

PENGEMBANGAN ZIRKONIA SEBAGAI KATALIS BIODISEL

by Joelianingsih Joelianingsih

Submission date: 30-Oct-2020 06:00AM (UTC+0700)

Submission ID: 1430629513

File name: PENGEMBANGAN_ZIRKONIA_SEBAGAI_KATALIS_BIODISEL.pdf (4.86M)

Word count: 2332

Character count: 14018

PENGEMBANGAN ZIRKONIA SEBAGAI KATALIS BIODISEL

Joelianingsih¹, Wahyudin¹, Erfin Y Febrianto²

¹ Institut Teknologi Indonesia. Tangerang Selatan

² Pusat Penelitian Fisika – LIPI, Tangerang Selatan

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian pembuatan katalis sulfated zirkonia untuk katalis biodisel dengan proses presipitasi, dengan menggunakan $ZrOCl_2 \cdot 8 H_2O$ sebagai bahan bakunya. Untuk mendapatkan sulfated zirkonia, kedalam $Zr(OH)_4$ yang diperoleh dari hasil presipitasi $ZrOCl_2 \cdot 8 H_2O$ yang dikeringkan pada suhu $120^\circ C$ selama 16 jam, dilakukan proses impregnasi dan dikalsinasi pada temperature sekitar $650^\circ C$, selama 3,5 jam. Hasil pemeriksaan dengan menggunakan FTIR menunjukkan bahwa telah terbentuk sulfated zirkonia dengan luas permukaan butir sekitar $53,2526 m^2/g$. Dari hasil percobaan katalis sulfated zirkonia ini berhasil digunakan dalam proses pembuatan biodisel

ABSTRACT

Research on synthesis of sulfated zirconia as biodisel catalyst has been made and $ZrOCl_2 \cdot 8 H_2O$ as a Raw material Sulfated zirconia was prepared by the following method $Zr(OH)_4$ was prepared by dissolving a required amount of $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ in distilled water and then hydrolyzing at $pH = 9$ with an aqueous solution of NH_4OH . The precipitate was stirred, filtered, washed, dried at $120^\circ C$ for 16 hours, and finally ground. Next sulfated zirconia catalyst was prepared by immersing $Zr(OH)_4$ in H_2SO_4 (1 N), stirring the mixture for 1 hour, drying it at $110^\circ C$ for 24 hours and calcining the remaining solid at $650^\circ C$ for 3,5 hours. The result show that surface area of sulfated zirconia is $53.2526m^2/g$

PENDAHULUAN.

Zirkonia merupakan material keramik yang mempunyai fungsi sangat beragam, diantaranya untuk komponen mekanik, komponen listrik, sebagai material tahan api dan yang tidak kalah menariknya adalah zirkonia sebagai bahan katalis pada proses produksi biodisel.^[1,2] Keberadaan Zirkonia ini di Indonesia cukup banyak yaitu seperti limbah penambangan emas yang banyak tersebar di Kalimantan atau yang merupakan limbah penambangan timah di pulau Bangka.

Dilihat dari struktur kristalnya, zirkonia dibagi menjadi 3 jenis yaitu; yang mempunyai struktur kristal monoklinik, tetragonal dan kubik.^[2,3,5] Tapi yang digunakan sebagai katalis biodisel adalah zirkonia yang sudah tersulfonasi atau yang lebih dikenal dengan sebutan sulfated zirconia. Biodiesel didefinisikan sebagai monoalkil ester dari asam-asam lemak rantai panjang yang terkandung dalam minyak nabati atau lemak hewani untuk digunakan sebagai bahan bakar mesin diesel (Krawczyk, 1996). Biodiesel dapat diperoleh melalui reaksi transesterifikasi

