

**PEMISAHAN KOMPONEN TAR BATUBARA DENGAN KOLOM
FRAKSINASI MENGGUNAKAN FASA DIAM ZEOLIT-Mn
(Separation of Coal Tar Compounds by Fractionation Column Using Zeolit-Mn as
The Stationary Phase)**

Bambang Setiaji, Iqmal Tahir, dan Dwi Retno Nurotul Wahidiyah

Laboratorium Kimia Fisik, Jurusan Kimia Fakultas MIPA
Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta 55281
Email : bamst@yahoo.com

ABSTRAK

Pemisahan komponen tar batubara telah dilakukan dengan menggunakan kolom fraksinasi menggunakan fasa diam zeolit-Mn. Zeolit -Mn yang digunakan berupa zeolit alam dari daerah Wonosari dengan penyisipan Mn^{2+} pada permukaan internal zeolit melalui proses pertukaran kation. Zeolit-Mn dibuat dengan variasi kisaran ukuran fisik yakni 20 – 28, 12 – 20, dan 8 – 12 mesh dan masing-masing ditempatkan pada kolom dengan panjang 30 cm. Tar batubara diperoleh dari hasil pirolisis batubara produksi PT Batubara Bukit Asam menggunakan reaktor pirolisis pada temperatur 500-650 °C dengan gas alir N_2 pada kecepatan 100 mL/menit. Pengepakan zeolit-Mn pada kolom dilakukan tanpa pelarut. Proses pemisahan komponen tar dilakukan dengan menggunakan variasi pelarut CCl_4 , aseton dan etanol, sedangkan analisis komponen dilakukan dengan menggunakan kromatografi gas. Hasil penelitian menunjukkan bahwa zeolit-Mn relatif memiliki kemampuan untuk memisahkan komponen tar dan cenderung mengadsorb hidrokarbon fraksi berat. Variasi fasa gerak yang dilakukan menunjukkan bahwa fasa gerak non polar (CCl_4) menghasilkan pemisahan yang relatif baik daripada fasa gerak sedikit polar (etanol) atau fasa gerak polar (aseton).

Kata kunci: zeolit, tar batubara, pemisahan fraksinasi

ABSTRACT

Separation of coal tar process has been done by fractionation column using zeolite-Mn as stationary phase. Zeolite-Mn was produced with natural zeolite from Wonosari as raw material and was processes by ion exchange technique of Mn^{2+} to substitute the cation in the pore of zeolite. The zeolite was made in varying of particle size i.e. 20 – 28, 12 – 20, and 8 – 12 mesh and each of them was put into the 30 cm length column. The coal tar was collected by pyrolysis process of tar from PT Batubara Bukit Asam of 500-650 °C and N_2 atmosphere. Tapping of the zeolit-Mn was performed by drying technique and the separation was performed with varying three eluents i.e. CCl_4 , acetone and ethanol. Gas chromatography was used to analyze the coal tar components. The results showed that zeolite-Mn has a capability to separate the compounds of coal tar and tends to absorb heavy hydrocarbon. The nonpolar eluent (CCl_4) gives the better result in elution than polar (ethanol) or medium polar eluent (acetone).

Keywords: zeolite, coal tar, fractional separation.

Makalah diterima 20 September 2005

1. PENDAHULUAN

Pemanfaatan batubara sebagai salah satu sumber energi telah banyak dilakukan. Dalam rangka efisiensi pemakaian dan pencegahan efek polusi yang dihasilkan, maka pemakaian batubara diarahkan pada aplikasi batubara tercairkan melalui proses pirolisis. Teknik pirolisis merupakan suatu teknik pemanasan batu bara dalam temperatur tinggi (500-1000 °C), sehingga dihasilkan *coke* (batu bara dengan kalor pembakaran lebih tinggi), gas dan tar (Hesley *et al.*, 1986). Tar yang dihasilkan cukup melimpah, namun karena baunya yang tajam dan tidak enak, maka sering dianggap sebagai limbah. Penelitian sebelumnya menunjukkan bahwa tar batu bara ini mengandung banyak komponen senyawa organik baik alifatis ataupun aromatis (Lappas *et al.*, 1990). Produk pirolisis batubara ini sangat potensial untuk dimanfaatkan lebih lanjut, misalnya sebagai bahan dasar industri kimia berbasis senyawa olefin maupun senyawa aromatis (Newman, 1985).

