

### BAB III

#### METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1 Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini, diantaranya adalah alat-alat gelas, set alat refluks, dan set reaktor, sedangkan instrumen yang digunakan untuk analisis dalam penelitian ini beserta spesifikasinya masing-masing adalah FTIR-8400 Shimadzu, AAS Analyst 100 Perkin Elmer detector UV & Visibel, dan GCMS – QP5050A GC – 17A dengan kolom DB5MS 30m dan fasa gerak gas Helium.

Adapun bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini, dapat dilihat pada Tabel 3.1.

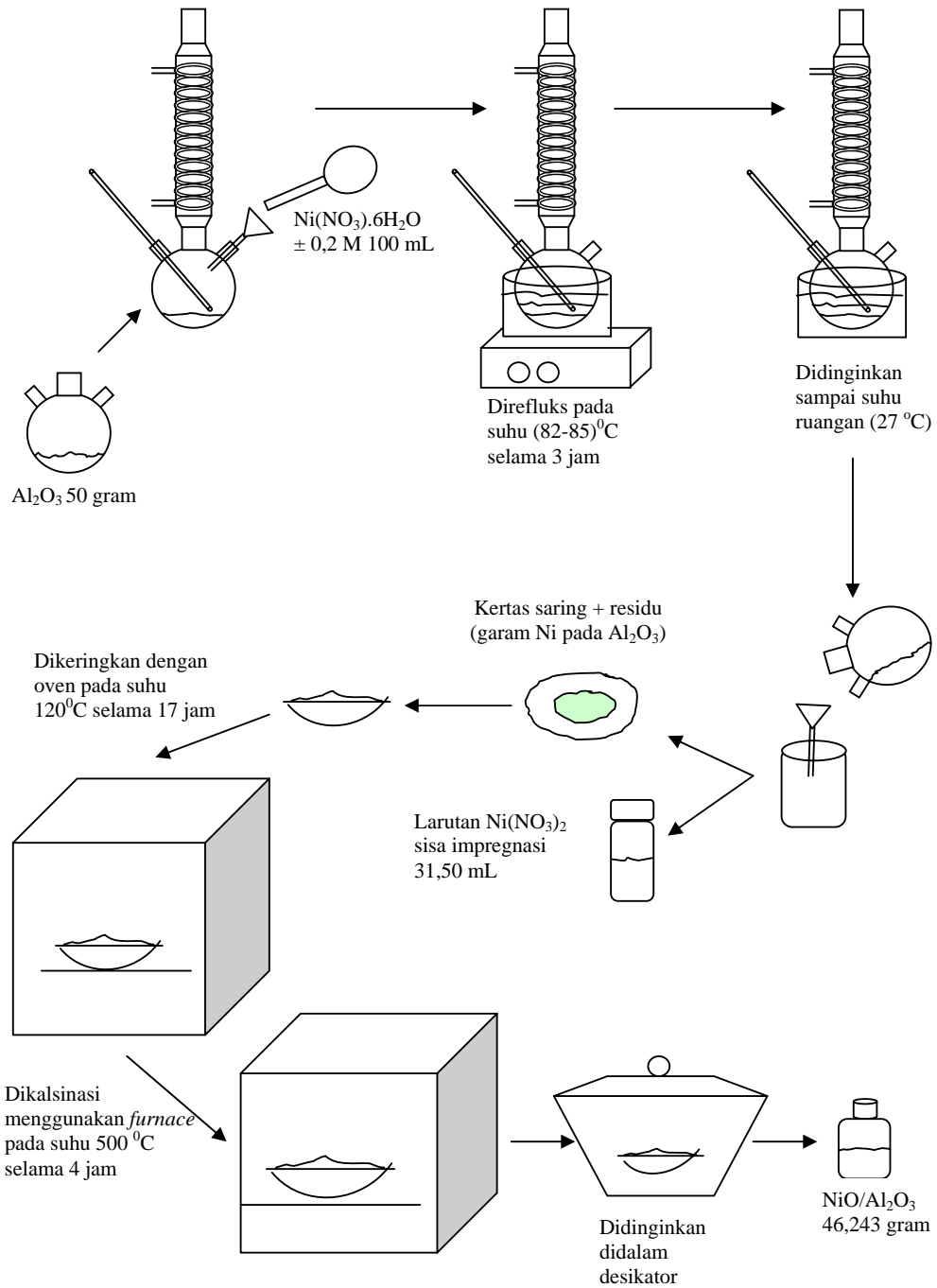
**Tabel 3.1** Bahan-Bahan yang Digunakan Pada Penelitian.

