

UTILIZATION OF ACTIVATED ZEOLITE AS MOLECULAR SIEVE IN CHROMATOGRAPHIC COLUMN FOR SEPARATION OF COAL TAR COMPOUNDS

Pemanfaatan Zeolit Aktif sebagai Molecular Sieve untuk Pengisi Kolom Kromatografi pada Pemisahan Komponen Tar Batu Bara

Dwi Retno Nurotul Wahidiyah, Bambang Setiaji, Iqmal Tahir
Chemistry Department, Faculty of Mathematics and Natural Sciences
Gadjah Mada University, Yogyakarta

Received 20 May 2004; Accepted 2 June 2004

ABSTRACT

Application of activated zeolite (ZAA) as molecular sieve to separate compounds of coal tar from vacuum fractional distillation, have been done. The size of zeolite was 10-20 mesh and used as solid phase in column chromatography with length of 30 cm. The first step of the research was coal pyrolysis and the product (tar) was distilled by fractional column and vacuum system at reduced pressure 44 cmHg and maximum temperature at 200 °C. The distillate from this procedure was flowed to the column chromatography of zeolite (ZAA). The compound absorbed by zeolite was eluted with varying solvents, i.e: CCl₄, acetone and ethanol. Each fraction was then analyzed by gas chromatography. The results showed, zeolite have a capability to separate the compounds of tar and it tends to absorb medium hydrocarbon. The nonpolar eluent [CCl₄] gives the better result in eluting tar compound than polar (ethanol) or medium polar eluents (acetone).

Keywords: zeolite, coal tar, column chromatography.

PENDAHULUAN

Zeolit merupakan salah satu jenis senyawa yang keberadaannya cukup melimpah di Indonesia, baik dilihat dari segi jenisnya maupun kuantitasnya. Kelimpahan zeolit didukung oleh struktur geografis Indonesia yang sangat memungkinkan pembentukan zeolit secara alami, baik dari proses emanasi vulkanik, proses pemanasan dalam kerak bumi maupun proses sedimentasi.

Keberadaan zeolit yang melimpah ini, masih belum sepadan dengan pemanfaatannya, karena selama ini penggunaan zeolit hanya berkisar pada kemampuannya sebagai katalis, senyawa pengemban ataupun pengadsorp, ataupun usaha untuk memodifikasi struktur zeolit, baik dengan kalsinasi atau pengembanan logam [1]. Karena struktur porinya yang unik, zeolit juga memiliki sensitivitas yang tinggi terhadap suatu ukuran dan bentuk molekul, sehingga zeolit juga terkenal sebagai *molecular sieve*, dengan demikian zeolit bisa dimanfaatkan sebagai fasa diam dalam kromatografi, walaupun sejauh ini pengembangannya relatif belum banyak digunakan [2].

Kemampuan zeolit dalam pemisahan ini, didasarkan pada struktur zeolit yang tersusun oleh rongga atau pori, dimana sistem rongga ini membentuk saluran yang saling berhubungan dan dihubungkan dengan celah oksigen, zeolit merupakan kristal silika terhidrat yang secara tiga dimensi tersusun atas tetrahedral SiO₄ dan AlO₄ yang saling dihubungkan oleh atom O. Dalam penelitian sebelumnya [3] telah ditunjukkan bahwa pemanfaatan zeolit sebagai senyawa pemisah sangat dipengaruhi oleh ukuran dan distribusi pori yang dimiliki. Dalam hal ini terdapat beberapa tipe zeolit, di antaranya tipe *molecular sieve* 4 Å, yaitu [Na₁₂(AlO₂)₁₂(SiO₂)₁₂]. Molekul berdiameter lebih kecil dari 4 Å akan terabsorpsi, misalnya H₂O, CO₂, SO₂ dan hidrokarbon rendah. Senyawa golongan etana, alkohol dan parafin rantai lurus masuk dalam *molecular sieve* 5 Å, yang dibuat dari *molecular sieve* 4 Å, dengan menggantikan atom Na dengan Ca atau K. Tipe *molecular sieve* yang lain adalah 10x dan 13x, yaitu Na₈(AlO₂)₈₀(SiO₂)₁₀₆, golongan zeolit ini mampu mengabsorpsi molekul berdiameter sampai 10 Å [4]. Untuk mendapatkan ukuran pori tersebut, terhadap zeolit alam seringkali dilakukan perlakuan aktivasi. Pada penelitian ini akan

dilakukan zeolit alam yang telah diaktivasi dengan perlakuan asam dan proses kalsinasi.