Kendala yang dihadapi dalam pengolahan tar adalah kompleksitas senyawanya, sehingga perlu dilakukan proses pemisahan awal agar memudahkan dalam pemanfaatan lebih lanjut. Pemisahan yang umum digunakan misalnya adalah dengan destilasi fraksinasi menggunakan reaktor berdasarkan perbedaan titik didih komponen. Pemisahan komponen tar yang relatif terdiri dari banyak jenis komponen mulai komponen hidrokarbon fraksi ringan sampai fraksi berat akan menghasilkan kendala efisiensi proses dan membutuhkan energi untuk destilasi yang cukup besar (Hesley *et al.*, 1986). Pemisahan dengan teknik lain perlu diupayakan antara lain teknik yang didasarkan pada perbedaan sifat fisik dari komponen seperti kepolaran, berat molekul, daya adsorpsi dan sebagainya. Salah satu proses pemisahan yang mudah dilakukan adalah dengan teknik pemisahan menggunakan kolom kromatografi memanfaatkan variasi jenis fasa diam dan fasa gerak.

Kriteria fasa diam yang dapat digunakan pada kolom pemisahan adalah mampu berinteraksi secara spesifik untuk kelompok-

kelompok senyawa dengan sifat fisik tertentu (Smith and Braithwaite, 2001). Perbedaan kekuatan interaksi terhadap kelompok-kelompok senyawa inilah yang kemudian mampu memisahkan pergerakan komponen untuk melewati fasa diam dan pada akhirnya dapat dipisahkan menjadi fraksi-fraksi komponen di ujung kolom. Beberapa bahan yang dapat digunakan sebagai fasa diam pada kolom terutama berbentuk padatan antara lain silika, alumina atau karbon. Alternatif bahan yang diduga mampu berfungsi sebagai fasa diam lainnya adalah zeolit.

Zeolit merupakan suatu jenis mineral dan secara molekular memiliki struktur pori tiga dimensi yang khas dengan keragaman ukuran tergantung dari jenis struktur zeolit (Kirk-Othmer, 1994). Zeolit dapat berupa zeolit alam yang dijumpai sebagai campuran beberapa jenis zeolit serta zeolit sintesis yang umumnya memiliki homogenitas sifat tertentu. Zeolit alam dapat diperoleh dengan mudah dan pemanfaatannya perlu diupayakan dalam banyak aplikasi. Untuk tujuan tertentu, zeolit alam perlu dimodifikasi sedemikian rupa sehingga memiliki sifat yang menguntungkan misal modifikasi sebagai bahan adsorben, bahan pendukung (*support material*), katalis dan lain-lain. Untuk pemakaian sebagai fasa diam pada kolom kromatografi, zeolit alam juga perlu dimodifikasi untuk pengaturan ruang pori dan situs kimia pada permukaan internal zeolit. Beberapa jenis perlakuan tersebut antara lain berupa teknik kalsinasi, pengasaman, impregnasi, pertukaran ion dan lain-lain. Salah satu produk modifikasi zeolit alam adalah berupa zeolit-Mn dimana sebagian besar kation pada permukaan internal zeolit sudah dipertukarkan dengan Mn.

Wahidiyah *et al* (2004) telah melaporkan penggunaan zeolit aktif guna pemisahan komponen tar batubara. Apabila dilihat dari keunggulan sifat fisik berupa ukuran luas permukaan dan rerata jejari pori zeolit-Mn yang lebih besar daripada zeolit aktif (Anonim, 2002) maka diduga efektivitas pemisahan zeolit-Mn akan lebih baik daripada tingkat pemisahan oleh zeolit aktif. Dengan demikian, pada penelitian ini dicoba pemanfaatan sifat *molecular sieve*

dari zeolit-Mn sebagai fasa diam pada proses fraksinasi menggunakan kolom kromatografi. Dengan teknik ini, diharapkan senyawa-senyawa yang terkandung di dalam tar batu bara dapat dipisahkan menjadi campuran komponen-komponen yang lebih terkelompok dan tidak memiliki sifat yang kompleks.

2. MATERI DAN METODE

2.1 Bahan

Bahan penelitian meliputi batubara yang diperoleh dari PT Batubara Bukit Asam - Palembang, zeolit-Mn produksi dari PT Prima Zeolita - Yogyakarta, pelarut untuk fase gerak yang terdiri dari CCl_4 , etanol dan aseton, serta bahan pendukung lain seperti *glasswool* dan gas N_2 .

