

PREPARATION AND CHARACTERIZATION Ni-Mo/MONTMORILLONITE AS A CATALYST IN CRACKING PROCESS

Preparasi dan Karakterisasi Ni-Mo/Monmorillonit sebagai Katalis pada Proses Cracking

Putri Sopiari¹, Firdaus², and Paulina Taba²

¹Departement of Chemistry, Faculty of Science, University of Hasanuddin, Jl. Perintis Kemerdekaan 90245, Makassar-Indonesia

²Department of Chemistry, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, University of Hasanuddin, Jl. Perintis Kemerdekaan 90245, Makassar-Indonesia

Received: Juni 2015 Published: July 2015

ABSTRACT

This research is aims to prepare and characterization of montmorillonite intercalated Ni-Mo as a catalyst in the cracking process. Preparation is do by extracting monmorillonite of bentonite by decantation method. Monmorillonite synthesized with NaCl to obtain Na-monmorillonite. Ni-Mo/monmorillonite obtained by dissolving ammonium hepta molybdate ($(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$) with distilled water and refluxed with Na-monmorillonite for 6 hours and dried at a temperature of 120°C. Furthermore, nickel nitrate hexahydrate ($Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$) is dissolved in distilled water and refluxed with Mo-monmorillonite for 6 hours and dried at a temperature of 120°C. Ni-Mo/monmorillonite obtained is then calcined at a temperature of 600°C for 4 hours to activate and eliminate the remnants of organic materials. Characterization of Ni-Mo/monmorillonite do by XRD, XRF and SEM. Characterization by XRD showing the change in the content of monmorillonite, Na-monmorillonite, and Ni-Mo/monmorillonite. Characterization by XRF confirms the success of the creators do with increasing metal content of Ni and Mo in monmorillonite replace the position of the metal Na. Characterization by SEM showed highly significant differences in morphology of montmorillonite, Na-monmorillonite and Ni-Mo-monmorillonite.

Keywords: Montmorillonite, Ni-Mo/montmorillonite, Intercalated, Catalyst, Characterization.

PENDAHULUAN

Minyak jelantah adalah minyak limbah yang berasal dari jenis-jenis minyak goreng seperti halnya minyak jagung, minyak sayur, minyak samin dan sebagainya. Minyak ini merupakan minyak bekas pemakaian dan umumnya dapat digunakan kembali untuk keperluan kuliner. Akan tetapi bila ditinjau dari komposisi kimianya, minyak jelantah mengandung senyawa-senyawa yang bersifat karsinogenik yang terbentuk selama proses penggorengan. Pemakaian minyak jelantah yang berkelanjutan dapat merusak kesehatan manusia dan dapat mengurangi kecerdasan generasi berikutnya (Ardiana dkk., 2009).

Salah satu cara yang dilakukan untuk menangani limbah minyak jelantah adalah dengan mengkonversi minyak tersebut menjadi bahan bakar alternatif biodiesel. Biodiesel dihasilkan dari reaksi trigliserida dengan

alkohol yang menggunakan katalis basa pada suhu dan komposisi tertentu, sehingga dihasilkan dua zat yang disebut alkil ester (umumnya metil ester atau sering disebut biodiesel) dan gliserol (Zhang dkk., 2003).

Biodiesel merupakan bahan bakar dengan fraksi berat yang masih memungkinkan untuk menghasilkan emisi pembakaran yang dapat mencemari lingkungan. Oleh karenanya, biodiesel masih bisa dikonversi menjadi fraksi yang lebih ringan melalui proses perengkahan (*cracking*).

Cracking merupakan proses pemecahan molekul karbon rantai panjang menjadi molekul karbon yang lebih ringan atau pendek. Proses *cracking* dapat berlangsung baik dengan adanya bantuan katalis yang berfungsi untuk menurunkan penggunaan energi dalam pemutusan rantai karbon pada biodiesel (Dupain dkk., 2007). Katalis yang digunakan dalam proses *cracking* merupakan katalis yang stabil

pada suhu tinggi dan mudah dipisahkan dari produk, misalnya katalis heterogen yang terdiri atas material aktif (logam) dan bahan penyangga seperti lempung (*metal-supported catalyst*). Dalam sistem katalis logam-pengemban, lempung juga mempunyai aktivitas katalitik yang tinggi, menyebabkan katalis tidak mudah menggumpal, mempunyai porositas yang luas, serta stabil terhadap suhu tinggi (Liu dkk., 2006).

