



PROSIDING

SEMINAR NASIONAL KIMIA DAN PENDIDIKAN KIMIA III

"Teori dan Aplikasi Sains dalam Isu Globalisasi Lingkungan, Profesionalisasi Pembelajaran dan Kewirausahaan"

Program Studi Pendidikan Kimia Jurusan PMIPA FKIP UNS

Surakarta, 7 Mei 2011



MAKALAH PENDAMPING

KIMIA FISIKA
(Kode : C-06)

ISBN : 978-979-1533-85-0

PREPARASI, KARAKTERISASI, DAN UJI PERFORMA KATALIS Ni/ZEOLIT DALAM PROSES CATALYTIC CRACKING MINYAK SAWIT MENJADI BIOFUEL

Sri Kadarwati^{1,*} dan Sri Wahyuni¹

¹ Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Negeri Semarang, Semarang, Indonesia

* Keperluan korespondensi, tel/fax : 024-8508035, email: sri_kadarwati@yahoo.co.id

Abstrak

Telah dilakukan konversi minyak sawit menjadi biofuel dengan katalis Ni/Zeolit dalam kolom reaktor sistem flow-fixed bed. Katalis dipreparasi melalui teknik modifikasi zeolit alam dengan perlakuan asam yang dilanjutkan dengan perlakuan kalsinasi dan oksidasi pada temperatur 400°C. Proses dilanjutkan dengan proses hidrotermal selama 5 jam dan impregnasi logam nikel dari garam hidrat $Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$. Katalis yang diperoleh dikarakterisasi untuk menentukan kandungan kation (Na, Ca, dan Fe) dengan AAS, keasaman katalis dengan metode gravimetri, rasio Si/Al dengan AAS, kristalinitas zeolit dengan XRD, dan luas permukaan spesifik dan jejari pori dengan menggunakan "surface area analyzer NOVA 1000. Hasil penelitian pada tahap preparasi katalis menunjukkan hasil bahwa perlakuan asam mengakibatkan dealkalinisasi dan dealuminasi. Pada proses kalsinasi dan oksidasi mengakibatkan peningkatan luas permukaan katalis dan volume total pori serta membersihkan pori-pori katalis. Hasil analisis dengan XRD menunjukkan bahwa perlakuan asam, kalsinasi, oksidasi dan impregnasi logam Ni tidak menyebabkan kerusakan kristal zeolit sebagai katalis. Hasil uji coba reaktor fixed bed menunjukkan hasil bahwa proses pada temperatur 450°C dengan katalis Ni-2/H5-NZA menunjukkan hasil kromatogram yang relatif baik.

Kata Kunci: *catalytic cracking; minyak sawit; biofuel; Ni/zeolit*

PENDAHULUAN

Minyak bumi merupakan sumber bahan bakar yang tidak dapat diperbaharui dalam waktu yang cepat. Penggunaan bahan bakar yang berasal dari minyak bumi (*fossil fuel*) akan mengakibatkan polusi udara seperti dihasilkannya SO_x , NO_x , Pb, CO dan partikulat yang lain yang dapat mengganggu kesehatan dan lingkungan, disamping itu eksplorasi minyak bumi secara terus menerus akan menyebabkan cadangan minyak dalam bumi akan semakin menipis. Krisis sumber bahan bakar minyak bumi hingga saat ini sudah menjadi isu di seluruh dunia. Sehingga para peneliti mencoba untuk mendapatkan sumber bahan bakar baru yang dapat diperbaharui dalam waktu yang relatif cepat dan bersifat ramah terhadap lingkungan.

Indonesia merupakan negara yang sangat kaya akan sumber alam baik migas maupun non migas. Sebagian besar devisa negara dihasilkan dari sektor migas, khususnya minyak bumi. Eksplorasi yang terus menerus mengakibatkan cadangan minyak bumi semakin menipis karena bahan tambang tersebut bersifat tidak dapat diperbaharui dengan cepat. Beberapa fraksi minyak bumi yang banyak dikonsumsi oleh manusia adalah bensin, minyak tanah dan solar sebagai bahan bakar.

Bahan bakar yang berasal dari minyak bumi disebut sebagai bahan bakar fosil (*fossil fuel*) dan bersifat *unrenewable*. Sehingga masyarakat dunia, termasuk Indonesia berusaha untuk melakukan eksplorasi sumber bahan bakar baru yang bersifat *renewable*, tidak banyak atau tidak menghasilkan

polutan (seperti SO_x, NO_x, Pb, dan lain-lain), murah, *biodegradable* dan ramah lingkungan.

Sementara itu Indonesia merupakan salah satu negara penghasil minyak sawit terbesar di dunia disamping Malaysia, Papua New Guini dan Nigeria. Minyak sawit banyak digunakan sebagai minyak goreng, meskipun di Indonesia dalam jumlah yang cukup banyak minyak sawit diekspor ke luar negeri seperti negara China, meskipun mendapatkan larangan dari pihak pemerintah. Lahan untuk menanam kelapa sawit pun masih sangat terbuka lebar.

Indonesia merupakan negara yang kaya akan deposit zeolit alam. Banyaknya mineral zeolit di Indonesia disebabkan karena sebagian besar wilayah Indonesia terdiri dari batuan gunung berapi. Pemanfaatan zeolit sebagai pengemban atau bahan pendukung logam aktif dalam pembuatan katalis logam/pengemban perlu diperhatikan sifat-sifat zeolit alam itu sendiri seperti: keasaman zeolit, luas permukaan yang tinggi, struktur yang berpori. Sifat-sifat tersebut sangat penting dalam penggunaan zeolit alam sebagai pengemban logam aktif pada preparasi katalis.

