

Sintesis dan Analisis Spektra IR, Difraktogram XRD, SEM pada Material Katalis Berbahan Ni/zeolit Alam Teraktivasi dengan Metode Impregnasi

Nur Fitri Fatimah dan Budi Utami

Program Studi Pendidikan Kimia FKIP

Universitas Sebelas Maret

nurfitri975@gmail.com

Abstrak

Dalam penelitian ini dilakukan penelitian tentang sintesis dan analisis spektra IR, difraktogram XRD, SEM pada material katalis berbahan Ni/zeolit alam teraktivasi dengan metode impregnasi. Tujuan penelitian ini untuk mengetahui: (1) sintesis katalis Ni/zeolit dengan metode impregnasi, (2) karakteristik katalis Ni/zeolit menggunakan FT-IR, XRD, dan SEM, dan (3) perbandingan optimum Ni dan zeolit dalam sintesis katalis Ni/zeolit.

Penelitian ini dilakukan menggunakan metode eksperimen laboratoris. Sintesis katalis Ni/zeolit dibuat melalui pencampuran larutan $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan zeolit alam teraktivasi asam. Proses pencampuran dilakukan dengan variasi Ni yang terimpregnasi dalam zeolit alam teraktivasi sebanyak 0%, 5%, dan 10%. Identifikasi gugus fungsi hasil sintesis katalis Ni/zeolit ditentukan dengan FT-IR, identifikasi derajat kristalinitas Ni/zeolit ditentukan dengan XRD dan struktur morfologi katalis Ni/zeolit menggunakan mikrografi SEM.

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa: (1) katalis Ni/zeolit dapat disintesis dari larutan $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan variasi jumlah Ni yaitu 0%, 5%, dan 10% dengan metode impregnasi, (2) karakteristik katalis Ni/zeolit dapat diketahui dari analisis kristalinitas puncak-puncak zeolit dan Ni dalam difraktogram XRD, struktur morfologi SEM, serta analisis perubahan bentuk spektrum gugus fungsi dengan menggunakan FT-IR, zeolit alam dengan logam Ni untuk menghasilkan katalis Ni/zeolit dengan perbandingan optimum adalah pada variasi Ni 5%. Hal ini didukung dengan hasil karakterisasi menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscope*) yang menggambarkan morfologi permukaan katalis Ni/zeolit.

Kata-kata kunci: sintesis, material katalis, zeolit, impregnasi

Abstract

This research is about the synthesis and analysis of IR spectra, XRD diffractogram, SEM in the catalyst material made from Ni/zeolite nature is activated by impregnation method. This study is aimed to find out (1) The method of synthesis of catalyst Ni/zeolit with impregnation (2) The characteristics of the catalyst which is formed from the characterization results using SEM, FT-IR, and XRD (3) the optimum ratio of zeolit and Ni in the synthesis of catalyst Ni/zeolit.

Synthesis of catalyst Ni/zeolit were done by impregnation. Method with a variety of Ni concentration range 0 %, 5%, and 10%. Characterization of catalyst Ni/zeolit were produced covering the structure morphology and particle size using microgrphahy SEM (Scanning Electron Microscope). While characterization crystallization and the crystal size was performed using diffractogram of XRD (X-Ray Diffraction) and characterization with FT-IR.

From this study it can be concluded that : (1) Ni/zeolit catalyst be synthesized from a solution of $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ at variance 0%, 5%, and 10% with impregnation method, (2) characteristics of Ni/zeolit catalyst were identified using SEM analysis in the form of uneven surface morphology, the XRD, the peaks of Ni/zeolit cryztallinity and FT-IR, (3) Comparison of optimum mixing from Ni and zeolit in the synthesis og Ni/zeolit catalyst on the results of analysis using XRD, SEM, and FT-IR is the Ni variance of 5%.

Keywords: synthesis, catalyst, zeolit, impregnation

PENDAHULUAN

Katalis banyak digunakan dalam proses industri seperti dalam proses produksi bahan kimia, proses produksi makanan, pembangkit listrik tenaga nuklir,

kendaraan, dan pengendalian pencemaran. Katalis harus mempunyai kriteria sifat-sifat umum dalam penggunaan seperti sifat aktif, stabil, sensitif

terhadap perubahan panas, mudah diregenerasi dan mempunyai kekuatan mekanik. Logam transisi (golongan B) dapat berfungsi sebagai katalis. Cara Mudah untuk mendapatkan katalis yang mempunyai luas permukaan komponen aktif yang luas dan mudah dalam pemakaiannya yaitu adalah dengan mendispersikan komponen aktif pada pengemban (Handoko, 2009; Huheey, 1978; & Triyono, 2010).