2.2 Alat

Satu set alat kolom kromatografi, reaktor pirolisis, termokopel, alat destilasi pengurangan tekanan, pompa vakum, kromatografi gas (merk HITACHI) dengan kolom PEG jenis packing, alat-alat gelas, ayakan ukuran 8, 12, 20 dan 28 *mesh*, penumbuk (*mortar agate*), dan *oven*.

2.3 Prosedur Penelitian

2.3.1 Preparasi tar batu-bara

Proses pirolisis dilakukan dengan mengikuti prosedur yang telah digunakan oleh Suyati (2000). Sejumlah briket batu-bara ditumbuk dengan ukuran 10-20 *mesh*, kemudian ditimbang sebanyak 1350 g, digunakan sebagai umpan. Umpan batubara dimasukkan ke reaktor pirolisis dan dipanaskan secara bertahap. Kenaikan temperatur sebesar 30 °C per menit dan laju alir gas N_2 100 mL per menit. Setelah temperatur mencapai 400 °C, dijaga konstan selama 15 menit, baru kemudian dinaikkan ke 500 °C. Setelah mencapai temperatur 650 °C, pemanasan dihentikan sampai semua tar terambil. Temperatur reaktor diturunkan secara bertahap, dengan gas pembawa yaitu N_2 tetap

dihidupkan, supaya sisa gas yang masih ada dapat keluar. Tar ditampung dalam wadah dengan sistem pendingin es. Hasil yang diperoleh disimpan dalam lemari pendingin dan digunakan untuk langkah selanjutnya.

Sebanyak 100 mL sampel tar batu-bara dimasukkan ke labu leher tiga 500 mL. Labu digabungkan dengan rangkaian alat distilasi fraksinasi pengurangan tekanan, kolom *vigreux* ½ m, dan tekanan terkontrol 44 mmHg. Sistem dipanaskan dengan temperatur maksimum 200 °C. Distilat yang diperoleh ditampung dan disimpan dalam lemari pendingin.

2.3.2 Preparasi kolom kromatografi

Zeolit yang digunakan ditumbuk dan diayak dengan variasi ukuran *mesh* sebesar: 20 – 28, 12 – 20, dan 8 – 12 *mesh*. Pengujian dilakukan dengan mengelusikan fasa gerak ke dalam kolom, kemudian diukur waktu yang diperlukan oleh fasa gerak untuk mencapai dasar kolom. Zeolit dimasukkan ke dalam kolom sepanjang 30 cm, dengan bagian bawah dan atas diberi *glasswool* untuk menjaga kondisi kolom. Proses *packing* dipilih metode *dry packing*, dimana fasa diam tetap dalam keadaan kering dan dilakukan tahap pengisian zeolit-Mn ke dalam kolom sekonstan mungkin. Proses *tapping* dilakukan sampai kolom terisi sempurna.

2.3.3 Pemisahan dengan kolom Kromatografi

Pada pemisahan yang dilakukan dengan kolom berisikan fasa diam zeolit-Mn ini digunakan variasi pelarut yakni CCl_4 , aseton dan etanol. Sebanyak 20 mL sampel dimasukkan pada kolom sepanjang 30 m, yang telah diisi dengan zeolit. Sampel yang dapat melewati kolom ditampung dan diukur volume yang keluar. Sampel yang tertinggal dalam kolom dielusikan dengan masing-masing fasa gerak, yaitu CCl_4 , aseton dan etanol, masing-masing efluen yang keluar dari hasil elusi ini ditampung dan dianalisis dengan kromatografi gas. Hasil analisis GC digunakan untuk

melihat kemampuan zeolit-Mn sebagai fasa diam dalam hal pemisahan komponen-komponen tar.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Hasil Proses Pirolisis Batubara

Proses pirolisis dilakukan terhadap batubara dengan berat 1350 g akan menghasilkan tar dengan volume 360,5 mL atau menghasilkan konversi produk terhadap tar sebesar 26,70 % (volume/berat). Proses tersebut dilakukan selama 3 jam dengan produk tar berupa senyawa cair yang terdiri dari dua lapisan. Lapisan atas berwarna hitam kental dan lapisan bawah berwarna kuning. Komponen yang terkandung dalam tar ini sangat beragam dan sangat ditentukan dari lama waktu dan temperatur yang digunakan. Kompleksitas jenis komponen yang ada berupa jenis-jenis senyawa hidrokarbon dengan kisaran berat molekul yang cukup beragam.