Penelitian tentang bahan bakar hingga saat ini kebanyakan mengarah pada *biodiesel* dan budi daya tanaman jarak. Akan tetapi penelitian baik dari dalam negeri maupun diluar negeri belum menyentuh tentang *biogasoline*, di mana bahan bakar tersebut dapat digunakan untuk mensubstitusi bahan premium atau premix, mengingat banyaknya kendaraan berbahan bakar bensin (*gasoline*).

Katalis dengan pori pada daerah mesopori, rasio Si/Al yang tinggi, luas permukaan yang tinggi akan sangat efektif dalam reaksi pemutusan rantai karbon yang panjang dalam minyak sawit untuk menghasilkan senyawa bahan bakar fraksi *diesel* bahkan hingga fraksi *gasoline* [1]. Pengembangan penelitian di Indonesia untuk mendapatkan

biogasoline relatif belum mendapatkan perhatian dari para peneliti.

Mengingat jumlah kendaraan yang berbahan bakar *gasoline* (bensin) cukup banyak sehingga sangat perlu untuk dilakukan penelitian untuk mendapat *biogasoline*. Konversi katalitik minyak sawit menggunakan katalis komposit zeolit mikro-meso pori dalam reaktor sistem *fixed bed* yang dioperasikan pada temperatur 450°C dihasilkan produk *gasoline* 48 % (w/w) dari 99% berat minyak sawit terkonversi [2]. Perengkahan katalitik (*catalytic cracking*) minyak sawit menggunakan reaktor *fixed bed* dan katalis HZSM-5 pada temperatur 400°C dihasilkan senyawa hidrokarbon dalam fraksi *gasoline* mencapai 40-70% [3]. Konversi minyak sawit dengan katalis HZSM-5 utamanya pada reaksi perengkahan (*cracking*) dan deoksigenasi.

Perengkahan secara termal (pirolisis) terhadap minyak sayur (*vegetable oils*), minyak hewani (*animal fat*), asam lemak alami dan metil ester dari asam lemak pada temperatur tinggi akan dihasilkan senyawa hidrokarbon fraksi ringan (*light hydrocarbon*) [4]. Hidrokarbon fraksi ringan yang dimaksud adalah bahan bakar *biogasoline* dalam persentase yang lebih besar dibandingkan persentase *biodiesel*.

Minyak sawit memiliki kandungan utama adalah asam palmitat (16:0) dan asam oleat (18:1). Metil ester dari minyak sawit dapat dimanfaatkan sebagai alternatif bahan bakar mesin kendaraan yang bersih (*clean fuel engine*) [5]. Perengkahan secara termal (pirolisis) dari metil ester minyak sawit tersebut akan dihasilkan senyawa hidrokarbon.

Konversi minyak sawit menggunakan katalis HZSM-5 sama baiknya menggunakan katalis zeolit β dan katalis zeolit Y (USY) [3]. Konversi tersebut dapat mencapai 99% dan dihasilkan senyawa fraksi *gasoline* mencapai 28 % berat. Hasil penelitian tersebut menyimpulkan bahwa katalis

zeolit tipe HZSM-5 adalah katalis paling baik untuk mengkonversi minyak sawit untuk menghasilkan senyawa fraksi *gasoline* dan selektif untuk senyawa aromatik serta sedikit diperoleh endapan kokas.

Proses perengkahan katalitik minyak sawit dengan menggunakan katalis jenis MCM-41 dan reaktor sistem *fixed bed* yang dioperasikan pada temperatur 450°C dihasilkan senyawa hidrokarbon cair linear (rantai lurus) [1]. Produk *gasoline* akan meningkat dengan menurunnya produk *biodiesel* pada konversi minyak sawit.

Berdasarkan uraian di atas, maka penelitian yang mengarah pada eksplorasi bahan bakar *biogasoline* (bio-bensin) menjadi sangat *penting* dan mempunyai keunikan tersendiri. Biogasoline yang mempunyai sifat murah, *biodegradable*, *renewable*, ramah lingkungan, tidak (banyak) menghasilkan polutan seperti SO_x, NO_x, Pb, jelaga, dan lain-lain. Penelitian didasarkan pada penggunaan katalis yang berbasis pada pemanfaatan zeolit alam yang banyak dijumpai di Indonesia sehingga menjadi material "cerdas" yang dapat digunakan sebagai katalis dalam proses konversi katalitik minyak sawit menjadi biogasoline. Untuk itu, tujuan khusus dari penelitian untuk tahun pertama (tahun I) adalah membuat beberapa jenis katalis. Selanjutnya katalis-katalis tersebut dikarakterisasi terhadap kandungan kation, keasaman, rasio Si/Al dan luas permukaan spesifik katalis.

PROSEDUR PERCOBAAN

Preparasi Sampel Minyak Sawit

Sampel minyak sawit sebelum diproses direaksikan dengan natrium metoksida terlebih dahulu sehingga diperoleh metil ester minyak sawit. Natrium metoksida diperoleh dari reaksi antara NaOH dengan metanol.

Preparasi Katalis Ni/zeolit

Preparasi katalis NZ

Zeolit alam dari Wonosari, Yogyakarta direndam dalam akuades sambil diaduk selama satu jam pada temperatur kamar, kemudian disaring. Endapan yang bersih dikeringkan dalam oven pada temperatur 100°C selama 3 jam. Kemudian dihaluskan dengan cara digerus lalu disaring dengan saringan lolos 100 mesh.

Sampel NZ kemudian dikalsinasi dengan cara dialiri gas nitrogen pada temperatur 500°C selama 4 jam, kemudian dioksidasi dengan oksigen pada temperatur 400°C selama 2 jam, sehingga diperoleh katalis NZ.