Bahan	Spesifikasi
Minyak kelapa sawit	Refined, Bleached, Deodorized Palm Oil (RBDPO) Minyak kelapa sawit yang telah dihilangkan asam lemak bebasnya, dipucatkan, dan dihilangkan bau tidak sedapnya.
$\text{NiNO}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	Pro analysis Merck
$(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	Pro analysis and for chromatography Merck
$\text{Al}_2\text{O}_3$	Type E 60 G neutral Pro analysis and for thin layer chromatography Merck
Akuades	Teknis
Gas $\text{H}_2$	Certificate of analysis for gas mixed Costumer : PT. Naneka Gas 3 April 20088 Wt / pressure : 150 kg/cm <sup>2</sup> Composition : $\text{H}_2$ 89,8% $\text{N}_2$ 10,2%
Gas $\text{N}_2$	BOC GASES Certificate of conformit 15 April 2005 Pressure : 150 A > 99,999% $\text{N}_2$ , < 3 ppm $\text{O}_2$ , < 2 ppm $\text{H}_2\text{O}$

### 3.2 Preparasi Katalis

Pada tahap ini, preparasi dilakukan berdasarkan adaptasi prosedur kerja yang telah dikembangkan di dalam literatur (Moulijn *et al.*, 1993; Rautanen, 2002; Fern'andez *et al.*, 2007), yaitu *wet impregnation* dimana volume larutan garam untuk mengimpregnasikan prekursor logam dibuat berlebih dari jumlah alumina yang digunakan. Adapun tahapan preparasinya meliputi tahap pembuatan larutan garam prekursor, tahap impregnasi dan kalsinasi, serta tahap reduksi katalis. Pembuatan larutan  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (nikel nitrat) dilakukan dengan menimbang sebanyak 29,117 gram padatan  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  lalu secara perlahan dilarutkan di dalam gelas kimia berisi akuades  $\pm 200$  mL, setelah larut kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 500 mL lalu diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Pembuatan larutan  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  (amonium molibdat) dilakukan dengan menimbang sebanyak 17,6564 gram padatan amonium molibdat lalu dilarutkan di dalam gelas kimia berisi akuades  $\pm 200$  mL kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 500 mL lalu diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

Setelah masing-masing larutan garam prekursor dibuat, tahap selanjutnya adalah tahap impregnasi yang bertujuan untuk mendispersikan kation maupun anion dari larutan garam tersebut pada material pendukungnya, yaitu alumina. Proses selanjutnya adalah pengeringan dan kalsinasi yang dilakukan untuk menghilangkan senyawa-senyawa organik, air, nitrat, dan amoniak serta untuk mengubah kation Ni maupun Mo menjadi bentuk oksidanya. Secara skematis, tahapan impregnasi dan kalsinasi diperlihatkan pada Gambar 3.1.



**Gambar 3.1** Skema Proses Impregnasi dan Kalsinasi

Tahap terakhir dalam preparasi katalis ini adalah tahap reduksi yang bertujuan untuk mereduksi oksida logam menjadi logam katalis yang terdispersi pada material pendukung. Proses reduksi ini dilakukan dengan memasukan katalis kedalam reaktor, kemudian diisi dengan gas nitrogen  $2 \text{ kg/cm}^2$  sebanyak 4 kali sirkulasi, lalu dikosongkan kemudian diisi dengan gas hidrogen  $2 \text{ kg/cm}^2$  sebanyak 3 kali sirkulasi lalu dikosongkan kemudian diisi lagi dengan gas hidrogen  $5 \text{ kg/cm}^2$ , setelah itu dipanaskan dengan mantel *heater* pada suhu  $300^\circ\text{C}$  selama 2 jam.

### **3.3 Karakterisasi Katalis**

Karakterisasi katalis dilakukan dengan menggunakan instrumen FTIR untuk mengetahui terbentuknya gugus aktif yaitu logam katalis yang terdispersi pada material pendukung dan instrumen AAS yang digunakan untuk mengetahui kandungan prekursor katalis pada material pendukungnya. Analisa FTIR dilakukan di Laboratoium Kimia Instrumen UPI sedangkan analisa AAS dilakukan di Laboratoium Kimia Instrumen UPI dan Laboratorium Kimia Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Kelautan (PPGL).

### **3.4 Rancangan dan Uji Coba Reaktor**

Rancangan reaktor dibuat dengan berbagai model yang kemudian dilakukan pengujian untuk mengetahui kondisi reaktor tersebut. Adapun parameter yang dianalisis pada pengujian ini adalah kapasitas pemanasan dari *heater* yang digunakan, uji coba kebocoran alat, daya tahan alat terhadap parameter suhu, tekanan, dan reaksi kimia serta hubungan antara kenaikan suhu dengan kenaikan tekanan baik pada gas hidrogen ( $\text{H}_2$ ) maupun pada gas nitrogen ( $\text{N}_2$ ). Data yang

diperoleh kemudian dijadikan sebagai acuan dalam melakukan proses reduksi maupun reaksi hidrogenasi.