Secara alami, proses pirolisis bukanlah suatu reaksi destruktif yang sederhana, dengan hasil produk degradasi thermal berupa komponen-komponen dengan jumlah yang sangat bervariasi. Reaksi pirolisis untuk menghasilkan tar batubara ini, terjadi dalam beberapa tahapan yang disebut degasifikasi atau dekomposisi. Tahapan awal dekomposisi adalah putusannya ikatan karbon alifatis (terjadi pada temperatur rendah), disusul dengan putusannya ikatan C-H dan eliminasi kompleks lingkaran hetero. Dekomposisi maksimum terjadi pada temperatur antara 500-700 °C. Tahapan reaksi ini tentu saja memerlukan waktu untuk kesempurnaan reaksi, pada waktu yang pendek maka reaksi-reaksi dalam tahapan dekomposisi ini tidak akan sempurna. Lama waktu pirolisis berpengaruh terhadap jumlah gas terbuang yang dihasilkan. Selain itu lama waktu pirolisis juga menyebabkan peningkatan kemungkinan tumbukan pada dinding reaktor atau semakin banyak produk yang saling bertumbukan satu dengan yang lain. Hal ini menyebabkan terbentuknya molekul dengan rantai hidrokarbon yang justru lebih tinggi (reaksi sekunder dari distilasi destruktif, dimana justru

dihasilkan senyawa gabungan yang lebih besar), sehingga sulit untuk dipecah kembali dan menyebabkan produk konversi dari tar turun (Lappas *et al*, 1990). Waktu pirolisis juga menyebabkan banyaknya zat volatil dalam tar yang terbuang karena terbawa oleh gas pembawa. Selain itu pada senyawa tar yang diperoleh banyak terkandung fraksi berat, yaitu lapisan atas yang disebut aspalten. Hal ini akan menurunkan efisiensi karena pengolahan fraksi berat ini jauh lebih sulit dan banyak terkandung pengotor, seperti senyawa anorganik, belerang dan zat-zat lain.

Proses selanjutnya adalah berupa distilasi dengan pengurangan tekanan guna memperoleh tar yang dapat digunakan sebagai bahan untuk proses pemisahan. Tujuan distilasi ini adalah untuk memisahkan fraksi berat tar (aspalten). Dengan proses distilasi ini diharapkan senyawa berat (hidrokarbon rantai panjang) tetap tinggal sebagai residu, sedangkan distilat yang diperoleh sudah terpisah dari fraksi aspalten. Selain itu diharapkan juga dapat memecah molekul besar menjadi molekul yang lebih kecil karena adanya dekomposisi termal, sehingga akan memudahkan dalam proses pemisahan dengan kolom kromatografi zeolit. Proses distilasi fraksinasi pengurangan tekanan dipilih karena senyawa organik yang terkandung pada tar pada umumnya bersifat volatil, kompleks dan cenderung mengalami kerusakan pada temperatur yang tinggi. Proses distilasi ini dilakukan pada tekanan 66 mmHg dan dijaga konstan, dengan temperatur maksimum 200 °C. Dalam distilasi ini dilakukan variasi terhadap jumlah umpan tar yang digunakan. Dari pengamatan diperoleh hasil % konversi rata-rata sebesar 81,6 % (%). Komponen yang berkurang pada proses distilasi ini sebagian besar merupakan fraksi berat. Fraksi berat dalam suatu hidrokarbon apabila dipanaskan akan cenderung tertinggal sebagai residu.

3.2 Proses *Packing* dan Pemisahan dengan Kolom Kromatografi

Kemampuan adsorpsi zeolit baik terhadap senyawa dengan ukuran kecil ataupun senyawa

dengan ukuran molekul besar, tergantung dari jenis zeolit yang digunakan. Pada zeolit-Mn yang digunakan diharapkan memiliki kemampuan pemisahan yang baik. Sebagai gambaran pendukung, zeolit-Mn yang digunakan dalam penelitian ini memiliki luas permukaan spesifik 39,02 m²/gram (Anonim, 2002). Zeolit jenis ini relatif memiliki luas permukaan yang lebih besar apabila dibandingkan dengan zeolit hasil modifikasi proses lain seperti zeolit hasil kalsinasi (luas permukaan = 28,30 m²/gram) dan zeolit aktif (luas permukaan = 27,99 m²/gram). Luas permukaan spesifik ini sebanding dengan ukuran jumlah pori dari zeolit, semakin banyak luas permukaan spesifik, berarti pori yang dimiliki suatu zeolit juga semakin banyak. Volume pori total dari zeolit-Mn adalah 30,8.10⁻³ cc/g (Anonim, 2002).

