

**PENGARUH VARIASI WAKTU PENAHANAN TEMPERATUR TERHADAP
PRODUK PIROLISIS LIMBAH SERABUT SAGU (*Metroxylon sp.*)
DENGAN ATAU TANPA KATALIS**

Yustina Supeni¹, Rahmad Nuryanto², Taslimah³

¹ Universitas Diponegoro/Kimia, Semarang (kimiayustina@gmail.com)

² Universitas Diponegoro/Kimia, Semarang

³ Universitas Diponegoro/Kimia, Semarang

Abstrak

Telah dilakukan pirolisis limbah serabut sago dengan variasi waktu penahanan temperatur terhadap produk dengan atau tanpa katalis. Pengaktifan zeolit alam dilakukan dengan perendaman HF 1%, HCl 1N (masing-masing selama 4 jam), pencucian dengan akuabides, dan dikalsinasi. Zeolit aktif diimpregnasi dengan larutan garam NiCl₂.6H₂O, dikalsinasi, dioksidasi, dan direduksi. Penelitian diawali dengan pirolisis limbah serabut sago sebanyak 50 gram (penambahan 2,5 gram katalis pada pirolisis dengan katalis) dengan variasi waktu penahanan 0 (tanpa penahanan), 5, 10, 15, 20 menit selang 100⁰C sampai 400⁰C. Persentasi kristalinitas meningkat pada zeolit sesudah impregnasi sebesar sebesar 2,3% tetapi terjadi penurunan lus permukaan, jejari rata, dan volume pori sedangkan keasaman meningkat 0,182 mmol/g. Hasil berat cair menunjukkan perolehan *bio-oil* optimum pada pirolisis tanpa katalis yaitu pada waktu penahanan 5 menit dengan berat sebesar 23,032 gram dan pada pirolisis dengan katalis Ni-Zeolit pada waktu penahanan 10 menit dengan berat sebesar 21,292 gram. Produk utama hasil cair antara penggunaan katalis maupun tanpa katalis memiliki 4 senyawa hidrokarbon rantai pendek dengan kelimpahan paling besar yaitu asam asetat; fenol; 2-propanon,1-hidroksi; dan 2-furankarboksaldehid, sedangkan muncul spesifikasi yaitu adanya metanol pada pirolisis tanpa katalis (waktu penahanan 15 menit) dan 2-furanmetanol pada pirolisis dengan katalis (semua waktu penahanan).

Kata kunci: Zeolit, limbah sago, waktu penahanan temperatur, bio-oil

Abstract

Have been made with sago fiber waste pyrolysis hold time variation of temperature on the product with or without catalyst. Activation of natural zeolite is done by soaking 1% HF, HCl 1N (each 4 hours), washing with akuabides, and calcined. Impregnation active zeolite with a salt solution NiCl₂.6H₂O, calcined, oxidised and reduced. The study begins with the pyrolysis of waste sago fibers 50 grams (2.5 grams of catalyst addition on the catalytic pyrolysis) with variations detention time 0 (without detention), 5, 10, 15, 20 minute intervals 100⁰C to 400⁰C. The percentage increase in the crystallinity of the zeolite after impregnation of 2.3% but a decline in surface lus, faint flattened, and the pore volume while increasing the acidity of 0.182 mmol/g. The results showed gains weight liquid bio-oil optimum pyrolysis without catalyst that detention at 5 minutes with a weight of 23.032 grams and the pyrolysis with Ni-zeolite catalyst in a 10-minute detention with a weight of 21.292 grams. The main products of liquid between the results without the use of catalysts and catalyst have 4 short-chain hydrocarbons with the greatest abundance of acetic acid; phenol, 2-propanon,1-hydroxy, and 2-furankarboksaldehid, while appearing in the specification that the methanol pyrolysis without catalyst (detention time of 15 minutes) and 2-furanmetanol on pyrolysis catalysts (all detention time).

