

PEMBUATAN DAN KARAKTERISASI KATALIS NIKEL/ZEOLIT PADA PIROLISIS TIR BATUBARA

Linda Suyati

Laboratorium Kimia Fisik Jurusan Kimia
F MIPA Universitas Diponegoro, Semarang 50275

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian untuk pirolisis ter batubara menggunakan katalis Ni-Zeolit. Preparasi katalis dengan impregnasi larutan $[\text{Ni}(\text{NH}_3)]^{2+}$ 0,15M melalui pengeringan, kalsinasi, oksidasi dan reduksi. Karakterisasi keasaman asam katalisdengan metode gravimetri, adsorpsi gas digunakan untuk mengukur luas permukaan, volume pori dan jejari rerata pori. Kandungan nikel diukur dengan AAS. Karakterisasi katalis dianalisis dengan Gas Sorption Analyser. Hasil penelitian menunjukkan imopregnasi nikel-zeolit sebanyak 86,40%, keasaman padadatan meningkat sebesar 30,19%, Luas permukaan dan volume pori masing-masing meningkat sebesar 42,32% dan 41,29%, sedangkan jejari pori menurun sebesar 4,29%. Konstanta BET terbesar pada Ni/Z sebelum direaksikan sebesar 424,55.

Kata Kunci: Katalis Ni/ Zeolit, Pirolisis, Impregnasi

ABSTRACT

This research to pyrolysis reaction of coal tar using the catalyst of Ni/natural zeolit. The catalyst was prepared by dipping impregnation with $[\text{Ni}(\text{NH}_3)]^{2+}$ 0,15M solution, followed by drying, calcibation, oxidation dan reduction. Characterisation of catalyst acidity was conducted by gravimetric method. Gas adsorption method had been used to measure its surface area, pore volume and average pore radius, and the contents of nickel was measured using Atomic Absorption Spectrometric (AAS) analysis. Analysed catalyst characterisation with Gas Sorption Analyser. The experiment result showed that nickel impregnation to zeolit as 86,40%, solid acid increase as much 30,19% surface area and pore volue increase 42,32% and 41,29%, while average pore radius decrease 4,29%. The biggest BET Constanta at Ni/Z before reaction as 424,55.

Key Word: Catalyst of Ni/Zeolit, Pyrolysis, Impregnation

PENDAHULUAN

Meningkatnya kebutuhan energi akan menyebabkan cadangan energi habis. Menurut Pres Susilo Bambang Yudhoyono, sumber energi yang dimiliki Indonesia tidak banyak lagi. Minyak akan habis 18 tahun lagi. Usaha untuk mencari bahan alternatif yang dapat menggantikan minyak bumi tersebut salah satunya adalah mengembangkan tehnologi pencairan batubara. Hasil pengembangan tersebut salah satunya adalah tir batubara^{2,3)}.

Penelitian pirolisis tir batubara sudah banyak dilakukan di antaranya Michael A Serio (1987) dan Shamsi (1996). Dalam penelitian tersebut digunakan katalis untuk mempercepat laju reaksi^{1,5)}. Disamping itu katalis diharapkan akan dapat memberikan hasil yang leih besar nilai ekonomisnya serta hasil yang lebih optimal.

Katalis yang digunakan dalam penelitian ini adalah logam nikel dengan zeolit sebagai pengemban. Logam nikel dipilih karena harganya lebih murah dibandingkan dengan logam Pt. Zeolit adalah katalis yang efektif untuk reaksi perengkahan dan tahan terhadap panas yang tinggi.

Untuk mengetahui sifat-sifat kimia ataupun fisik dan efektifitas katalis dalam pirolisis tir batubara, maka dilakukan karaktrisasi katalis tersebut. Penentuan kandungan logam nikel dalam zeolit diukur dengan alat AAS. Karakterisasi dilakukan dengan pengukuran keasaman (total) pada zeolit. Pengukuran porositas, luas permukaan, konstanta BET, jejari rerata pori adalah dengan alat Gas Sorption Analyser.

