

PREPARATION OF Ni-Mo/MORDENITE CATALYSTS UNDER THE VARIATION OF Mo/Ni RATIO AND THEIR CHARACTERIZATIONS FOR STEARIC ACID CONVERSION

Pembuatan Katalis Ni-Mo/Mordenit dengan Variasi Rasio Mo/Ni dan Karakterisasinya untuk Konversi Asam Stearat

Wega Trisunaryanti, Triyono, Denty Fibirna A
*Chemistry Department, Faculty of Mathematics and Natural Sciences
Gadjah Mada University, Yogyakarta*

ABSTRACT

The preparation of Ni-Mo/Mordenite catalysts with variation of Mo/Ni ratio and their characterizations for conversion of stearic acid have been conducted. The catalysts were prepared by loading a small amount of nickel and/or molybdenum on H-Mordenite (H-Mor) with total metal content = 1 wt% based on the mordenite. The metals was supported on to the mordenite by impregnation method using nickel nitrate and/or ammonium heptamolybdate solution. The Mo/Ni ratio was varied as follows 0/1, 1/0, 1/1, 2/1, and 3/1 produced Ni/Mor, Mo/Mor, Ni1-Mo1/Mor, Ni1-Mo2/Mor and Ni1-Mo3/Mor catalyst respectively. The catalysts were then calcinated with nitrogen, oxidized with oxygen and reduced by hydrogen.

The characterizations of catalyst were carried out by measuring Ni and Mo contents using atomic absorption spectroscopy (AAS), acidity by ammonia vapour adsorption, specific surface area and pore size distribution by nitrogen gas adsorption (NOVA-1000). The catalyst characters on conversion of stearic acid were performed in a flow reaction system at 400°C under hydrogen stream (10 mL/min).

The AAS analyses showed that the metal impregnated on to the H-Mor sample were consistent to the initial metal concentrations. The loading of Ni and/or Mo enhanced the acidity, however decreased the specific surface area and total pore volume of the H-Mor sample. The higher the acidity the higher the conversion of stearic acid and the lower the coke formation. The other catalyst characters gave the variation effects toward the stearic acid conversion. The conversions of stearic acid were 34,52%, 43,33%, 65,10%, 80,10%, 86,42% and 95,72% produced by Ni1-Mo3/Mor, H-Mor, Mo/Mor, Ni/Mor, Ni1-Mo2/Mor and Ni1-Mo1/Mor catalyst, respectively.

Keywords: Ni-Mo/Mordenite, impregnation, stearic acid, Ni1-Mo1/Mordenite

PENDAHULUAN

Secara katalis sejak ditemukan keberadaannya dalam suatu reaksi kimia semakin mendapat tempat yang sangat luas di berbagai aspek teori maupun dalam rangka pengembangan proses-proses kimia pada suatu industri yang mempunyai tujuan ekonomi.

Penggunaan katalis sangat menentukan suatu produk. Sebagian besar reaksi-reaksi kimia dalam proses industri kimia, petrokimia, maupun industri pengolahan minyak bumi merupakan reaksi katalitik karena proses tersebut sangat menguntungkan dimana laju proses kimia dipercepat oleh kerja katalisis dan menghasilkan produk dengan cepat dan berkualitas, jadi bersifat lebih ekonomis.

Pembuatan katalis dapat dilakukan dengan mengembangkan komponen logam aktif pada suatu pengemban yang memiliki luas permukaan besar. Logamnya dapat sangat terdispersi,

mungkin sebagai kristal kecil di seluruh sistem pori dari pengemban. Sebagai akibatnya dihasilkan permukaan logam aktif yang luas relatif terhadap berat logam yang digunakan. Dengan cara ini disamping menghasilkan katalis yang sangat efisien dengan luas permukaan spesifik maksimum juga stabilitas termal dan masa pakai yang memadai serta dihasilkan katalis yang lebih selektif [1].

Penelitian tentang katalis menjadi sangat berkembang seiring dengan pentingnya peran katalis dalam berbagai macam industri kimia misalnya industri minyak bumi. Penelitian katalis saat ini dititikberatkan pada pemilihan katalis dengan aktifitas, selektifitas serta stabilitas termal yang tinggi. Hal ini dikarenakan tiga karakter tersebut sangat diperlukan selama proses katalitik berlangsung.

Berdasarkan uraian tersebut maka akan dilakukan penelitian untuk membuat katalis logam nikel-molibdat yang diimpregnasikan ke dalam

suatu pengemban. Pengemban yang digunakan adalah zeolit karena mempunyai sifat-sifat yang sangat unik seperti adanya rongga-rongga berukuran molekul yang biasanya berisi kation-kation yang dapat dipertukarkan. Sifat tersebut menjadikan zeolit banyak digunakan dalam proses adsorpsi, pertukaran ion, penyaringan molekul dan katalis yang selektif [2]. Faktor pendukung lain yaitu keberadaan zeolit di Indonesia yang sangat melimpah tetapi hanya sebagian kecil yang dimanfaatkan. Potensi zeolit alam Indonesia dilihat dari kualitas kandungannya (mordenit dan klipnotilolit) sangat besar yaitu sekitar 33-76% [3].

Mordenit merupakan salah satu jenis zeolit alam yang dapat digunakan sebagai bahan pengemban logam karena berpori cukup besar ($\pm 7\text{\AA}$). Rongga dan saluran pada mordenit membuat molekul jenis ini mampu digunakan sebagai adsorben, penukar ion dan katalisator. Mordenit termasuk zeolit berpori besar yang tersusun dari cincin-12 anggota sehingga dapat mengadsorpsi baik molekul berantai lurus, cabang maupun siklik. Mordenit juga dikenal memiliki stabilitas termal yang tinggi, terbukti dari kemampuannya untuk mempertahankan struktur sampai temperatur 800-900 °C [4].