Keywords: Zeolite, sago waste, temperature hold time, bio-oil

I. PENDAHULUAN

Tanaman sago (*Metroxylon sp.*) banyak dijumpai di Indonesia, khususnya Indonesia

bagian timur dengan jumlah sekitar 50% tanaman sagu dunia tumbuh di Indonesia. Tanaman sagu dimanfaatkan mulai dari kebutuhan rumah tangga sampai bidang industri. Saat ini, pemanfaatan sagu hanya terfokus pada pati yang terkandung di dalamnya sedangkan hasil limbah dari industri pengolahan sagu dengan prosentase ampas sekitar 75-83% belum dimanfaatkan secara maksimal [4]. Limbah sagu merupakan biomassa lignoselulosa yang kaya akan selulosa, sehingga dapat dimanfaatkan secara optimal sebagai sumber karbon. Berdasarkan persentase ampas mengandung residu lignin sebesar 21%, sedangkan kandungan selulosanya sebesar 20%, dan sisanya merupakan zat ekstraktif dan abu [2]. Keberadaan senyawa-senyawa tersebut dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku biomassa, salah satunya adalah menghasilkan *bio-oil* menggunakan proses pirolisis. Pirolisis merupakan reaksi yang berlangsung pada temperatur tinggi dengan sedikit oksigen atau tanpa melibatkan oksigen. Produk yang dihasilkan dari pirolisis berupa minyak, gas, dan sedikit arang [1]. Pirolisis merupakan metode yang sangat baik karena memaksimalkan senyawa lignin dan selulosa yang dihasilkan dari tumbuhan untuk menghasilkan bahan bakar cair [3]. Penggunaan katalis dapat diaplikasikan pada proses pirolisis dengan sebutan pirolisis katalitik. Salah satu contoh pirolisis katalitik yaitu menggunakan katalis Ni-zeolit pada proses hidrorengkah minyak bumi [5]. Pirolisis yang dipengaruhi waktu mengakibatkan proses perpindahan massa, perubahan fasa, dan fenomena perpindahan panas memegang peranan penting dan berpengaruh terhadap hasil keluaran secara keseluruhan [1]. Pada penelitian ini akan dibahas mengenai pirolisis serabut sagu dengan variasi waktu penahanan agar didapatkan hasil cair (*bio-oil*) dengan waktu penahanan optimum.

II. METODE KERJA

II.1 Bahan dan Alat

II.1.1 Bahan

Limbah serabut sagu, zeolit alam, HF 1%, HCl 1N, akuabides, dan $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

II.1.2 Alat

Seperangkat alat gelas, neraca analitik, kondensor, reaktor pirolisis, pompa air, botol vial, ayakan 100-150 mesh, oven, pH meter, kertas saring, difraktometer sinar-x, *surface area analyzer*, kromatografi gas-spektroskopi masa.

II.2 Cara Kerja

II.2.1 Pembuatan Katalis Ni-Zeolit

Zeolit alam sebanyak lima puluh gram diayak pada 100-140 mesh, Direndam berturut-turut dengan HF 1%, HCl 6N, dan dengan bidest sampai netral. Zeolit dioven selama 4 jam pada suhu 120°C , kemudian diimpregnasi menggunakan $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ selama 24 jam dan dioven selama 4 jam pada suhu 120°C . Zeolit yang diperoleh dikalsinasi dengan dialiri gas oksigen dilanjutkan dengan dialiri gas hidrogen selama 4 jam pada 400°C . Hasilnya kemudian dianalisis menggunakan instrumen Difraktometer Sinar-X dan *Surface Area Analyzer*.

II.2.2 Preparasi sampel

Serabut sagu yang masih basah dipisahkan dari serbuknya dan ditimbang beratnya. Serabut sagu dijemur menggunakan sinar matahari selama 3-4 jam. Serabut sagu yang telah kering ditimbang. Preparasi ini dilakukan selama beberapa hari sampai didapatkan berat kering sampel konstan.

