

## KARAKTERISASI KATALIS Cu-Cr/KIESELGUHR

Galuh Widiyarti<sup>1</sup>

### ABSTRACT

*Copper-Chromite active metal catalyst was prepared by using impregnation method with kieselguhr ( $Al_2O_3.SiO_2$ ) as supporting material. The content of metal active was 20% with 1 : 1 proportion of complex metal Cu : Cr. The specific surface area of catalyst measured by Brunauer Emmer Teller (BET) method, it was shown that the catalyst gave specific surface area of 2,537  $m^2/gram$ . X-Ray Diffraction analysis, shown that active metal of Cu-Cr/kieselguhr catalyst before reduction was cupric chromit  $CuCrO_2$  and after reduction copper Cu and cristobalite  $SiO_2$ . Temperature Program Reduction analysis, shown that reduction temperature of catalyst was 300°C Using by Scanning Electronic Microscope (SEM), the morphology of catalyst was determined.*

*Key words : Copper-Chromite catalyst, impregnation, Kieselguhr*

### PENDAHULUAN

Suatu katalis memiliki peranan penting pada industri kimia, terutama pada proses katalisa. Menurut fasanya, katalis dibagi menjadi dua golongan, yaitu katalis homogen dan katalis heterogen. Katalis homogen adalah katalis yang mempunyai fasa yang sama dengan fasa reaktannya, sedangkan katalis heterogen adalah katalis yang mempunyai fasa yang berbeda dengan fasa reaktannya. Sebagai contoh, hidrogenasi minyak sawit mentah (CPO) merupakan reaksi tiga fasa, yaitu katalis sebagai padatan, minyak sawit sebagai cairan, dan hidrogen sebagai gas.

Katalis yang umum dipakai untuk hidrogenasi minyak sawit adalah katalis berbahan dasar logam nikel (Ni) dengan bahan penyangga silika-alumina atau kieselguhr (Rodrigo dan S. Mendioroz, 1991). Katalis jenis lain yang dapat digunakan untuk proses tersebut adalah logam mulia seperti Pd, Pt, dan Ru (Bello, L.L. dkk, 1985; Hsu, L.L. dkk, 1986). Disamping itu, katalis berbahan dasar logam tembaga krom juga merupakan jenis bahan aktif yang digunakan sebagai katalis untuk hidrogenasi minyak nabati seperti minyak kedelai (A.B. Stiles, 1983; Koritala dkk, 1980). Katalis ini biasanya merupakan krom yang bervalensi tiga dalam bentuk  $CuCrO_2$ .

Aktivitas dan selektivitas katalis dipengaruhi oleh karakteristik katalis dimana karakteristik tersebut tergantung pada metoda preparasi dan karakterisasi bahan penyangga. Salah satu metoda yang sering digunakan dalam preparasi

katalis adalah metoda impregnasi, karena ditinjau dari proses pembuatannya lebih praktis dibanding metoda preparasi yang lain (sol-gel dan ko-presipitasi) (Krishnan B. dan Richard D, 1993).

Preparasi katalis dengan metoda impregnasi dilakukan dengan cara menempelkan komponen senyawa aktif pada suatu bahan penyangga berpori sehingga komponen senyawa aktif tersebut dapat terdispersi secara merata ke seluruh permukaan dan pori-pori bahan penyangga.

Pada percobaan ini dilakukan pembuatan katalis Cu-Cr/kieselguhr dengan kandungan senyawa aktif Cu-Cr dalam katalis 20% (berat) dengan menggunakan metoda impregnasi. Karakterisasi katalis dilakukan dengan mengukur luas permukaan spesifik dengan Brunauer Emmer Teller (BET), analisa kristal katalis dengan difraksi sinar-x (XRD), Temperature Program Reduction (TPR) dengan Micromeristic TPD/TPR 2900 serta morfologi katalis dengan Scanning Electronic Microscope (SEM).