Pembuatan katalis NZA

Sampel ZA yang telah dibersihkan, kemudian digerus hingga lolos 100 mesh. Zeolit direndam dalam larutan HF 1% dengan perbandingan volume 1:2 dalam wadah plastik, selama 10 menit pada temperatur kamar. Kemudian disaring dan dicuci berulang-ulang dengan akuades sampai pH = 6. Kemudian dilanjutkan dengan perlakuan dengan HCl 6M.

Katalis NZ kemudian direfluks dengan menggunakan HCl 6M selama 30 menit pada temperatur 90°C sambil diaduk dengan pengaduk magnet. Setelah itu dilanjutkan dengan penyaringan dan pencucian dengan akuades hingga pH sama dengan 6. Kemudian dikeringkan dan dihaluskan sehingga diperoleh katalis NZA.

Pembuatan katalis H5-NZA

Katalis NZA kemudian dikeringkan dengan Vacuum Drying Oven dengan tekanan 20 cmHg selama 3 jam temperatur 130°C. Proses selanjutnya adalah perlakuan NH₄Cl 1M, yaitu katalis NZA dan NH₄Cl 1 M dipanaskan pada temperatur 90°C selama 3 jam setiap hari dan dilakukan dengan diulang-ulang setiap hari selama satu minggu dan digojog setiap satu jam selama pemanasan. Setelah selesai, zeolit disaring dan dicuci dengan akuades hingga pH = 6, dikeringkan dalam oven pada temperatur 130°C.

Setelah dingin NZA tersebut dihaluskan dan diletakkan dalam cawan porselin dan dikalsinasi selama 4 jam, temperatur 500°C dalam *Muffle Furnace* (kalsinasi tanpa gas nitrogen). Sampel didinginkan dan dilanjutkan dengan proses hidrotermal selama 5 jam, temperatur 500°C. Hasil didinginkan dan dilanjutkan dengan proses kalsinasi dengan gas nitrogen, selama 3 jam pada temperatur 500°C, didinginkan dan dilanjutkan dengan oksidasi dengan gas oksigen, selama 2 jam pada temperatur 400°C. Selanjutnya didinginkan dan diperoleh katalis H5-NZA.

Pembuatan katalis Ni-Zeolit (Ni/H5-NZA)

Pembuatan katalis Ni-Zeolit dengan cara pengembunan logam Ni pada katalis H5-NZA melalui proses pertukaran ion, yaitu dengan cara merendam katalis H5-NZA ke dalam larutan $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ pada temperatur 90°C selama 3 jam. Tabel 1 menyajikan perbandingan berat zeolit dan berat $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang diembankan.

Setelah selesai, sampel katalis yang diperoleh disaring dan dicuci dengan air (H_2O) hingga air cucuannya bening. Kemudian katalis dikeringkan pada temperatur 130°C 3 jam, kemudian dihaluskan. Selanjutnya dilakukan proses kalsinasi dengan gas nitrogen pada temperatur 500°C selama 3 jam.

Pada proses kalsinasi, sampel katalis ditempatkan dalam reaktor aktivasi kemudian dipanaskan pelan-pelan hingga temperatur 500°C sambil dialiri gas nitrogen dengan kecepatan ± 5 mL/detik. Setelah temperatur mencapai 500°C, dipertahankan selama 3 jam, kemudian didinginkan dan dilanjutkan dengan proses oksidasi dengan cara mengalirkan gas oksigen dengan kecepatan ± 5 mL/detik, temperatur 500°C selama 2 jam kemudian didinginkan dan diperoleh katalis Ni/H5-NZA.

Karakterisasi Katalis

Karakterisasi katalis meliputi penentuan kandungan kation (Fe, Na, Ca), penentuan

keasaman sampel (katalis), penentuan luas permukaan spesifik dan jari-jari pori, serta penentuan rasio Si/Al.

Uji Coba Reaktor *Flow-Fixed Bed*

Sebanyak 25 gram katalis (dalam bentuk granular) ditempatkan dalam kolom reaktor kemudian dipanaskan hingga temperatur 450°C. Selanjutnya gas hidrogen sebagai “gas pembawa” dialirkan melalui evaporator yang telah diisi umpan MEPO (methyl ester palm oil). Kolom evaporator dipanaskan sehingga uap MEPO bersama gas hidrogen mengalir melalui reaktor yang telah ditempatkan katalis pada suhu 450°C. Diharapkan dalam kolom reaktor terjadi reaksi katalitik dan produk yang dihasilkan kemudian ditampung dan dilakukan analisis dengan GC/GC-MS, IR-Spekt.

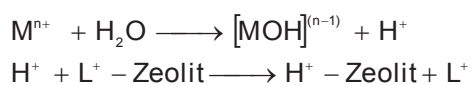
HASIL DAN PEMBAHASAN

Kandungan Kation dalam Katalis

Hasil analisis kandungan kation dalam katalis Ni/zeolit disajikan pada Gambar 1. Kecenderungan penurunan kandungan kation dalam sampel katalis disebabkan karena adanya proses *bleaching* dengan air maupun HF 1%. Kation-kation yang terdapat dalam zeolit yang belum diproses berada dalam bentuk oksida atau penetral muatan negatif dari Al dalam kerangka zeolit (*framework*).

Keberadaan oksida-oksida logam tersebut menjadi bersifat sebagai pengotor atau pengganggu dalam fungsi zeolit sebagai katalis, sehingga akan berpengaruh cukup signifikan terhadap aktivitas katalitiknya. Pada proses aktivasi zeolit, oksida-oksida tersebut akan larut selama perendaman ke dalam larutan HF 1% dan dalam proses refluks dengan larutan HCl 6 M. Pada proses aktivasi tersebut juga menyebabkan proses dealuminasi dalam struktur zeolit yaitu peristiwa lepasnya Al dalam kerangka zeolit (*Al framework*) menjadi Al di luar *framework* yang akan berdampak pada peningkatan rasio Si/Al.

