Sintesis Ni/ZSM-5 hirarki sebagai katalis reaksi karboksilasi bertekanan antara fenilasetilena dengan CO2 menjadi asam sinamat = Synthesis of Ni/hierarchical ZSM-5 as catalyst for pressurized carboxylation of phenylacetylene with CO2 to form cinnamic acid

Asridin Dayan, author

Abstrak

Gas rumah kaca seperti karbon dioksida merupakan gas yang melimpah di alam sehingga diperlukan cara untuk mengkonversi CO2. Namun, CO2 bersifat stabil secara termodinamika dan kinetika sehingga diperlukan bantuan logam bervalensi rendah contohnya Ni(0) atau Pd(0) untuk dapat bereaksi. Pada penelitian ini digunakan ZSM-5 hirarki terimpregnasi logam nikel sebagai katalis reaksi karboksilasi bertekanan antara fenilasetilena dengan karbon dioksida menjadi asam sinamat. ZSM-5 hirarki dianggap mampu menjadi penyangga katalis logam Ni dikarenakan ZSM-5 hirarki memiliki selektivitas dan transport massa yang baik. ZSM-5 Hirarki disintesis menggunakan metode double template yaitu TPAOH sebagai pengarah struktur MFI dan PDD-AM sebagai pengarah mesopori. Impregnasi logam nikel dilakukan menggunakan metode impregnasi basah dengan reduksi oleh aliran gas hidrogen. Karakterisasi material ZSM-5 hirarki dan Ni/ZSM-5 hirarki dilakukan dengan menggunakan XRD, FTIR, XRF, SEM-EDS dan SAA. Analisa XRD menunjukkan ZSM-5 telah berhasil disintesis.
Analisa FTIR menunjukkan dekomposisi template melalui kalsinasi telah berhasil. Pencitraan SEM menunjukkan morfologi material dengan bentuk coffin like-shaped yang merupakan ciri khas ZSM-5. Hasil analisa EDS menunjukkan persen loading Ni dalam ZSM-5 sebesar 1,4 %. Sedangkan analisa XRF menunjukkan persen loading Ni dalam ZSM-5 sebesar 3,325 % yang mengindikasikan logam Ni telah masuk ke dalam pori ZSM-5. Analisa BET menunjukkan adanya hysteresis loop yang mengindikasikan adanya pori berukuran meso. Reaksi karboksilasi bertekanan fenilasetilena dilakukan dalam reaktor batch dengan variasi tekanan CO2 (1, 3, 5, 7 bar) dan suhu (85, 100, dan 125 C). Berdasarkan analisa terhadap campuran produk didapat tekanan CO2 optimum sebesar 3 bar dan suhu optimum pada 85 C.
.....
Carbon dioxide is one of greenhouse gases which is abundant in nature, therefore efforts are needed to reduce its concentration through CO2 conversion. However, CO2 is thermodynamically and kinetically stable, so it needs low valent metals such as Ni (0) or Pd (0) to help CO2 to react. In this study, the hierarchical ZSM-5 impregnated nickel metal was used as a catalyst for pressurized carboxylation reactions between phenylacetylene and carbon dioxide to cinnamic acid. Hierarchical ZSM-5 is assumed capable for supporting Ni metal catalysts because it has good selectivity and mass transport. Hierarchical ZSM-5 was synthesized using the double template method with TPAOH as structure directing agent for MFI and PDD-AM as mesoporous directing agent. Impregnation of nickel was carried out using a wet impregnation method with reduction by the hydrogen gas flow. Material characterization of hierarchical ZSM-5 and Ni/ZSM-5 was carried out using XRD, FTIR, XRF, SEM-EDS and SAA. XRD analysis shows that ZSM-5 has been successfully synthesized.
FTIR analysis showed that the template decomposition through calcination was successful. SEM imaging of the material shows a coffin-like morphology, which is a characteristic of the ZSM-5. The EDS analysis

results shows 1.4% Ni in ZSM-5. While the XRF analysis shows 3.325 % Ni in ZSM-5 of which indicates that Ni has entered the ZSM-5 pores. BET analysis shows a hysteresis loop that indicates mesoporous. Pressurized carboxylation reaction of phenylacetylene were carried out in batch reactors with variations of CO2 pressure (1, 3, 5, 7 bar) and temperature (85, 100, and 125 125 C). Based on the analysis of products with HPLC, the optimal CO2 pressure was obtained at 3 bar and the optimal temperature at 85 C.