Katalis yang dibuat akan digunakan untuk mengkonversi asam stearat. Asam stearat merupakan asam lemak jenuh yang terdapat dalam minyak nabati seperti : minyak kelapa, minyak jagung, minyak kelapa sawit, minyak kedelai, minyak wijen, minyak jarak dan lain-lain. Minyak nabati merupakan salah satu sumber bahan alam yang dapat diperbaharui yang menjadi alternatif untuk sumber hidrokarbon. Komponen asam lemak jenuh maupun asam lemak tak jenuh dari minyak nabati dapat dikonversi menjadi hidrokarbon [5]. Asam ini mempunyai jumlah atom C sebanyak 18 yang dapat diproses dan dikonversi menjadi rantai hidrokarbon.

Variasi rasio Mo/Ni terhadap aktivitas dan karakter katalis logam/pengemban belum banyak diteliti. Berdasarkan hal tersebut dan latar belakang di atas, peneliti mencoba membuat katalis Ni-Mo/Mordenit dengan cara impregnasi dan mempelajari pengaruh variasi rasio Mo/Ni dalam katalis tersebut. Katalis yang dibuat kemudian dikarakterisasi dan diuji aktivitasnya untuk konversi asam stearat. Penelitian ini diharapkan dapat memberikan sumbangan pemikiran bagi pengembangan teknologi preparasi katalis logam/pengemban secara lebih efisien dan tepat guna serta merupakan informasi untuk proses konversi asam stearat lebih lanjut.

Melalui penelitian ini diharapkan dapat menghasilkan suatu katalis alternatif dengan memanfaatkan zeolit alam yang banyak terdapat di Indonesia sehingga mengurangi ketergantungan akan pemenuhan kebutuhan katalis yang selama ini masih diimpor.

METODE PENELITIAN

Pembuatan Katalis Ni-Mo/Mordenit dengan Metode Impregnasi

H-Mordenit yang telah tersedia dihaluskan dengan cara digerus dalam cawan porselin dan diayak dengan ayakan 100 mesh. Disiapkan larutan kompleks ammonium heptamolibdat dan larutan kompleks nikel nitrat heksahidrat secara terpisah dengan perbandingan rasio Ni:Mo = 1/1, 1/2, 1/3, 1/0 (Ni⁻) dan 0/1 (Mo⁻). Diketahui berat total logam adalah 1% dari berat pengemban (H-Mordenit). H-Mordenit sebanyak 5 gram dimasukkan ke dalam larutan kompleks ammonium heptamolibdat hingga terendam seluruhnya. Campuran diaduk perlahan-lahan pada temperatur kamar selama 1 jam. Dikeringkan melalui pemanasan diatas temperatur 100 °C untuk menguapkan air kemudian ditimbang hingga konstan. Dilakukan impregnasi kembali untuk logam yang kedua yaitu nikel menggunakan larutan kompleks nikel nitrat heksahidrat dengan metode perendaman yang sama sehingga dihasilkan katalis Ni-Mo/Mordenit

Aktivasi Katalis

Katalis yang diperoleh dikalsinasi dalam tanur pada temperatur 450 °C selama 3 jam dengan dialiri gas nitrogen dengan kecepatan alir 50 mL/menit. Dioksidasi dengan gas oksigen dengan kecepatan alir 30 mL/menit pada temperatur 400 °C selama 1 jam. Direduksi dengan gas hidrogen dengan kecepatan alir 30 mL/menit pada temperatur 400 °C selama 1 jam.

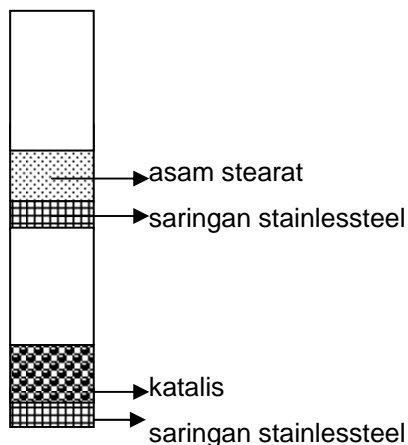
Karakterisasi katalis Ni-Mo/Mordenit

Pengukuran luas permukaan, volume pori total dan rerata jejari pori dengan Gas Sorption Analyzer NOVA-1000. Penentuan keasaman dengan cara gravimetri menggunakan metode adsorpsi uap amoniak. Analisis kandungan Nikel dan Molibden dengan spektrofotometer serapan atom (atomic absorption spectrophotometry = AAS).

Uji Aktivitas Katalis

Aktivitas katalis untuk konversi asam stearat ditentukan dengan cara melakukan reaksi terhadap asam stearat pada temperatur 400 °C dalam reaktor *flow* dengan perbandingan umpan

dan katalis sebesar 1:1. Prosedurnya sebagai berikut : umpan (asam stearat) dan katalis (dalam bentuk semi pelet) disusun dalam tabung pada reaktor konversi dengan susunan seperti pada Gambar 1.



Gambar 1 Susunan reaktor konversi

Reaktor konversi dipanaskan sampai temperatur 400 °C, sehingga melampaui titik didih asam stearat yaitu 376 °C, sambil dialiri gas hidrogen (H₂) dengan kecepatan alir 10 mL/menit dan dijaga agar temperatur konstan. Asam stearat akan menguap dan uapnya dialirkan

melewati katalis bersama gas hidrogen. Proses ini berlangsung selama 1 jam setelah suhu yang diinginkan tercapai. Produk yang dihasilkan berfasa padat dan berwarna kecoklatan (dimana asam stearat umpan berwarna putih). Produk dianalisis dengan kromatografi gas-spektroskopi massa dan spektroskopi IR.

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN
Penentuan Kandungan Logam

Jumlah atom logam Ni dan Mo yang dapat terimpregnasi ke dalam mordenit ditentukan dengan metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Data hasil pengukuran dan perhitungan disajikan dalam Tabel 1.

Data pada Tabel 1 menunjukkan bahwa kandungan logam yang terimpregnasi pada permukaan pengemban memiliki kecenderungan naik dengan kenaikan jumlah kompleks logam, baik nikel maupun molibden, yang diimbangkan.