Di sisi lain, Indonesia juga merupakan salah satu negara yang memiliki cadangan batu bara relatif besar. Secara garis besar batu bara dapat dibagi menjadi empat: anthrasit, bituminus, sub-bituminus (golongan batu bara tua dengan kalor pembakaran tinggi) dan lignit (batu bara muda dengan kalor pembakaran rendah) [5].

Salah satu upaya yang telah dilakukan untuk meningkatkan nilai ekonomis dari batu bara jenis lignit, adalah dengan pirolisis, yaitu suatu teknik pemanasan batu bara dalam temperatur tinggi (mencapai 1000 °C), menghasilkan *coke* (batu bara dengan kalor pembakaran lebih tinggi), gas dan tar [6]. Tar yang dihasilkan cukup melimpah, namun karena baunya yang tajam dan tidak enak, maka sering dianggap sebagai limbah [7]. Penelitian sebelumnya menunjukkan bahwa tar batu bara ini mengandung banyak komponen senyawa organik baik alifatik ataupun aromatis, yang tentu saja sangat potensial untuk dimanfaatkan lebih lanjut, misalnya sebagai bahan dasar industri kimia berbasis senyawa olefin maupun senyawa aromatis [8].

Kendala yang dihadapi dalam pengolahan tar adalah kompleksitas senyawanya, sehingga perlu dilakukan proses pemisahan awal (fraksinasi) agar memudahkan dalam pemanfaatan lebih lanjut. Berdasarkan pada permasalahan tersebut, pada penelitian ini akan dilakukan pemanfaatan sifat *molecular sieve* dari zeolit dalam kaitannya sebagai fasa diam kolom kromatografi. Proses awal adalah distilasi fraksinasi pengurangan tekanan terhadap tar, kemudian fraksi distilat yang diperoleh dipisahkan dengan kolom kromatografi, dengan memadukan prinsip adsorpsi dan elusi. Dalam kolom ini digunakan variasi fasa diam dan fasa gerak. Dengan teknik ini, diharapkan senyawa-senyawa yang terkandung di dalam tar batu bara dapat dikelompokkan menjadi fraksi-fraksi komponen.

METODOLOGI

Bahan

Zeolit aktif yang digunakan berasal dari bahan baku zeolit dari daerah Gedangsari yang diaktivasi oleh PT Prima Zeolita – Yogyakarta. Batu-bara dari PT Batubara Bukit Asam. Bahan-bahan kimia terdiri dari CCl₄, etanol, aseton dan *glasswool*.

Alat

Satu set alat distilasi fraksinasi pengurangan tekanan, kolom kromatografi ZAA, kolom kromatografi ZC, kolom kromatografi MnZ, *batch reactor* untuk proses pirolisis, kromatografi gas, kolom PEG jenis pengepakan, merk HITACHI, alat-

alat gelas, ayakan *mesh* ukuran 80-100, penumbuk (*mortaragate*), *oven*.

Cara Penelitian

Preparasi sampel batu-bara

Sejumlah briket batu-bara ditumbuk dengan ukuran 8–200 *mesh*, kemudian ditimbang sebanyak 1350 gram, digunakan sebagai umpan.

Pirolisis batu-bara

Umpan dimasukkan ke reaktor pirolisis dan dipanaskan secara bertahap. Kenaikan temperatur sebesar 30 °C per menit dan laju alir gas N₂ 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 N₂ tetap dihidupkan, supaya sisa gas yang masih ada dapat keluar. Tar ditampung dalam wadah dengan sistem pendingin es. Hasil yang diperoleh disimpan dalam *freezer* dan digunakan untuk langkah selanjutnya.

Distilasi fraksinasi pengurangan tekanan terhadap tar batu-bara

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 *freezer*.