Salah satu jenis lempung yang memiliki kandungan utama mineral smektit (montmorillonit) dengan kadar 80-90% adalah bentonit. Lempung montmorillonit adalah silikat berlapis dan merupakan pendukung reagen anorganik yang digunakan sebagai katalis yang efisien dan serbaguna di dalam sintesis organik (Kaur dan Kishore, 2012). Namun pada umumnya mineral lempung tidak tahan terhadap suhu tinggi karena adanya kandungan unsur-unsur alkali (Yelmida dkk., 2012).

Pengembangan logam transisi dalam lempung monmorillonit dikenal dengan istilah interkalasi. Metode ini akan memperbesar pori material karena interkalan akan mendorong lapisan atau membuka ruang antar lapis untuk megebang. Di antara logam-logam transisi yang biasanya digunakan sebagai promotor dan fasa aktif katalis ialah Ni dan Mo. Menurut Siswodiharjo (2006), keberadaan logam transisi Ni dan Mo akan meningkatkan keasaman katalis. Logam-logam transisi tereduksi menjadi logam yang bersifat asam karena kedua logam memiliki elektron yang belum berpasangan pada orbital d. Keasaman total katalis akan meningkatkan aktivitas katalis karena semakin banyak situs asam Lewis (menerima pasangan elektron) di dalam bangun katalis.

Berdasarkan latar belakang di atas, maka dilakukan penelitian preparasi dan karakterisasi Ni-Mo/monmorillonit sebagai katalis dalam proses *cracking*.

METODOLOGI

Bahan

Bahan yang digunakan diantaranya lempung mineral bentonit teknis, $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ p.a. (E. Merck), $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ p.a. (E. Merck), akuades, NaCl 1 M, AgNO_3 (E. Merck).

Alat

Alat yang digunakan adalah XRD (*Philips Expert*, sumber radiasi $\text{Cu K}\alpha$ ($= 1,5405$)) untuk

menganalisis struktur kristal katalis, SEM (*Jeol JSM 6360 LA*) untuk melihat profil permukaan katalis, neraca analitik (*Mettler Toledo*), *rotary evaporator* (*Heizbad Hei-VAP*), corong *buchner*, *hot plate* (*Cimarec*), ayakan 100 dan 200 mesh, kertas saring Whatmann no. 40 dan 42, oven (*Gen Lab*), dan beberapa peralatan gelas (*pyrex*).

Prosedur Kerja

A. Preparasi Bentonit

Bentonit yang diperoleh dari PT. Intraco Makassar digerus dan diayak dengan menggunakan pengayak 100 mesh, kemudian dipanaskan di dalam oven pada suhu 105°C selama 2 jam.

B. Fraksinasi Sedimentasi Bentonit

Sebanyak 100 gram bentonit dimasukkan ke dalam gelas kimia dan ditambahkan 2 liter akuades. Campuran tersebut diaduk dengan stirer selama 30 menit kemudian didiamkan selama 5 menit. Endapan yang terbentuk dipisahkan dengan dekantasi (F1). Suspensi sisa fraksi satu didiamkan kembali selama 2 jam dan pisahkan dengan dekantasi (F2) yang kemudian dikeringkan di dalam oven pada suhu 105°C selama 3 jam.

C. Sintesis Na-Monmorillonit

Sebanyak 50 gram bentonit F2 disuspensikan ke dalam 900 mL larutan NaCl 1 M. Campuran diaduk dengan stirer selama 6 jam, dan didiamkan pada suhu kamar. Campuran didekantasi dan endapannya diambil. Endapan tersebut didispersikan kembali dengan 600 mL NaCl 1 M dan diaduk kembali dengan stirer selama 6 jam, lalu endapan didekantasi. Endapan yang dihasilkan dicuci dengan akuademineral beberapa kali sampai filtrat tidak menghasilkan endapan putih AgCl . Setelah dicuci, endapan dikeringkan di dalam oven pada suhu $110\text{--}120^\circ\text{C}$ selama 4 jam.