II.2.3 Pirolisis Limbah Serabut Sagu (*Metroxylon sp.*)

Lima puluh gram serabut sagu dipirolisis dengan dan tanpa katalis Ni-Zeolit. Pirolisis katalitik dilakukan dengan mencampurkan katalis dan limbah sagu. Campuran dipanaskan

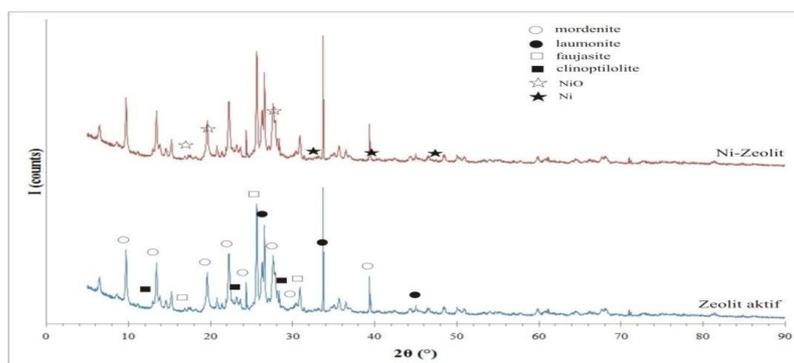
dengan variasi waktu penahanan suhu pemanasan 0, 5, 10, 15, 20 menit setiap tahap kenaikan suhu pada kisaran suhu 100-400⁰ C dengan selang 100⁰ C. Hasil perengkahan (cairan) dianalisis dengan *Gas Chromatography-Spectroscopy Mass*.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Katalis Ni-Zeolit dibandingkan hasil karakterisasinya dengan zeolit aktif menggunakan beberapa instrumen yaitu instrumen difraktometer sinar-x untuk mengetahui kristalinitas dan komposisi utama dari katalis, instrumen *surface area analyzer* (mengetahui luas permukaan, jejari rata-rata, dan volume total pori), dan keasaman katalis menggunakan larutan NH₃ sebagai adsorbat.

III.1 Karakterisasi XRD

Pada karakterisasi menggunakan XRD diamati difraktogram sampel zeolit aktif maupun Ni-Zeolit



Hasil difraktogram dari zeolit aktif dan Ni-zeolit tidak jauh berbeda, hal tersebut menunjukkan bahwa zeolit alam memiliki kestabilan yang tinggi setelah diaktivasi maupun diimpreg dengan logam. Perbedaannya yaitu pada intensitas yang dihasilkan, dimana intensitas Ni-zeolit lebih tinggi daripada zeolit aktif. Intensitas tertinggi pada sampel dibandingkan dengan data JCPDS dan diperoleh perbandingan 2θ (°) masing-masing sampel dengan beberapa material dan diperkirakan material yang terbentuk pada sampel adalah Mordernite, Faujasite, Clinoptilolite, dan Laumonite. Adanya impregnasi logam Ni meningkatkan kristalinitas zeolit yang ditunjukkan dengan meningkatnya intensitas pada nilai 2θ. Prosentase kristalinitas zeolit aktif dari data yang diperoleh adalah 75,7 % dan amorf 24,3%, sedangkan prosentase kristalinitas pada Ni-Zeolit sebesar 78% dan amorf 22%, hal tersebut menunjukkan bahwa impregnasi logam Ni pada zeolit meningkatkan kristalinitas sebesar 2.3%.

Logam	JCPDS		Data Diperoleh	
	2θ (°)	I (I/I ₀)	2θ (°)	I (I/I ₀)
NiO	16,988	60	17,01	6
	19,626	100	19,782	41
	27,91	60	27,845	51
Ni ⁰	40,675	10	40,679	9
	47,512	2	47,412	5
	32,95	40	32,899	3

Impregnasi logam Ni pada zeolit yang selanjutnya dikalsinasi, dioksidasi dan direduksi bertujuan untuk memperoleh Ni dalam bentuk Ni⁰, akan tetapi dari tabel diatas