minyak nabati/trigliserida (TG) dan atau reaksi esterifikasi asam lemak tergantung dari kualitas minyak nabati yang digunakan sebagai bahan baku. Pada produksi komersial saat ini katalis yang digunakan pada proses transesterifikasi adalah basa /alkali, biasanya digunakan natrium hidroksida (NaOH) atau kalium hidroksida (KOH) sedangkan untuk reaksi esterifikasi digunakan katalis asam, biasanya asam sulfat (H_2SO_4) yang bersifat homogen dengan fasa reaktan (larut dalam metanol). Reaksi esterifikasi digunakan sebagai reaksi pendahuluan sampai kandungan asam lemak bebas (ALB) di dalam minyak berkurang menjadi 2 %, selanjutnya diikuti dengan reaksi transesterifikasi TG. Kelemahan proses produksi biodiesel dengan katalis homogen adalah kesulitan pada pemisahan gliserol dari biodiesel (gliserol yang dihasilkan kemurniaanya rendah), diperlukan, proses penghilangan sisa katalis dan produk tersabunkan melalui netralisasi, pencucian dan pengeringan, perlu pra-esterifikasi untuk minyak dengan kadar ALB di atas 2%. Proses pencucian menghasilkan limbah cair yang perlu diolah, katalis tidak bisa dipergunakan

kembali dan perolehan kembali metanol lebih sulit. Kelemahan proses dengan katalis homogen dapat diatasi dengan cara pembuatan biodisel secara non-katalitik atau dengan menggunakan katalis heterogen (padat).

Pada penelitian terdahulu dicoba peralatan produksi biodiesel menggunakan BCR skala laboratorium (kapasitas minyak dalam reaktor 200 mL) yang dioperasikan secara semi-batch dengan bantuan katalis heterogen. Jenis katalis yang digunakan adalah Sulfated Zirkonia (SZrO_2), merupakan salah satu jenis katalis heterogen yang sangat efektif untuk reaksi transesterifikasi minyak (trigliserida). Sistem reaksi yang pada umumnya 2 fasa (cair-cair atau cair-uap) berubah menjadi 3 fasa (cair-padat-uap).

Zirkonium oksida atau zirkonia apabila dimodifikasi dengan anion seperti ion sulfat akan berubah fungsi menjadi katalis asam yang sangat kuat atau *superacidic catalyst*. Katalis jenis ini sangat cocok digunakan untuk industri-industri isomerisasi hidrocarbon, konversi

methanol menjadi hydrocarbon, alkylasi, acylasi, esterifikasi, etherifikasi, condensasi, nitrasi, cyclisasi, hidrasi-dehidrasi, carbonylasi, oligomerisasi. Fischer-Tropsch reaksi, cracking dan hydrocracking reaksi, methane oxidative coupling, thioacetalisasi, adamantylasi, pabrikasi dari hydrogen peroxida, dan sebagainya. Sulfated Zirconia ini dapat dibuat dengan dengan beberapa metode diantaranya ; metode presipitasi, metode *kneading*. Metode pembuatan secara klasik yaitu melalui proses pengendapan zirconium hidroksida yang kemudian di impregnasi dengan larutan sulfat dan seterusnya dikalsinasi pada suhu tinggi. Pada tulisan ini akan dibuat zirkonia tersulfonasi dengan menggunakan metode klasik yaitu dengan proses pengendapan garam zirkonia yang kemudian dilakukan karakterisasi berupa pengukuran luas permukaan, densitas dan besar butiran. Banyak penelitian yang telah dilakukan orang tentang keunggulan penggunaan zirkonia sebagai katalis bio diesel, seperti terlihat pada Table 1 dibawah ini;