### BAHAN DAN METODA

Bahan kimia yang digunakan untuk preparasi katalis adalah bahan kimia pro analisis dari E. Merck yaitu  $Cu(NO_3)_2.3H_2O$ ,  $Cr(NO_3)_3.9H_2O$ , dan kieselguhr sebagai bahan penyangga. Demikian juga bahan kimia untuk analisa bilangan iodium. Sedangkan minyak sawit mentah (crude palm oil) diperoleh dari PT. Sumi Asih Bekasi.

Metoda penelitian ini dibagi menjadi 2 bagian yaitu : preparasi katalis dan karakterisasi katalis.

1. Preparasi Katalis

Preparasi katalis dengan metoda impregnasi dilakukan dengan cara sebagai berikut : Pertama menambahkan larutan prekursor logam katalis  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  dan  $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  sedikit demi sedikit ke dalam bahan penyangga sehingga diperoleh campuran yang homogen. Setelah seluruh larutan senyawa prekursor logam katalis ditambahkan ke dalam bahan penyangga, dilakukan pengadukan lanjut pada suhu kamar selama 1 jam. Kemudian keseluruhan campuran diaduk dan dipanaskan pada suhu  $60^\circ\text{C}$  sehingga seluruh pelarut habis menguap.

Sampel dikeringkan pada suhu  $120^\circ\text{C}$  selama 24 jam, dihaluskan dan dikalsinasi dalam udara terbuka pada suhu  $600^\circ\text{C}$  selama 6 jam. Hasil kalsinasi direduksi dalam aliran gas  $\text{H}_2$  pada suhu  $350^\circ\text{C}$  selama 4 jam. Untuk mencegah teroksidasinya kembali logam katalis hasil reduksi, sampel hasil reduksi dilapisi dengan asam lemak dan digunakan untuk hidrogenasi minyak sawit.

2. Karakterisasi Katalis

Karakterisasi katalis dilakukan dengan mengukur luas permukaan spesifik katalis dengan metoda Brunauer Emmer Teller (BET), analisa kristal dengan X-Ray Diffraction (XRD) menggunakan radiasi  $\text{CuK}\alpha$  dengan panjang gelombang  $1,54058 \text{ \AA}$ . Untuk melihat morfologi katalis, sampel dianalisa menggunakan SEM. Selain itu, dilakukan Temperature Program Reduction (TPR) menggunakan Micromeritics TPD/TPR 2900.

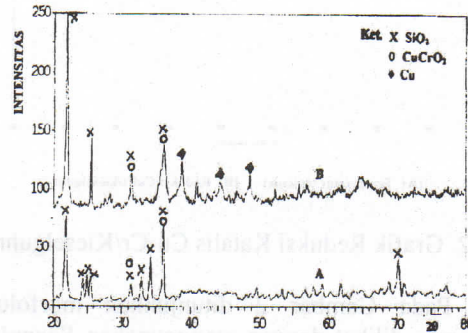
HASIL DAN PEMBAHASAN

Luas permukaan spesifik katalis diukur dengan metoda Brunauer Emmer Teller (BET) dengan mengamati banyaknya gas  $\text{N}_2$  yang teradsorpsi oleh katalis, sehingga dapat diketahui luas permukaan per gram katalis atau luas permukaan spesifik katalis. Hasil analisa menunjukkan bahwa, luas permukaan spesifik katalis Cu-Cr/kieselguhr tersebut  $2,537 \text{ m}^2/\text{gram}$ .

Pada pengamatan karakterisasi katalis dengan XRD, katalis hasil reduksi dibandingkan dengan katalis sebelum reduksi. Dari pola difraksi sinar-x (XRD) yang ditunjukkan pada Gambar 1, dapat dilihat bahwa sebelum reduksi logam aktif yang terkandung dalam katalis dalam bentuk oksida logam yaitu tembaga krom oksida ( $\text{CuCrO}_2$ ) pada  $2\theta = 31, 35, \text{ dan } 36$  secara berurutan berdasarkan No. ASTM 26-1113. Senyawa  $\text{CuCrO}_2$  tersebut merupakan komponen aktif katalis, sehingga dapat

dikatakan bahwa preparasi katalis dengan metoda impregnasi ini berhasil dengan baik.