Metode *packing* yang dipilih adalah jenis kering dengan sistem konvensional. Kolom yang dipakai memiliki spesifikasi : panjang = 30 m dan diameter = 1,5 cm. Pada kromatografi konvensional, gaya dorong yang menyebabkan sampel bergerak turun hanyalah gaya gravitasi dan tidak ada gaya dorong yang lain. Dalam proses ini, diperlukan ukuran pori yang tepat. Partikel yang terlalu besar akan mengurangi efisiensi pemisahan, karena kecepatan yang tinggi akan menyebabkan kesetimbangan dan kontak efektif antara fasa diam dan sampel tidak sempurna. Dengan demikian proses pemisahan tidak akan berlangsung dengan baik apabila ukuran fasa diam terlalu kecil akan dapat menyebabkan penghambatan aliran sampel dalam kolom, sehingga pemisahan yang seharusnya sudah terjadi menjadi tidak tercapai karena sampel justru menumpuk pada fasa diam.

Pemilihan ukuran partikel fasa diam sebesar 12-20 *mesh*, merupakan proses dengan mendapatkan hasil elusi terbaik. Hal ini dapat dilihat dari hasil elusi yang diperoleh dibandingkan dengan ukuran partikel fasa diam yang lebih besar ataupun yang lebih kecil. Pada ukuran fasa diam yang lebih kecil dari 12-20 *mesh*, yaitu 20-30 *mesh*, diperlukan waktu yang lama yakni sekitar (1 jam) untuk sekali proses

elusi. Selain itu fasa gerak dan sampel tidak dapat melaju dengan konstan, tetapi tertahan lama di bagian bawah dari kolom. Pada ukuran yang lebih besar dari 12-20 *mesh*, laju alir terlalu cepat, sehingga kesetimbangan yang diharapkan tidak dapat terjadi dengan sempurna. Untuk selanjutnya dipilih zeolit-Mn dengan ukuran 12-20 *mesh*.

Pada tabel 1 disajikan data waktu alir yang diperlukan masing-masing fasa gerak untuk membawa tar melewati kolom kromatografi. Untuk pengepakan pada kolom dibutuhkan zeolit-Mn dengan berat 28,2 g sehingga memenuhi kolom dengan dimensi panjang 30 cm dan diameter 1,5 cm secara rapat dan homogen. Kecepatan dari suatu fasa gerak melewati kolom, akan mengindikasikan interaksi yang mungkin terjadi antara fasa gerak dan fasa diam dalam kolom. Ethanol akan memiliki waktu alir yang paling lama dibandingkan CCl₄ dan aseton. Perbedaan waktu alir ini dipengaruhi oleh keberadaan dan kekuatan interaksi yang mungkin terjadi antara fasa diam (dalam hal ini zeolit) dan fasa gerak yang digunakan (dalam hal ini fasa gerak organik).

Tabel 1. Waktu alir yang dibutuhkan tar dengan variasi jenis fasa gerak

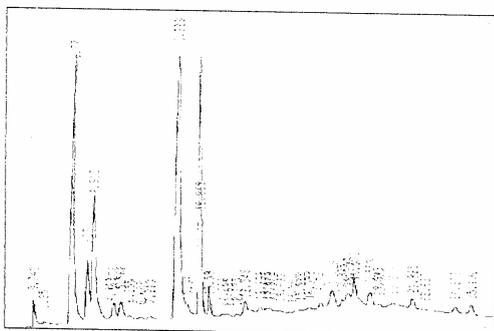
Jenis fasa gerak	Waktu alir
CCl ₄	2,8 menit
Aseton	1,4 menit
Ethanol	4,5 menit

