

UJI KARAKTERISTIK PADA PREPARASI KATALIS Zn/ZEOLIT

Suroso Agus Saputro*, Enda Merizki br Ginting, Widayat
Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro
Jl. Prof. Sudharto SH. Tembalang, Semarang
*E-mail: surosoagus.s@gmail.com

Abstrak

Upaya yang dapat dilakukan untuk memaksimalkan kerja dari zeolit yakni dengan melakukan proses aktivasi dan modifikasi sebagai bahan pengemban logam aktif atau yang biasa disebut dengan impregnasi. Modifikasi zeolit dengan impregnasi menggunakan logam Zinc didasarkan pada upaya memperbaiki kinerja katalis logam murni, karena memiliki stabilitas termal rendah, mudah mengalami penurunan luas permukaan dan terjadi sintering (penggumpalan) serta tingginya harga dan biaya pemakaian. Perlakuan pengemban logam pada padatan zeolit melalui impregnasi akan menjadikan logam dalam zeolit sebagai katalis bersifat bifungsional. Zeolit disintesa terlebih dahulu dari waterglass dan $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$. Modifikasi zeolit sintesa dimulai dengan proses aktivasi dengan cara dikalsinasi pada suhu $800^\circ C$ selama 5 jam. Penambahan logam Zinc pada zeolit digunakan larutan $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ dengan konsentrasi 2%; 3%; 4%; 5%, dan 6%. Zeolit modifikasi dikarakterisasi kristalinitasnya dengan analisis XRD. Untuk luas permukaan dianalisa dengan BET. Analisa morfologi permukaan digunakan SEM dan untuk mengetahui kandungan unsur digunakan XRF. Hasil karakterisasi menggunakan XRD menunjukkan zeolit sintesa menghasilkan kristalinitas sebesar 15,95%. Luas permukaan dari analisa BET dari hasil impregnasi logam Zn 2%; 3%; 4%,5%, dan 6% secara berurutan adalah 0,402; 0,631; 1,027; 0,887 dan 0,801 m^2/g . Analisis SEM menunjukkan morfologi yang sama setelah dilakukan impregnasi dengan berbagai konsentrasi.

Kata kunci : impregnasi, logam Zn, Difraksi sinar-X, luas permukaan

PENDAHULUAN

Semakin meningkatnya pertumbuhan ekonomi serta populasi dengan segala aktivitasnya akan meningkatkan kebutuhan energi di semua sektor pengguna energi. Hal ini menyebabkan cadangan minyak bumi semakin menipis sehingga perlu adanya pengembangan bahan lain sebagai pengganti bahan bakar fosil. Upaya yang dilakukan pemerintah adalah dengan mengeluarkan beberapa kebijakan melalui Instruksi Presiden No.I/2006, Peraturan Presiden No. 5 tahun 2006 yang isinya terutama untuk mengarahkan usaha-usaha mencapai target pada tahun 2025 yaitu mengurangi penggunaan minyak bumi menjadi 20%, meningkatkan batu bara, gas, panas bumi, *biofuel* dan energi baru terbarukan lainnya (Mukhtasor, 2009).

Trend energi terbarukan saat ini adalah *biofuel*. Biofuel adalah bahan bakar yang berasal dari bahan organik, yang disebut juga energi non-fosil. *Biofuel* dapat diperoleh dari minyak nabati atau lemak hewani. Minyak nabati diantaranya adalah minyak jarak, minyak kelapa dan minyak kelapa sawit. Pembuatan *biofuel* bisa dilakukan dengan perengkahan katalitik. Katalis yang sering digunakan dalam proses *catalytic cracking* adalah zeolit HZSM-5 (*hydrogen zeolite socony mobil's number 5*).

Zeolit banyak dimanfaatkan sebagai katalis karena memiliki struktur kerangka tiga dimensi dengan rongga di dalamnya dan luas permukaan yang besar. Reaksi yang dikatalis oleh material padatan banyak melibatkan pori-pori katalis sebagai tempat terjadinya reaksi (Prasetyoko, 2005). Sebagian reaksi katalis tergantung pada luas permukaan katalis, dan sebagian tergantung pada sisi aktif katalis yang ada dalam pori-pori katalis.