Pengujian awal kemampuan reduksi zeolit dengan prinsip kolom kromatografi

Pengujian dilakukan dengan tujuan untuk melihat kemampuan dari zeolit sebagai fasa diam dalam kolom kromatografi. Sampel sebanyak 5 mL dimasukkan ke kolom kromatografi sepanjang 30 cm yang telah diisi zeolit dan eluen. Dilakukan proses elusi dengan eluen (yang dipilih) sebanyak 50 mL. terhadap sampel yang keluar dilakukan dalam rentang waktu 3 menit. Hasil dianalisis menggunakan kromatografi gas dan digunakan sebagai standar dalam uji kemampuan zeolit selanjutnya,

Setiap sampel dianalisis dengan kromatografi gas pada kondisi : temperatur injeksi sampel 90 °C, temperatur kolom terprogram 90-240 °C, jenis kolom pengepakan PEG (Poli Etilen Glikol) dan detektor FID (*Flame Ionization Detector*).

Preparasi variasi ukuran fasa diam pada 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 eluen ke dalam kolom, kemudian diukur waktu yang diperlukan oleh eluen untuk mencapai dasar kolom.

Preparasi kolom kromatografi

Zeolit dimasukkan ke dalam kolom sepanjang 30 cm, dengan bagian bawah dan atas diberi *glass wool* untuk menjaga kondisi kolom. Proses pengepakan metode pengepakan kering, dimana fasa diam tetap dalam keadaan kering. Pemasukan zeolit kedalam kolom dilakukan sekonstan mungkin. Proses *tapping* dilakukan agar kolom terisi sempurna.

Pemisahan dengan kolom kromatografi

Dalam pemisahan dilakukan variasi jenis eluen yang dipakai, yaitu : 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 volumenya. Sampel yang tertinggal dalam kolom dielusi dengan berbagai jenis eluen, yaitu CCl_4 , aseton dan etanol, masing-masing eluen yang keluar dari hasil elusi ini ditampung dan dianalisis dengan kromatografi gas.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Proses Pirolisis

Hasil yang diperoleh berupa senyawa cair yang terdiri dari dua lapisan. Lapisan atas berwarna hitam kental dan lapisan bawah berwarna kuning. Dalam proses pirolisis dilakukan variasi terhadap waktu pirolisis dengan proses pemanasan dan kenaikan temperatur. Hal ini dilakukan untuk mengetahui bagaimana pengaruh lama waktu pirolisis dengan persen konversi yang diperoleh (Tabel 1).

Dari Tabel 1 terlihat bahwa hasil maksimum diperoleh pada waktu pirolisis selama 3 jam. Hal ini menunjukkan bahwa proses pirolisis bukanlah suatu reaksi distilasi destruktif sederhana, tetapi juga melibatkan proses-proses yang lain.

Tabel 1 Hubungan antara waktu pirolisis dengan % konversi (Berat sampel 1350 gram dan ukuran sampel 8-325 *mesh*).

Lama pirolisis (jam)	Hasil (mL)	% Konversi (v/w)
2,0	214,8	15,91 %
2,5	240,2	17,79 %
3,0	360,5	26,70 %
4,0	234,5	17,37 %
4,5	135,0	10,00 %

Reaksi pirolisis untuk menghasilkan tar batubara ini, terjadi dalam beberapa tahapan yang disebut *degasifikasi* atau *dekomposisi*. Tahapan awal *dekomposisi* adalah putusannya ikatan karbon alifatik (terjadi pada temperatur rendah), disusul dengan putusannya ikatan C-H dan eliminasi kompleks lingkaran hetero. *Dekomposisi* maksimum terjadi pada temperatur antara 600-700 °C. Tahapan reaksi ini tentu saja memerlukan waktu untuk sempurnanya reaksi, pada waktu yang sedikit maka reaksi-reaksi dalam tahapan *dekomposisi* ini tidak akan sempurna [9].

Akibat waktu pirolisis yang terlalu lama justru akan menyebabkan bertambah banyak gas terbuang yang dihasilkan. Selain itu pertambahan waktu pirolisis juga menyebabkan besarnya 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 [10].

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 Distilasi

Proses distilasi dalam penelitian ini lebih bersifat teknis. Produk yang diperoleh bukan langsung sebagai hasil pemisahan, namun lebih merupakan preparasi awal sampel. Tujuannya 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.

Mengingat senyawa organik pada umumnya bersifat volatil, kompleks dan cenderung mengalami kerusakan pada temperatur yang tinggi, maka dilakukan distilasi fraksinasi pengurangan tekanan [11]. 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.

Perbandingan hasil konversi tersebut dapat dilihat pada Tabel 2.