Penentuan Keasaman Katalis

Penentuan keasaman katalis didasarkan pada adsorpsi gas amoniak dengan metoda gravimetri. Jumlah mmol gas amoniak yang teradsorpsi ekuivalen dengan jumlah mmol asam dari sampel katalis. Data yang diperoleh disajikan dalam Tabel 2.

Tabel 1 Pengaruh jumlah kompleks logam terhadap kandungan logam yang terimpregnasi dalam sampel

No	KATALIS	Berat Ni(NO ₃) ₂ .6H ₂ O gram	Berat (NH ₄) ₆ .Mo ₇ O ₂₄ .4H ₂ O gram	KANDUNGAN LOGAM %	
				Ni	Mo
1	Ni/Mor	0.250	0	0.81	<1,21.10 ⁻⁴
2	Ni1-Mo1/Mor	0.124	0.046	0.46	0.40
3	Ni1-Mo2/Mor	0.083	0.061	0.29	0.58
4	Ni1-Mo3/Mor	0.062	0.069	0.22	0.60
5	Mo/Mor	0	0.092	0.03	0.64

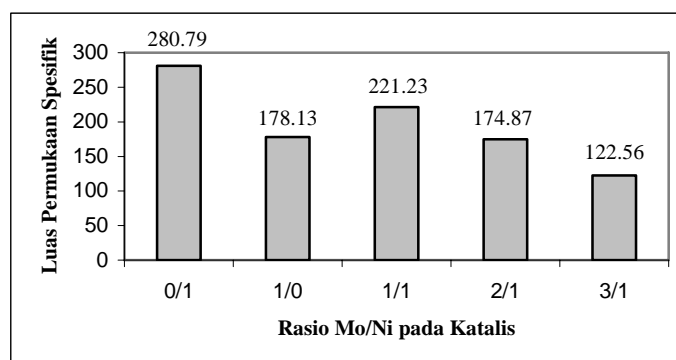
Catatan : Setiap kompleks logam yang telah ditentukan beratnya dilarutkan dalam 20 mL aquademin sehingga H-Mor terendam seluruhnya.

Tabel 2 Keasaman katalis

No	Katalis	Keasaman (mmol/gram)
1	H-Mor	1,038
2	Ni/Mor	2,496
3	Ni1-Mo1/Mor	3,116
4	Ni1-Mo2/Mor	3,085
5	Ni1-Mo3/Mor	2,804
6	Mo/Mor	2,344

Tabel 3 Luas permukaan spesifik, volume pori total, rerata jejari pori katalis

No	Katalis	Luas permukaan spesifik(m ² /gram)	Volume pori total (10 ⁻³ cm ³ /gram)	Rerata Jejari pori (Å)
1	H-Mor	299,07	167,26	11,18
2	Ni/Mor	280,79	158,54	11,29
3	Ni1-Mo1/Mor	221,23	114,46	10,35
4	Ni1-Mo2/Mor	174,87	122,63	14,02
5	Ni1-Mo3/Mor	122,56	121,70	19,86
6	Mo/Mor	178,13	139,42	15,65

**Gambar 2** Diagram hubungan rasio Mo/Ni pada katalis terhadap luas permukaan spesifik

Dari data tersebut menunjukkan bahwa keasaman katalis mengalami kenaikan setelah terimpregnasi logam. Katalis Ni/Mor mempunyai harga keasaman yang lebih tinggi bila dibandingkan dengan katalis Mo/Mor. Hal ini dapat dijelaskan dengan konfigurasi elektron antara nikel dan molibden.

Molibden mempunyai orbital yang terisi setengah penuh sehingga molibden lebih stabil bila dibandingkan nikel. Hal ini berarti nikel lebih reaktif atau lebih mampu menerima pasangan elektron bebas dari amoniak sehingga nilai keasaman katalis Ni/Mor lebih tinggi.

Untuk katalis bimetal mordenit, dari variasi rasio Mo/Ni, hasilnya menunjukkan bahwa katalis Ni1-Mo1/Mor mempunyai harga keasaman yang paling tinggi. Semakin besar kandungan molibden dalam mordenit, harga keasaman semakin kecil. Pada proses pengembangan, logam Mo yang pertama kali diimbangkan kemudian dilanjutkan dengan pengembangan logam nikel. Dengan ukuran molibden yang lebih besar daripada nikel kemungkinan situs aktif dari mordenit telah sebagian besar tertutupi oleh molibden yang mempunyai struktur yang stabil, sehingga dengan bertambahnya kandungan molibden kereaktifan proses adsorpsi amoniak menjadi berkurang.

Penentuan Luas Permukaan, Volume Pori Total dan Rerata Jejari Pori

Penentuan luas permukaan, volume pori total dan rerata jejari pori didasarkan pada perhitungan adsorpsi monolayer gas nitrogen dengan teori BET. Hasil pengukuran disajikan pada Tabel 3.

Dari hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa pengembangan nikel dan/atau molibden dapat menurunkan harga luas permukaan spesifik. Dari data volume pori total didapat bahwa katalis mordenit tanpa adanya logam yang diimpregnasi mempunyai harga volume pori total yang paling besar. Adanya logam mengakibatkan terjadinya penumpukan pada saluran pori pengembangan karena jari-jari ion logam jauh lebih kecil daripada jari-jari pori pengembangan sehingga sangat dimungkinkan proses pendispersian logam yang tidak merata. Pada katalis yang diimpregnasi oleh dua logam harga volume pori totalnya lebih kecil daripada yang diimpregnasi satu logam saja. Dari data rerata jejari pori menunjukkan bahwa pengembangan logam dapat menaikkan harga rerata jejari pori.

Hubungan Rasio Mo/Ni terhadap Karakter Katalis Hubungan variasi rasio Mo/Ni pada katalis terhadap luas permukaan spesifik

Hubungan antara rasio Mo/Ni pada katalis dengan luas permukaan spesifik ditunjukkan pada Gambar 2.