Upaya yang dilakukan untuk memaksimalkan kerja dari zeolit yang dimanfaatkan sebagai katalis yakni dengan aktivasi dan memodifikasi zeolit dengan bahan pengemban logam aktif atau yang biasa disebut dengan impregnasi. Pemanfaatan zeolit sebagai pengemban antara lain karena

strukturnya yang berpori dan tahan panas. Struktur yang berpori mengakibatkan luas permukaan zeolit besar sehingga lebih banyak logam katalis yang dapat diimbangkan. Struktur pengembang tahan panas mencegah terjadinya proses sintering logam katalis yang akan menurunkan efektifitas katalis. Pemakaian pengembangan akan memberikan dasar yang stabil sehingga dapat memperpanjang waktu pakai katalis dan luas permukaan pengembangan yang besar sehingga meningkatkan dispersi logam. Logam yang diimbangkan pada padatan zeolit melalui impregnasi akan menjadikan logam dalam zeolit sebagai katalis bersifat bifungsional (Sriatun dan Suhartana, 2002).

Berdasarkan hal tersebut dilakukan sintesa katalis zeolit HZSM-5, dikarenakan harganya yang mahal. Selain itu ketersediaan zeolite di Indonesia sangat melimpah dan berpotensi untuk membuat katalis HZSM-5. Selain itu dicoba melakukan modifikasi pengembangan logam Zn pada zeolit sintesa (Roesyadi dkk, 2013). Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui karakteristik dari Zn/zeolit sebagai upaya untuk memperbaiki kinerja katalis logam murni.

METODOLOGI

Bahan

Bahan yang digunakan diantaranya *Water glass* dari Merck, Etanol teknis dari Indrasari, NaOH teknis dari Indrasari, NH_4Cl p.a (Pro Analysis) dari Merck, H_2SO_4 p.a (Pro Analysis) kemurnian 95-97%, dari Merck, $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ p.a (Pro Analysis) dari Merck, $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ p.a (Pro Analysis) dari Merck, Aquadest dari Laboratorium Membrane Research Centre UNDIP

Preparasi dan Karakteristik Katalis

Sintesa Katalis dilakukan dengan Metode Plank

Larutan A dibuat di dalam *beaker glass* dengan komposisi (360 gram *water glass* (28,8% SiO_2 , 8,9% Na_2O , 62,4% H_2O)+ 450 gram H_2O) dan larutan B dibuat dalam beaker glass dengan komposisi 12,3 gram $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ + 30 gram H_2SO_4 98% + 600 gram H_2O . Larutan B ditambahkan ke dalam larutan A sambil diaduk dengan *magnetic stirrer* sampai membentuk gel berwarna putih kemudian didiamkan selama 1 jam. Etanol sebanyak 124gr ditambahkan sedikit demi sedikit pada gel yang sudah dibentuk sambil diaduk selama 1 jam, pH diatur pada kisaran 10-11. Gel yang terbentuk dimasukkan ke dalam *autoclave* kemudian dipanaskan pada suhu 170°C selama 48 jam, setelah itu diamkan selama 24 jam. Kristal yang terbentuk disaring dan dicuci dengan aquadest sampai pH filtrat pencucian menjadi 8, kemudian kristal dikeringkan dengan oven pada suhu 110°C selama 14 jam.

Pengubahan ke H-Zeolit

Na-zeolit di *ion exchanger* dengan NH_4Cl 1M dengan perbandingan antara Na-zeolit dengan NH_4Cl sebanyak 1:10. H-zeolit yang terbentuk disaring, dicuci, dan dikeringkan pada suhu 110°C selama 6 jam. Padatan yang terbentuk dikalsinasi dengan mengalirkan gas N_2 pada suhu 800°C selama 5 jam. Setelah itu uji dengan XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk mengetahui kristalinitas.

Impregnasi

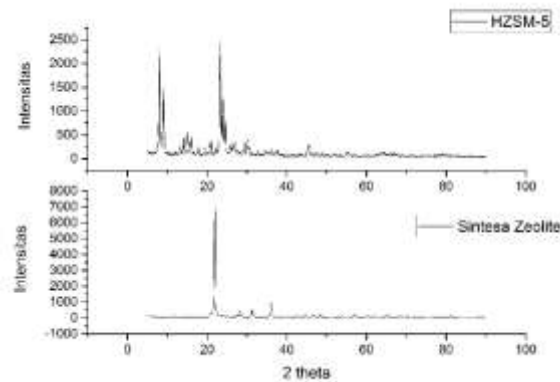
$\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan dalam 25 ml aquadest dengan konsentrasi 2 - 6%. H-zeolit 5 gram dicampur ke dalam larutan $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dan diaduk selama 2 jam. Campuran H-zeolit dan $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ disaring dengan saringan penghisap, kemudian endapan dikeringkan. Katalis hasil impregnasi dikalsinasi dengan cara dimasukkan ke dalam *furnace* selama 4 jam pada suhu 800°C . Katalis yang terbentuk diuji dengan BET (*Brunauer Emmett Teller*) untuk mengetahui luas permukaan katalis dan uji SEM (*Scanning Electron Microscopy*) untuk mengetahui morfologi katalis hasil impregnasi.

