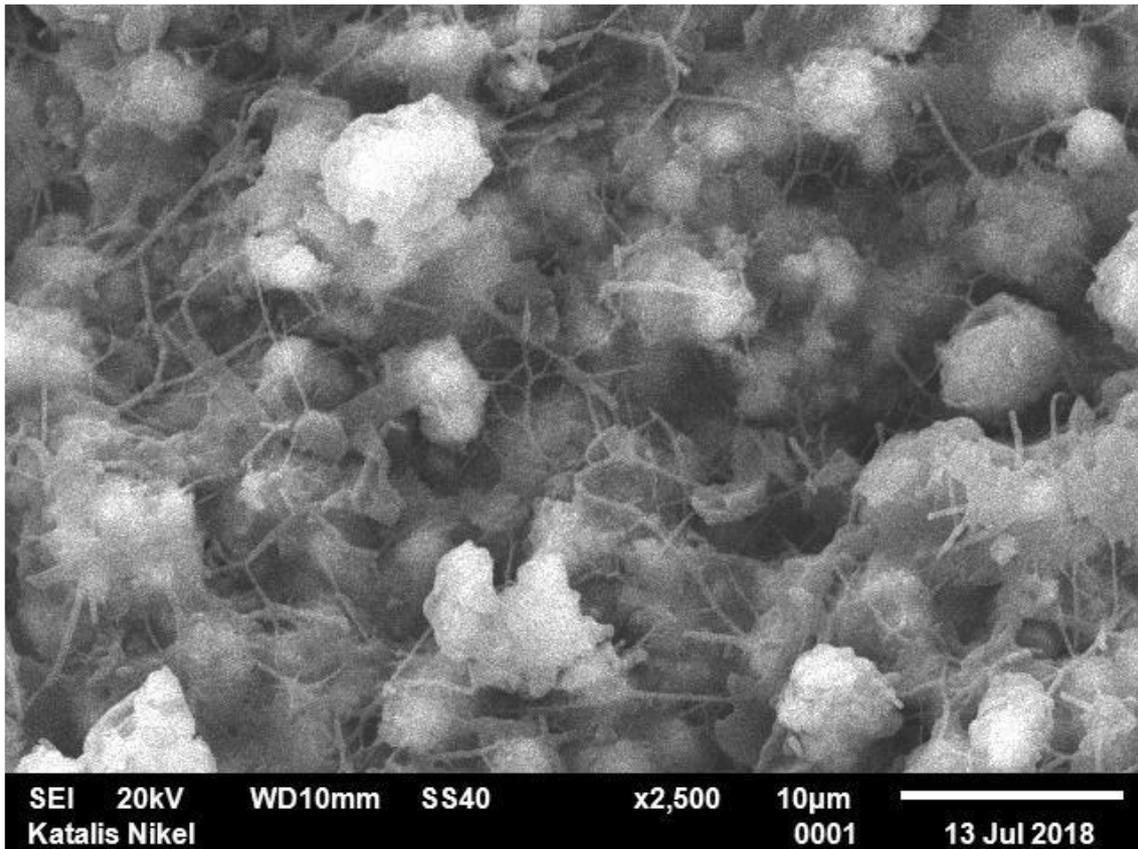
Gambar 24 Identifikasi Katalis Nikel Furnace 400 C