Penelitian ini mencoba menggunakan katalis heterogen yaitu zeolit alam yang diaktivasi sehingga akan memudahkan separasi katalis dari produk. Seperti diketahui zeolit mempunyai struktur berongga dan biasanya rongga ini diisi oleh air dan kation yang bisa dipertukarkan dan memiliki ukuran pori yang tertentu. Oleh karena itu, zeolit dapat dimanfaatkan sebagai penyaring, penukar ion, adsorben dan katalis.

Pengembanan komponen aktif katalis pada suatu pengemban dapat meningkatkan selektifitas katalis (Oudejans, 1984 & Satterfield, 1980). Pengembanan campuran logam ke bahan pendukung untuk menghasilkan katalis bimetal dapat dilakukan dengan berbagai metode, salah satunya dengan metode impregnasi.

Pengembanan logam Ni yang terlalu banyak memungkinkan terjadinya penggumpalan sehingga akan terbentuk agregat begitu pula sebaliknya jika logam Ni yang diemban terlalu sedikit maka logam Ni tidak akan mencukupi untuk menempel pada zeolit, sehingga letak antar logam Ni menjadi sangat jarang. Terbentuknya agregat dan distribusi logam yang tidak merata tentunya akan mempengaruhi jumlah situs aktif dari katalis yang terbentuk sehingga akan berpengaruh pada produk. Trisunaryanti, dkk. (2005) melaporkan bahwa semakin banyak jumlah logam Ni dalam katalis Ni-Mo/zeolit akan menyebabkan penurunan keasaman, meskipun masih lebih tinggi daripada keasaman zeolit alam sebelum penambahan Ni. Oleh karena itu, adanya variasi kadar Ni bertujuan untuk mengetahui jumlah Ni pada zeolit yang dapat memberikan karakter dan aktivitas terbaik.

Berdasarkan uraian di atas, maka penelitian yang mengarah pada pembuatan material katalis berbahan Ni/ZA dengan variasi kadar logam dan dilakukan penelitian mengenai analisis Spektra IR, SEM dan Difraktogram XRD pada katalis Ni/zeolit untuk mendapatkan kondisi optimum dari variasi katalis Ni/zeolit dengan harapan dapat memberikan manfaat yang lebih kepada masyarakat.

METODE

Preparasi Zeolit

Proses modifikasi dimulai dengan perendaman zeolit alam yang didapat dari Klaten bentuk butiran direndam dalam akuades sambil diaduk dengan pengaduk besi selama satu jam pada temperatur kamar. Disaring dan endapan yang bersih dikeringkan dalam oven pada temperatur 100°C selama 3 jam, kemudian dihaluskan dengan cara digerus lalu disaring dengan saringan lolos 70 mesh, selanjutnya dikalsinasi pada temperatur 500°C selama 4 jam.

Aktivasi dan Karakterisasi Zeolit

Prosedur Aktivasi Zeolit yang pertama adalah mencampurkan zeolit alam 40 gram ke dalam 800 ml HCl 4 M, campuran tersebut ke dalam labu leher tiga yang telah dilengkapi refluks pendingin dan magnetic stirrer, memanaskannya dengan air dalam waterbath hingga suhu 90°C. Waktu pengadukan selama 5 jam, dihitung setelah suhu larutan tercapai. Selanjutnya zat disaring dan dicuci dengan menggunakan aquades hingga netral. Katalis yang terbentuk dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C, Selanjutnya katalis tersebut dikalsinasi pada suhu 550°C selama 5 jam.

Katalis zeolit diaktivasi dengan jalan direfluk menggunakan HCl 4 M selama 5 jam pada temperatur 90°C sambil diaduk dengan pengaduk magnet. Proses refluks dilakukan sebanyak 4 kali dengan massa tiap satu kali refluks adalah 25 gram zeolit dan 500 ml HCl 4 M. Setelah itu dilanjutkan dengan penyaringan dan pencucian dengan aquades sampai pH = 6. Kemudian dikeringkan dengan oven pada temperatur 110°C selama 5 jam. Dari penelitian tersebut diperoleh 50 gram zeolit yang teraktivasi asam. Perbedaan zeolit awal dengan yang sudah diaktivasi adalah zeolit yang telah teraktivasi warnanya putih bersih dan sangat halus. Zeolit teraktivasi dikarakterisasi menggunakan XRD, SEM, dan FT-IR.