Dari Tabel 2 terlihat bahwa % konversi rata-rata yang diperoleh mencapai: 81,6 % ($\%_v$). Hasil ini menunjukkan banyaknya umpan awal tidak berpengaruh terhadap hasil yang diperoleh. Komponen yang berkurang pada proses distilasi ini sebagian besar merupakan fraksi berat. Fraksi berat dalam suatu hidrokarbon apabila dipanaskan akan cenderung tertinggal sebagai residu.

Proses Pengepakan dan Pemisahan dengan Kolom Kromatografi

Dalam proses pemisahan dengan prinsip kolom kromatografi ini, dipadukan antara kemampuan absorpsi zeolit dan daya pisah dari zeolit itu sendiri. Sebagaimana telah diketahui, kemampuan absorpsi zeolit cukup tinggi, baik terhadap senyawa dengan ukuran kecil ataupun senyawa dengan ukuran molekul besar, tergantung dari jenis zeolit yang digunakan.

Metode pengepakan yang dipilih adalah jenis kering dengan sistem konvensional. Ukuran fasa diam yang dipilih 10-20 *mesh*. 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 [12]. 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 tersumbatnya aliran sampel dalam kolom, sehingga pemisahan yang seharusnya sudah terjadi, menjadi tidak tercapai karena sampel justru menumpuk pada fasa diam.

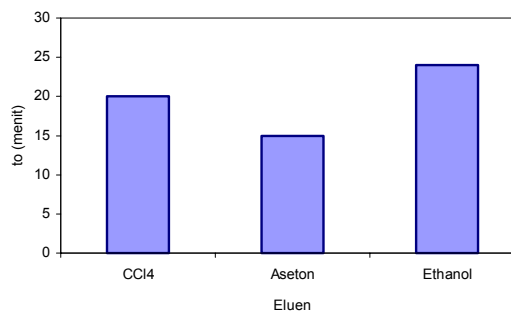
Pemilihan ukuran partikel fasa diam sebesar 10-20 *mesh*, merupakan upaya untuk mendapatkan hasil elusi terbaik. Hal ini dapat dilihat dari hasil elusi yang diperoleh dibandingkan dengan ukuran partikel fasa diam yang lebih besar ataupun yang lebih kecil. Pada ukuran fasa diam yang lebih kecil dari 10-20 *mesh*, yaitu 20-30 *mesh*, diperlukan waktu yang lama yakni sekitar (1 jam) untuk sekali proses elusi. Selain itu eluen dan sampel tidak dapat melaju dengan konstan, tetapi tertahan lama di bagian bawah dari kolom. Pada ukuran yang lebih besar dari 10-20 *mesh*, laju alirnya terlalu cepat, sehingga kesetimbangan yang diharapkan tidak dapat terjadi dengan sempurna. Data mengenai kondisi dalam kolom kromatografi dapat dilihat pada Tabel 3. ZAA yang digunakan dalam penelitian ini memiliki luas permukaan spesifik: 27,99 m²/gram [13].

Tabel 2 Hasil konversi distilasi fraksinasi pengurangan tekanan pada temperatur maksimum 200 °C

Volume tar	Distilasi	% Konversi
50 mL	40,5 mL	81,0 %
100 mL	81,5 mL	81,5 %
100 mL	82,0 mL	82,0 %
50 mL	41,0 mL	82,0 %

Tabel 3 Perbandingan kondisi kromatografi dari tiap jenis zeolit yang digunakan

Jenis zeolit	ZAA
Massa zeolit dalam kolom	38,6 gram
Waktu alir (t_0) sampel	3 menit
Volume sampel masuk	20 mL
Volume sampel sesudah adsorpsi	5,2 mL
Waktu alir CCl ₄	3 menit
Waktu alir aseton	1,5 menit
Waktu alir ethanol	3,5 menit



Gambar 1 Perbandingan t_0 dari berbagai eluen pada tiap zeolit

Perbandingan t_0 dari berbagai eluen

Waktu alir eluen (t_0), menunjukkan waktu yang diperlukan oleh eluen saja (tanpa sampel) untuk melewati suatu kolom. Kecepatan suatu eluen melewati kolom, akan mengindikasikan interaksi yang mungkin terjadi antara eluen dan fasa diam dalam kolom. Perbandingan t_0 dari berbagai eluen dalam penelitian ini dapat dilihat pada Gambar 1.