Secara umum kation-kation monovalen dalam zeolit bersifat sebagai pengotor yang dapat mendeaktivasi sampel katalis, sedangkan kation divalen, trivalen dan polivalen dapat meningkatkan aktivitas kinerja katalis dalam reaksi-reaksi tertentu (Setyawan, 2001). Keadaan ini disebabkan karena kation divalen, trivalen dan polivalen akan mengalami reaksi hidrolisis dengan adanya uap air dan membentuk situs asam Bronsted. Pembentukan situs asam Bronsted disajikan pada persamaan reaksi berikut.



Keasaman Katalis

Pengukuran keasaman katalis dilakukan dengan menggunakan metode gravimetri berdasarkan selisih berat zeolit sesudah dan sebelum mengadsorpsi gas amonia (NH₃). Oleh karena itu keasaman diukur berdasarkan jumlah NH₃ (mmol) yang teradsorpsi pada permukaan katalis dalam tiap berat katalis yang akan diukur keasamannya. Keasaman katalis menggambarkan banyaknya (jumlah) situs asam Bronsted dan Lewis. Situs asam tersebut akan sangat berpengaruh dalam proses kemisorpsi asam lemak bebas pada permukaan katalis. Keasaman katalis Ni/zeolit disajikan pada Gambar 2.

Gambar 2 menunjukkan bahwa perlakuan asam (HF 1%, HCl 6 M, NH₄Cl 1 M) meningkatkan keasaman katalis secara signifikan. Proses hidrotermal tidak signifikan dalam meningkatkan keasaman katalis, akan tetapi proses tersebut cenderung untuk meningkatkan stabilitas dan kristalinitas katalis.

Rasio Si/Al dalam Katalis

Rasio Si/Al adalah perbandingan jumlah mol Si terhadap jumlah mol Al (rasio Si/Al) menggambarkan kesesuaian antara permukaan katalis terhadap umpan atau reaktan yang dikenakan kepadanya. Suatu katalis dengan rasio

Si/Al yang rendah cenderung sesuai dengan senyawa umpan (reaktan) yang bersifat polar [1]. Sebaliknya jika suatu katalis memiliki rasio Si/Al yang tinggi akan memiliki kecenderungan untuk sesuai dengan senyawa umpan (reaktan) yang bersifat non polar.

Batasan tinggi atau rendahnya kandungan rasio Si/Al relatif tidak pasti, tetapi pada umumnya rasio Si/Al yang lebih besar dari 30 cenderung dikatakan tinggi. Karena kesesuaian permukaan dengan senyawa umpan (reaktan) tidak hanya ditentukan oleh rasio Si/Al saja, akan tetapi juga ditentukan oleh keasaman katalis, kandungan kation katalis dan distribusi jari-jari pori katalis. Rasio Si/Al katalis Ni/zeolit disajikan pada Gambar 3.

Gambar 3 menjelaskan bahwa perlakuan asam cukup signifikan untuk meningkatkan rasio Si/Al katalis. Peningkatan rasio Si/Al katalis terjadi karena adanya proses dealuminasi dari katalis tersebut. Dealuminasi adalah suatu proses pelepasan Al dari dalam *framework* zeolit ke luar *framework* zeolit (Al₂O₃). Pada umumnya peristiwa dealuminasi juga diikuti peristiwa dekationisasi dan penurunan ukuran jari-jari pori sampai bergeser hingga daerah mikropori.

Luas Permukaan Spesifik, Distribusi Ukuran Pori, dan Volume Pori Katalis

Luas permukaan katalis didefinisikan sebagai banyaknya permukaan (bidang kontak) yang terdapat dalam satuan-satuan berat katalis. Jika permukaan katalis luas maka probabilitas reaktan/umpan untuk teradsorpsi pada permukaan katalis akan semakin tinggi dengan demikian dapat meningkatkan aktivitas katalis.

Perlakuan asam terhadap zeolit yang telah di gerus hingga lolos saringan 100 mesh sangat efektif dalam membersihkan pengotor dalam pori zeolit dan permukaan zeolit. Pembersihan terjadi karena adanya pelarutan dari senyawa pengotor (senyawa organik atau anorganik) dalam pelarut

asam yang digunakan (HF 1% dan HCl 6 M), sedangkan proses hidrotermal hanya meningkatkan luas permukaan spesifik 5%. Pada proses hidrotermal terjadi pembersihan pori dan permukaan katalis oleh uap air pada temperatur 500°C. Profil peningkatan luas permukaan dan volume pori katalis serta ukuran pori katalis disajikan pada Gambar 4.

Penentuan luas permukaan katalis diukur dengan menggunakan metode BET, yaitu dengan teknik adsorpsi N₂ pada temperatur yang sangat rendah 77 K. Banyaknya nitrogen yang teradsorpsi pada permukaan katalis atau padatan dan membentuk lapisan tunggal (*monolayer*) menggambarkan banyaknya permukaan (luas permukaan) yang terdapat pada katalis.

Distribusi ukuran pori memberikan gambaran banyaknya pori pada daerah mikropori, mesopori atau makropori dari katalis. Target ukuran pori dikehendaki karena dikaitkan dengan senyawa umpan yang akan diinteraksikan dengan permukaan katalis. Ukuran pori menjadi bahasan yang penting untuk perjalanan senyawa umpan yang dikehendaki dalam berdifusi ke dalam pori-pori katalis sehingga dapat teradsorpsi pada permukaan katalis.