D. Interkalasi Logam Ni dan Mo

Proses interkalasi dimulai dengan melarutkan $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,5 % di dalam 500 ml akuades. Setelah bercampur, masukkan 100 gram Na-monmorillonit ke dalam campuran dan direfluks pada suhu 60°C selama 6 jam. Kemudian campuran disaring, endapan yang diperoleh dicuci dengan akuades serta

dikeringkan di dalam oven pada suhu 120°C selama 6 jam.

Larutkan 0,5% Ni(NO₃)₂·6H₂O di dalam 500 mL akuades. Memasukkan sampel Mo/monmorillonit yang telah didapat pada proses interkalasi pertama dan direfluks pada suhu 90°C selama 6 jam. Kemudian campuran disaring untuk memisahkan antara filtrat dengan endapan. Endapan yang didapat dicuci kembali dan dikeringkan di dalam oven pada suhu 120°C selama 6 jam. Endapan yang didapat merupakan katalis NiMo/monmorillonit yang selanjutnya digerus dan diayak menggunakan pengayak 200 mesh serta dikalsinasi pada suhu 600°C selama 4 jam.

HASIL DAN PEMBAHASAN

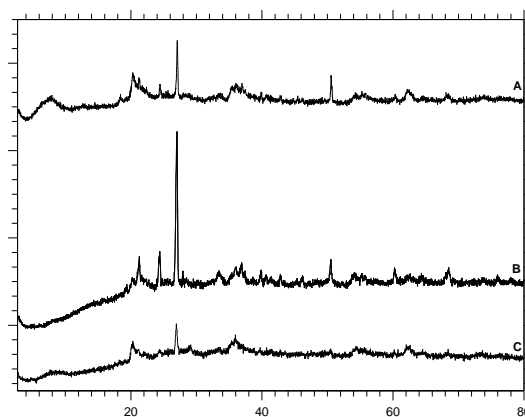
A. Preparasi, Interkalasi, dan Karakterisasi Ni-Mo/Monmorillonit

Metode preparasi dan interkalasi dilakukan berdasarkan prosedur Oktaviani (2011). Metode yang digunakan untuk mengkarakterisasi katalis Ni-Mo/monmorillonit dalam penelitian ini adalah metode difraksi sinar-X untuk menganalisis struktur kristal, dan floresensi sinar-X untuk mempertegas kandungan material.

B. Karakterisasi Menggunakan XRD

Pola difraksi sinar-X dari monmorillonit, Na-monmorillonit, dan Ni-Mo/monmorillonit dapat dilihat pada Gambar 1 yang menunjukkan adanya beberapa puncak 2 theta yang muncul dengan intensitas ketajaman yang baik.

Pola difraktogram monmorillonit menunjukkan adanya tiga puncak 2θ dengan intensitas tertinggi yaitu pada 20,28°, 27,05°, dan 50,55° yang merupakan puncak khas dari monmorillonit. Sedangkan pada Na-monmorillonit terjadi pergeseran puncak dengan intensitas tinggi yaitu pada 21,24°, 24,35° dan 26,96°. Sedangkan pada difraktogram Ni-Mo/monmorillonit terjadi perubahan komposisi secara signifikan yang ditandai dengan menurunnya puncak-puncak 2 theta pada yang diduga dipengaruhi oleh logam Ni dan Mo yang teremban di dalam struktur monmorillonit. Akan tetapi, keberadaan logam Ni dan Mo yang teremban di dalam struktur monmorillonit tidak terlihat dengan jelas. Fenomena tersebut dapat disebabkan oleh pendispersian logam Ni dan Mo yang sangat merata pada permukaan katalis.



Gambar 1. Difraktogram (A) Monmorillonit, (B) Na-Monmorillonit, dan (C) Ni-Mo/Monmorillonit

C. Karakterisasi Menggunakan XRF

Berdasarkan hasil analisis dengan XRF diperoleh hasil seperti pada Tabel 1. Analisis XRF dilakukan untuk mempertegas kandungan logam yang menempel pada monmorillonit setelah dilakukan interkalasi.