Sebagaimana diketahui, zeolit merupakan senyawa polar yang memiliki situs asam, baik situs asam Brønsted maupun situs asam Lewis. Mengingat sifatnya yang polar, maka fasa gerak yang bersifat polar tentu juga akan teradsorpsi lebih kuat dan lebih lama dalam zeolit sebagai fasa diam, dibandingkan dengan fasa gerak yang bersifat non-polar atau medium polar. Kecenderungan ini sesuai dengan kaidah *like dissolves like* (Dean, 1970), dimana setiap senyawa kimia, akan lebih suka berinteraksi dengan senyawa lain yang memiliki sifat dan karakteristik yang mirip. Interaksi tersebut juga

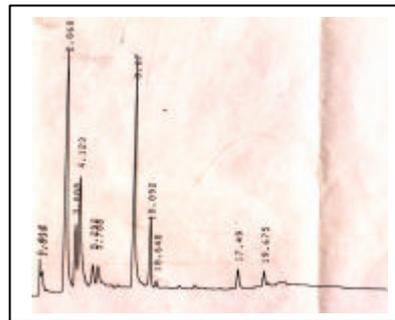
dipengaruhi oleh faktor-faktor yang lain seperti: ukuran dan orientasi molekul dari fasa gerak. Aseton yang merupakan pelarut dengan sifat medium polar, justru memerlukan waktu yang paling pendek untuk melintasi kolom dibanding CCl_4 yang bersifat non-polar. Hal ini terkait dengan ukuran dan orientasi dari CCl_4 lebih sesuai dengan sistem pori-pori yang dimiliki oleh zeolit. Kesesuaian ukuran dan orientasi suatu molekul dengan pori-pori yang dimiliki oleh zeolit, akan menyebabkan molekul tersebut teradsorpsi ke dalam pori-pori zeolit.

3.3 Analisis Kualitatif Senyawa Tar Hasil Distilasi Fraksinasi Pengurangan Tekanan

Sampel hasil distilasi fraksinasi pengurangan tekanan dianalisis terlebih dahulu dengan kromatografi gas untuk memprediksi senyawa yang ada, hasil analisis tersebut dapat dilihat pada gambar 1. Data kondisi GC yang digunakan adalah Setiap sampel hasil dari pemisahan kolom dianalisis menggunakan kromatografi gas dengan spesifikasi : temperatur injeksi sampel $90\text{ }^\circ\text{C}$, temperatur kolom terprogram $90\text{-}240\text{ }^\circ\text{C}$, jenis kolom packing PEG (Poli Etilen Glikol) dan detektor FID (*Flame Ionization Detector*). Dari gambar 1 terlihat bahwa kompleksitas tar masih cukup tinggi, walaupun telah dilakukan distilasi fraksinasi pengurangan tekanan. Dari hasil tersebut juga menunjukkan bahwa dengan distilasi fraksinasi komponen hidrokarbon fraksi berat dari tar tidak lagi dominan.



Gambar 1. Kromatogram sampel hasil distilasi fraksinasi pengurangan tekanan



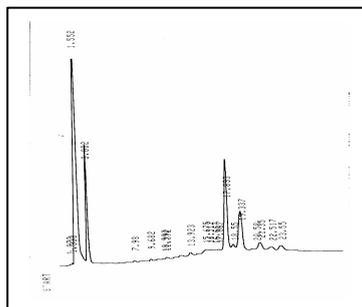
Gambar 2. Kromatogram kromatogram sampel filtrat dari kolom zeolit-Mn

Dari hasil kromatogram yang diperoleh, dapat dibandingkan secara kualitatif antara komponen-komponen yang ada dalam sampel awal (yang diperoleh dari distilasi fraksinasi pengurangan tekanan), dengan komposisi senyawa yang telah melewati kolom zeolit-Mn. Terlihat jelas bahwa secara kualitatif terjadi pengurangan jumlah komponen yakni jumlah puncak pada kromatogram sampel setelah melewati kolom (gambar 2) jika dibandingkan dengan kromatogram sampel awal (gambar 1). Komponen yang banyak teradsorpsi oleh kolom zeolit-Mn adalah golongan hidrokarbon fraksi berat dengan t_R lebih dari 19,68 menit. Untuk hidrokarbon ringan dan menengah dapat melewati kolom tersebut, dengan komposisi terbanyak adalah hidrokarbon ringan dengan t_R dari 0,8-10 menit. Hidrokarbon menengah yang muncul hanya pada t_R 17 dan 19 menit. Hal ini menunjukkan bahwa jenis kolom zeolit-Mn dalam kaitannya sebagai *molecular sieve*, akan cenderung mengadsorpsi senyawa hidrokarbon berat dengan t_R lebih dari 19,68 menit, meskipun demikian ada sebagian komponen pada t_R 11,3 sampai 16,7 yang juga teradsorpsi. Golongan hidrokarbon fraksi rendah yaitu dengan t_R antara 0,8 sampai 10,6 menit tetap dapat melewati kolom zeolit-Mn.