### **3.5 Aplikasi Reaktor untuk Proses Reduksi dan Reaksi Hidrogenasi**

Aplikasi reaktor diawali dengan perhitungan secara teoritis mengenai beberapa hal yang menjadi dasar dalam penentuan kondisi yang dilakukan, diantaranya yaitu perhitungan tentang komposisi gas di dalam reaktor dan perhitungan tentang besarnya tekanan yang diperlukan untuk menghidrogenasi sejumlah tertentu minyak kelapa sawit (RBDPO). Analisis GCMS terhadap minyak kelapa sawit awal, dilakukan untuk mengetahui kandungan asam lemak penyusun trigliserida pada minyak kelapa sawit sehingga perhitungan teoritis untuk menentukan besarnya tekanan gas yang diperlukan dalam reaksi hidrogenasi dapat lebih akurat. Setelah dilakukan perhitungan secara teoritis, pelaksanaan penelitian dilakukan dengan mengacu pada hasil perhitungan tersebut. Sementara itu, analisis GCMS terhadap produk dilakukan untuk mengetahui aktifitas katalis serta kemampuan reaktor dalam mengkonversi trigliserida menjadi alkana cair.

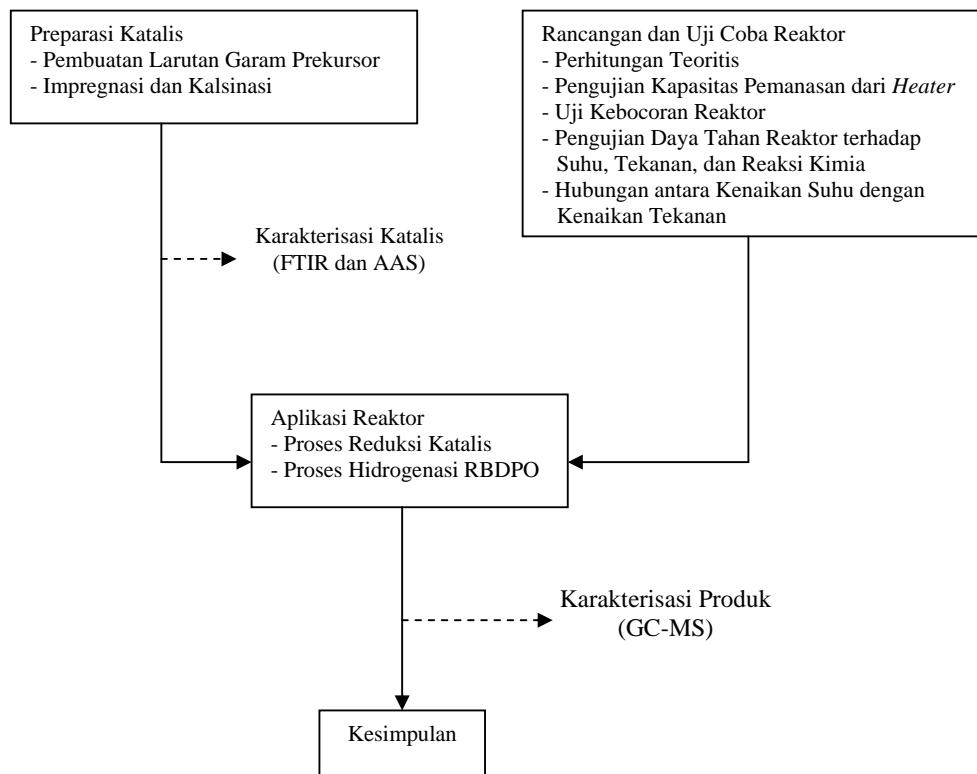
Adapun rangkaian kegiatan penelitian yang dilakukan dalam mengaplikasikan reaktor untuk proses reduksi dan reaksi hidrogenasi, diantaranya adalah sebagai berikut :

1. Proses reduksi katalis yang dilakukan pada suhu 300 °C selama 2 jam.
2. Proses hidrogenasi trigliserida yang dilakukan pada suhu 300 °C, menggunakan katalis Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan variasi tekanan pada 6,5 kg/cm<sup>2</sup>, 7,5 kg/cm<sup>2</sup>, dan 15 kg/cm<sup>2</sup>.

3. Analisis produk hasil hidrogenasi dengan menggunakan instrumen GCMS setelah dilakukan pemisahan terhadap katalisnya terlebih dahulu melalui proses filtrasi dengan menggunakan kertas saring.

### 3.6 Bagan Alir Kerja

Adapun alur penelitian secara keseluruhan dapat digambarkan sebagai berikut:



**Gambar 3.2** Bagan Alir Kerja