HASIL DAN PEMBAHASAN

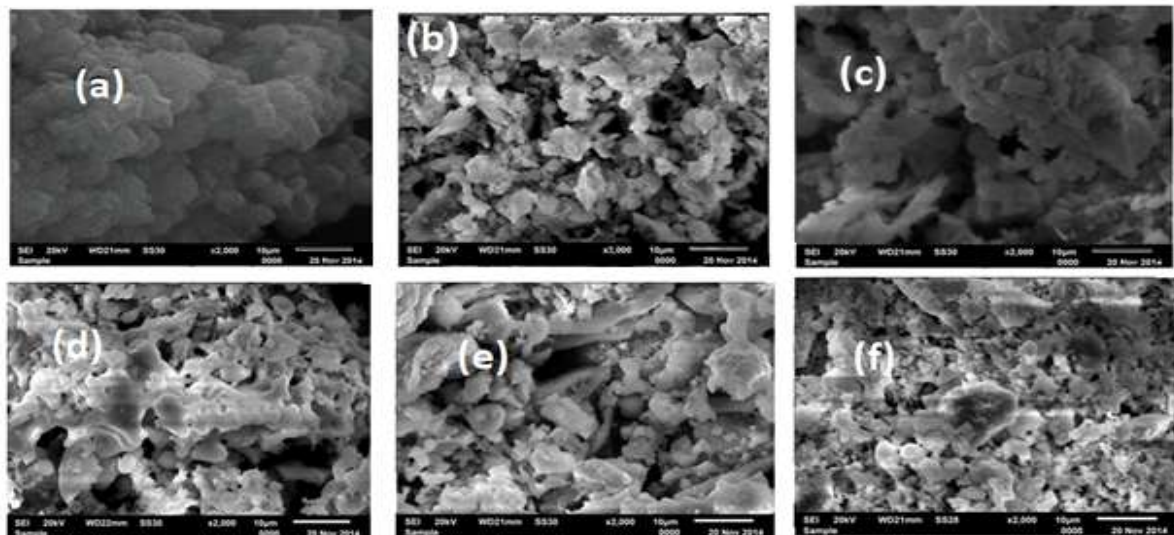
Analisa X-Ray Diffraction (XRD)

Hasil analisa XRD pada gambar 1 adalah pola difraktogram HZSM-5 standar dan pola difraktogram zeolit sintesa. dapat diketahui bahwa pola difraksi katalis HZSM-5 standar ditunjukkan oleh *peak* pada rentang sudut difraksi (2θ) antara 22,5-24,4, sedangkan pada Zeolit sebesar 21, 95. Berdasarkan perbandingan antara pola difraktogram HZSM-5 standar dan zeolit

sintesa maka dapat disimpulkan bahwa hasil sintesa zeolit kurang berhasil tetapi sudah terdapat sedikit bibit kristal HZSM-5 standar ditunjukkan dengan adanya *peak* yang muncul pada sudut 2θ antara 22,5 sampai 24,4 (Tillotama dkk., 2012).



Gambar 1. Pola Difraktogram Katalis HZSM-5 Standar dan Zeolit Sintesa Pengaruh Pengembangan Logam Terhadap Morfologi Katalis dengan Analisa SEM



Gambar 1 Hasil SEM dari : (a) Zeolit, (b) 2% Zn/Zeolit, (c) 3% Zn/Zeolit, (d) 4% Zn/Zeolit, (e) 5% Zn/Zeolit, dan (f) 6% Zn/Zeolit

Hasil dari analisa SEM ditunjukkan dalam gambar 2. Pengaruh impregnasi dari logam Zn ditunjukkan dengan analisa SEM. Pada hasil analisa yang didapatkan menunjukkan morfologi dan bentuk kristal dari Zn/Zeolit tidak berubah dengan Zn/Zeolit sebelum diimpregnasi dengan logam Zn. Partikel Zn/Zeolit cenderung berbentuk kubik (Vichaphund dkk., 2014)

Logam Zn yang teremban di dalam zeolit dapat dianalisa dengan menggunakan SEM-EDX pada tabel 1.