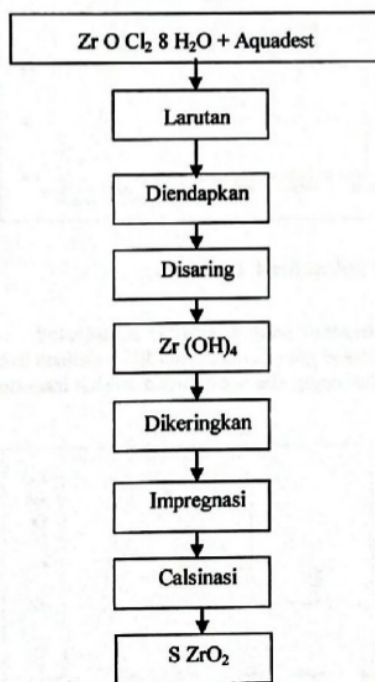
Tabel 1. Penelitian yang sudah dilakukan dengan menggunakan katalis S Zirkonia

No	Peneliti	Judul	Asal Negara
1	Akaraphol Petchmala , Navadol Laosiripojana , Bunjerd Jongsomjit , Motonobu Goto , Joongjai Panpranot	Transesterification of palm oil and esterification of palm fatty acid in near- and super-critical methanol with $\text{SO}_4\text{-ZrO}_2$ catalysts	Thailand
2	Wan Nor Nadyaini Wan Omar, Nor Aishah Saidina Amin	Biodiesel production from waste cooking oil over alkaline modified zirconia catalyst	Malaysia
3	Jaturong Jitputti , Boonyarach Kitiyanan , Pramoch Rangsunvigit , Kunchana Bunyakiat , Lalita Attanatho , Peesamai Jenvanitpanjakul	Transesterification of crude palm kernel oil and crude coconut oil by different solid catalysts	Thailand
4	Suthat Turapan, Cattareya Yotkamchornkun, and Kamchai Nuithitikul	Esterification of Free Fatty Acids in Crude Palm Oil with Sulfated Zirconia: Effect of Calcination Temperature	Thailand
5	H. Muthu1, V. SathyaSelvabala1, T. K. Varathachary2, D. Kirupha Selvaraj1, J. Nandagopal2 and S. Subramanian1	Synthesis of biodiesel from neem oil using sulfated zirconia via tranesterification	India
6	Anton A. Kiss, Alexandre C. Dimian, and Gadi Rothenberg	Biodiesel by Catalytic Reactive Distillation Powered by Metal Oxides	Belanda

METODOLOGI

Katalis Sulfated Zirkonia dibuat dengan menggunakan bahan $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$. $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ dilarutkan dalam aquadest (100 gram $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ dilarutkan dalam 1000 cc aquades) setelah semua larut, diendapkan dengan amonia 21 % Endapan yang terbentuk berupa $Zr(OH)_4$ disaring dan dikeringkan pada variasi temperatur 100, 110 dan $120^\circ C$ selama 16 jam. Setelah kering $Zr(OH)_4$ di impregnasi dengan larutan H_2SO_4 1 N, setelah itu disaring dan dikeringkan pada temperatur $100^\circ C$. Selanjutnya dilakukan analisa termal dengan menggunakan alat Diferential Thermal Analyzer untuk mengetahui temperatur kalsinasi Setelah kering dilakukan proses kalsinasi pada temperatur $650^\circ C$ selama 3,5 jam. Katalis siap di karakterisasi. Karakterisasi yang dilakukan meliputi ; analisis thermal dengan menggunakan alat DTA, analisis struktur kristal dengan menggunakan X Ray Diffraktometer, analisis kandungan sulfat dengan menggunakan FTIR, serta penghalusan butir dengan menggunakan High Energy Milling (HEM)

Diagram alir pnelitian



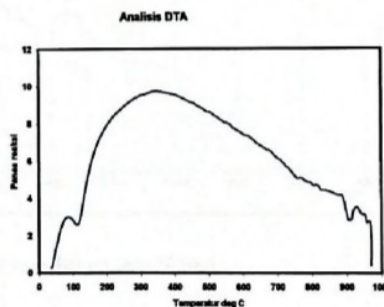
Gambar 1. Digram alir penelitian

HASIL PENELITIAN

Tabel 2. Hasil Pengeringan dengan beberapa variasi temperatur pengeringan

No	Temp.Pengeringan $^\circ C$	Hasil
1	100	Belum kering
2	110	Belum kering
3	120	Kering sempurna