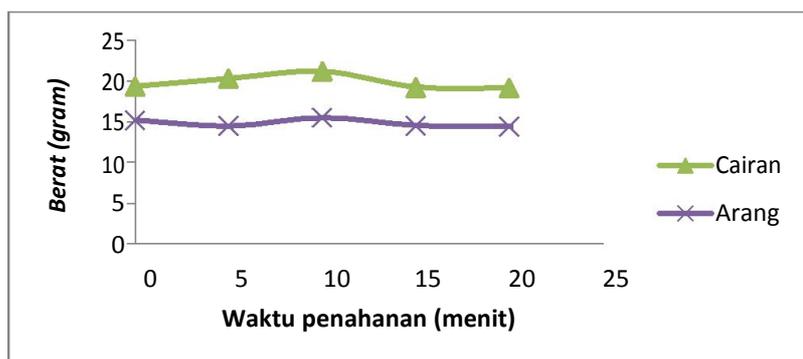
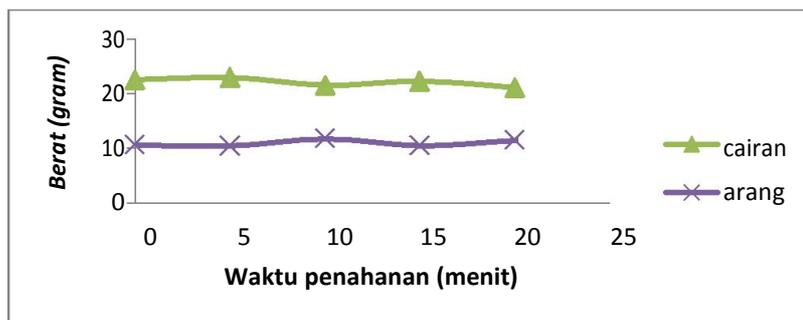
masih terdapat Ni dalam bentuk NiO yang berarti reduksi logam Ni kurang sempurna.

III.2 Karakterisasi BET dan Uji Keasaman

Jenis Padatan	Luas permukaan (m ² /g)	Jejari rata-rata (A)	Volume total pori (10 ⁻³ cc/g)	Keasaman (mmol/g)
Zeolit alam (aktif)	199.115	20,55	66,1445	0,003
Ni-Zeolit	79,3	20,32	26,0542	0,185