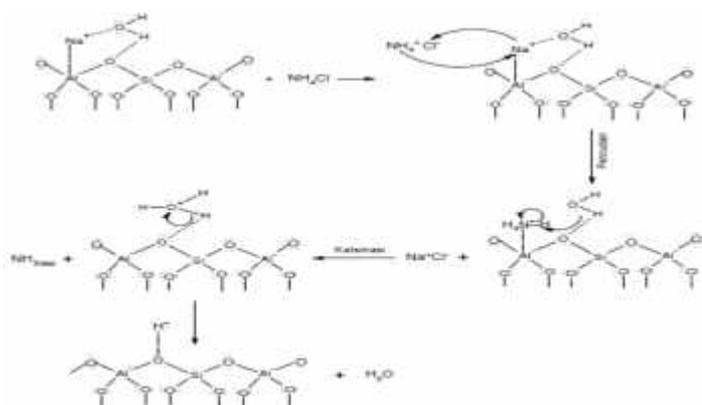
Pembuatan Katalis Ni/Zeolit

Untuk tahap prosedur impregnasi zeolit dengan Ni adalah sebagai berikut membuat suspensi zeolit yang telah diaktivasi dengan menambahkan aquades, kemudian membuat larutan $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan mengimpregnasi larutan $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ke suspensi zeolit pada suhu 70-80°C, dilakukan pengadukan selama 3 jam dengan magnetic stirrer sampai katalis berbentuk pasta. Kemudian dioven pada suhu 110°C Mengkalsinasi katalis pada suhu 350°C selama 3 jam. Zeolit terimpregnasi dikarakterisasi menggunakan XRD, SEM, dan FT-IR.

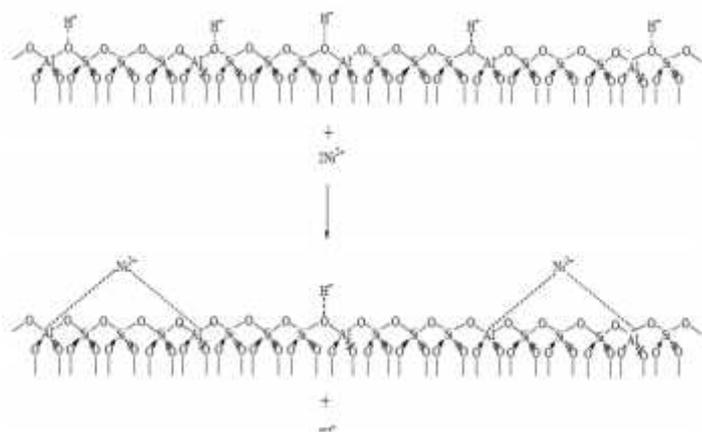
HASIL DAN PEMBAHASAN

Zeolit alam diaktivasi dengan cara diasamkan menggunakan asam mineral HCl untuk menghilangkan senyawa anorganik yang menutup pori-pori pada zeolit serta mengurangi jumlah kation dalam zeolit. Pada proses aktivasi, ion H^+ akan bereaksi mengurai ikatan atom Al yang berada pada struktur zeolit. Ion H^+ ini akan menyerang atom oksigen yang terikat pada Si dan Al. Berdasarkan harga energi disosiasi ikatan Al-O (116 kJ mol^{-1}) jauh lebih rendah dibandingkan energi disosiasi ikatan Si-O (190 kJ mol^{-1}), maka ikatan Al-O jauh lebih mudah terurai jika dibandingkan dengan Si-O, sehingga ion H^+ akan cenderung menyebabkan terjadinya pemutusan ikatan Al-O dan akan membentuk terbentuk gugus silanol.

Zeolit teraktivasi asam memiliki nilai keasaman paling rendah hal ini dapat terjadi karena zeolit alam teraktivasi asam memiliki pengotor yang lebih banyak dari pada yang telah di sintesis menggunakan Ni. Pengaruh adanya Ni juga meningkatkan kemampuan zeolit untuk mengikat H pada NH_3 . Secara sederhana reaksi yang terjadi sesuai **Gambar 3**.