Dari hasil penelitian terlihat bahwa pengeringan terjadi pada temperatur $120^\circ C$ dimana sampel menjadi kering sempurna. Kalau temperatur pengeringan dibawah $120^\circ C$ seperti $100^\circ C$ atau $110^\circ C$ seperti terlihat pada Tabel 2 diatas, sampel masih belum kering. Jadi proses pengeringan dilakukan pada temperatur $120^\circ C$ selama 16 jam. Ini diperkuat dengan analisa thermal seperti ditampilkan pada Gambar 2 dibawah ini.

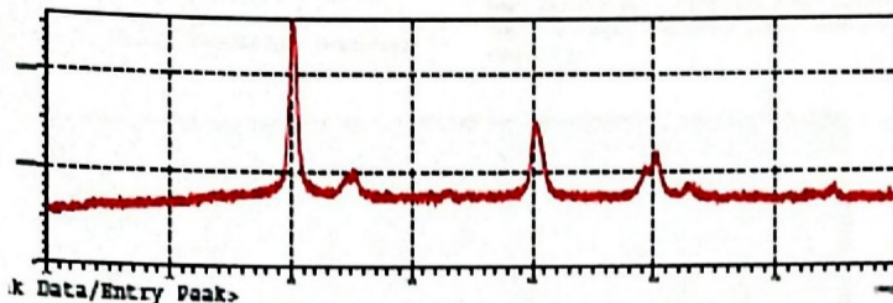


Gambar 2. Hasil analisis DTA

Dari hasil analisis DTA diatas terlihat bahwa pada batas temperatur antara 100 sampai dengan $120^\circ C$ terdapat puncak yang mengidentifikasi terjadinya pelepasan air pada temperatur tersebut. Selanjutnya mulai pada temperatur sekitar $700^\circ C$ mulai adanya gangguan yang puncaknya terjadi pada temperatur sekitar $800^\circ C$ sampai dengan $900^\circ C$ ini mengidentifikasi bahwa terjadi suatu proses endothermis yaitu pelepasan sulfat. Jadi berdasarkan analisa diatas temperatur calsinasi untuk membentuk sulfated zirkonia diambil temperatur calsinasi $650^\circ C$

yang ditahan selama 3,5 jam., karena kalau kalsinasi dilakukan diatas suhu tersebut

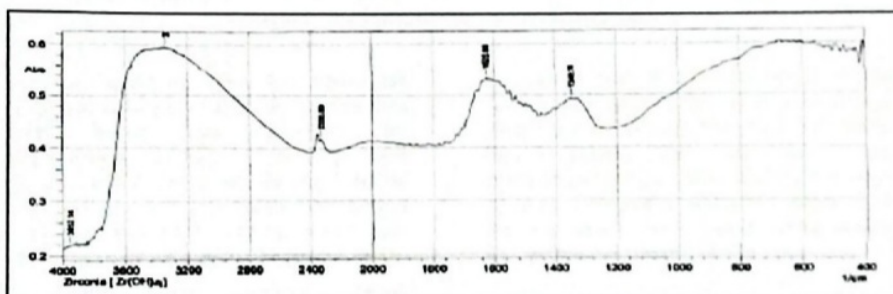
dikhawatirkan gugus sulfat nya akan terlepas dan tidak jadi terbentuk sulfated zirkonia.