Tabel 1. Hasil Analisa EDX

Elemen	Zn 2%	Zn 3%	Zn 4%	Zn 5%	Zn 6%
C	8,42	7,46	11,21	10,6	11,98
O	47,58	48,23	46,1	46,02	45,88
Na	1,43	1,34	1,81	1,63	1,86
Si/Al	39,85	33,4	31,25	33,5	30,41
Cu	0,86	0	0	0,85	0
Zn	0,45	0,99	0,89	1,19	0,38

Berdasarkan tabel 1, dapat dilihat bahwa jumlah Zn yang menempel pada permukaan zeolit tidak sesuai dengan jumlah Zn yang diimpregnasi. Hal ini bisa terjadi karena luasan penyangga yang kecil sehingga penempelan logam Zn tidak bisa maksimal. Penyangga berfungsi untuk menyediakan permukaan yang luas untuk menebarkan komponen aktif agar permukaan kontakannya lebih luas dan efisien (Lestari dan Subagjo, 2006).

Tabel 2. Hasil Analisa BET

Nama	Luas Permukaan (m ² /g)
2% Zn/ Zeolit	0,402
3% Zn/ Zeolit	0,631
4% Zn/ Zeolit	1,027
5% Zn/ Zeolit	0,887
6% Zn/ Zeolit	0,801

Berdasarkan hasil analisa BET menunjukkan bahwa permukaan zeolit sangat kecil. Hal tersebut menyebabkan jumlah Zn yang menempel tidak bisa maksimal dikarenakan luas penyangga yang kecil yang berarti kurangnya permukaan untuk menebarkan komponen aktif yang dalam hal ini yaitu logam Zn.

KESIMPULAN

Struktur katalis hasil sintesa tidak menunjukkan seperti struktur HZSM-5 standar. Tidak ada perbedaan morfologi katalis pada setiap katalis hasil impregnasi dengan konsentrasi Zn yang berbeda-beda. Namun terdapat perbedaan morfologi antara katalis hasil impregnasi logam Zn dengan katalis HZSM-5 standar.

DAFTAR PUSTAKA

- Lestari, D.H., dan Subagjo., (2006). Sintesis Katalis NiMo untuk Hydrotreating Coker Nafta, *Skripsi*, Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik Industri, Institut Teknologi Bandung
- Mukhtasor., (2009). Peran Dewan Energi Nasional dalam Memecahkan Masalah Krisis Energi di Indonesia. *Renewable Energy and Sustainable development in Indonesia. Seminar Workshop Pameran Teknologi Industri*. ITS
- Prasetyoko, D., (2005), Sintesis & Karakterisasi ZSM-5 Mesopori serta Uji Aktivitas Katalitik pada Reaksi Esterifikasi Asam Lemak Stearin Kelapa Sawit, *Skripsi*. Jurusan Kimia FMIPA, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya
- Roesyadi, A., Hariprajitno, D., Nurjannah, N., Dyah Savitri, S., (2013), HZSM-5 Catalyst for Cracking Palm Oil to Gasoline: A Comparative Study with and without Impregnation. *Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis*, 7(3), 185–190. doi:10.9767/brec.7.3.4045.185-190
- Sriatun dan Suhartana, (2002), Impregnasi Nikel Klorida pada Zeolit-Y Untuk Katalis Hidrorengkah Minyak Bumi Fraksi 150–230°C, *Skripsi*, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Diponegoro, Semarang.
- Tillatoma A.S., Nurjanah, dan Danawati HP., (2012), Produksi Biofuel dari Minyak Kelapa Sawit dengan Katalis Au/HZSM-5 dan Komposisinya, *Jurnal Teknik* Vol. 1, No.1. ISSN: 2301-9271
- Vichaphund, S., dkk. (2014), Production of Aromatic Compounds From Catalytic Fast Pyrolysis of Jatropha Residues Using Metal/HZSM-5 Prepared by Ion-exchange and Impregnation Methods, *Renewable Energy*