Gambar 1. Proses Aktivasi pada Katalis



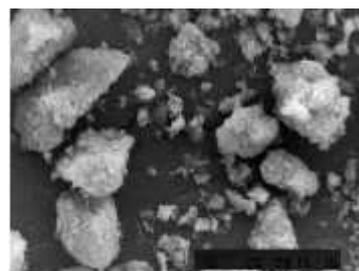
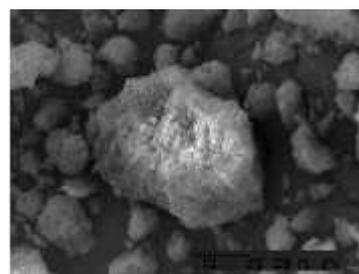
Gambar 3. Proses Impregnasi Ni pada Zeolit

Karakterisasi Katalis Ni/zeolit

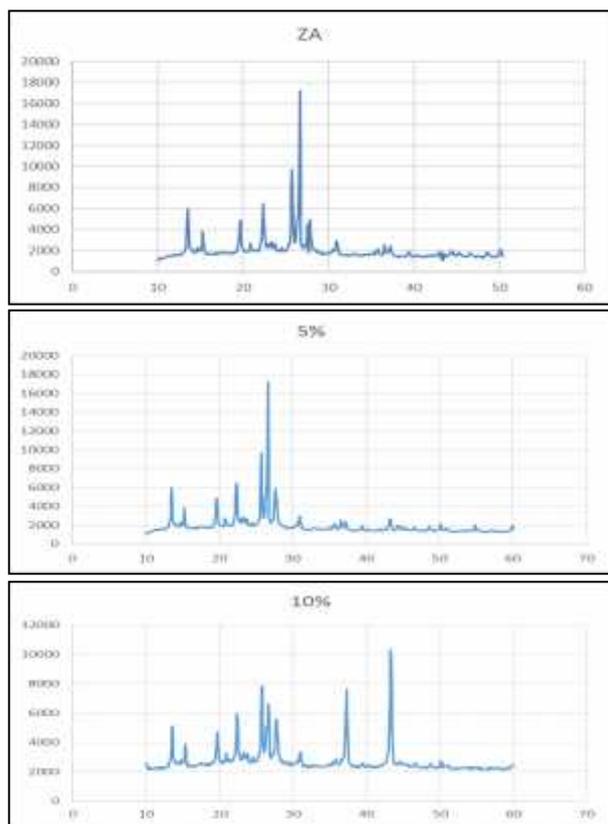
Analisa Difraksi sinar X atau *X-ray diffraction* (XRD) adalah suatu metode analisa yang digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel. Profil XRD juga dapat memberikan data kualitatif dan semi kuantitatif pada padatan atau sampel. Penempatan komponen aktif logam Ni ke dalam sistem pori pengemban bertujuan untuk memperbanyak jumlah situs aktif (*active site*). Harapannya adalah pada saat proses konversi, kontak antara reaktan dengan katalis semakin besar, sehingga reaksi akan berjalan dengan cepat dan produk cepat terbentuk. Proses impregnasi terjadi pertukaran kation antara kation dalam *Natural Zeolit Acid* (NZA) dan sisa logam dengan kation Ni^{2+} yang diimpregnasikan. Banyaknya Ni^{2+} yang terimpregnasi sangat dipengaruhi oleh sifat alami kation Ni^{2+} yang diimpregnasikan. Namun, selain dipengaruhi oleh sifat alami kation yang diimpregnasikan, faktor lain yang dapat mempengaruhi proses impregnasi berasal dari jenis kerangka kerja dan ketidak murnian NZA sebagai matriks pengemban.



Gambar 2. Hasil Aktivasi Zeolit



Gambar 6. Hasil SEM (a) Zeolit teraktivasi asam (b) Zeolit teraktivasi asam hasil impregnasi dengan Ni



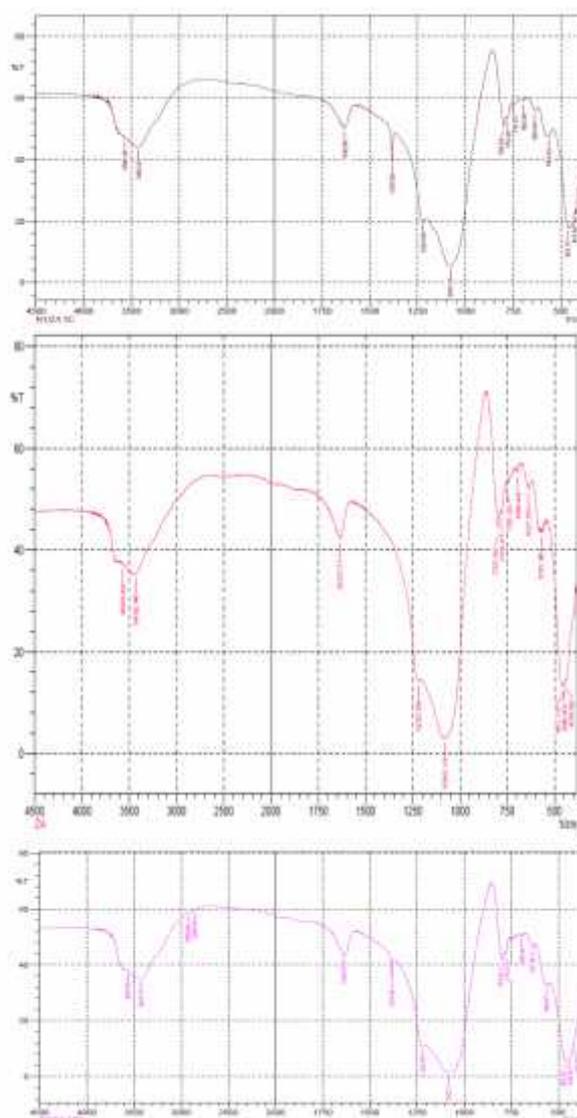
Gambar 4. Difraktogram zeolit yang telah di impregnasi Ni (a) Zeolit Alam (b) Ni/zeolit Alam 5% (c) Ni/zeolit 10%