Dari Gambar 1 terlihat terdapat kecenderungan hasil yang sama pada kolom yang digunakan. Dimana etanol 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 eluen organik).

Sebagaimana diketahui, zeolit merupakan senyawa polar yang memiliki situs asam, baik situs asam Brønsted maupun situs asam Lewis. Mengingat sifatnya yang polar, maka eluen yang bersifat polar tentu juga akan terabsorpsi lebih kuat

dan lama dalam zeolit sebagai fasa diam, dibandingkan dengan eluen yang bersifat non-polar atau medium polar. Kecenderungan ini sesuai dengan kaidah *like dissolves like*, 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 eluen. Hal ini bisa dilihat pada Gambar 1, 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 terabsorpsi ke dalam pori-pori zeolit. Dengan demikian akan diperlukan waktu yang lebih lama untuk dapat melintasi kolom tersebut.

Hasil Analisis Kromatografi Gas

Analisis Kompleksitas Senyawa Tar Hasil Distilasi Fraksinasi Pengurangan Tekanan

Sampel hasil distilasi fraksinasi pengurangan tekanan dianalisis terlebih dahulu dengan kromatografi gas untuk memprediksikan senyawa yang ada, hasil analisis tersebut dapat dilihat pada Gambar 2a. Dari Gambar 2a, terlihat bahwa kompleksitas tar masih cukup tinggi, walaupun telah dilakukan distilasi fraksinasi pengurangan tekanan. Dari hasil tersebut juga menunjukkan bahwa dengan distilasi fraksinasi komponen berat dari tar tidak lagi dominan.

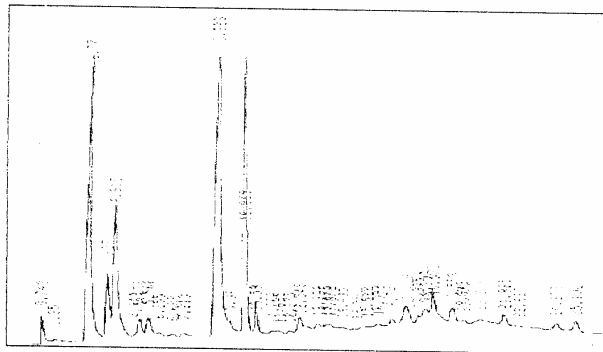
Hasil yang diperoleh dapat dilihat pada Gambar 2b. Dari gambar 2b terlihat bahwa setelah melewati kolom terjadi pengurangan jumlah puncak yang cukup banyak dibandingkan kromatogram

sampel hasil distilasi fraksinasi pengurangan tekanan awal.

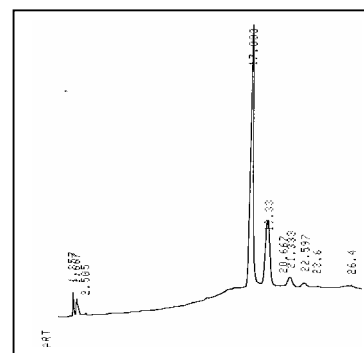
Komponen yang terabsorpsi oleh kolom ZAA ini adalah golongan hidrokarbon menengah, dengan t_R antara 5,5 sampai 14,3 menit. Untuk komponen rendah dengan t_R antara 0,8 sampai 3,5 menit dan komponen berat dengan t_R di atas 14,3 menit tidak terabsorpsi oleh kolom. Hal ini menunjukkan bahwa jenis kolom ZAA, dalam kaitannya sebagai *molecular sieve*, akan cenderung mengabsorpsi senyawa hidrokarbon sedang, dengan t_R di atas 5,5 sampai 14,3 menit. Golongan hidrokarbon berat dan ringan dapat melewati kolom ZAA.

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. Terlihat jelas bahwa secara kualitatif terjadi pengurangan jumlah komponen. Hal ini terlihat pada berkurangnya jumlah puncak pada kromatogram sampel setelah melewati kolom, jika dibandingkan dengan kromatogram sampel awal. Perbedaan ini dipengaruhi oleh sifat fisik jenis zeolit yang digunakan. Hasil pengurangan jenis komponen ini berbeda apabila digunakan zeolit dengan perlakuan yang berbeda.