METODE PENELITIAN

Pembuatan Katalis Nikel/Zeolit

Zeolit alam aktif disaring dengan ayakan berukuran 100 mesh, kemudian direndam dalam larutan kompleks ion nikel (II) heksamin, diaduk sampai 24 Jam, kemudian disaring dan dikeringkan ke dalam oven kurang lebih 130°C selama 3 jam. Katalis dibuat pelet, kemudian diaktifasi. Kandungan nikel dalam zeolit ditentukan dengan Spektroskopi Serapan Atom.

Karakterisasi katalis

Keasaman yang ditentukan dalam percobaan merupakan keasaman total dengan cara grafimetri. Krus berisi sampel serta krus kosong sebagai pembanding dimasukkan dalam desikator, udara divakumkan dan dialiri gas amoniak, kemudian dидiamkan selama 24 jam di timbang. Analisis dengan Gas Sorption Analyser (Nova 1000 Quantachrome) dilakukan di PPNY "BATAN" Yogyakarta yang dioperasikan dengan menggunakan N₂(g) temperatur 77,4 K dan tekanan awal 752,55 mmHg.

HASIL DAN DISKUSI

Analisis Kandungan nikel

Kandungan nikel dianalisis dengan Spektroskopi Serapan Atom. Hasil analisis menunjukkan bahwa nikel terimpregnasi ke dalam zeolit sebanyak 4,35% dari 5% nikel yang dimasukkan ke dalam zeolit mula-mula. Metode yang digunakan dalam pemasukan ini adalah dengan cara perendaman disertai pengadukan 86,40% nikel bisa terimpregnasi ke dalam zeolit, karena proses impregnasi melalui beberapa tahap di antaranya adalah penyaringan, saat penyaringan inilah nikel yang belum sempat menempel pada zeolit lolos sebagai filtrat.

Analisis Keasaman Padatan

Hasil pengukuran keasaman total sampel padatan memakai gas amoniak dapat dilihat dalam tabel 1.

Tabel 1. Hasil pengukuran keasaman (total) padatan zeolit

No	Jenis Padatan	Jumlah amoniak yang teradsorpsi (mmol/g)
1.	Zeolit alam (aktif)	3,77
2	Zeolit 4,35%	5,40

Kenaikan jumlah amoniak teradsorpsi setelah diberi logam nikel terlihat jelas dalam tabel di atas. Masuknya atom nikel dalam padatan zeolit, menunjukkan adanya interaksi antara Ni dengan Ni maupun Ni dengan zeolit, saat berlangsung kalsinasi maupun aktifasi. Dari proses interaksi ini terbentuk struktur zeolit baru yang pola kekristalannya agak berbeda dengan struktur zeolit yang belum diberi logam Ni. Dengan bertambahnya situs aktif ini, maka jumlah situs aktif bertambah besar pula. Hal ini disebabkan karena Ni mempunyai kemampuan menyerap NH₃ lebih besar, sehingga dengan penambahan Ni sebesar 4,35% sudah menaikkan adsorpsi sebesar 2,37 mmol/g.

Analisis dengan Gas Sorption Analyser

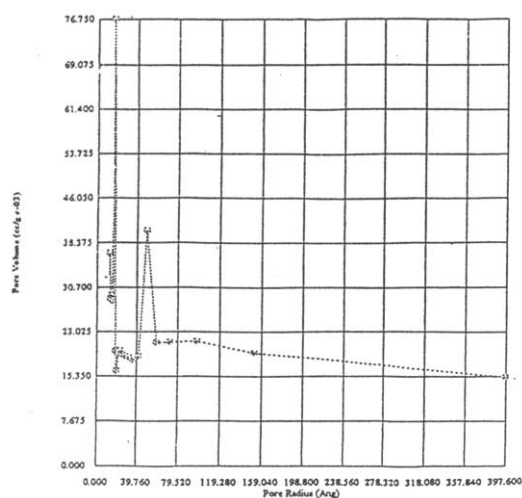
Hasil analisis dengan Gas Sorption Analyser dapat dilihat dalam tabel 2

Tabel 2. Hasil-hasil pengukuran luas permukaan, jejari rerata pori dan volume pori