Dari hasil XRD menjelaskan bahwa Ni telah berhasil diimpregnasi ke dalam zeolit alam teraktivasi. Kemudian zeolit ditunjukkan dengan adanya serapan pada nilai 2 sebagai berikut: 19,65150; 22,2520; 25,65250; dan 27,75280. Hasil difraktogram katalis Ni/zeolit mirip dengan difraktogram zeolit alam menunjukkan proses sintesis yang dilakukan telah berhasil disintesis dengan adanya serapan pada 2 46,55420 menunjukkan adanya logam dan Ni hasil impregnasi pada zeolit.

Hasil FT-IR impregnasi Ni menunjukkan pada panjang gelombang $1383,98 \text{ cm}^{-1}$ mempunyai pita lemah dibandingkan dengan hasil FT-IR zeolit sebelum diimpregnasi, sehingga dapat disimpulkan bahwa zeolit telah terimpregnasi dengan kualitas terbaik ada pada penambahan Ni 5%. **Gambar 6 a dan b** menunjukkan keadaan morfologi dasar dari zeolit yang digunakan sebagai katalis dari gambar yang ada dapat di simpulkan bahwa zeolit yang telah disintesis.

KESIMPULAN

Dari penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan beberapa hal dari data yang di hasilkan yaitu : 1) Katalis Ni/zeolit dapat disintesis dari zeolit alam dan larutan $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan varian Ni



Gambar 5. Analisis Spektra IR

0%, 5%, dan 10% selanjutnya disintesis dengan menggunakan metode impregnasi sambil diaduk dengan *magnetic stirrer* sehingga terbentuk seperti pasta, 2) Karakteristik katalis Ni/zeolit dapat diketahui dari analisis kristalinitas puncak-puncak zeolit dan Ni dalam difraktogram XRD, struktur morfologi SEM, serta analisis perubahan bentuk spektrum gugus fungsi dengan menggunakan FTIR. Zeolit alam disintesis dengan logam Ni untuk menghasilkan katalis Ni/zeolit dengan perbandingan optimum adalah pada variasi Ni 5%. Hal ini didukung dengan hasil karakterisasi menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscope*) yang menggambarkan morfologi permukaan katalis Ni/zeolit. Disamping itu, juga didukung dengan analisa karakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) yang menunjukkan puncak-puncak dengan tajam dan gugus fungsi dengan FTIR.

DAFTAR PUSTAKA

- Handoko, D.S.P. 2009. Aktivitas Katalis Ni/zeolit Pada Konversi Katalitik Metil Ester Minyak Goreng Jelantah (MEWCO) Pada Temperatur 450⁰C menjadi Senyawa Fraksi Bahan Bakar. *Jurnal Ilmu Dasar*, 8(1): 1-13.
- Huheey, J.E. 1978. *Inorganic Chemistry. Principles of Structure and Reactivity Second Edition*. New York: Harper Inc.
- Oudejans, J.C. 1984. Zeolit Catalyst in Some Organic Reaction. Holland: *The Netherland Foundations for Chemical Research*.
- Satterfield, C.N. 1980. *Heterogenous Catalyst In Practice*. Mc Graw Hill Book Company. New York.
- Trisunaryanti, W., Triwahyuni, E., & Sudiono,S. 2005. Preparasi, Modifikasi Dan Karakterisasi Katalis Ni-Mo/Zeolit Alam Dan Mo-Ni/zeolit Alam. *TEKNOIN*, 10(4), 269-282.
- Triyono. 2010. *Kimia Katalis*. Yogyakarta: Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Gadjadara: 101.