Dari gambar tersebut didapat bahwa variasi rasio Mo/Ni pada katalis memberikan hasil luas permukaan spesifik yang bervariasi. Semakin besar rasio Mo/Ni pada katalis, luas permukaan spesifiknya cenderung mengalami penurunan.

Variasi rasio Mo/Ni yang diembankan pada sampel H-Mor menunjukkan bahwa makin besar kandungan molibden dapat menurunkan luas permukaan spesifik. Pada katalis Ni/Mor dengan rasio Mo/Ni = 0/1 memberikan harga luas permukaan spesifik yang paling besar, sedangkan pada katalis Ni1-Mo3/Mor mempunyai harga luas permukaan spesifik yang paling kecil.

Hubungan variasi rasio Mo/Ni pada katalis terhadap volume pori total

Hubungan variasi rasio Mo/Ni pada katalis terhadap volume pori total ditunjukkan pada Gambar 3. Dari gambar menunjukkan bahwa dengan variasi rasio Mo/Ni pada katalis tidak memberikan perbedaan yang besar pada harga volume pori total. Semakin besar rasio Mo/Ni pada katalis, harga volume pori totalnya cenderung mengalami kenaikan. Kenaikan luas permukaan

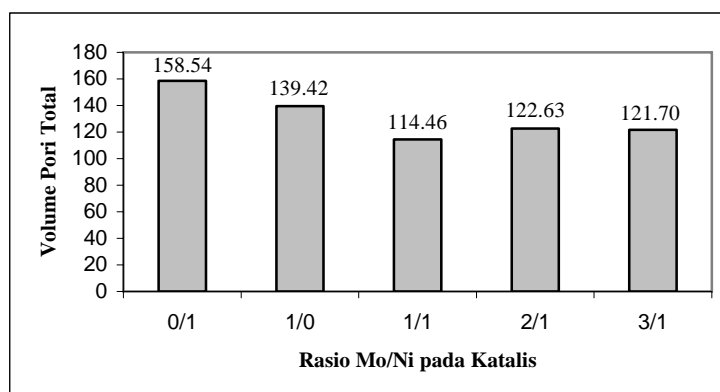
spesifik secara umum akan menaikkan pula volume pori totalnya.

Hubungan variasi rasio Mo/Ni pada katalis terhadap rerata jejari pori

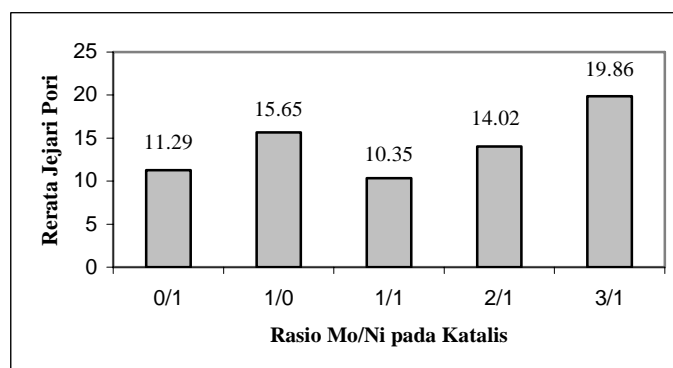
Hubungan variasi rasio Mo/Ni pada katalis terhadap harga rerata jejari pori ditunjukkan oleh Gambar 4. Pada gambar terlihat bahwa dengan variasi rasio Mo/Ni pada katalis memberikan pengaruh yang bervariasi pula terhadap karakter rerata jejari pori. Semakin besar rasio Mo/Ni pada katalis, menyebabkan harga rerata jejari pori cenderung mengalami kenaikan. Hal ini sesuai karena dengan semakin besarnya kandungan Mo dapat menurunkan harga luas permukaan spesifiknya. Dengan semakin kecil luas permukaannya maka rerata jejari porinya akan semakin besar, karena rerata jejari pori berbanding terbalik dengan luas permukaannya.

Hubungan variasi Mo/Ni terhadap keasaman

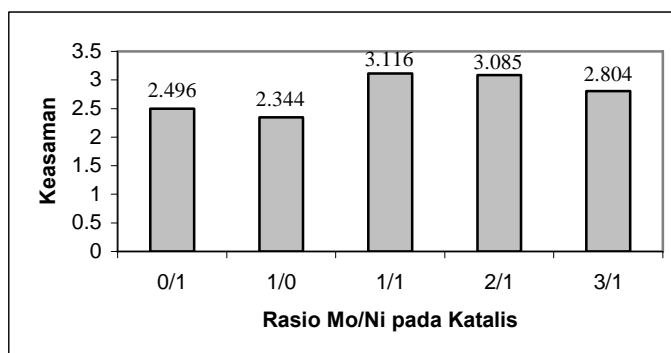
Hubungan variasi rasio Mo/Ni pada katalis terhadap harga keasaman dapat ditunjukkan pada Gambar 5.



Gambar 3 Diagram hubungan variasi rasio Mo/Ni pada katalis terhadap volume pori



Gambar 4 Diagram hubungan variasi rasio Mo/Ni pada katalis terhadap rerata jejari pori



Gambar 5 Diagram hubungan variasi rasio Mo/Ni terhadap keasaman

Tabel 4 Data kuantitatif hasil konversi asam stearat

No	Katalis	Konversi hasil (%)	Kokas (%)
1	Thermal (tanpa katalis)	39,96	-
2	H-Mor	43,33	19,28
3	Ni/Mor	80,10	1,08
4	Mo/Mor	65,10	4,83
5	Ni1-Mo1/Mor	95,72	0,78
6	Ni1-Mo2/Mor	86,42	3,82
7	Ni1-Mo3/Mor	34,52	10,72