Gambar 4 menjelaskan terjadinya pergeseran ukuran pori, dari makropori ke pori daerah mikro dan mesopori, yaitu karena adanya peristiwa dealuminasi pada kerangka kristal zeolit. Dealuminasi tersebut menyebabkan penurunan ukuran pori, akan tetapi jika dealuminasi terlalu mudah terjadi maka stabilitas kristal zeolit sebagai katalis akan menjadi rendah. Akibatnya katalis akan mudah rusak dan alumina yang keluar dari kerangka zeolit akan menyumbat atau menutupi pori-pori katalis. Akibatnya pori-pori pada daerah mikro atau meso akan sedikit jumlahnya. Lebih jauh lagi volume total pori akan sangat menurun. Dengan demikian secara kuantitatif akan

mengurangi jumlah reaktan yang dapat teradsorpsi oleh pori-pori katalis.

Pada Gambar 4 dapat dijelaskan bahwa, pada pori dengan ukuran 10 hingga 20 angstrom terjadi peningkatan cukup signifikan karena adanya proses perlakuan asam terhadap zeolit. Sedangkan pada pori dengan ukuran 21 hingga 60 angstrom terjadi peningkatan yang cukup merata pada sebaran daerah pori tersebut. Pada daerah pori 81 hingga 100 angstrom terlihat terjadi penurunan jumlah pori.

Volume total pori memberikan gambaran mengenai keadaan ruangan yang terdapat dalam katalis yang dapat ditempati senyawa umpan atau reaktan. Pada umumnya luas permukaan yang tinggi dari suatu katalis juga diikuti dengan volume total pori yang tinggi juga. Volume total pori katalis juga menggambarkan tingkat kebersihan katalis pada permukaan dan pori-pori katalis. Frekuensi distribusi pori pada rentang ukuran pori 10 Å pada berbagai jenis katalis setelah diberi perlakuan asam, kalsinasi, hidrotermal dan impregnasi Ni disajikan pada Gambar 5.

Perlakuan asam, kalsinasi, hidrotermal dan oksidasi menyebabkan pori zeolit menjadi lebih terbuka karena pengangkatan pengotor yang menutupi mulut pori. Di samping pori zeolit menjadi terbuka, perlakuan asam juga akan menyebabkan perusakan dinding pori khususnya pada makropori sehingga ukuran pori pada daerah mikro dan meso mulai terbentuk. Keadaan tersebut ditunjukkan pada Gambar 5 pada rentang pori 10 hingga 40 Angstrom.

Kristalinitas Sampel Katalis

Kristalinitas pada zeolit sebagai katalis sangat penting karena berkaitan dengan stabilitas zeolit pada temperatur tinggi dan aktivitasnya. Proses hidrotrenk dilakukan pada temperatur tinggi sehingga ketika pada suhu tinggi kristalinitas katalis tetap terjaga maka stabilitas zeolit sebagai

katalis juga akan tetap terjaga sehingga aktivitasnya juga tetap baik.

Struktur kristal sampel katalis dianalisis menggunakan metode difraksi sinar X. Analisis secara kualitatif dilakukan dengan membandingkan difraktogram sampel zeolit dengan difraktogram zeolit alam standar seperti mordenit, klinoptilolit dan kuarsa. Difraktogram zeolit alam Wonosari disajikan pada Gambar 6. Dari hasil analisis diketahui bahwa zeolit alam Wonosari mengandung kristal mordenit dan klinoptilolit. Hal ini dapat dilihat pada Tabel 2 di mana perbandingan nilai 2θ antara zeolit alam benar-benar identik dengan beberapa puncak kristal mordenit dan klinoptilolit.

Setelah NZ diberi perlakuan dengan larutan HF 1%, refluks HCl 6 M dan perlakuan dengan NH_4Cl 1 M diperoleh NZA. Katalis NZA kemudian diimpregnasi dengan logam Ni sebanyak 2, 4, 6, 8 dan 10% dan selanjutnya dianalisis dengan XRD untuk mengetahui kristalinitas logam Ni pada permukaan katalis.

Gambar 7 menyajikan difraktogram zeolit alam (a); NZA (b); H5-NZA (c) dan Ni-2/H5-NZA (d). Dari Gambar 7 terlihat bahwa pada difraktogram zeolit yang sudah diimpregnasi dengan logam Ni muncul puncak baru pada $2\theta=37,24^\circ$ dan $2\theta=43,36^\circ$ yang diperkirakan merupakan puncak dari NiO. Pada katalis-katalis yang diimpregnasi menggunakan logam Ni ternyata hanya katalis Ni-2/H5-NZA saja yang memiliki dua puncak NiO, sedangkan pada jenis katalis NZA puncak NiO hanya terdapat pada $2\theta = 37,24^\circ$ dan katalis H5-NZA puncak NiO hanya terdapat pada $2\theta = 43,36^\circ$. Kemunculan puncak NiO yang paling jelas dan terdapat dua puncak hanya pada katalis Ni-2/H5-NZA. Hal ini kemungkinan karena kandungan logam Ni yang cukup besar dibandingkan kedua katalis lainnya sehingga nampak paling jelas pola puncak difraksinya dan juga intensitasnya.

Hasil Uji Coba Reaktor *Fixed Bed*

Studi awal proses katalitik dengan katalis Ni/Zeolit dalam kolom *fixed bed* memberikan hasil pemutusan pada ekor metil ester minyak sawit (MEPO) yang terdapat dalam minyak sawit. Pola kromatogram ditunjukkan pada Gambar 8. Berdasarkan Gambar 8, dapat disimpulkan bahwa pada umumnya proses perengkahan dengan menggunakan logam aktif memiliki kecenderungan meningkatnya aktivitas katalis dalam proses perengkahan senyawa MEPO. Gambar (b) pada proses perengkahan dengan menggunakan katalis Ni-2/H5-NZA menghasilkan senyawa fraksi yang lebih pendek yang ditandai dengan munculnya puncak-puncak baru pada waktu retensi yang pendek, dibandingkan dengan jenis katalis yang lain pada lingkup penelitian yang sedang diamati.