Gambar 3. Hasil difraksi sinar X untuk Zirkonia tersulfonasi

Dari Gambar 3 diatas yang memperlihatkan hasil difraksi sinar X untuk zirkonia yang tersulfonasi dan di kalsinasi pada tempertur 650°C, terlihat bahwa zirkonia yang terbentuk adalah tetragonal zirkonia dan

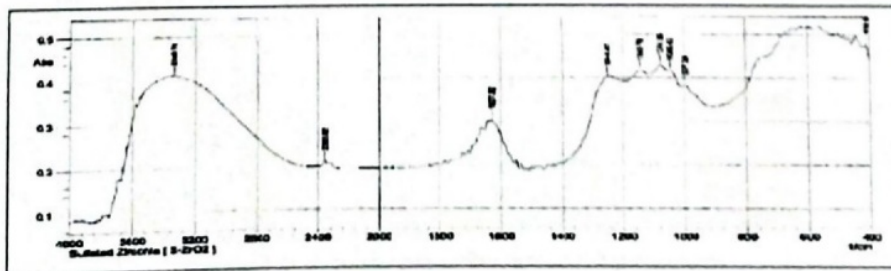
sebagian lagi masih dalam bentuk monoklinik zirkonia (puncak yang pendek-pendek) Ini menunjukkan terjadinya perubahan dari Zr(OH)₄ menjadi ZrO₂



Gambar 4. Hasil analisis FTIR zirkonia yang belum tersulfonasi

Selanjutnya Gambar 4 yang merupakan hasil analisis FTIR dari zirkonia yang belum di sulfonasi terlihat bahwa tidak ada gugus sulfat

yang terdapat pada sample zirkonia , berbeda dengan Gambar 5 dibawah ini,

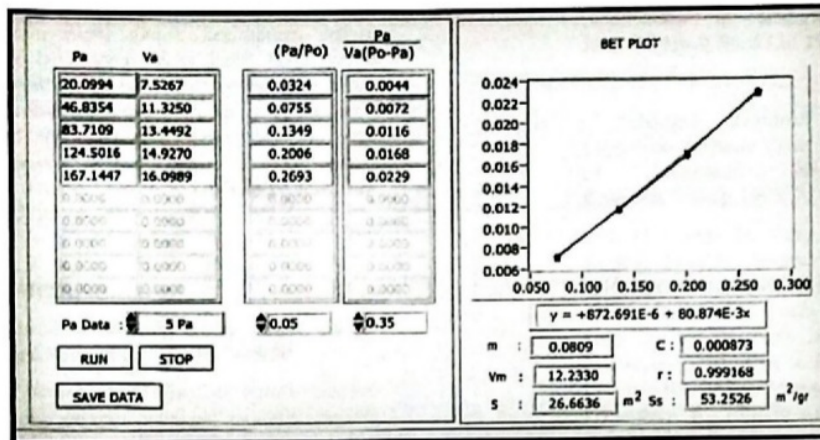


Gambar 5. Hasil analisis FTIR zirkonia yang sudah tersulfonasi

Gambar 5 yang merupakan hasil analisis FTIR dari zirkonia yang sudah di sulfonasi terlihat bahwa adanya puncak – puncak sulfonat pada panjang gelombang antara 1000 - 1280, yang mengidentifikasi bahwa sudah terbentuk zirkonia tersulfonasi. Selanjutnya

zirkonia yang sudah tersulfonasi ini dilakukan pengukuran luas permukaan butirnya.

Luas permukaan butir diukur dengan menggunakan alat surface area meter (BET). Hasilnya seperti ditampilkan pada Gambar 6 dibawah ini.