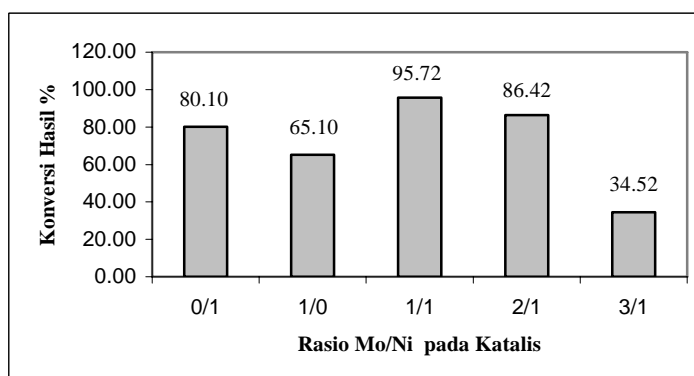
Dari gambar tersebut terlihat kecenderungan bahwa dengan bertambahnya rasio Mo/Ni pada katalis harga keasaman juga mengalami kenaikan, hal ini berarti bahwa semakin banyak logam rasio Mo/Ni yang terembankan situs aktif katalitiknya makin besar sehingga aktivitasnya diharapkan akan lebih baik. Harga keasaman terbesar terdapat pada katalis dengan rasio Mo/Ni = 1/1.

Konversi Asam Stearat

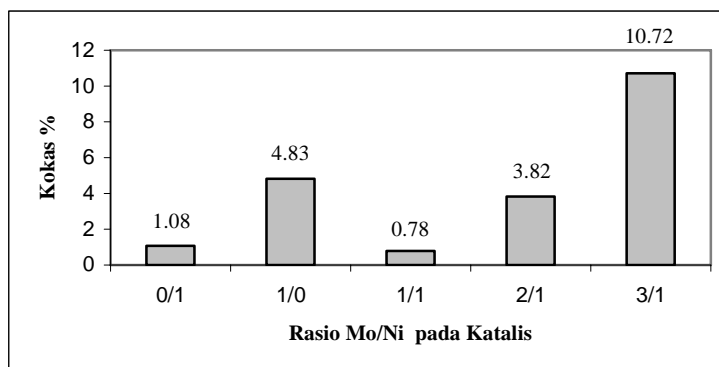
Proses konversi asam stearat dilakukan pada reaktor dengan sistem *flow* yang dialiri gas hidrogen dengan pemanasan pada temperatur di atas titik didih asam stearat yaitu sekitar 400 °C . Pada penelitian ini, produk hasil konversi asam stearat adalah padatan. Data perhitungan

persentase konversi hasil dan pembentukan kokas disajikan pada Tabel 4.

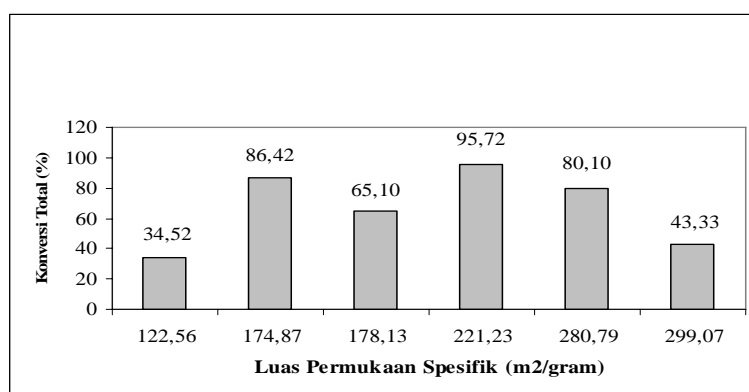
Dari data tersebut dapat dilihat bahwa dengan menggunakan katalis hasil konversi asam stearat menjadi lebih besar bila dibandingkan dengan tanpa katalis. Adanya logam yang terimpregnasi pada pengemban mordenit lebih efektif dalam mengkonversi asam stearat. Besarnya konversi asam stearat ini hanya berdasarkan aktivitas katalis dalam mengkonversi umpan asam stearat, namun belum dikaitkan dengan selektivitas produk yang diperoleh. Pada katalis dengan proses pengembanan satu logam dihasilkan konversi terbesar pada katalis Ni/Mor, sedangkan pada katalis bimetal konversi terbesar dan pembentukan kokas terkecil dihasilkan oleh katalis Ni1-Mo1/Mor.



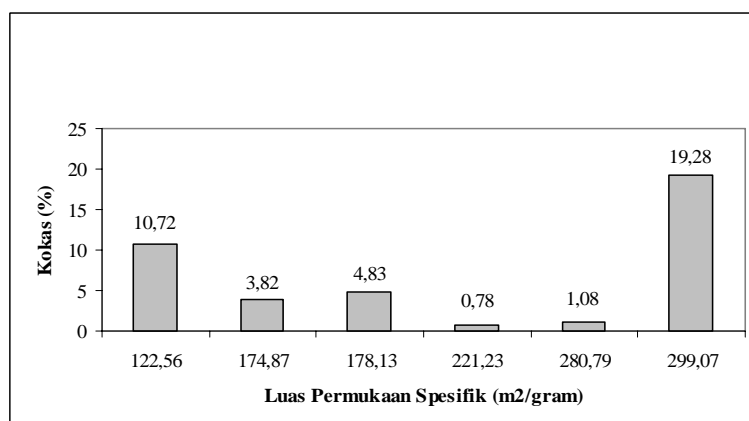
Gambar 6 Diagram hubungan variasi rasio Mo/Ni pada katalis terhadap konversi hasil



Gambar 7 Diagram hubungan variasi rasio Mo/Ni pada katalis terhadap pembentukan kokas



Gambar 8 Diagram hubungan antara luas permukaan spesifik dengan konversi hasil



Gambar 9 Diagram hubungan antara luas permukaan spesifik dengan pembentukan kokas

Pengaruh Variasi Rasio Mo/Ni pada Katalis terhadap Hasil Konversi Asam Stearat dan Pembentukan Kokas

Hubungan antara variasi rasio Mo/Ni dengan konversi hasil dan pembentukan kokasnya ditunjukkan pada Gambar 6 dan 7.

Pada Gambar 6 menunjukkan bahwa hasil konversi terbesar terdapat pada katalis dengan rasio Mo/Ni : 1/1 yaitu pada katalis Ni¹-Mo¹/Mor. Pada katalis bimetal, semakin besar rasio Mo/Ni, konversi hasilnya mengalami penurunan.

