



REPUBLIK INDONESIA  
KEMENTERIAN HUKUM DAN HAK ASASI MANUSIA

SERTIFIKAT PATEN

Menteri Hukum dan Hak Asasi Manusia atas nama Negara Republik Indonesia berdasarkan Undang-Undang Nomor 14 Tahun 2001 tentang Paten, memberikan Paten kepada:

Nama dan Alamat Pemegang Paten : LEMBAGA PENELITIAN UNIVERSITAS SRIWIJAYA  
Jl. Raya Palembang-Prabumulih Km 32,  
Inderalaya, Ogan Ilir  
Palembang 30662  
INDONESIA

Untuk Invensi dengan Judul : METODE PEMBUATAN KATALIS Ni/Mo- MONMORILONIT  
TERPILAR TiO<sub>2</sub>

Inventor : Hasanudin, S.Si., M.Si  
Dr. rer. nat. Karna Wijaya, M. Eng  
Addy Rachmat, S.Si., M.Si

Tanggal Penerimaan : 18 Desember 2008

Nomor Paten : IDP000035113

Tanggal Pemberian : 05 Desember 2013

Perlindungan Paten untuk invensi tersebut diberikan untuk selama 20 tahun terhitung sejak Tanggal Penerimaan (Pasal 8).

Sertifikat Paten ini dilampiri dengan deskripsi, klaim, abstrak dan gambar (jika ada) dari invensi yang tidak terpisahkan dari sertifikat ini.

a.n. MENTERI HUKUM DAN HAK ASASI MANUSIA  
REPUBLIK INDONESIA  
DIREKTUR JENDERAL HAK KEKAYAAN INTELEKTUAL

u.b.

Direktur Paten

Corrie Naryati, S.H.  
NIP. 195501231984032001

2012-03- 000000093

## Deskripsi

### **METODE PEMBUATAN KATALIS Ni/Mo-MONMORILONIT TERPILAR TiO<sub>2</sub>**

#### **Bidang Teknik Invensi**

5           Invensi ini berhubungan dengan proses pembuatan katalis Ni/Mo-Monmorilonit terpilar TiO<sub>2</sub>, lebih rinci lagi invensi ini berkaitan dengan metode pembuatan katalis Ni/Mo-Monmorilonit terpilar TiO<sub>2</sub> untuk mengkatalisis proses pembuatan bahan bakar bensin dari crude oil batubara.

#### **10 Latar Belakang Invensi**

          Pengolahan crude oil batubara diproses melalui dua Langkah sekaligus yaitu proses perengkahan (Cracking) dan hidrogenasi atau sering disebut hydrocracking untuk menjadi bahan bakar minyak yang berkualitas. Hydrocracking crude oil ini melalui hidrodekomposisi  
15 termal katalitik yang dapat merubah hidrokarbon rantai panjang menjadi fraksi minyak dengan rantai hidrokarbon yang lebih pendek dan sangat berpotensi sebagai bahan bakar minyak. Proses ini menggunakan katalis yang mempunyai peran rangkap yaitu komponen logam berperan sebagai katalisator hidrogenasi dan komponen asam  
20 berperan sebagai katalisator perengkahan.

          Pemilihan katalis untuk mengkatalisis reaksi hidrogenasi haruslah bisa menyediakan tempat terjadinya ikatan antara katalis dan reaktan. Persyaratan tersebut harus dimiliki oleh katalis dengan menyediakan orbital kosong atau belum penuh untuk  
25 terjadinya ikatan tersebut. Kebanyakan katalis yang dimaksud merupakan penyedia orbital d, karena itu pada proses hidrogenasi katalis yang sering digunakan diantaranya adalah jenis logam transisi. Logam transisi mempunyai kemampuan adsorpsi yang besar karena memiliki elektron tidak berpasangan pada orbital d.  
30 keberadaan elektron yang tidak berpasangan pada orbital d dan



