

PREPARASI KATALIS Ni/ZSM-5 DARI LIMBAH BATERAI Li-ION NMC TEREDUKSI NaBH₄ DAN ASAM SITRAT DENGAN IMPREGNASI SEMPROT UNTUK *HYDROTREATING* MINYAK NYAMPLUNG MENJADI *BIO-JET FUEL*

Afifah Hasna Salsabilla
22/493564/PA/21198

INTISARI

Preparasi katalis Ni/ZSM-5 telah dilakukan menggunakan metode impregnasi semprot dengan bantuan gelombang ultrasonik. Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh reduktor asam sitrat dan NaBH₄ pada tahap preparasi katalis dalam menentukan karakteristik, aktivitas dan selektivitas katalis. Penelitian ini juga mengevaluasi kinerja pemakaian berulang katalis Ni/ZSM-5 dalam proses *hydrotreating* minyak nyamplung menjadi *bio-jet fuel*. Penelitian ini menawarkan strategi berkelanjutan melalui penggunaan logam dari limbah baterai sebagai komponen katalis. Pengemban ZSM-5 diimpregnasi menggunakan metode semprot dengan prekursor logam Ni yang berasal dari limbah baterai Li-Ion NMC, kemudian kalsinasi dilakukan menggunakan gas N₂. Selanjutnya, katalis direduksi dengan variasi reduktor asam sitrat dan NaBH₄. Karakterisasi katalis dilakukan menggunakan instrumen XRD, FTIR, NH₃-TPD, XPS, dan SEM-EDX. Pengujian *reusability* dilakukan hingga tiga kali pemakaian ulang. Proses *hydrotreating* minyak nyamplung dijalankan dalam reaktor *semi-batch* yang memiliki pemanas ganda pada rentang suhu 200-600 °C dengan laju alir H₂ sebesar 20 mL/menit. Produk cair dianalisis menggunakan GC-MS, sementara katalis *spent* dikarakterisasi menggunakan SEM-EDX.

Variasi reduktor NaBH₄ dan asam sitrat menunjukkan pengaruh berbeda terhadap ukuran kristalit, derajat kristalinitas, persentase logam Ni yang terdeteksi, dan keasaman total katalis. Pada katalis Ni/ZSM-5 reduksi NaBH₄, diperoleh ukuran kristalit, derajat kristalinitas, persentase logam Ni yang terdeteksi oleh EDX, dan keasaman total masing-masing sebesar 14,8 nm; 42,07650%; 1,70%; dan 2,85 mmol/g. Sementara itu, pada katalis Ni/ZSM-5 reduksi asam sitrat, diperoleh nilai berturut-turut sebesar 28,9 nm; 56,15941%; 1,24%; 2,74 mmol/g. Keberadaan spesies Ni dan NiO teridentifikasi melalui analisis XPS pada katalis Ni/ZSM-5 reduksi NaBH₄. Katalis Ni/ZSM-5 reduksi NaBH₄ menghasilkan selektivitas dan *yield bio-jet fuel* terbaik dengan nilai masing-masing sebesar 85,63% dan 51,98%. Selain itu, katalis tersebut masih mempertahankan selektivitas dan aktivitas yang relatif tinggi setelah digunakan tiga kali pemakaian ulang. Hasil tersebut menegaskan bahwa reduksi menggunakan NaBH₄ dapat meningkatkan karakteristik fisikokimia dan akativitas katalitik Ni/ZSM-5 terhadap *hydrotreating* minyak nyamplung menjadi *bio-jet fuel*.

Kata kunci: asam sitrat, *bio-jet fuel*, *hydrotreating*, katalis Ni/ZSM-5, natrium borohidrida

**PREPARATION OF Ni/ZSM-5 CATALYST FROM NMC Li-ION
BATTERY WASTE REDUCED WITH NaBH₄ AND CITRIC ACID BY
SPRAY IMPREGNATION FOR HYDROTREATING NYAMPLUNG OIL
INTO BIO-JET FUEL**

Afifah Hasna Salsabilla

22/493564/PA/21198

ABSTRACT

The Ni/ZSM-5 catalysts were prepared using an ultrasonic-assisted spray impregnation method. This study aimed to investigate the effects of citric acid and NaBH₄ as reducing agents in catalyst preparation on the physicochemical characteristics, catalytic activity, and selectivity of the resulting catalysts. In addition, the reusability of the Ni/ZSM-5 catalyst was evaluated in the hydrotreating of nyamplung oil for bio-jet fuel production. This work also proposes a sustainable approach through the utilization of metals recovered from spent lithium-ion NMC batteries as catalytic components. The ZSM-5 support was impregnated via a spray method using a Ni precursor obtained from spent Li-ion NMC batteries, followed by calcination under an N₂ atmosphere. Subsequently, the catalysts were reduced using either citric acid or NaBH₄. Catalyst characterization was performed using XRD, FTIR, NH₃-TPD, XPS, and SEM-EDX analyses. Reusability tests were conducted for up to three consecutive cycles. Hydrotreating of nyamplung oil was carried out in a semi-batch reactor equipped with upper and lower heaters at temperatures ranging from 200 to 600 °C under an H₂ flow rate of 20 mL/min. The liquid products were analyzed using GC-MS, while the spent catalysts were characterized by SEM-EDX.

The variation in reducing agents exhibited significant effects on crystallite size, crystallinity degree, detected Ni content, and total catalyst acidity. For the NaBH₄-reduced Ni/ZSM-5 catalyst, the crystallite size, crystallinity degree, Ni content detected by EDX, and total acidity were 14.8 nm, 42.07650%, 1.70%, and 2.85 mmol/g, respectively. In contrast, the citric acid-reduced Ni/ZSM-5 catalyst showed corresponding values of 28.9 nm, 56.15941%, 1.24%, and 2.74 mmol/g. XPS analysis confirmed the presence of both metallic Ni and NiO species on the NaBH₄-reduced Ni/ZSM-5 catalyst. Among the prepared catalysts, NaBH₄-reduced Ni/ZSM-5 catalyst exhibited the highest bio-jet fuel selectivity and yield, reaching 85.63% and 51.98%, respectively. Furthermore, this catalyst maintained relatively high selectivity and catalytic activity after three reuse cycles. These findings demonstrate that reduction using NaBH₄ significantly improves the physicochemical properties and catalytic performance of Ni/ZSM-5 catalysts in the hydrotreating of nyamplung oil into bio-jet fuel.

Keywords: bio-jet fuel, citric acid, hydrotreating, Ni/ZSM-5 catalyst, sodium borohydride