Setelah reduksi tampak puncak Cu pada  $2\theta = 38,6; 43,8; \text{ dan } 48,7$  sesuai dengan No.ASTM 03-1015, sehingga dengan reduksi dapat diperkirakan bahwa logam aktif Cu betul terbentuk. Selain itu, tampak bahwa sebelum dan setelah reduksi, kieselguhr sebagai bahan penyangga berada dalam fasa cristobalit yang ditunjukkan oleh puncak  $\text{SiO}_2$  pada  $2\theta = 21$  sesuai dengan No.ASTM 11-0695.



Gambar 1. Pola Difraksi Sinar-X Katalis Cu-Cr/kieselguhr sebelum reduksi (A) dan setelah reduksi (B).

Besaran partikel kristal dari pola difraksi sinar-x dapat dihitung dengan menggunakan persamaan Scherrer (H.P. Klug dan L.E. Alexander, 1974).

$$t = 0,9\lambda / \beta \cos\theta \times 57,3$$

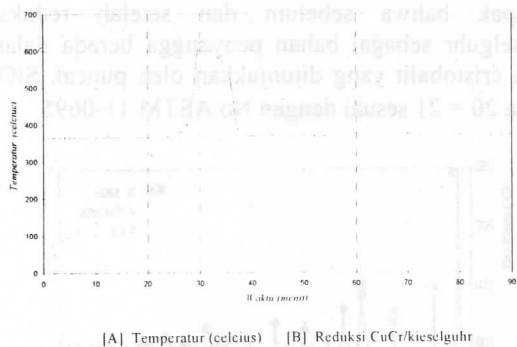
di mana  $t$  = besaran kristal logam ( $\text{Å}$ )  
 $\lambda$  = panjang gelombang radiasi  $\text{CuK}\alpha = 1,54056 \text{ \AA}$   
 $\beta$  = lebar pada separuh tinggi puncak  
 $\theta$  = separuh sudut pengamatan.

Dengan menerapkan persamaan Scherrer dan menggunakan puncak Cu pada  $2\theta = 38,6; 43,8; \text{ dan } 48,7$  diperoleh besar kristal logam Cu  $143,83 \text{ \AA}$ .

Untuk mengetahui suhu reduksi katalis, Temperatur Program Reduction (TPR) dilakukan dengan cara mengalirkan campuran gas 10%  $\text{H}_2$  dalam Argon pada sampel pada suhu  $600^\circ\text{C}$  selama 30 menit dengan heating rate  $10^\circ\text{C}/\text{menit}$ .

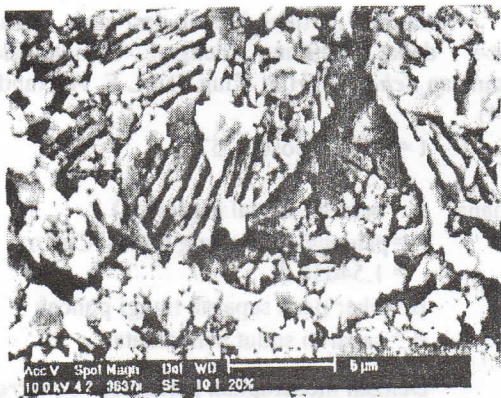
Dari grafik reduksi Cu-Cr/kieselguhr dapat dilihat terbentuknya satu puncak yaitu puncak  $\text{CuCrO}_2$  dengan suhu reduksi  $300^\circ\text{C}$ . Terbentuknya senyawa aktif katalis  $\text{CuCrO}_2$  seperti yang diharapkan, bukan campuran  $\text{CuO}$  dan  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ , menunjukkan bahwa preparasi katalis berhasil dengan baik.

Dalam preparasi katalis, reduksi dilakukan pada suhu 350°C dalam aliran gas H<sub>2</sub> selama 4 jam dengan tujuan agar oksida logam tereduksi sempurna. Hasil TPR katalis preparasi ditunjukkan pada Grafik 2.