Tabel 1. Perubahan Kandungan Ni dan Mo berdasarkan Hasil Analisis XRF

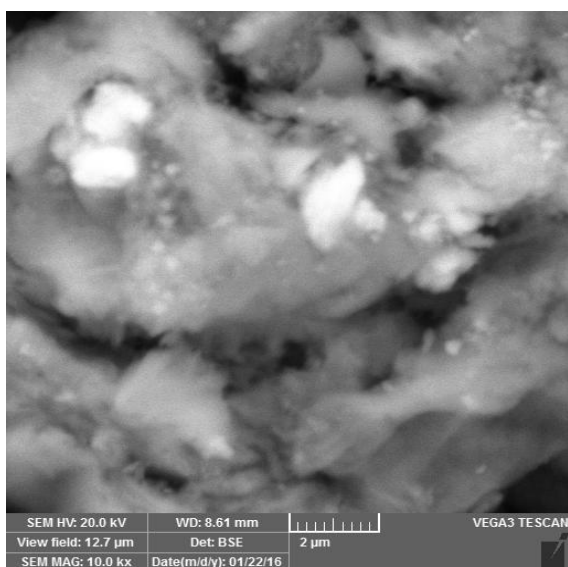
No.	Elemen	Kandungan (%-b/b)	
		Monmorillonit	NiMo-monmorillonit
1	Si	54,12	31,91
2	Al	9,81	5,02
3	Ni	0	11,50
4	Mo	0,03	27,32

Dari Tabel 1 dapat dilihat bahwa kandungan logam Ni dan Mo dalam monmorillonit sebelum dan setelah interkalasi. Data tersebut menunjukkan keberhasilan pengembalian logam dengan proses interkalasi. Pada monmorillonit Si sebagai kerangka utama memiliki kandungan yang sangat tinggi yaitu sebanyak 54,12 %-b/b. Akan tetapi setelah diinterkalasi kandungan Si turun menjadi 31,91 %-b/b. Hal ini mengindikasikan bahwa ketika proses interkalasi terjadi proses desilikasi dengan pemutusan rantai Si dengan Al agar dapat mengikat logam Ni dan Mo yang diembankan dengan baik.

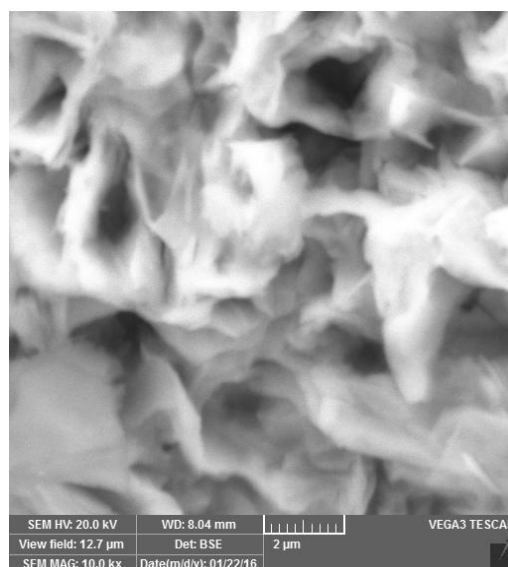
D. Analisis SEM

Analisis SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi dari katalis yang meliputi tekstur dan dispersi dari logam yang diembankan. Hasil analisis katalis monmorillonit, Na-monmorillonit

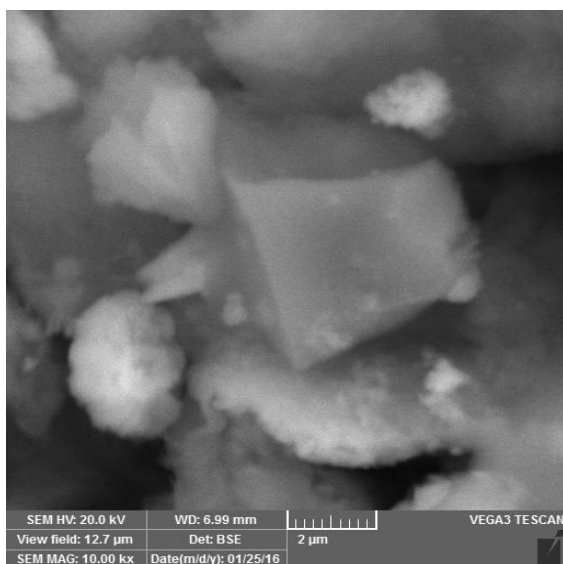
dan Ni-Mo/monmorillonit ditunjukkan oleh Gambar 2, 3, dan 4.