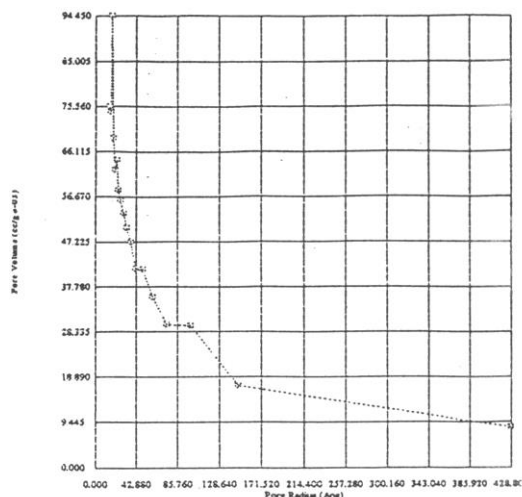
No	Jenis padatan	Luas permukaan (m ² /g)	Jejari rata-rata (Å)	Vol total pori (cc/g)	BET C
1	Zeolit alam aktif	53,16	19,94	51,19	291,14
2	Zeolit 4,35% Ni	75,66	19,12	72,33	424,55
3	Zeolit 4,35% Ni (terpakai)	5,64	32,50	9,16	10,6

Penambahan nikel sebesar 4,35% pada zeolit aktif meningkatkan luas permukaan pori sekitar 42,32%, volume pori total juga meningkat sebesar 41,29% namun jejari pori menurun sebesar 4,29% terlihat jelas dalam tabel 2. Ini berarti zeolit mengalami restrukturisasi khususnya pada saat proses kalsinasi ataupun aktivasi. Atom-atom anikel sebagian ada yang menempel pada dinding pori sehingga membuat jari-jari pori mengecil. Jari-jari pori menurun tetapi volume total pori meningkat ini

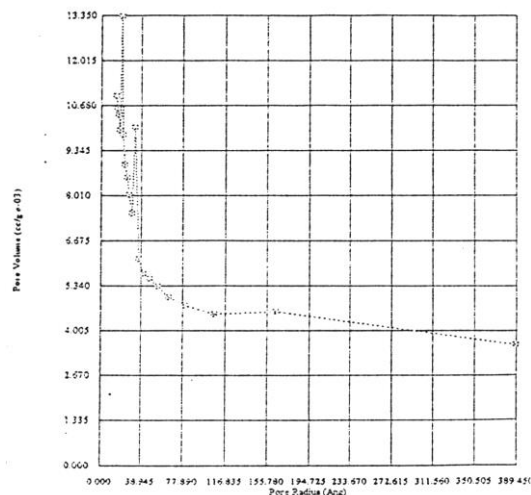
menunjukkan bahwa setelah ditambahkan ditambahkan dengan nikel sebesar 4,35%, nikel akan menempel pada permukaan zeolit dengan membentuk agregat dan akhirnya terjadi permukaan baru yang lebih luas, sehingga volume total pori juga meningkat. Pada gambar 1 menunjukkan bahwa hubungan jari-jari pori dan volume pori pada zeolit sangat heterogen, sedangkan gambar 2 menunjukkan distribusi pori setelah diimpregnasi dengan nikel lebih homogen dan gambar 3 menunjukkan distribusi pori nikel/zeolit setelah direaksikan lebih heterogen kembali.



Gambar 1. Distribusi Ukuran Pori Zeolit



Gambar 2. Distribusi Ukuran Pori Nikel/Zeolit sebelum digunakan reaksi



Gambar 3. Distribusi Ukuran Pori Nikel/Zeolit setelah digunakan reaksi

Luas permukaan nikel/zeolit yang telah dipakai untuk reaksi jauh menurun sekitar 92,54%. Hal ini menunjukkan bahwa luas permukaan nikel/zeolit tertutup oleh kokas. Volume pori yang tertutup lebih dahulu. Penurunan ini akan menyebabkan penurunan volume total pori sebesar 87,33%. Volume pori yang besar akan meningkatkan jejari pori sebesar 41,16%