KESIMPULAN

Perlakuan asam (perendaman dengan HF 1%, HCl 6 M dan NH_4Cl 1 M) mengakibatkan peristiwa dekationisasi dan dealuminasi, sementara proses kalsinasi dan oksidasi mengakibatkan peningkatan luas permukaan katalis dan volume total pori serta membersihkan pori-pori katalis. Perlakuan asam dalam pembuatan katalis Ni/zeolit tidak menyebabkan kerusakan kristal secara signifikan.

Hasil uji coba reaktor *fixed bed* menunjukkan hasil bahwa proses pada temperatur 450°C dengan katalis Ni-2/H5-NZA menunjukkan hasil kromatogram yang relatif baik. Konversi katalitik minyak sawit dengan katalis Ni/zeolit alam menghasilkan senyawa fraksi yang lebih pendek yang ditandai dengan munculnya puncak-puncak baru pada waktu retensi yang pendek.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Direktorat Penelitian dan Pengabdian kepada Masyarakat DP2M Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi atas pendanaan penelitian ini melalui Hibah Strategis Nasional tahun 2010.

DAFTAR RUJUKAN

[1] Twaiq, F.A., Asmawati N.M., Zabidi, A.R.M., and Bhatia, S., 2003, *Fuel Processing Technology*, 84, (1-3), 105–120

[2] Sang, O.Y., 2003, *Energy Sources Journal*, 25, 9

[3] Kloprogge T. J., Doung L.V., and Ray L. F., 2005, *Environmental Geology Journal*, 47, 7

[4] Gaya, J.C.A., 2003, *Biodiesel from Rape Seed Oil and Used Frying Oil in European Union*, Copernicus Institute, Universiteit Utrecht

[5] Demirbas, A., 2003, *Energy Sources Journal*, 25, 5

3. Tidak dilakukan, karena hanya untuk uji coba reactor saja, tujuannya untuk melihat performa katalist dan reaktar flow-fixed bed yang telah didesign.

TANYA JAWAB

Nama Penanya : **Imelda H.Silalahi**

Nama Pemakalah : **Sri Kadarwati**

Pertanyaan :

1. Apakah ada variasi suhu pada reaksi pengendapan?
2. Bagaimana karakterisasi produk Δx perengkahan? Termasuk rendemen hasil ?
3. Bagaimana optimasi rasio oil/Catalyst?

Jawaban :

1. Tidak ada karena hanya untuk uji coba reactor saja, tujuannya untuk melihat performa katalist dan reaktar flow-fixed bed yang telah didesign.
2. Dengan GL saja, diperoleh 56% hasil rengkah, jumlah C terdeteksi adanya fraksi gasoline meski tetap ada fraksi tingga yang masih tertinggal.

LAMPIRAN

Tabel 1 Perbandingan massa $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan zeolit

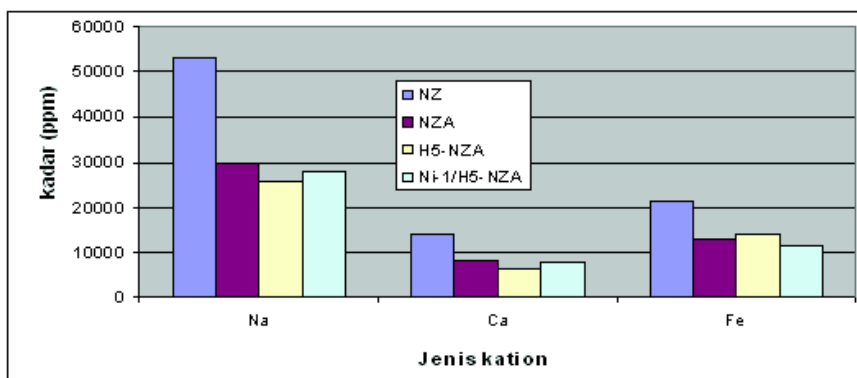
| Kons. Ni (% w/w) | massa zeolit (g) | massa Ni (g)s | massa $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (g) |
|------------------|------------------|---------------|--|
| 2 | 100 | 2 | 9,90666 |
| 4 | 50 | 2 | 9,90666 |
| 6 | 50 | 3 | 14,85999 |
| 8 | 25 | 2 | 9,90666 |
| 10 | 20 | 2 | 9,90666 |

Catatan: BM $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ = 290,81 g/mol