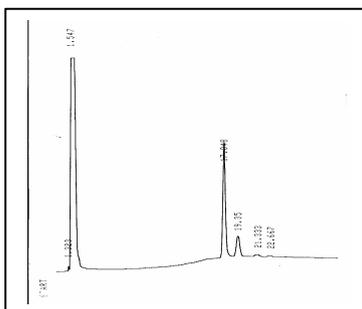
3.4 Elusi Komponen Akibat Variasi Pelarut

Proses pemisahan dengan variasi pelarut yakni CCl_4 , etanol dan aseton memberikan hasil seperti yang disajikan pada gambar 3. Dari

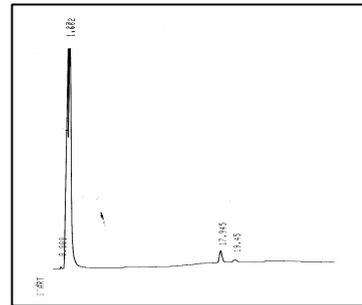
gambar 3a terlihat bahwa elusi dengan CCl_4 memberikan hasil yang cukup bagus. Dari percobaan sebelumnya diketahui bahwa kolom zeolit-Mn cenderung menyerap senyawa hidrokarbon berat dengan t_R di atas 19,68 menit dan senyawa hidrokarbon menengah dengan t_R antara 10,7 sampai 17 menit. Pada hasil elusi dengan CCl_4 ini, komponen dengan t_R di atas 19,68 dapat terbawa oleh fasa gerak, pada senyawa menengah dengan t_R antara 10,7 sampai 17 menit juga terbawa oleh fasa gerak walau dengan konsentrasi yang rendah. Kromatogram juga menunjukkan adanya puncak pada 1,552 yang paling besar. Pada kromatogram juga terlihat adanya puncak yang sama dengan puncak pada sampel sebelum dilewatkan kolom dan konsentrasinya juga relatif besar. Hal ini menunjukkan bahwa komponen tersebut memiliki konsentrasi cukup tinggi dalam sampel, jadi walaupun sebagian sudah teranalisis pada filtrat, namun masih ada yang tersisa pada kolom.



(a)



(b)



(c)

Gambar 3. Perbedaan Kromatogram setelah proses elusi pada kolom zeolit-Mn dengan variasi fasa gerak (a) CCl_4 , (b) etanol, dan (c) aseton.

Dari gambar 3b juga terlihat bahwa etanol mampu melakukan proses elusi terhadap komponen yang teradsorpsi oleh zeolit-Mn. Walaupun jika dibandingkan dengan CCl_4 hanya sedikit komponen yang dapat terbawa oleh etanol. Dalam hal ini hanya komponen pada t_R 21,33 dan 22,67 menit saja, sedangkan dengan t_R 1,54 merupakan puncak yang menunjukkan fasa gerak etanol dengan konsentrasi yang terbesar. Hasil ini juga menjelaskan bahwa sebagai fasa gerak dalam kolom zeolit-Mn, kemampuan CCl_4 lebih bagus. Pengaruh dari kepolaran etanol ternyata menyebabkan kemampuannya melarutkan komponen yang teradsorpsi menurun. Mengingat zeolit juga bersifat polar, maka interaksi yang terjadi justru antara zeolit dan etanol, sesuai kaidah *like dissolves like*.

Dari gambar 3c menunjukkan bahwa aseton memiliki kemampuan yang lemah dalam melakukan proses elusi terhadap komponen yang teradsorpsi dalam zeolit-Mn. Hal ini terlihat dengan tidak terdeteksinya senyawa hidrokarbon berat dengan t_R di atas 19,68 menit. Puncak yang mengindikasikan aseton ditunjukkan oleh t_R 1,68 menit. Walaupun kepolaran aseton di bawah etanol ternyata daya elusinya lebih rendah dibanding etanol. Hal ini menunjukkan bahwa selain sifat kepolaran, masih terdapat faktor lain yang mempengaruhi kemampuan suatu pelarut dalam melakukan proses elusi.