4.4 Identifikasi senyawa dengan scanning electron microscope (SEM)1

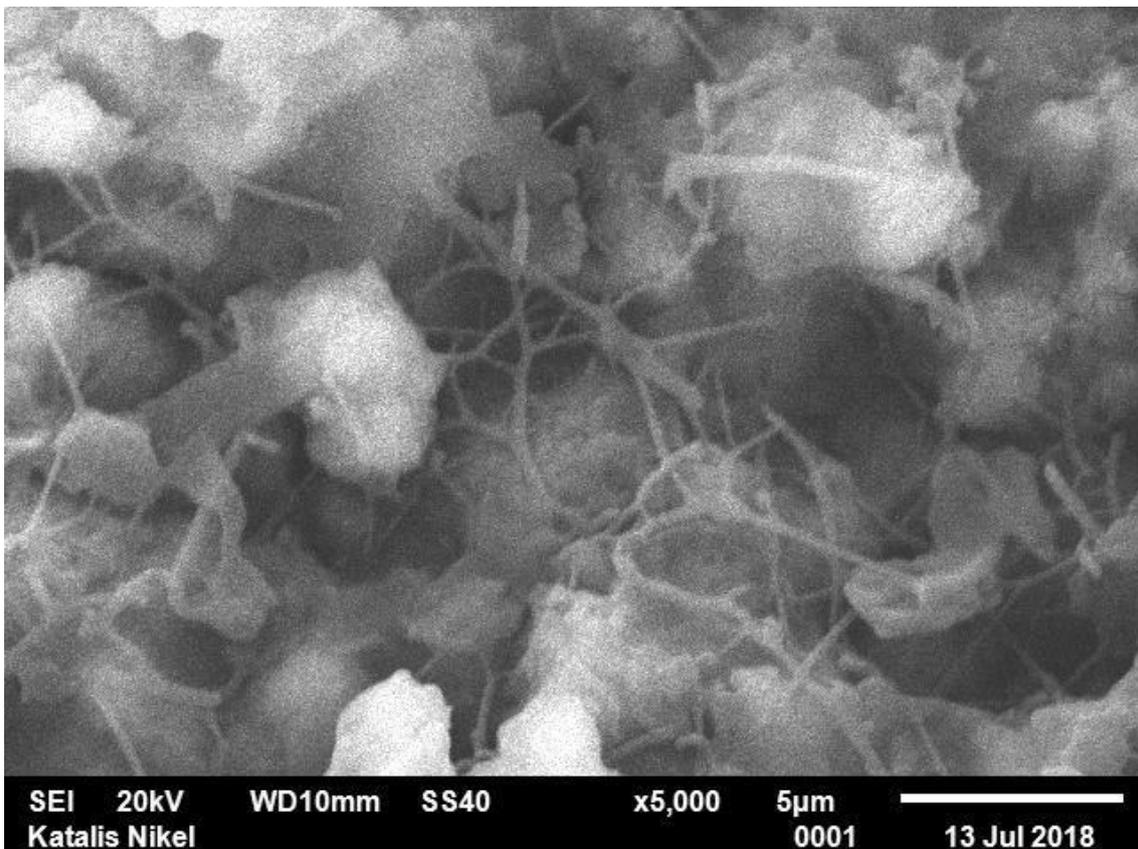
Limbah katalis nikel masih terdapat gugus eter sehingga kurang reaktif dan poisoning (pengotor) yang harus di kalsinasi dengan furnace.



Gambar 25 Limbah Katalis Nikel Sebelum Kalsinasi Pembesaran X500 SEM



Gambar 26 Limbah Katalis Nikel Sebelum Kalsinasi Pembesaran X2500 SEM



Gambar 27 Limbah Katalis Nikel Sebelum Kalsinasi Pembesaran X5000 SEM

4. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa karakteristik bilangan iodine value dari limbah katalis nikel dari RBDPO terbaik yaitu dengan kalsinasi 400°C dengan nilai konversi 20 % dengan penurunan bilangan iodine value 43 I₂/100gram. Hasil penelitian menunjukkan bahwa zat penotor fouling dan poisoning dapat dihilangkan sehingga dapat dimanfaatkan kembali. Untuk penelitian yang akan datang agar dilakukan dengan variabel yang berbeda dan lebih diaktifkan dengan solvent supaya lebih optimal..

Ucapan Terima Kasih

Terima kasih kepada reviewer dan tim IASSSF sudah mendukung proses penulisan artikel.