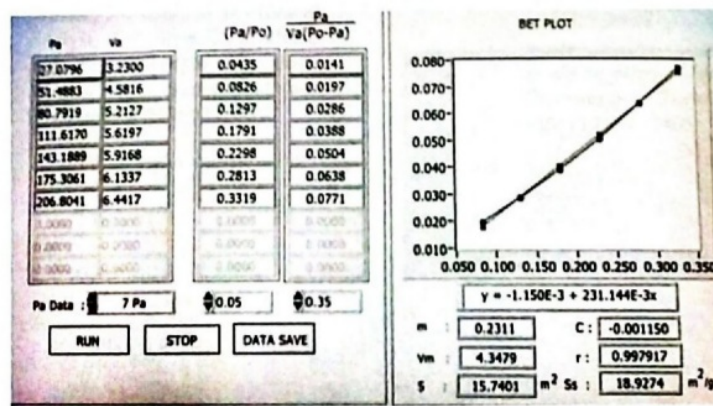


Gambar 6. Hasil pengukuran luas permukaan butir

Dari hasil pengukuran luas permukaan butir dengan menggunakan alat surface area meter diperoleh luas permukaan dari sulfonated zirkonia adalah 53,25 m²/gr. Hasil pengukuran luas permukaan ini masih terlalu kecil. Hal ini masih bisa diatasi yaitu dengan melakukan pengecilan terhadap ukuran butir sample zirkonia yaitu sampai berukuran nano.

dengan alat High Energy Mill (HEM). Proses penggilingan dimaksudkan untuk memperkecil ukuran butiran sehingga bisa diperoleh ukuran luas permukaan butir yang luas. Proses penggilingan dengan HEM dilakukan selama 48 jam. Selanjutnya dilakukan pengukuran luas permukaan butir dengan menggunakan alat surface area meter / BET.

Setelah proses kalsinasi selesai, selanjutnya dilakukan proses penggilingan



Gambar 7. Hasil pengukuran surface area setelah penggilingan

Hasil pengukuran luas permukaan setelah dilakukan penggilingan didapatkan hasilnya lebih kecil dari pada sebelum penggilingan yang mana seharusnya hasilnya lebih besar. Hal ini disebabkan karena setelah proses penggilingan dan pengeringan terjadi penutupan butir, sehingga luas permukannya menjadi lebih kecil. Seharusnya semakin kecil ukuran butir, luas permukaan semakin besar. Dari sini dapat ditarik kesimpulan bahwa ukuran butir yang lebih kecil tidak selalu memberikan luas permukaan yang lebih besar. Ini disebabkan karena proses penggilingan, butiran menjadi lebih halus dan ini akan mengakibatkan pori butir menjadi hilang akibat tertutup butir yang lebih halus atau butir menjadi pecah dan porinya menjadi hilang.

KESIMPULAN..

Dari hasil percobaan diatas, dapat ditarik beberapa kesimpulan sebagai berikut:

1. Zirkonia dapat dijadikan katalis biodiesel yaitu dengan membuat zirkonia menjadi zirkonia tersulfonasi
2. Zirkonia tersulfonasi dapat dilakukan dengan metode presipitasi
3. Luas permukaan butir yang diperoleh dari percobaan ini adalah 53,25 m²/gr
4. Pengecilan ukuran butir tidak selamanya memberika luas permukaan yang lebih besar.

DAFTAR PUSTAKA

1. Benjaram M.R, Pavani M. Sreekanth, Pandian Lakshmanan (2005). "Sulfated zirconia as an efficient catalyst for organic synthesis and transformation reactions". *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical* 237: 93-100

2. Demirbas, A. 2002. "Biodiesel from Vegetable Oils via Transesterification in Supercritical Methanol", *Energy Conversion & Management*, 43 : 2349-2356
3. Noboru Ichinoe, Katsutoshi Komeya dkk, *Introduction to Fine Ceramics Application in Engeneering*, John Willey & Sons Ltd 1987.
4. TOSOH Zirconia Powder Series.
5. Erfin Y Febrianto, *Laporan Riset Unggulan Terpadu (The Report of Integrated Excellent Research Grant)*. 1998
6. Joelianingsih, H. Maeda, H. Nabetani, Y. Sagara Y, T.H. Soerawidjaya, A.H. Tambunan, K. Abdullah. 2008. "Biodiesel Fuels from Palm Oil via the Non-Catalytic Transesterification in a Bubble Column Reactor at Atmospheric Pressure: a kinetic study". *Renewable Energy* . 33(7): 1629-1636.
7. Joelianingsih, H. Nabetani, Y Sagara, A.H. Tambunan, K. Abdullah. 2012. "A Continuous-flow Bubble Column Reactor for Biodiesel Production by Non-catalytic Transesterification". *FUEL*. 96:595-599
8. Joelianingsih, Wahyudin, Erfin Yundra F, laporan Insentif Riset SINAS 2012
9. Wan Nor Nadyaini Wan Omar, Nor Aishah Saidina Amin, 2011 *Biodiesel production from waste cooking oil over alkaline modified zirconia catalyst*. *Fuel Processing Technology* 92 (2011) 2397-2405