Pemisahan yang terjadi pada kromatografi gas didasarkan pada perbedaan interaksi antara komponen yang akan dipisahkan dengan fasa gerak dan fasa diam yang digunakan. Dari data yang diperoleh dapat dibuktikan bagaimana pengaruh jenis zeolit terhadap proses pemisahan yang terjadi. Perbedaan kemampuan absorpsi ini tentu dipengaruhi oleh struktur zeolit dan sifat fisik dari zeolit itu sendiri, seperti ukuran pori, volume pori maksimum dan jari-jari pori dari zeolit. ZAA memiliki volume pori total = $34,5 \cdot 10^{-03}$ cc/g, serta luas permukaan spesifik = $27,99 \text{ m}^2/\text{gram}$ [12].

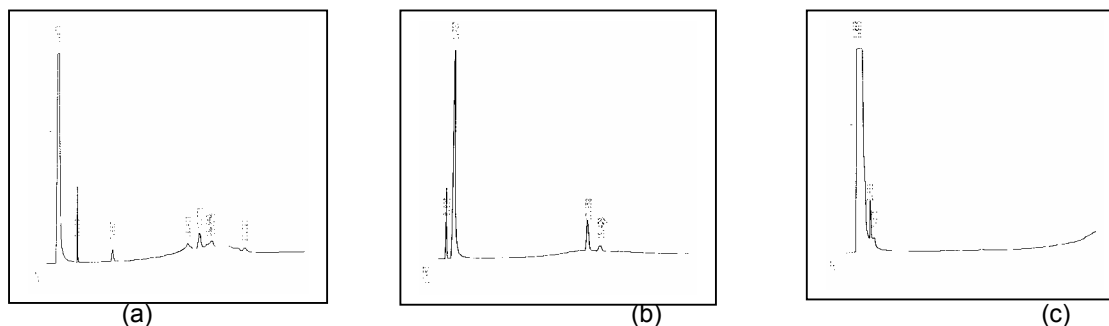


(a)



(b)

Gambar 2 Kromatogram sampel hasil distilasi fraksinasi pengurangan tekanan (a) dan sampel hasil distilasi setelah melewati kolom ZAA



Gambar 3 Perbedaan kromatogram setelah proses elusi pada kolom ZAA (8a) setelah elusi dengan CCl_4 , (8b) hasil elusi dengan etanol, (8c) hasil elusi dengan aseton.

Pemisahan yang terjadi pada kromatografi kolom, selain dipengaruhi oleh sifat fisik dari zeolit yang digunakan, juga ditentukan oleh ukuran dan orientasi dari komponen yang akan dipisahkan. Artinya walaupun ukurannya masuk dalam daerah pori zeolit yang digunakan, tetapi jika orientasi dari molekulnya tidak sesuai dengan orientasi pori zeolit, maka komponen atau molekul tadi tidak dapat masuk dalam rongga pori-pori zeolit. Begitu juga sebaliknya, walaupun orientasi dari molekul sudah sesuai dengan pori zeolit, jika ukurannya tidak sesuai dengan pori zeolit, maka komponen atau molekul tadi juga tidak akan terperangkap dalam pori-pori zeolit.

Elusi komponen pada kolom ZAA

Hasil elusi pada kolom ZAA dapat dilihat pada Gambar 3. Dari Gambar 3a dapat dilihat bahwa CCl_4 cukup mampu melakukan proses elusi terhadap komponen yang terabsorpsi oleh kolom ZAA. Namun hanya sebagian kecil yang mampu dielusi oleh CCl_4 . Sebagaimana diketahui dari percobaan sebelumnya, ZAA cenderung mengabsorpsi golongan hidrokarbon menengah dengan t_R di atas 5 sampai 13,9 menit. Dari kromatogram puncak yang menunjukkan golongan komponen terabsorpsi hanya ditemui pada t_R 7,67 menit, sedangkan puncak 1,28 menunjukkan eluen.