adanya elektron pada orbital s akan menjadikan kerapatan electron yang lebih besar pada keadaan terdegenerasi. Situs yang keadaan elektroniknya terdegenerasi mempunyai tingkat kereaktifan dalam reaksi pemutusan dan pembentukan Kembali ikatan kimia. Alasan ini  
5 menyebabkan beberapa logam transisi makin bersifat reaktif sebagai katalisator reaksi hidrogenasi. Logam transisi yang biasa digunakan sebagai katalis diantaranya yaitu Pt, Pd, Co, Ni, Mo, dan lain-lain. Logam Pt dan Pd umumnya menunjukkan hasil yang cukup baik sebagai katalis hidrogenasi, tetapi harganya cukup mahal.  
10 Sementara logam Ni cukup baik digunakan sebagai katalis hydrocracking campuran tir batubara (Hasanudin, 2004, Seminar Nasional Kimia, UNILA, Lampung) dan hydrocracking campuran tir batubara dan ban karet bekas (Rachmat, A, 2005 Semirata BKS MIPA-XVIII, UNJA, Jambi). Logam Ni juga dapat menghidrocracking  
15 senyawa-senyawa hidrokarbon dengan menggunakan padatan pendukung  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO, dan ZSM-5 (Akmedov, V. M., 1999, Applied catalysis, 181, 51-61). Logam transisi seperti Ni dan Mo memiliki prospek untuk digunakan sebagai katalisator reaksi hidrogenasi. Penggunaan logam untuk katalis Ni dan Mo secara bersamaan yang diemban pada  
20 zeolit dapat digunakan sebagai katalis untuk hidrotreatment hidrokarbon (Li, D., 1999, Journal of Catalysis, 182, 339-348).

Katalis yang sering digunakan untuk perengkahan (cracking) adalah alumina, silika-alumina, zeolit, dan lempung. Pembuatan katalis cracking dengan berbahan dasar zeolite sintetik telah  
25 dilakukan, diantaranya invensi dalam Paten US No. 5, 286, 370 tentang pembuatan katalis cracking dari bahan-bahan zeolit sintetik, yaitu ZSM-5, ZSM-11, ZSM-12, ZSM-23, ZSM-35, ZSM-48, dan ZSM-57.

Sementara itu, monmorilonit yang merupakan jenis lempung alam  
30 memiliki keunggulan bila digunakan sebagai padatan pendukung katalis. Keunggulan dari monmorilonit ini adalah struktur berlapisnya bisa diatur untuk meningkatkan porositasnya dengan teknik pilarisasi. Lempung terpillar merupakan turunan dari monmorilonit yang kation-kationnya telah ditukarkan oleh kation-



kation yang berukuran besar dan kation-kation tersebut berfungsi sebagai pilar atau tiang yang menyangga antarlapis montmorillonit. Pilarisasi montmorillonit dapat dilakukan dengan cara menginterkalasikan berbagai oligokation ke dalam antarlapis  
5 montmorillonit. Setelah interkalasi berlangsung dengan baik, lempung terinterkalasi oligokation dikalsinasi pada temperatur tertentu sehingga terbentuk oksida logam yang berfungsi sebagai tiang/pilar antarlapis lempung. Kalsinasi juga menyebabkan dibebaskannya proton ke dalam *gallery* lempung sehingga kenetralan  
10 muatan lempung masih tetap terjaga. Invensi dalam paten US No. 5,059,568 juga telah diterangkan tentang pemiliran lempung jenis smektit dengan menggunakan logam Al, Fe, Cr, La, Zr, dan Ce dengan tujuan untuk meningkatkan jarak antarlapis dari lempung. Wijaya (P00200400018) telah melakukan pilarisasi montmorilonit dengan  
15 menggunakan  $TiO_2$ , tetapi montmorilonit terpilar yang dihasilkan untuk fotokatalis. Kelemahan dari P00200400018 tidak bisa digunakan untuk mengkatalisis pembuatan bahan bakar bensin dari crude oil batubara. Inventor telah menemukan bahwa dengan penambahan logam Ni dan Mo ke dalam monmorilonit terpilar  $TiO_2$   
20 melalui proses impregnasi, oksidasi, dan reduksi mampu menghasilkan material katalis yang dapat digunakan untuk mengkatalisis pembuatan bahan bakar bensin dari crude oil batubara.

Reaksi pilarisasi ini akan menghasilkan suatu lempung terpilar dengan tinggi pilar tertentu, ketahanan termal, keasamaan,  
25 porositas, dan luas area tertentu yang sangat berguna dalam reaksi katalitik. Lempung monmorilonit terpilar juga memiliki stabilitas termal yang cukup tinggi yang jauh melebihi lempung tak terpilar. Lempung terpilar oksida logam umumnya relatif lebih stabil terhadap pengaruh panas daripada lempung yang tidak terpilar  
30 sehingga material ini dapat digunakan untuk reaksi-reaksi katalitik yang berlangsung pada temperatur tinggi. Selain itu, lempung terpilar oksida logam umumnya memiliki luas permukaan spesifik, volume total pori, dan keasaman permukaan relatif lebih tinggi daripada lempung yang tidak terpilar sehingga mempunyai

kemampuan katalitik relatif lebih baik daripada lempung yang belum terpillar.

