

ABSTRACT

Preparation of Ni-Cu Catalyst Supported on ZrO₂- Pillared Bentonite for Hydrocracking Reaction of Palm Oil to Biogasoline

Oleh :

Ahmad Suseno

12/336336/SPA/00425

Synthesis of Ni-Cu/ ZrO₂-pillared bentonite catalyst had been done through ZrO₂ intercalation and pillarization methods into bentonite silica interlayer followed by inserting a mixture of nickel and copper by impregnation method. The calcination process for pillarization was done at temperature of 400, 500, and 600 °C and concentration of zirconia as pillarization metal of 0.05, 0.1, and 0.2 M. Addition of nickel and copper metals was varied with Ni: Cu ratios of 3:1, 1:1, and 1:3. The catalyst product was characterized by its physical and chemical properties using XRD, SEM-EDX, TEM and TGA-DTA instruments. Analysis using the BET method was conducted using GSA. The surface acidity of the catalyst was determined using FTIR spectrophotometer after adsorption of ammonia gas. The cracking process of palm oil is carried out in the continue microreactor system with catalyst feed ratio 1:100 (w/w) for the reaction at 350 °C for 30 min. The product of catalytic hydrocracking was evaluated by GC and GC-MS.

The XRD showed the pillarization process of zirconia in bentonite by the increase of d spacing from $d_{001}=13.81$ nm to $d_{001} = 18.95$ nm. XRD diffractogram also indicates the formation of ZrO₂ as a pillar and Ni-Cu as a metal catalyst despite its low intensity. The acidity of Ni-Cu/ ZrO₂-pillared bentonite catalyst increased with the presence of vibration peaks at the wave numbers of 1445 and 1545 cm⁻¹ that related to acid sites of Lewis and Brønsted, respectively. Meanwhile, GSA analysis of the catalyst surface area showed the adsorption increase from 52.83 m²/g to 194.80 m²/g after pillarization process and the surface area decreased to 107.49 m²/g after addition of metal precursor. The result of palm oil cracking in the form of liquid fractions, gases, and solids (coke).

The catalyst performance test based on GC and GCMS analysis of the liquid fractions cracking product revealed that the catalyst with Ni:Cu mol ratio of 3:1 (Ni-Cu31/ ZrO₂-pillared bentonite) had a catalytic activity with liquid product conversion of 21,82% (w/w) and gasoline fraction percentage of 3.33%. The results of TEM and SEM images on the used catalyst showed some part of the catalyst surface was covered with coke deposit. This was also supported by TGA-DTA that there was a significant weight loss of 15-20 % at the temperature of 100-600 °C. The mass decrease is followed by heat release (ΔH) which is thought to be the combustion process of the coke deposit from the catalyst that has been used.

Keywords: bentonite, mol ratio, nickel-copper, coke deposit

INTISARI

Preparasi Katalis Ni-Cu Teremban pada Bentonit Terpillar ZrO₂ dan Aplikasinya untuk Reaksi Hidrorengkah Minyak Sawit menjadi Fraksi Bensin

Oleh :

Ahmad Suseno

12/336336/SPA/00425

Sintesis katalis Ni-Cu/ Bentonit terpillar ZrO₂ telah berhasil dilakukan melalui metoda interkalasi dan pilarisasi ZrO₂ ke dalam antarlapis silika bentonit yang dilanjutkan dengan memasukkan campuran logam nikel dan tembaga dengan metoda impregnasi basah. Proses kalsinasi untuk pilarisasi dilakukan dengan variasi suhu 400; 500 dan 600 °C serta variasi konsentrasi logam pemilar zirkonia 0,05; 0,1 dan 0,2 M. Adapun penambahan logam nikel dan tembaga dilakukan pada variasi komposisi dengan rasio mol Ni:Cu sebesar 3:1; 1:1 dan 1:3. Produk katalis dikarakterisasi sifat fisik dan kimia menggunakan XRD, SEM-EDX, TEM, TGA-DTA dan GSA menggunakan metode BET. Sifat keasaman permukaan ditentukan melalui adsorpsi gas amonia menggunakan FTIR. Proses perengkahan minyak sawit dilakukan secara kontinyu dengan mikroreaktor dengan rasio katalis umpan (b/b) 1:100 yang berlangsung pada suhu 350 °C selama 30 menit. Produk reaksi hidrorengkah katalitik dievaluasi dengan GC dan GCMS.

Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa proses pilarisasi zirkonia dalam bentonit berhasil dilakukan berdasarkan analisis XRD yang menunjukkan terjadinya peningkatan *d-spacing* dari $d_{001}=13,81$ nm menjadi $d_{001}=18,95$ nm. Difraktogram XRD juga mengindikasikan terbentuknya ZrO₂ sebagai pemilar dan Ni-Cu sebagai logam katalis meskipun intensitasnya rendah. Keasaman katalis Ni-Cu/Bentonit terpillar ZrO₂ meningkat dengan munculnya puncak vibrasi pada bilangan gelombang 1445 cm⁻¹ dan 1545 cm⁻¹ yang masing-masing berkaitan dengan situs asam Lewis dan Brønsted. Hasil analisis GSA terhadap permukaan katalis juga memperlihatkan adanya peningkatan luas permukaan setelah proses pilarisasi dari 52,83 m²/g menjadi 194,80 m²/g serta mengalami penurunan luas permukaan setelah penambahan logam prekursor menjadi 107,49 m²/g.

Hasil proses perengkahan minyak sawit berupa fraksi cair, gas dan padatan (kokas). Uji kinerja katalis berdasarkan analisis GC dan GCMS terhadap produk perengkahan fraksi cair menunjukkan bahwa katalis dengan rasio mol Ni:Cu sebesar 3:1 (NiCu31/Bentonit terpillar ZrO₂) memiliki aktivitas katalitik dengan konversi produk cair sebesar 21,82% (b/b) dan fraksi bensin sebesar 3,33%. Hasil citra TEM dan SEM pada katalis bekas memperlihatkan sebagian permukaan katalis telah tertutupi oleh deposit kokas. Analisis TGA-DTA juga menunjukkan terjadinya penurunan massa yang signifikan sebesar 15-20% pada suhu antara 100-600 °C. Penurunan massa tersebut diikuti dengan terjadi pelepasan panas (ΔH) yang diduga merupakan proses pembakaran deposit kokas dari katalis yang telah digunakan.

Kata kunci: bentonite, rasio mol, nikel-tembaga, deposit karbon