Grafik 2. Grafik Reduksi Katalis Cu-Cr/Kieselguhr

Pada Gambar 2 ditunjukkan morfologi katalis yang dilihat dengan menggunakan Scanning Electronic Microscope (SEM), dimana terlihat adanya gambar yang gelap dan berongga serta gambar yang terang.



Gambar 2. Morfologi katalis preparasi

Dengan menggunakan SEM dengan Secondary Electron (SE) sebagai detektor, makin besar berat molekul (BM) suatu senyawa kemungkinan terjadinya penumpukan elektron makin sedikit, sehingga gambar yang terlihat lebih gelap dibanding dengan senyawa dengan berat molekul yang lebih kecil.

Pada Gambar 2, gambar yang gelap menunjukkan bahan penyangga kieselguhr ( BM : 162,05), sedang yang terang adalah senyawa aktif CuCrO<sub>2</sub> ( BM : 147,54). Selain itu, dapat dilihat bahwa senyawa aktif CuCrO<sub>2</sub> tidak menempel secara merata pada bahan penyangga, menunjukkan katalis

preparasi tidak homogen, yang berarti preparasi katalis tidak berhasil dengan baik. Hal ini dimungkinkan karena penambahan larutan Cu(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.3H<sub>2</sub>O dan Cr(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>.9H<sub>2</sub>O pada bahan penyangga dengan cara titrasi tidak sama kecepatannya. Oleh karena itu, perlu dilakukan perbaikan proses lebih lanjut dalam mengatur kecepatan penambahan larutan titran seperti pemakaian pompa agar kedua larutan sebagai senyawa kompleks aktif katalis dapat menempel secara homogen pada permukaan bahan penyangga.

### KESIMPULAN :

Berdasarkan data-data dari penelitian ini, dapat diambil kesimpulan sebagai berikut :

1. Luas permukaan spesifik katalis Cu-Cr / kieselguhr 20/80 adalah 2,537 m<sup>2</sup>/gram.
2. Pola difraksi sinar-x dari katalis preparasi menunjukkan bahwa, sebelum reduksi katalis mengandung kristal CuCrO<sub>2</sub>, sedang setelah reduksi mengandung kristal Cu.
3. Besar kristal Cu katalis adalah 143,83 Å.
4. Hasil TPR katalis Cu-Cr/kieselguhr 20/80 menunjukkan bahwa katalis tersebut dapat tereduksi pada suhu 300°C.
5. Analisa katalis dengan SEM menunjukkan bahwa, katalis preparasi tidak homogen, sehingga perlu dilakukan perbaikan proses dalam preparasi katalis.

### DAFTAR PUSTAKA

1. A.B. Stiles (1983), "Hydrogenations General and Selective, Applied Industrial Catalysis", Vol. 2.
2. Supriyono, W.R. Susila (1995), "Proyeksi Minyak Sawit Mentah (CPO) Dunia 1993-2000", Kompas.
3. Bello, L.L. Diosady, W.F. Graydon, L.J. Rubin (1985), "Homogeneous Catalytic Hydrogenation of Canola Oil Using A Ruthenium Catalyst", JAOCS, Vol. 63, No. 11, 1587.
4. Chu, L.H. Lin (1991), "An Evaluation of Commercial Nickel Catalyst During Hydrogenation of Soybean Oil", JAOCS, Vol. 68, No. 9, 680.
5. Hsu, L.L. Diosady, W.F. Graydon, L.J. Rubin (1986), "Heterogeneous Catalytic Hydrogenation of Canola Oil Using Palladium", JAOCS, Vol. 63, No. 8, 1036.
6. Koritala, S., J.P. Friedrich and T.L. Mounts (1980). *Ibid.* 57 : 1.
7. Krishnan Balakrishnan, Richard D. Gonzalez (1993), "Journal of Catalysis", 144, 395.

8. Rodrigo, S. Mendioroz (1991), "Journal American Oil Chemical Society", Vol.69, No. 8, 802.
9. West, Anthony, R (1984),"Solid State Chemistry and Its Applications, John Wiley & Sons, New York.