Dari Gambar 7 menunjukkan bahwa hasil pembentukan kokas terkecil terdapat pada katalis dengan rasio Mo/Ni : 1/1 yaitu pada katalis Ni¹-Mo¹/Mor. Pada katalis bimetal, semakin besar rasio Mo/Ni, pembentukan kokasnya menjadi semakin besar. Hal ini disebabkan dengan semakin banyaknya kandungan logam Mo pada katalis membuat pori-pori katalis menjadi tertutup, maka aliran gas akan sulit masuk, sehingga proses konversi asam stearat menjadi terhambat. Karena

katalis akan sulit bereaksi dengan umpan dan cenderung membentuk kokas.

Hubungan Karakter Katalis dengan Hasil Konversi

Pengaruh luas permukaan spesifik

Luas permukaan merupakan salah satu parameter yang mempengaruhi aktivitas katalis. Semakin besar luas permukaan katalis, aktivitas katalitiknya akan semakin tinggi karena zat yang teradsorpsi pada permukaan katalis akan semakin banyak. Katalis yang baik untuk konversi apabila hasil konversinya besar dan persentase kokasnya kecil. Untuk mengetahui hubungan luas permukaan dengan aktivitas katalis dapat dilihat pada gambar 8 dan 9.

Dari gambar 8 dan 9 belum dapat menunjukkan hubungan yang positif antara luas permukaan spesifik dengan konversi hasil dan pembentukan kokas. Dari hasil tersebut didapat bahwa dengan semakin kecil kandungan Mo pada katalis Ni-Mo/Mordenit, luas permukaan spesifiknya semakin besar, menghasilkan konversi

hasil yang besar serta kokas yang terkecil. Luas permukaan yang tinggi ternyata kurang menghasilkan konversi yang besar melainkan terjadi pembentukan kokas yang besar.

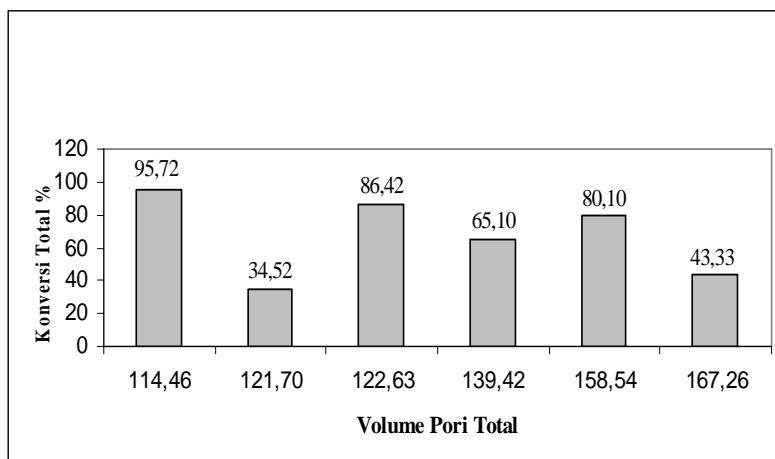
Pengaruh volume pori total

Pengaruh hubungan karakter volume pori total dengan konversi hasil dan pembentukan kokas ditunjukkan pada gambar 10 dan 11.

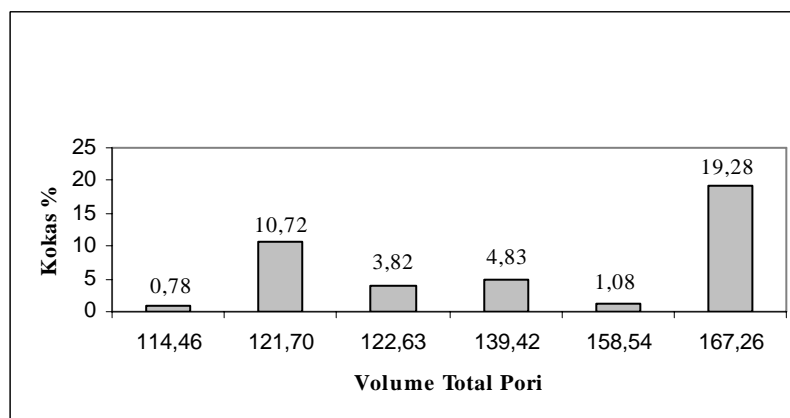
Dari gambar 10 dan 11 ditunjukkan bahwa antara volume pori total dengan konversi hasilnya tidak menunjukkan hubungan yang positif, semakin besar volume pori total, hasil konversinya bervariasi. Dari penelitian diperoleh bahwa katalis dengan volume pori terkecil menghasilkan konversi yang paling besar dan pembentukan kokas yang paling kecil, yaitu pada katalis dengan rasio Mo/Ni : 1/1.

Pengaruh rerata jejari pori

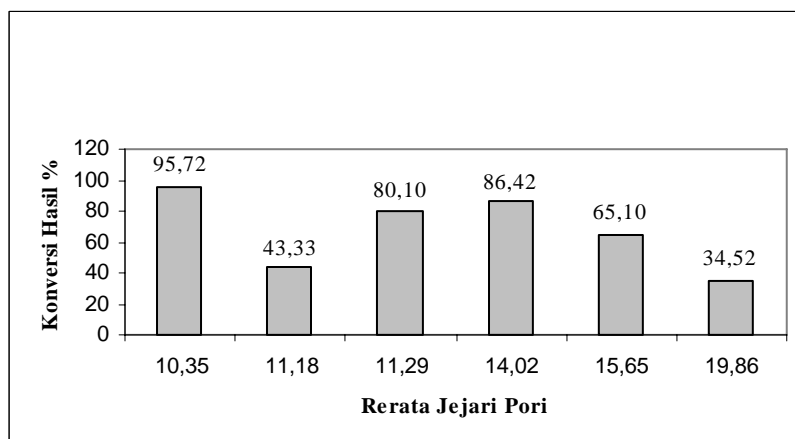
Pengaruh hubungan karakter rerata jejari pori dengan konversi hasil dan pembentukan kokas ditunjukkan pada gambar 12 dan 13.