Dari gambar 3 terlihat bahwa etanol dan aseton relatif tidak mampu melakukan proses elusi terhadap komponen yang terserap oleh kolom. Dari hasil analisis yang diperoleh dari penelitian ini, dapat terlihat bahwa hasil elusi dengan fasa gerak yang paling bagus adalah CCl_4 kemudian etanol dan yang paling kecil kemampuannya adalah aseton. Urutan ini dapat dituliskan sebagai berikut : $\text{CCl}_4 > \text{etanol} > \text{aseton}$. Hasil yang diperoleh ini menunjukkan bahwa fasa gerak terbaik dalam proses pemisahan dengan kromatografi kolom zeolit, adalah pelarut yang bersifat non-polar. Pelarut jenis ini akan memberikan interaksi yang kecil atau bahkan tidak ada interaksi dengan zeolit dalam kolom. Sebagaimana diketahui zeolit dalam kaitannya sebagai *molecular sieve*, merupakan senyawa berpori yang bersifat polar. Akibatnya jika digunakan pelarut yang bersifat polar, yang terjadi justru interaksi antara senyawa polar tersebut dengan zeolit dalam kolom. Hal ini akan menurunkan efektivitas dari pemisahan.

Fenomena ini dapat dilihat pada hasil elusi yang diberikan oleh senyawa polar etanol, kemampuan elusi terhadap komponen yang teradsorpsi jauh lebih kecil dibanding CCl_4 . Namun selain kepolaran, terdapat faktor lain yang juga berpengaruh terhadap hasil elusi dari suatu fasa gerak. Hal ini terlihat pada hasil yang ditunjukkan oleh fasa gerak aseton, walaupun sifatnya medium polar, dengan tingkat kepolaran di bawah etanol dan sedikit di atas CCl_4 namun hasil elusi dan pemisahan yang diberikan justru lebih rendah dibanding etanol yang bersifat lebih polar. Hasil ini terkait dengan sifat dari pemisahan itu sendiri, dimana dasar yang digunakan adalah kemampuan zeolit sebagai *molecular sieve*, yaitu senyawa berpori yang dapat digunakan sebagai pemisahan karena selektivitas dalam ukuran dan orientasi dari molekul dan terkait juga dengan kemampuan adsorpsi dari zeolit.

4 KESIMPULAN

Zeolit-Mn memiliki kemampuan secara kualitatif untuk memisahkan komponen

senyawa tar batu bara hasil distilasi fraksinasi pengurangan tekanan.

Sifat kepolaran, ukuran, dan orientasi dari fasa gerak organik yang digunakan akan berpengaruh pada proses elusi komponen tar yang teradsorpsi oleh fasa diam zeolit-Mn. Urutan kemampuan fasa gerak dalam proses pemisahan bervariasi sesuai dengan urutan : $\text{CCl}_4 > \text{etanol} > \text{aseton}$

DAFTAR PUSTAKA

- Dean, J.A., 1970, *Chemical Separation Methods*, Van Nostrand-Reinhold, London,
- Hessley, R.K., Reasoner, J.W., and Riley, J.T., 1986, *Coal Science, An Introduction to Chemistry, Technology and Utilization*, McGraw Hill Publishing Company Limited, London.
- Kirk-Othmer, 1994, *Encyclopedia of Chemical Technology*, John Willey & Sons, New York
- Lappas, A.A., Papavasiliou, D., Batos, K., and Vasalos, I.A., 1990, *Product Distribution and Kinetic Predictions on Greek Lignite Pyrolysis*, *J.Fuel. Chem.*, 69, 1304-1308
- Newman, J.O.H., 1985, *Chemical from Coal : New Development, Critical report on Applied Chemistry*, vol 9, Blackwell Scientific Publication, London.
- Smith, F.J, and Braithwaite A., 2001, *Chromatographic Methods*, 5th ed, Kluwer Academic Publishers, London.
- Suyanti, L., 2000, *Kinetika Reaksi Pirolisis Tar Batu Bara Dengan Menggunakan Katalis*, Tesis Program Pasca Sarjana, Universitas Gadjah Mada.
- Wahidiyah, D.R.N., Setiaji, B. and Tahir, I., 2004, *Utilization of Activated Zeolite as Molecular Sieve in Chromatographic Column for Separation of Coal tar Compounds*, *Indo. J. Chem.*, 4, 2, 132-138