Dari Gambar 3b dan Gambar 3c terlihat bahwa etanol dan aseton juga relatif tidak mampu melakukan proses elusi terhadap komponen yang terserap oleh kolom. Hal ini menunjukkan bahwa absorpsi dari ZAA cukup kuat terhadap dua pelarut tersebut. Dari hasil analisis yang diperoleh dari penelitian ini, dapat terlihat bahwa walaupun tiap kolom memberikan hasil yang berbeda, tetapi hasil elusi dengan eluen yang dipilih yaitu: CCl_4 , etanol dan aseton memberikan kecenderungan yang sama. Eluen yang memiliki kemampuan elusi komponen terabsorpsi pada masing-masing kolom zeolit paling bagus adalah CCl_4 kemudian etanol

dan yang paling kecil kemampuannya adalah aseton. Urutan ini dapat dituliskan sebagai berikut:



Hasil yang diperoleh ini menunjukkan bahwa eluen terbagus 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 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 di atas dapat dilihat pada hasil elusi yang diberikan oleh senyawa polar etanol, kemampuan elusi terhadap komponen yang terabsorpsi jauh lebih kecil dibanding CCl_4 . Namun selain kepolaran, terdapat faktor lain yang juga berpengaruh terhadap hasil elusi dari suatu eluen. Hal ini terlihat pada hasil yang ditunjukkan oleh eluen aseton, walaupun sifatnya medium polar, dengan tingkat kepolaran dibawah 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 absorpsi dari zeolit itu sendiri.

Dalam proses pemisahan, selain kepolaran dan sifat fisik dari zeolit terdapat faktor lain yang juga berpengaruh, yaitu ukuran dan orientasi dari molekul yang akan dipisahkan dan ukuran serta orientasi dari eluen yang digunakan. Jika eluen yang digunakan mempunyai ukuran dan orientasi yang sesuai dengan pori zeolit, maka eluen ini justru akan terabsorpsi kedalam pori zeolit, sehingga tidak dapat melakukan proses elusi dan pemisahan secara

sempurna. Berbeda dengan eluen yang terorientasi dan ukurannya tidak sesuai dengan pori-pori zeolit, maka eluen ini tidak akan terabsorpsi ke dalam pori-pori zeolit. Dengan demikian hasil elusi dan pemisahannya tidak akan sempurna.

KESIMPULAN

1. Secara kualitatif, zeolit memiliki kemampuan untuk memisahkan komponen senyawa tar batu bara hasil distilasi fraksinasi pengurangan tekanan.
2. Sifat-sifat fisik dan jenis dari zeolit akan mempengaruhi hasil pemisahan komponen senyawa tar batu-bara.
4. Sifat kepolaran, ukuran, dan orientasi dari eluen organik yang digunakan akan berpengaruh pada proses elusi komponen tar yang terabsorpsi oleh zeolit. Urutan kemampuan eluen dalam proses pemisahan dapat dituliskan:
CCl₄ > etanol > aseton

DAFTAR PUSTAKA

1. Suyanti, L., 2000, *Kinetika Reaksi Pirolisis Tar Batu Bara Dengan Menggunakan Katalis*, Tesis Program Pasca Sarjana, Universitas Gadjah Mada
2. Khopkar, S.M., 1990, *Konsep Dasar Kimia Analitik*, Penerbit Universitas Indonesia, Jakarta
3. Caruso F., Caruso R.A., and Mohwald, H., 1999, *J. Chem. Mater.*, 11, 3309 – 3314.
4. Dean, J.A., 1970, *Chemical Separation Methods*, Van Nostrand Reinhold, London
5. Shamsi, A., 1996, *Ind. Eng. Chem. Rev.*, 35, 1251-1256
6. Hasanuddin, R., 2000, *Peningkatan Kualitas Batu Bara Lignit dengan Metode Pirolisis dan Ekstraksi*, Tesis Program Pasca sarjana, Universitas Gadjah Mada
7. Hayashi, J., Amoro, S., Kasukabe, K., and Mooraka, 1995, *Energy and Fuel*, 9, 290-294
8. Hessley, A., 1986, *Coal Science, An Introduction to Chemistry, Technology and Utilization*, McGraw Hill Publishing Company Limited, London
9. Smith, F.J., and Braithwaite A., 2001, *Chromatographic Methods*, 5th ed, Kluwer Academic Publishers, London
10. Othmer, K., 1994, *Encyclopedia of Chemical Technology*, John Wiley & Sons, New York
11. Rubinson, K.H., 1999, *Contemporary Instrumental Analysis*, Prentice Hall Inc, New Jersey
12. Rhodes, H.K, Sean., D.A., Caruso, F., Zhang B.J., and Mann, S., 2000, *J. Chem. Mater.*, 12, 2832- 2837
13. Anonim, 2002, *Data base PT. Prima Zeolita*, Yogyakarta