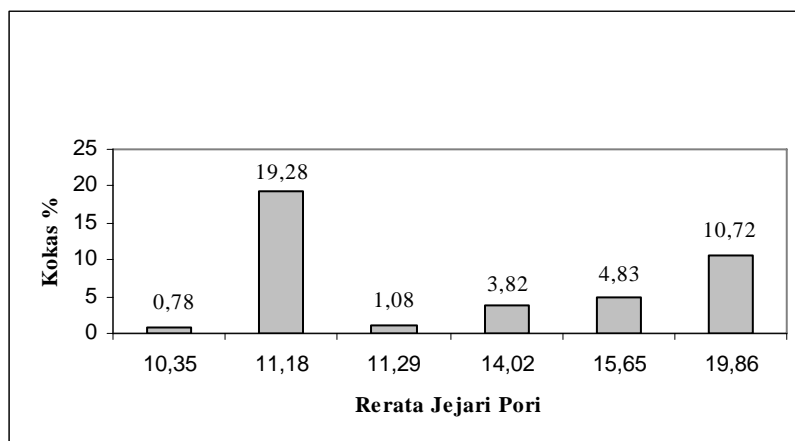
Gambar 10 Diagram hubungan antara volume pori total dengan konversi hasil



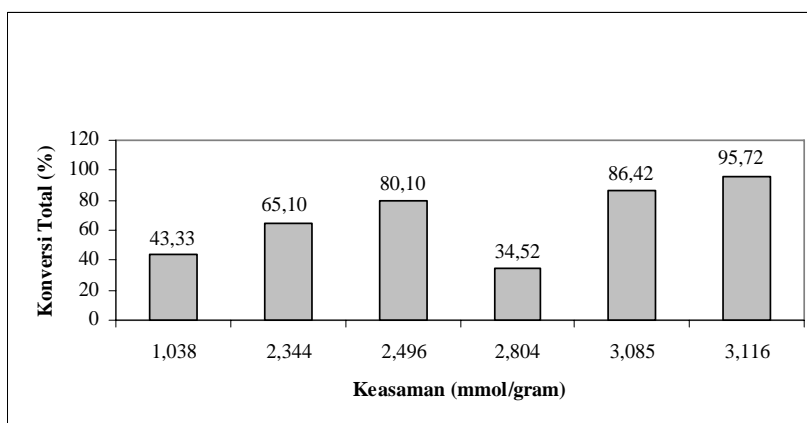
Gambar 11 Diagram hubungan antara volume pori total dengan pembentukan kokas



Gambar 12 Diagram hubungan antara rerata jejari pori dengan konversi hasil



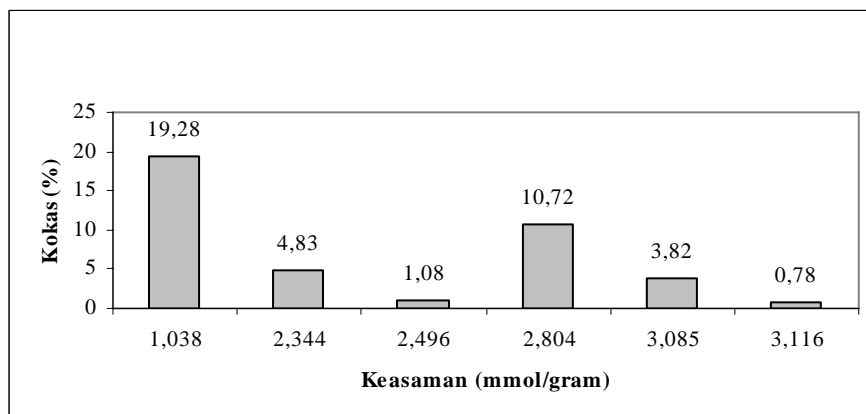
Gambar 13 Diagram hubungan antara rerata jejari pori dengan pembentukan kokas



Gambar 14 Diagram hubungan antara keasaman dengan konversi hasil

Dari gambar 12 dan 13 ditunjukkan bahwa katalis dengan rerata jejari pori terkecil menghasilkan konversi yang terbesar dan pembentukan kokas paling kecil yaitu pada katalis Ni1-Mo1/Mor. Karakter katalis rerata jejari pori ternyata juga belum bisa menunjukkan dengan jelas hubungannya dengan konversi hasil. Hal ini

kemungkinan disebabkan oleh perbedaan jari-jari pori pada katalis yang telah terembani oleh logam, sehingga perubahan ada pori-pori katalis belum dapat untuk menjadi dasar penentuan menaikkan atau menurunkan aktivitas katalis untuk proses konversi.



Gambar 15 Diagram hubungan antara keasaman dengan pembentukan kokas

Tabel 5 Hasil analisis kualitatif dengan GC-MS

Kromatogram	Jumlah Komp.	Intensitas puncak (%)	Berat Molekul	Senyawa yang mungkin
Asam stearat murni	1	100	284	Asam stearat
Hasil konversi asam stearat dengan katalis Ni/Mor	5	0,20	296	C ₂₀ H ₄₀ O
		0,65	240	C ₁₇ H ₃₆
		0,33	250	C ₁₉ H ₃₃ N
		96,18	284	Asam stearat
		2,65	282	C ₁₈ H ₃₄ O ₂
Hasil konversi asam stearat dengan katalis Ni1-Mo1/Mor	6	0,22	196	C ₁₄ H ₂₈
		0,59	184	C ₁₃ H ₂₄
		6,23	236	C ₁₆ H ₃₄
		87,33	284	Asam stearat
		4,42	282	C ₁₈ H ₃₄ O ₂
		1,21	184	C ₁₁ H ₂₀ O ₂

Pengaruh Keasaman

Makin tinggi keasaman diharapkan terbentuk produk yang semakin banyak dan kokas yang semakin kecil. Hubungan keasaman terhadap aktivitas katalis dapat dilihat pada Gambar 14 dan 15.