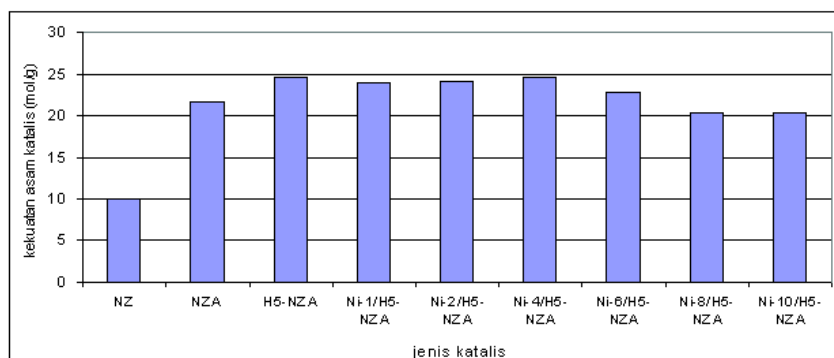
BA Ni = 58,71 g/mol

Tabel 2 Jenis kristal yang terdapat pada zeolit alam Wonosari

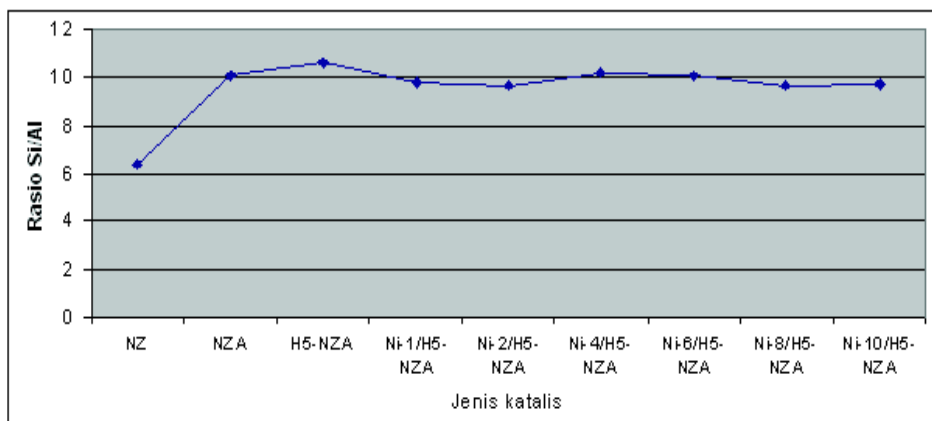
| 2θ | Intensitas | Jenis kristal |
|-----------|------------|---------------|
| 13,38 | 79 | Modernit |
| 22,38 | 43 | Klinoptilolit |
| 25,66 | 73 | Modernit |
| 27,84 | 92 | Klinoptilolit |



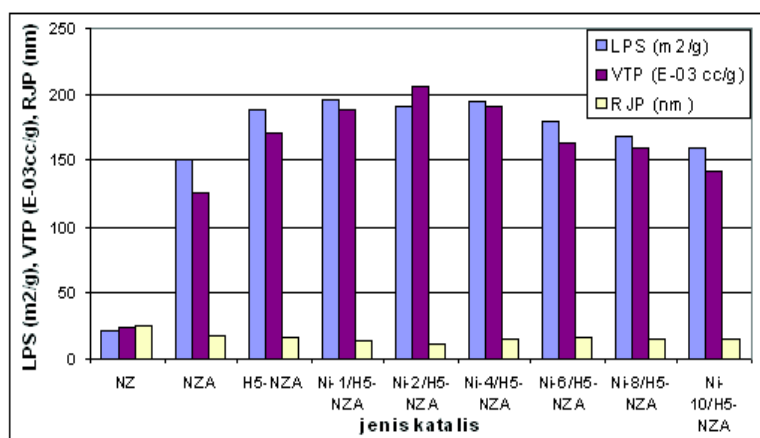
Gambar 1 Kandungan kation dalam katalis



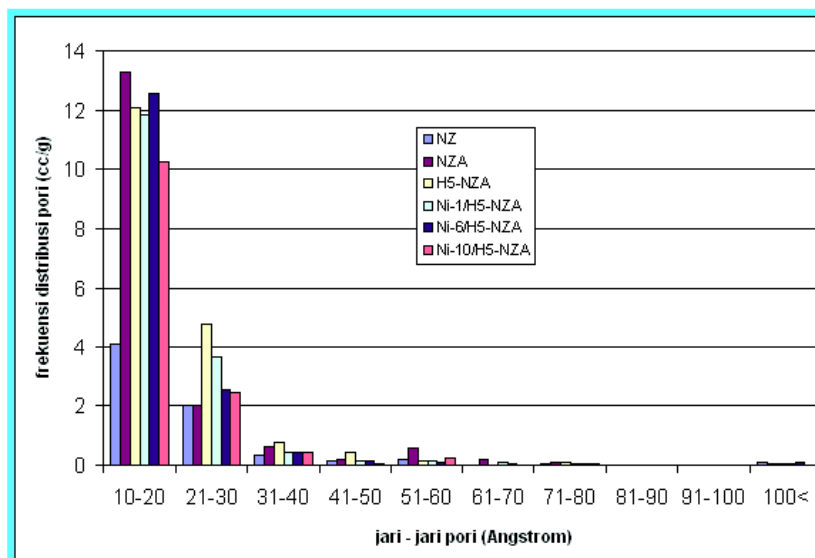
Gambar 2 Keasaman katalis



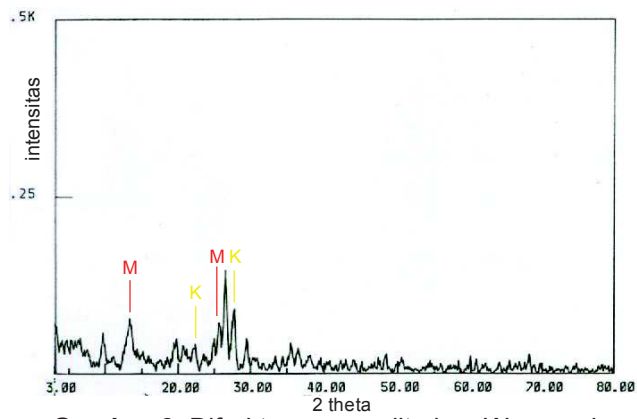
Gambar 3 Rasio Si/Al katalis



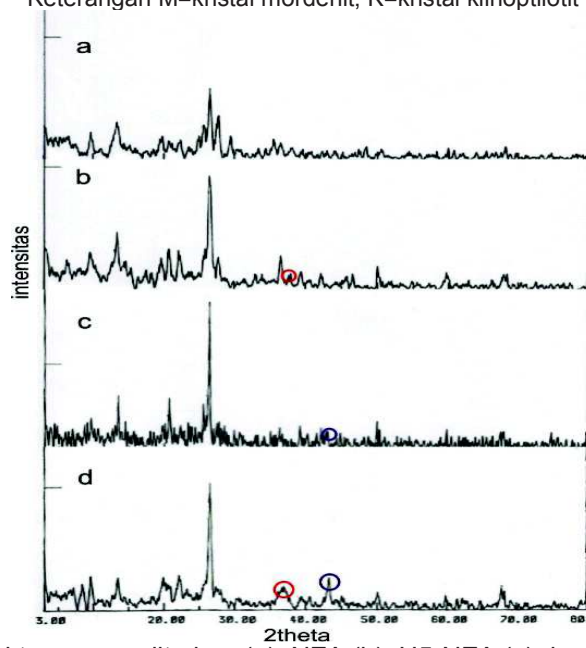
Gambar 4 Profil peningkatan luas permukaan dan volume pori katalis serta ukuran pori katalis