Permukaan lempung terpillar mengandung gugus asam yang dapat memberikan sifat keasaman katalis yaitu asam Bronsted dan asam Lewis. Sifat keasaman permukaan inilah yang dapat dimanfaatkan sebagai katalis perengkahan. Kinerja lempung monmorilonit terpillar dapat meningkat jika disisipkan logam katalis pada lempung tersebut. Penyisipan logam pada lempung dapat memberikan efek dalam peningkatan aktivitas katalis secara keseluruhan karena peran logam-lempung yang akhirnya memiliki fungsi ganda yaitu logam berperan sebagai katalisator reaksi hidrogenasi, sementara itu lempung yang mempunyai sisi aktif asam berfungsi sebagai katalis perengkahan dan katalis sejenis ini disebut sebagai katalis bifungsional.

#### 15 **Uraian Singkat Invensi**

Tujuan dari invensi sekarang adalah untuk memberikan suatu metode pembuatan katalis Ni/Mo-Monmorilonit Terpillar  $TiO_2$  yang dapat digunakan untuk mengkatalisis reaksi hidrocracking crude oil batubara untuk menghasilkan bahan bakar fraksi bensin.

20 Metode pembuatan katalis Ni/Mo-Monmorilonit Terpillar  $TiO_2$  yang dapat digunakan untuk katalis hidrocracking crude oil batubara untuk menghasilkan bahan bakar fraksi bensin meliputi langkah-langkah, pembuatan Na-monmorilonit dari monmorilonit alam; pilarisasi monmorilonit dengan agen pemilar kompleks titanium 25 untuk menghasilkan monmorilonit terpillar  $TiO_2$ ; interkalasi Ni dan Mo pada monmorilonit terpillar  $TiO_2$ ; oksidasi Ni dan Mo teremban pada monmorilonit terpillar  $TiO_2$ ; reduksi Ni dan Mo pada monmorilonit terpillar  $TiO_2$ .

#### **Uraian Lengkap Invensi**

30 Lempung monmorilonit yang digunakan adalah lempung monmorilonit alam dihaluskan dan kemudian dilakukan pengayakan menggunakan ayakan berukuran 250 mesh. Lempung monmorilonit yang

sudah halus dicuci dengan air demineral, disaring, dan dikeringkan menggunakan oven selama 24 jam. Lempung sebanyak 100 g dilakukan perendaman dalam 1 L NaCl 1 M selama lebih kurang 24 jam, dan dilanjutkan dengan penjuanan dengan 1 L NaCl diaduk secara teratur selama 24 jam, dan kemudian dicuci air demin. Pencucian dilakukan untuk menghilangkan dan membersihkan katalis dari ion klorida. Pencucian terus dilakukan dilakukan sampai air bekas cucian yang diperoleh menjadi jernih dan menunjukkan uji negatif terhadap larutan  $\text{AgNO}_3$ . Produk yang diperoleh disebut Na-Monmorilonit.

10 Lempung 100 g Na-monmorilonit didispersikan dalam 100 ml air bebas demin dan diaduk selama lebih kurang 5 jam. Ke dalam lempung Na-monmorilonit yang telah terdispersi ke dalam air demin dituangkan secara perlahan dan sedikit demi sedikit larutan kompleks Titan hingga diperoleh perbandingan sekitar 15%. Hasil interkalasi kemudian dipisahkan menggunakan penyaring vakum  
15 kemudian dicuci hingga filtratnya terbebas dari ion klorida. Lempung monmorilonit yang telah terinterkalasi kompleks titan dioven dengan kisaran suhu  $110-120^\circ\text{C}$  selama 24 jam. Sampel yang telah kering kemudian digerus sampai halus kemudian diayak menggunakan pengayak ukuran 250 mesh. Hasil ayakan dipanaskan pada  
20 temperatur  $350^\circ\text{C}$  selama 12 jam, hasil ini disebut monmorilonit terpilar  $\text{TiO}_2$ .