Dari Gambar 14 dan 15 menunjukkan kecenderungan bahwa harga keasaman makin tinggi, konversi hasil pun semakin besar dan pembentukan kokasnya makin kecil. Untuk harga keasaman terbesar terdapat pada katalis bimetal Ni1-Mo1/Mor. Dengan semakin banyak kandungan molibden dapat menurunkan harga keasaman sehingga konversi yang didapat juga semakin kecil.

Uji Aktivitas Katalis

Uji aktivitas katalis dalam penelitian ini digunakan sebagai parameter apakah katalis yang ada mampu mengkonversi umpan yang diberikan. Uji aktivitas katalis menggunakan reaksi *flow*.

Dalam penelitian ini umpan yang digunakan adalah asam stearat dengan titik didih 376 °C. Pemanasan yang dilakukan yaitu pada suhu 400 °C dengan dialiri dengan gas hidrogen. Perubahan sifat fisik warna asam stearat dari padatan berwarna putih bersih menjadi padatan berwarna padatan berwarna coklat, dan perubahan titik leleh asam stearat, umpan yang digunakan berwarna putih, berbentuk serbuk dan memiliki titik leleh berkisar 61-63 °C. Sedangkan titik leleh hasil konversi asam stearat dengan katalis Ni/Mor dan Ni1-Mo1/Mor masing-masing adalah 67-68,5 °C dan 67,5-68,7 °C. Sedangkan secara kimia perubahan asam stearat menjadi senyawa yang lain dapat dibuktikan dengan spektrofotometer infra merah dan analisis kromatografi gas-spektrofotometer massa.

Hasil konversi asam stearat secara kualitatif dianalisis dengan spektrofotometer IR untuk mengetahui perubahan gugus-gugus fungsi yang hilang atau bertambah (polimerisasi). Spektra asam

stearat murni memperlihatkan kenampakan gugus-gugus fungsional, yaitu : gugus hidroksil dengan spektra tajam sangat melebar pada 3433 cm^{-1} , gugus karbonil dengan puncak ramping tajam pada 1708 cm^{-1} , serta gugus dari rantai alkana pada 1469 cm^{-1} . Perubahan spektra IR yang terlihat jelas dari setiap spektra hasil konversi adalah adanya kenaikan ketajaman intensitas gugus hidroksilnya dan semakin tajamnya intensitas dari gugus rantai lurus alkana.

Hasil konversi asam stearat ini juga dianalisis menggunakan metode Kromatografi Gas-Spektroskopi Massa (KG-MS).

Pemilihan Katalis yang Baik

Dari hasil uji aktivitas katalis dapat diketahui bahwa katalis bimetal Ni1-Mo1/Mor merupakan katalis yang lebih baik dari katalis yang dihasilkan pada penelitian ini. Katalis ini memiliki luas permukaan yang relatif tinggi dibandingkan dengan katalis bimetal yang lain, juga mempunyai harga keasaman yang paling tinggi di antara katalis-katalis yang lain. Dari uji aktivitasnya didapat bahwa katalis Ni1-Mo1/Mor mampu mengkonversi asam stearat menjadi senyawa hidrokarbon dengan rantai atom C<18 lebih banyak, yaitu senyawa dengan rumus molekul $\text{C}_{14}\text{H}_{28}$, $\text{C}_{13}\text{H}_{24}$ dan $\text{C}_{16}\text{H}_{34}$. Sedangkan pada katalis Ni/Mor mempunyai luas permukaan yang lebih besar daripada katalis Ni1-Mo1/Mor, tetapi pada uji aktivitasnya baru dapat mengkonversi asam stearat menjadi senyawa dengan rumus molekul $\text{C}_{17}\text{H}_{36}$.

KESIMPULAN

1. Analisis AAS membuktikan bahwa kandungan logam Ni dan Mo yang diimpregnasikan pada H-Mordenit sebanding dengan perbandingan konsentrasi logam mula-mula.
2. Variasi rasio Mo/Ni : 0/1, 1/0, 1/1, 2/1, dan 3/1 memberikan pengaruh pada karakter katalis yaitu menurunkan harga luas permukaan spesifik dan volume pori total, dan menaikkan harga rerata jejari pori dan keasaman.
3. Pada uji aktivitas katalis dengan reactor *flow* menghasilkan konversi asam stearat sebagai berikut: 34,52%, 65,10%, 80,10%, 86,42% dan 95,72% dihasilkan secara berurutan oleh katalis Ni1-Mo3/Mor, Mo/Mor, Ni/Mor, Ni1-Mo2/Mor dan Ni1-Mo1/Mor.
4. Dari data analisis GC-MS didapat bahwa katalis dengan hasil konversi terbesar yaitu Ni1-Mo1/Mor telah mampu mengkonversi asam stearat lebih banyak, yaitu ditunjukkan adanya puncak dengan persentase luas puncak sebesar 0,22%, 0,59% dan 6,23% dengan berat molekul 196, 184, dan 236, yang diduga berat molekul tersebut secara berurutan merupakan senyawa $\text{C}_{14}\text{H}_{28}$, $\text{C}_{13}\text{H}_{24}$ dan $\text{C}_{16}\text{H}_{34}$.

DAFTAR PUSTAKA

1. Satterfield, C.N., 1991, *Heterogeneous Catalysis in Practice*, Mc Graw Hill Book Company, New York
2. Subagjo, 1993, *Zeolit : Struktur dan Sifat-sifatnya*, Warta Insinyur Kimia-ITB, Volume 7, Nomor 3, Bandung
3. Buletin PPTM, 1991, *Tinjauan terhadap Kegiatan Penelitian, Karakterisasi dan Pemanfaatan Zeolit Indonesia*, Volume 13, Nomor 4, Pusat Pengembangan Teknologi Mineral (PPTM), Bandung
4. Dyer, A., 1988, *An Introduction to Zeolite Molecular Sieves*, Willey & Sons, New York