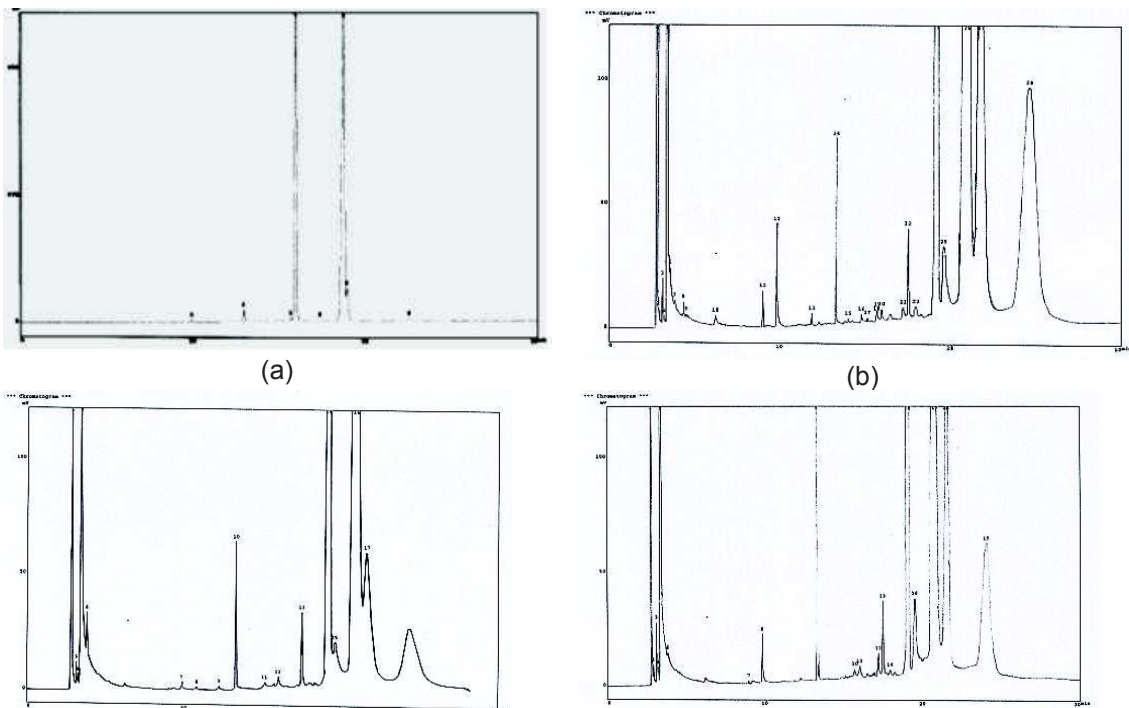
Gambar 5 Frekuensi distribusi pori pada rentang ukuran pori 10 A pada berbagai jenis katalis setelah diberi perlakuan asam, kalsinasi, hidrotermal dan impregnasi Ni.

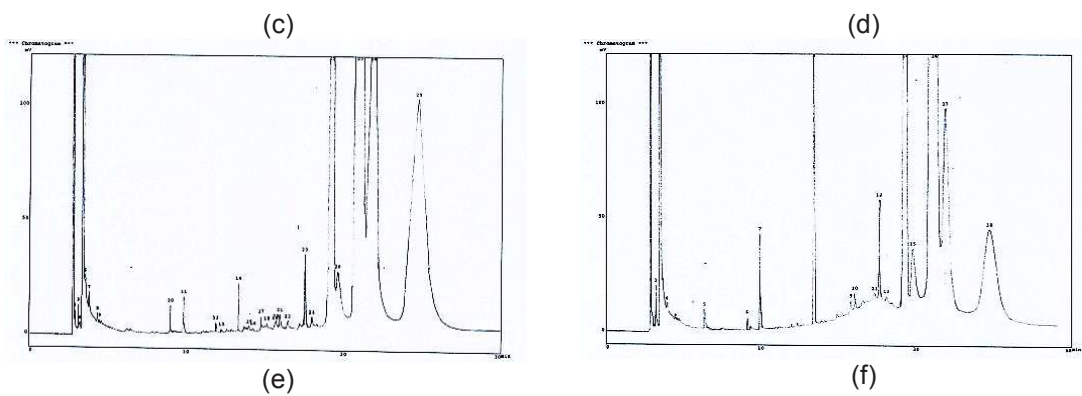


Gambar 6 Difraktogram zeolit alam Wonosari
Keterangan M=kristal mordenit, K=kristal klinoptilolit



Gambar 7 Difraktogram zeolit alam (a); NZA (b); H5-NZA (c) dan Ni-2/H5-NZA (d)





Gambar 8 Hasil analisis GC produk reaksi hidrogenasi katalitik metil ester minyak sawit (MEPO) dengan reaktor *fixed-bed* pada temperatur 450°C. (a) GC MEPO, (b) MEPO + Ni-2/H5-NZA, (c) MEPO+ Ni-4/H5-NZA, (d) MEPO + Ni-6 /H5-NZA, (e) MEPO + Ni-8/H5-NZA, (f) MEPO + Ni-10/H5-NZA