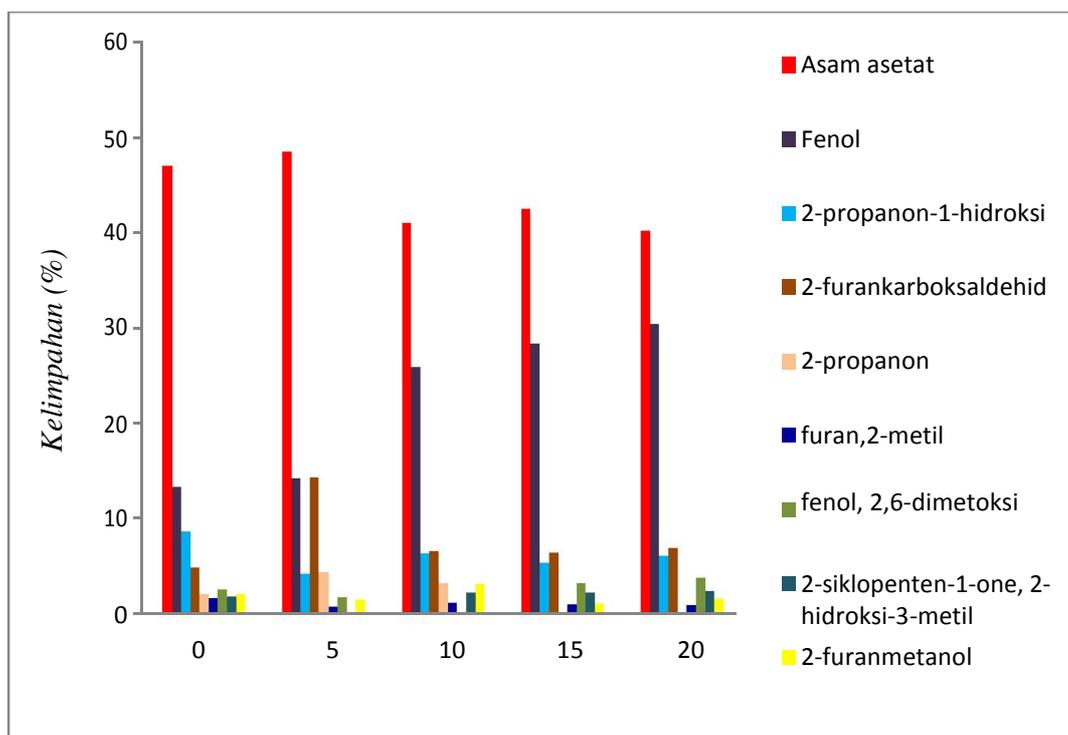
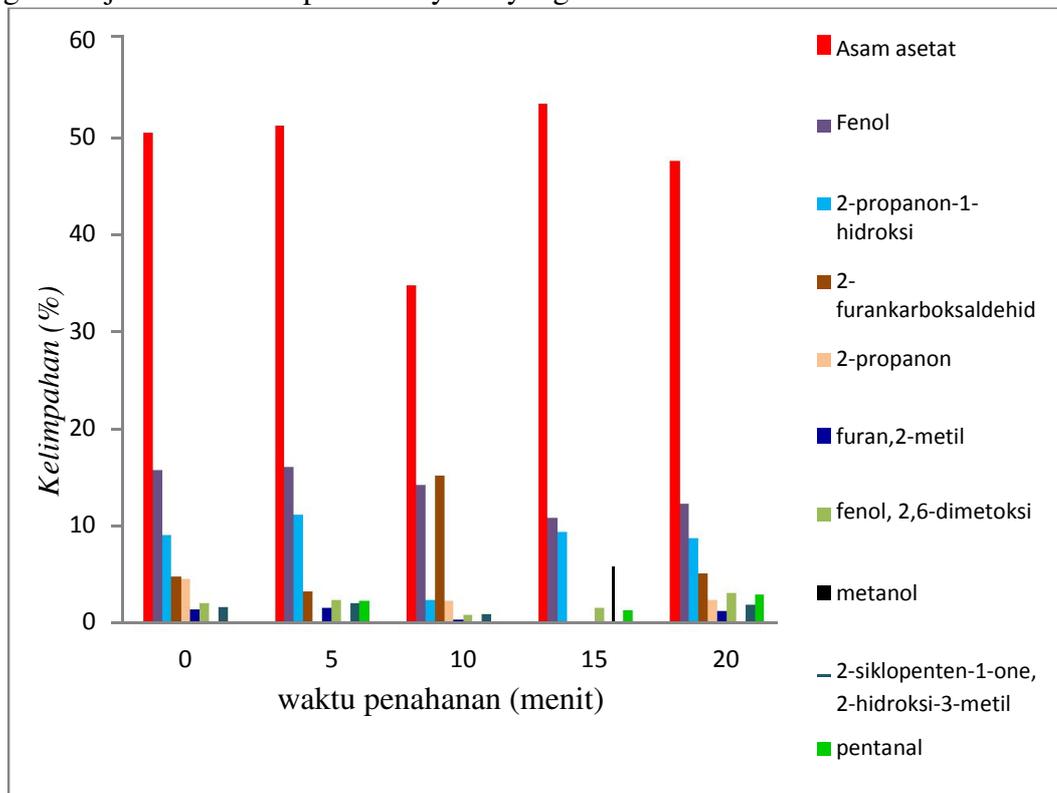
Menurunnya luas permukaan adalah tidak terdistribusinya secara merata logam Ni pada permukaan katalis yang dapat mengakibatkan adanya penggumpalan logam-logam yang menempel dipermukaan katalis. Jejari rata-rata dan volume total pori yang juga menurun dimungkinkan karena adanya logam Ni yang menutupi permukaan pori-pori zeolit sehingga jejari rata-ratanya menjadi lebih kecil dan volume pori setelah tertutupi logam Ni juga menurun. Adanya kadar Ni dalam katalis dapat meningkatkan keasaman katalis. Hal ini menunjukkan bahwa logam aktif mempunyai sifat aktif mengadsorpsi amonia, sehingga jumlah amonia yang teradsorpsi lebih banyak dibanding zeolit aktif yang hanya memiliki situs asam Lewis dan asam Bronsted.