Kontribusi Penulis:

Semua penulis berkontribusi penuh atas penulisan artikel penelitian ini.

Pendanaan:

Penelitian ini tidak menerima pendanaan eksternal.

Pernyataan Dewan Kaji Etik:

Tidak berlaku

Pernyataan Persetujuan Atas Dasar Informasi:

Tidak berlaku

Pernyataan Ketersediaan Data:

Tidak berlaku

Konflik Kepentingan:

Para penulis menyatakan tidak ada konflik kepentingan.

Referensi

- Al-Mansi, N. M., & Monem, N. A. (2002). Recovery of nickel oxide from spent catalyst. *Waste management*, 22(1), 85-90. [https://doi.org/10.1016/S0956-053X\(01\)00024-1](https://doi.org/10.1016/S0956-053X(01)00024-1)
- Anam, C., Firdausi, K. S., & Sirojudin, S. (2007). Analisis gugus fungsi pada sampel uji, bensin dan spiritus menggunakan metode spektroskopi FTIR. *Berkala Fisika*, 10(1), 79-85. <http://eprints.undip.ac.id/1888/>
- AOAC. (2005). *Official Methods of Analysis*. 18th Edition AOAC International, Chapter 41, p.6-p.13. Gaithersburg, Maryland, USA. https://www.researchgate.net/publication/292783651_AOAC_2005
- AOCS. (1996). *Official and Tentative Methods*, 5th Edition American Oil Chemists' Society, Champaign, USA. <https://www.aocs.org/attain-lab-services/methods?SSO=True>
- Badan Pengawas Perdagangan Berjangka Komoditi (2014). *Analisis Harga CPO Pekan Keempat Juli 2014*. https://www.bappebti.go.id/resources/docs/info-komoditi_2014-08-11_09-47-29_Analisis_CPO-IV-Juli.pdf
- Basiron, Y., Jalani, B. S., & Chan, K. W. (2000). *Advances in oil palm research*. Malaysian Palm Oil Board, Ministry of Primary Industries, Malaysia. <https://nla.gov.au/nla.cat-vn276485>

- Berita Resmi Statistik Provinsi Sulawesi Selatan No. 61/10/73/Th. IX, 15 Oktober 2015
- Blicht, H.P and W. Grosch.1987. *Food Chemistry*. Springer. New York. Pp. 483-486
- Granados, M. L., Alba-Rubio, A. C., Vila, F., Alonso, D. M., & Mariscal, R. (2010). Surface chemical promotion of Ca oxide catalysts in biodiesel production reaction by the addition of monoglycerides, diglycerides and glycerol. *Journal of Catalysis*, 276(2), 229-236. <https://doi.org/10.1016/j.jcat.2010.09.016>
- Sujatno, A., Salam, R., Bandriyana, B., & Dimiyati, A. (2017, June). Studi scanning electron microscopy (SEM) untuk karakterisasi proses oksidasi paduan zirkonium. In *Jurnal Forum Nuklir* (Vol. 9, No. 1, pp. 44-50). <http://dx.doi.org/10.17146/jfn.2015.9.1.3563>

Biografi Penulis

MUHAMAD HENDRI HARDIKO, mahasiswa Progam Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Bhayangkara Jakarta Raya Bekasi.

- Email: -
- ORCID: -
- Web of Science ResearcherID: -
- Scopus Author ID: -
- Homepage: -

ANDI NURALIYAH, dosen Progam Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Bhayangkara Jakarta Raya Bekasi.

- Email: andi.nuraliyah@dsn.ubharajaya.ac.id
- ORCID: -
- Web of Science ResearcherID: -
- Scopus Author ID: -
- Homepage: -

MUHAMMAD RIDWAN, dosen Progam Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Bhayangkara Jakarta Raya Bekasi.

- Email: -
- ORCID: -
- Web of Science ResearcherID: -
- Scopus Author ID: -
- Homepage: -