Gambar 2. Mikrograf Monmorillonit



Gambar 4. Mikrograf Ni-Mo/Monmorillonit



Gambar 3. Mikrograf Na-Monmorillonit

Berdasarkan hasil analisis SEM pada Gambar 2 dapat dilihat perbedaan penampakan antara monmorillonit, Na-monmorillonit, dan Ni-Mo/monmorillonit yang menunjukkan bahwa kristal yang terbentuk kurang begitu seragam. Adanya penampakan gumpalan putih yang terlihat pada struktur monmorillonit dan Na-monmorillonit mengindikasikan adanya logam yang terdispersi secara tidak merata pada permukaan katalis. Berbeda dengan monmorillonit yang telah terinterkalasi oleh logam Ni dan Mo yang memiliki morfologi lebih

teratur, dengan logam yang terdispersi lebih banyak pada permukaannya.

KESIMPULAN

Hasil penelitian menunjukkan adanya tiga puncak 2 theta yang merupakan puncak khas pada monmorillonit. Puncak-puncak tersebut mengalami perubahan intensitas dan pergeseran ketika telah disintesis dengan Na dan diinterkalasi dengan logam Ni dan Mo yang mengindikasikan logam yang diimbangkan ke dalam material lempung terjadi dengan baik. Keberhasilan interkalasi diperkuat oleh hasil analisis XRF terhadap katalis, di mana terjadi perubahan secara signifikan kandungan logam Ni dan Mo dalam katalis. Morfologi yang berbeda ditunjukkan oleh ketiga material, yang mengindikasikan terjadinya perubahan kristalinitas dan struktur yang lebih teratur ketika monmorillonit telah mengemban logam.

DAFTAR PUSTAKA

- Ardiana D., Wardhani S., Martutik, Wahyuni, 2009. *Pengaruh Rasio Metanol/Minyak Terhadap Parameter Kecepatan Reaksi MetanolisisMinyak Jelantah dan Angka Setana Biodiesel*. Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Negeri Semarang, Semarang.
- Dupain, X., Costa, D. J., Schaverien, C. J., Makkee, M., and Moulijn, J., 2007. *Cracking of A Rapeseed Vegetable Oil*

- Under Realistic FCC Conditions, *Appl. Catal. B.*, 72: 44–61.
- Kaur, N., and Kishore, D., 2012. Montmorillonite: An Efficient, Heterogeneous and Green Catalyst for Organic Synthesis. *J. Chem. Pharm. Res.*, 4(2): 991-1015.
- Liu, J., Cao, Z., Xu, X., 2006, Hydro-upgrading of FCC on Ni-Mo-P/USY Catalyst. *Bulletin of the Catalysis Society of India*: 87-93.
- Oktaviani, E., 2011. *Sintesis dan Karakterisasi Organoclay Terinterkalasi Surfaktan Kationik ODTMABr dan Aplikasinya sebagai Adsorben Fenol*. Skripsi. Program Studi Kimia FMIPA UI, Depok.
- Siswodiharjo, 2006. *Reaksi Hidrorengkah Katalis Ni/Zeolit, Mo/Zeolit, NiMo/Zeolit Terhadap Parafin*. Skripsi Tidak Diterbitkan. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sebelas Maret, Surakarta.
- Yelmida, Zahrina, I., dan Akbar, F., 2012. Perengkahan PFAD (Palm Fatty Acid Distillate) Dengan Katalis Zeolit Sintesis Untuk Menghasilkan Biofuel. *Jurnal Rekayasa Kimia dan Lingkungan*, 9(1), ISSN 1412-5064: 45-50.
- Zhang, Y., M.A. Dubè , McLean, D.D., and Kates, M., 2003. Biodiesel Production from Waste Cooking Oil: 1. Process Design and Technological Assessment; Review Paper, *Bioresour. Technol.*, 89: 1-16.