III.3 Karakterisasi Hasil Pirolisis



Hasil berat cair pirolisis serabut sagu menggunakan katalis Ni-Zeolit meningkat sampai waktu penahanan 10 menit yang diikuti penurunan berat pada waktu 15 dan 20 menit, Hasil berat cair pirolisis serabut sagu menggunakan katalis Ni-Zeolit meningkat sampai waktu penahanan 10 menit

yang diikuti penurunan berat pada waktu 15 dan 20 menit, hal ini berbanding lurus dengan hasil arang yaitu mengalami kenaikan sampai waktu penahanan 10 menit dan adanya penurunan hasil berat arang pada waktu penahanan 15 dan 20 menit. Waktu optimum untuk menghasilkan cairan ditunjukkan pada waktu penahanan 10 menit dengan berat sebesar 21,292 gram. Hasil cairan (*bio-oil*) kemudian dianalisis menggunakan alat GC-MS untuk mengetahui jenis dan kelimpahan senyawa yang dihasilkan.



waktu penahanan (menit)

Produk utama hasil cair yang dihasilkan antara tanpa katalis (atas) maupun penggunaan katalis (bawah) memiliki 4 senyawa hidrokarbon rantai pendek dengan kelimpahan paling besar yaitu asam asetat; fenol; 2-ropanon,1-hidroksi; dan 2-furankarboksaldehid. Komponen-komponen tersebut merupakan komponen penyusun *bio-oil* hasil penguraian dari hemiselulosa, selulosa dan juga lignin. Secara keseluruhan penggunaan katalis Ni-Zeolit tidak efektif pada pirolisis limbah sago dengan variasi waktu penahanan yang ditandai dengan jumlah *bio-oil* yang dihasilkan relatif lebih sedikit dibandingkan dengan pirolisis tanpa menggunakan katalis.

IV. Kesimpulan

1. Perolehan *bio-oil* optimum pada pirolisis tanpa katalis yaitu pada waktu penahanan 5 menit dengan berat sebesar 23,032 gram dan pada pirolisis dengan katalis Ni-Zeolit pada waktu penahanan 10 menit dengan berat sebesar 21,292 gram.
2. Hasil persentasi kelimpahan senyawa *bio-oil* paling banyak pada pirolisis tanpa katalis maupun dengan katalis yaitu asam asetat paling banyak pada pirolisis tanpa katalis dengan waktu penahanan 15 menit sebesar 53,38%; fenol paling banyak pada pirolisis katalis dengan waktu penahanan 20 menit sebesar 30,37%; 2-propanon,1-hidroksi paling banyak pada pirolisis tanpa katalis dengan waktu penahanan 5 menit sebesar 11,02%; dan 2-furankarboksaldehid paling banyak pada pirolisis tanpa katalis dengan waktu penahanan 10 menit sebesar 15,11%.

V. Daftar Pustaka

- [1] Bridgewater, A.V., 2011, Review of fast pyrolysis of biomass and product upgrading, 1-27
- [2] Kiat, L.J., 2006, Preparation and characterization of carboxymethyl sago waste and its hidrogel, Malaysia, Universiti Putra Malaysia
- [3] Lu, Q., Yang, X., Dong, C., Zhang, Z., Zhang, X., dan Zhu, X., 2011, Influence of pyrolysis temperature and time on the cellulose fast pyrolysis products: Analytical Py – GC/MS study, *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*
- [4] Mc. Clatchey W., Manner HI dan Elevitch CR., 2006, Metroxylon amicarum, M. paulcoxii, M. sago, M. salomonense, M. vitiense, dan M. waburgii (sago palm) Arecaceae (palm family), Species Profiles for Pacific Island Agroforestr, www.traditionaltree.org
- [5] Sriatun dan Suhartana, 2005, Impregnasi Nikel Klorida Pada Zeolit-Y Untuk Katalis Hidrorengkah Minyak Bumi Fraksi 150-230^oC, *Penelitian DIK RUTIN* Jurusan Kimia F.MIPA, Semarang