Harga BET C terbesar dimiliki oleh nikel/zeolit sebelum terpakai. Harga BET C tersebut mencerminkan kemampuan adsorpsi katalis terhadap adsorbat. Harga BET C besar maka fraksi penutupan permukaan (Θ) tinggi, sebaliknya bila BET C kecil maka (Θ) rendah. Hubungan antara BET C dengan Θ dapat dilihat melalui persamaan ⁴⁾

$$(\Theta)_m = (C^{0.5} - 1) / (C - 1) \quad (1)$$

$$(\Theta)_m = C \{ (C^{0.5} - 1) / (C - 1) \}^{i+1} \quad (2)$$

di mana

i = lapisan adsorbat

m = lapisan tunggal

$(\Theta)_m$ = fraksi permukaan yang tidak tertutup

$(\Theta)_m$ = fraksi permukaan yang tertutup pada $i \neq 0$

Harga $(\Theta)_m$ dan $(\Theta)_m$ pada Ni/Z sebelum dan sesudah digunakan untuk pirolisis tir batubara dapat dilihat dalam tabel 3.

Tabel 3. Perhitungan $(\Theta_0)_m$ dan $(\Theta_i)_m$ untuk Ni/Z sebelum dan sesudah dipakai reaksi

Lapisan	$\Theta_{Ni/Z}(\text{sebelum})$	$\Theta_{Ni/Z}(\text{sesudah})$
0	0,04628	0,23486
1	0,90950	0,58545
2	0,04201	0,13749
3	0,00295	0,03224
4	0,00009	0,00783

Dari tabel 3 dapat dilihat bahwa pada lapis pertama fraksi yang tertutup oleh adsorbat (N_2) gas pada katalis Ni/z sebelum digunakan reaksi sebanyak 90,95%, sedangkan setelah digunakan reaksi sebanyak 58,54%. Hal ini dapat dijelaskan bahwa Ni/Z setelah digunakan reaksi tertutup oleh pengotor ataupun kokas hasil reaksi yang tidak diharapkan, sehingga situs aktif tidak bisa difungsikan.

Dari persamaan BET yang diperoleh, selanjutnya kita dapat menentukan banyaknya molekul adsorbat yang menutupi permukaan pada lapis tunggal (W_m) per gram katalis dengan rumus sebagai berikut ⁴⁾

$$W_m = 1 / (s + i) \quad (3)$$

Di mana

s = slope pers BET

I = intersep pers BET

Tabel 4. Perhitungan W_m untuk katalis

Katalis	i	S	W_m (molekul/g)
Zeolit alam aktif	0,12	35,23	$2,937 \times 10^{21}$
Nikel/Zeolit	0,11	45,92	$3,06 \times 10^{21}$
Nikel/Zeolit terpakai	58,21	559,51	$1,86 \times 10^{21}$

KESIMPULAN

1. Nikel terimpregnasi pada zeolit sebesar 86,40%
2. Keasaman padatan naik sebesar 30,19%
3. Luas permukaan dan volume pori masing-masing meningkat sebesar 42,32% dan

41,29% akan tetapi jejari pori menurun sebesar 4,29% setelah penambahan nikel sebesar 4,35%.

4. konstanta BET terbesar terdapat pada nikel/zeolit sebelum direaksikan sebesar 424,55.

DAFTAR PUSTAKA

1. Abolghasem Shamsi, *Catalytic and Thermal Cracking of coal derivated Liquid in a Fixed-Bed Reactor*, Ind. Eng. Chem. Res, 35, 1996
2. BBPT, 'Pikirkan Tehnologi Energi Alternatif'. http://www.bppt.go.id/berita/news2.php?763_2005
3. Komaruddin, Bahan Bakar dari Batubara Indonesia, Prospeknya di Tahun 2000-an dan Penguasaan Tehnologi, proseedng Diskusi Ilmiah VII Hasil Penelitian LEMIGAS, Jakarta, 1992
4. Lowel S and J.E. Shileds, "Powder Surface Area and Porosity", Second Edition, Chamman and hall, New York, 1984
5. Serio, "Kinetic of Vapor-Phase Secondary Reaction of prompt coal Pyrolysis Tars", Ind. Eng. Chem. Res, 26, 1987