Monmorilonit terpilar  $\text{TiO}_2$  kemudian direndam dalam 1 L larutan  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$  dan  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}$  dengan perbandingan mol Ni dan Mo sebesar  
25 2:3 selama 24 jam lalu dikeringkan. Setelah itu. Monmorilonit terpilar  $\text{TiO}_2$  yang mengandung Ni dan Mo tersebut panaskan secara bertahap dimulai dari temperatur  $130^\circ\text{C}$  selama 8 jam dan kemudian pada temperatur  $350^\circ\text{C}$  selama 24 jam. Kemudian dilanjutkan dengan oksidasi, dengan cara mengalirkan gas oksigen ke dalam proses  
30 tersebut pada laju alir 1 mL/detik pada temperatur  $350^\circ\text{C}$  selama 2 jam. Kemudian untuk mendapatkan katalis Ni/Mo-Monmorilonit terpilar  $\text{TiO}_2$ , hasil oksidasi dilanjutkan dengan reduksi dengan cara mengalirkan gas hidrogen ke dalam proses tersebut dengan laju alir 1 mL/detik pada temperatur  $350^\circ\text{C}$  selama 2 jam. Hasil reduksi



ini merupakan katalis Ni/Mo-Monmorilonit terpilar  $\text{TiO}_2$ , dengan spesifikasi sebagai berikut:

Karakter	Satuan	Nilai	
		a	b
Luas permukaan spesifik	( $\text{m}^2/\text{g}$ )	143,5	71,4
Volume pori	( $10^{-3} \text{ mL/g}$ )	113,9	65,5
Rata-rata jari-jari pori	( $\text{Å}$ )	11,07	18,4
Ketahanan termal	( $^{\circ}\text{C}$ )	-	600
Keasaman total	( $\text{mmol NH}_3/\text{g}$ )	-	62,3

a. Sebagai prior art

5 b. Invensi

Penggunaan Hidrocracking katalis Ni/Mo-Monmorilonit terpilar  $\text{TiO}_2$ , untuk hidrocracking crude oil batubara pada temperatur  $400^{\circ}\text{C}$  dan laju alir gas hydrogen 2 mL/detik dapat menghasilkan produk dengan kadar minyak fraksi bensin sebesar 55%.

**Klaim**

1. Metode pembuatan katalis Ni/Mo-Monmorilonit terpilar  $\text{TiO}_2$  yang meliputi langkah-langkah:
  - a) membuat Na-monmorilonit dari monmorilonit alam;
  - 5 b) melakukan pilarisasi monmorilonit dengan agen pemilar kompleks titanium yang dilanjutkan kalsinasi dengan kondisi temperatur  $350^\circ\text{C}$  selama 12 jam untuk menghasilkan monmorilonit terpilar  $\text{TiO}_2$ ;
  - c) mengimpregnasi Ni dan Mo pada monmorilonit terpilar  $\text{TiO}_2$ ;
  - 10 d) mengoksidasi hasil point 1.c dengan gas oksigen pada kondisi temperatur  $350^\circ\text{C}$  selama 2 jam Ni dan Mo teremban pada monmorilonit terpilar  $\text{TiO}_2$ ;
  - e) mereduksi hasil point 1.d dengan gas hidrogen pada kisaran temperatur  $350^\circ\text{C}$  selama 2 jam Ni dan Mo pada monmorilonit terpilar  $\text{TiO}_2$ .
  - 15
2. Penggunaan yang sesuai dengan klaim 1 untuk menghasilkan bahan bakar minyak dari crude oil batubara dengan dengan kadar bensin sebesar 55%.

20

25





**Abstrak****METODE PEMBUATAN KATALIS Ni/Mo-MONMORILONIT TERPILAR TiO<sub>2</sub>**

Invensi ini berhubungan dengan metode pembuatan katalis Ni/Mo-Monmorilonit terpilar TiO<sub>2</sub>, lebih rinci lagi invensi ini berkenaan dengan teknik pembuatan katalis Ni/Mo-Monmorilonit terpilar TiO<sub>2</sub>, untuk mengkatalisis proses pembuatan bahan bakar bensin dari *crude oil* batubara yang meliputi langkah-langkah sebagai berikut; metode pembuatan katalis Ni/Mo-Monmorilonit terpilar TiO<sub>2</sub> yang meliputi langkah-langkah, pembuatan Na-Monmorilonit dari monmorilonit alam, pilarisasi monmorilonit dengan agen pemilar kompleks titanium untuk menghasilkan monmorilonit terpilar TiO<sub>2</sub>, interkalasi Ni dan Mo pada monmorilonit terpilar TiO<sub>2</sub>, oksidasi Ni dan Mo teremban pada monmorilonit terpilar TiO<sub>2</sub> dan reduksi Ni dan Mo pada monmorilonit terpilar TiO<sub>2</sub>. Penggunaan katalis Ni/Mo-Monmorilonit terpilar TiO<sub>2</sub> yang dibuat dengan metode di atas untuk menghasilkan bahan bakar minyak dari *crude oil* batubara dengan dengan kadar bensin sebesar 55%.