PENGEMBANGAN ZIRKONIA SEBAGAI KATALIS BIODISEL

ORIGINALITY REPORT

22%

SIMILARITY INDEX

21%

INTERNET SOURCES

12%

PUBLICATIONS

10%

STUDENT PAPERS

PRIMARY SOURCES

1

waset.org

Internet Source

4%

2

docobook.com

Internet Source

3%

3

Hiroshi NABETANI. "食品の反応・分離操作に関する工学的研究", Japan Journal of Food Engineering, 2014

Publication

2%

4

lipi.go.id

Internet Source

2%

5

id.123dok.com

Internet Source

2%

6

H. Muthu, V. SathyaSelvabala, T. K. Varathachary, D. Kirupha Selvaraj, J. Nandagopal, S. Subramanian. "Synthesis of biodiesel from Neem oil using sulfated zirconia via tranesterification", Brazilian Journal of Chemical Engineering, 2010

Publication

1%

7	<p>Shokoufe Hosseini, G.R. Moradi, Kiumars Bahrami. "Synthesis of a novel stabilized basic ionic liquid through immobilization on boehmite nanoparticles: a robust nanocatalyst for biodiesel production from soybean oil", <i>Renewable Energy</i>, 2019</p> <p>Publication</p>	1%
8	<p>www.deepdyve.com</p> <p>Internet Source</p>	1%
9	<p>Submitted to Universitas Jember</p> <p>Student Paper</p>	1%
10	<p>Submitted to University of Witwatersrand</p> <p>Student Paper</p>	1%
11	<p>Sinha, S.. "Biodiesel development from rice bran oil: Transesterification process optimization and fuel characterization", <i>Energy Conversion and Management</i>, 200805</p> <p>Publication</p>	1%
12	<p>idoc.pub</p> <p>Internet Source</p>	<1%
13	<p>www.mdpi.com</p> <p>Internet Source</p>	<1%
14	<p>Mei Li, Zhiming Chen. "Epoxidation of the polyisobutene using WO₃/ZrO₂ catalyst", <i>Research on Chemical Intermediates</i>, 2012</p> <p>Publication</p>	<1%

15

vdocuments.site

Internet Source

<1%

16

publikasi.iopri.org

Internet Source

<1%

17

Anton A. Kiss, Alexandre C. Dimian, Gadi Rothenberg. "Solid Acid Catalysts for Biodiesel Production --Towards Sustainable Energy", *Advanced Synthesis & Catalysis*, 2006

Publication

<1%

18

Wan Nor Nadyaini Wan Omar, Nor Aishah Saidina Amin. "Biodiesel production from waste cooking oil over alkaline modified zirconia catalyst", *Fuel Processing Technology*, 2011

Publication

<1%

19

Jitputti, J.. "Transesterification of crude palm kernel oil and crude coconut oil by different solid catalysts", *Chemical Engineering Journal*, 20060201

Publication

<1%

Exclude quotes

Off

Exclude matches

Off

Exclude bibliography

On

PENGEMBANGAN ZIRKONIA SEBAGAI KATALIS BIODISEL

GRADEMARK REPORT

FINAL GRADE

/0

GENERAL COMMENTS

Instructor

PAGE 1

PAGE 2

PAGE 3

PAGE 4

PAGE 5

PAGE 6