Setia Budi Sasangka

Abstrak

Abstrak yang terbalik mengenai analisis katalis Cu-Cr/Kieselguhr. Teks ini membahas tentang karakterisasi katalis yang digunakan dalam proses industri. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui sifat-sifat katalis tersebut, seperti aktivitas, selektivitas, dan stabilitas. Hasil penelitian menunjukkan bahwa katalis yang digunakan memiliki sifat-sifat yang baik untuk digunakan dalam proses industri. Penelitian ini dilakukan dengan menggunakan metode analisis termal, analisis termogravimetri, dan analisis spektroskopi. Hasil penelitian menunjukkan bahwa katalis yang digunakan memiliki sifat-sifat yang baik untuk digunakan dalam proses industri.

Kata kunci: Katalis, Cu-Cr, Kieselguhr, Analisis Termal, Analisis Termogravimetri, Analisis Spektroskopi

Salah satu jenis katalis yang banyak digunakan dalam industri adalah katalis Cu-Cr/Kieselguhr. Katalis ini digunakan dalam proses industri untuk meningkatkan laju reaksi kimia. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui sifat-sifat katalis tersebut, seperti aktivitas, selektivitas, dan stabilitas. Hasil penelitian menunjukkan bahwa katalis yang digunakan memiliki sifat-sifat yang baik untuk digunakan dalam proses industri. Penelitian ini dilakukan dengan menggunakan metode analisis termal, analisis termogravimetri, dan analisis spektroskopi. Hasil penelitian menunjukkan bahwa katalis yang digunakan memiliki sifat-sifat yang baik untuk digunakan dalam proses industri.

Salah satu jenis katalis yang banyak digunakan dalam industri adalah katalis Cu-Cr/Kieselguhr. Katalis ini digunakan dalam proses industri untuk meningkatkan laju reaksi kimia. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui sifat-sifat katalis tersebut, seperti aktivitas, selektivitas, dan stabilitas. Hasil penelitian menunjukkan bahwa katalis yang digunakan memiliki sifat-sifat yang baik untuk digunakan dalam proses industri. Penelitian ini dilakukan dengan menggunakan metode analisis termal, analisis termogravimetri, dan analisis spektroskopi. Hasil penelitian menunjukkan bahwa katalis yang digunakan memiliki sifat-sifat yang baik untuk digunakan dalam proses industri.

Salah satu jenis katalis yang banyak digunakan dalam industri adalah katalis Cu-Cr/Kieselguhr. Katalis ini digunakan dalam proses industri untuk meningkatkan laju reaksi kimia. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui sifat-sifat katalis tersebut, seperti aktivitas, selektivitas, dan stabilitas. Hasil penelitian menunjukkan bahwa katalis yang digunakan memiliki sifat-sifat yang baik untuk digunakan dalam proses industri. Penelitian ini dilakukan dengan menggunakan metode analisis termal, analisis termogravimetri, dan analisis spektroskopi. Hasil penelitian menunjukkan bahwa katalis yang digunakan memiliki sifat-sifat yang baik untuk digunakan dalam proses industri.

Salah satu jenis katalis yang banyak digunakan dalam industri adalah katalis Cu-Cr/Kieselguhr. Katalis ini digunakan dalam proses industri untuk meningkatkan laju reaksi kimia. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui sifat-sifat katalis tersebut, seperti aktivitas, selektivitas, dan stabilitas. Hasil penelitian menunjukkan bahwa katalis yang digunakan memiliki sifat-sifat yang baik untuk digunakan dalam proses industri. Penelitian ini dilakukan dengan menggunakan metode analisis termal, analisis termogravimetri, dan analisis spektroskopi. Hasil penelitian menunjukkan bahwa katalis yang digunakan memiliki sifat-sifat yang baik untuk digunakan dalam proses industri.

\* Staf Pengajar Jurusan Teknik Kimia FT UNIP Semarang