

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini, diantaranya adalah alat-alat gelas, set alat refluks, *mechanical stirrer*, *set furnace* 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.

Bahan	Spesifikasi Produk
Asam Oleat	Pro analysis
NiNO ₃ .6H ₂ O	Pro analysis Merck
Zeolit Cikanra	100 mesh
Akuades	Teknis
Gas H ₂	Certificate of analysis for gas mixed Customer : PT. Naneka Gas 3 April 2008 Wt / pressure : 150 kg/cm ² Composition : H ₂ 89,8% N ₂ 10,2%
Gas N ₂	BOC GASES Certificate of conformit 15 April 2005 Pressure : 150 A > 99,999% N ₂ , < 3 ppm O ₂ , < 2 ppm H ₂ O
NH ₄ Cl	Teknis
HF	Pro analysis
HCl	Pro analysis
Indikator Universal	Teknis

3.2 Desain Penelitian

Penelitian ini dilakukan melalui beberapa tahap, yaitu:

1. Sintesis katalis

Sintesis katalis diawali dengan aktivasi zeolit, impregnasi logam nikel dan kalsinasi katalis Ni-Zeolit.

2. Karakterisasi katalis

Instrument yang digunakan untuk mengkarakterisasi katalis, diantaranya:

- a. Pengukuran serapan Ni^{2+} pada larutan nikel-zeolit (AAS)
- b. Pengukuran puncak serapan inframerah dengan menggunakan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi

3. Uji aktivitas katalis Ni- Zeolit pada reaksi *hydrocracking* asam oleat

4. Analisis kromatogram GC-MS hasil proses *hydrocracking* asam oleat.

3.3 Tahap Penelitian

3.3.1 Aktivasi Zeolit

Zeolit alam dari Tasikmalaya dalam serbuk ukuran 100 mesh direndam dalam akuades sambil diaduk dengan pengaduk besi (*mechanical stirrer*) selama 1 jam pada temperatur kamar. Kemudian disaring, endapan yang bersih dikeringkan dalam oven pada temperatur 105°C selama 2 jam. Kemudian dihaluskan dengan cara digerus hingga diperoleh serbuk kembali, kemudian dikalsinasi pada temperatur 500°C selama 3 jam, sehingga diperoleh zeolit aktivasi (ZA) (Setyawan P.H. D., 2001).

3.3.2 Modifikasi Katalis H-Zeolit

Sampel ZA yang telah aktif direndam dalam larutan HF 1% dengan perbandingan volume 1:2 dalam wadah plastik, selama 10 menit pada suhu kamar dan diaduk dengan menggunakan *mechanical stirer* pada kecepatan 400 rpm. Kemudian disaring dan dicuci berulang-ulang dengan akuades sampai pH 6, lalu direfluks. Zeolit direfluks dengan menggunakan HCl 0,5 M selama 30 menit pada temperatur 80°C. Setelah itu disaring dan dicuci dengan akuades. Kemudian dikeringkan dalam oven pada temperatur 105°C dan di gerus sehingga diperoleh katalis hasil refluks (ZHR). Katalis ZHR kemudian dikeringkan dengan oven selama 2 jam pada temperatur 130°C. Selanjutnya ZHR dalam NH₄Cl 0,1 M dipanaskan pada temperatur 90°C selama 2 jam tiap hari selama tiga hari dan diaduk pada kecepatan 400 rpm. Setelah selesai, zeolit disaring dan dicuci dengan akuades hingga pH 6, dikeringkan dalam oven pada temperatur 130°C. Setelah dingin ZHR tersebut dihaluskan dan diletakkan dalam cawan porselin dan dikalsinasi selama 3 jam, pada temperatur 500°C dalam *furnace*. Selanjutnya didinginkan dan diperoleh katalis Z-H (Setyawan P.H.D, 2001).

3.3.3 Sintesis Katalis Ni-Zeolit

Larutan Ni(NO₃)₂·6H₂O 0,5M dibuat dengan cara menimbang 36,25gram Ni(NO₃)₂·6H₂O dan dilarutkan dengan aquades secara perlahan pada gelas kimia 200 mL. Setelah larut dipindahkan pada labu takar 250 mL dan diencerkan dengan aquades sampai tanda batas.

Pembuatan katalis Ni-zeolit dengan cara pengembanan logam Ni²⁺ pada katalis Z-H melalui proses pertukaran ion, yaitu dengan cara merendam katalis Z-

H ke dalam larutan $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0,5M pada temperatur 90°C selama 2 jam.. Setelah selesai, sampel katalis yang diperoleh Ni- Zeolit disaring. Kemudian katalis dikeringkan pada temperatur 130°C , selama 1 jam, kemudian dihaluskan. Selanjutnya dilakukan proses kalsinasi selama 2 jam pada temperatur 500°C . Setelah temperatur mencapai 500°C , dipertahankan selama 2 jam, kemudian didinginkan (Setyawan P.H.D., 2001).

3.3.4 Uji Karakterisasi Katalis Ni-Zeolit

1. FTIR (*Fourier Transform Infrared*)

Karakterisasi katalis dengan menggunakan instrumen FTIR diawali dengan menggerus sampel bersama-sama dengan senyawa halida anorganik yang memiliki ikatan ionik sehingga tidak akan menyerap sinar inframerah karena tidak ada vibrasi molekul di dalamnya. Adapun contoh senyawa halida anorganik yang sering digunakan adalah NaCl dan KBr. Pada penelitian ini yang digunakan adalah senyawa KBr. Setelah digerus hingga bercampur sempurna, kemudian dipres pada tekanan 8 hingga 20 ton persatuan luas menjadi cakram tipis atau pelet. Kemudian pelet tersebut dimasukkan ke dalam plat dan kemudian ditembak oleh sinar inframerah.

Energi inframerah yang diserap oleh molekul akan menyebabkan ikatan bervibrasi dan tereksitasi ke tingkat energi yang lebih tinggi. Hanya frekuensi tertentu dari radiasi inframerah yang akan diserap oleh molekul.

Radiasi dalam kisaran energi ini sesuai dengan frekuensi vibrasi rentangan (*stretching*) dan vibrasi bengkokan (*bending*) dari ikatan kovalen pada kebanyakan molekul. Dalam proses penyerapan tersebut, energi yang diserap akan

menaikkan amplitudo gerakan vibrasi ikatan molekul. Namun demikian, perlu diketahui bahwa tidak semua ikatan dalam molekul dapat menyerap energi inframerah, meskipun frekuensi tetap sesuai dengan gerakan ikatan. Hanya ikatan yang memiliki momen dipol (kovalen) yang dapat menyerap radiasi inframerah.

2. AAS (*Atomic Absorption Spectrophotometer*)

Karakterisasi katalis Ni-Zeolit dengan menggunakan instrument AAS diperlukan untuk mengetahui serapan atom Ni^{2+} . Dengan mengetahui serapannya, kadar atom Ni^{2+} yang diimpregnasi dalam zeolit dapat diketahui. Analisis sampel dengan menggunakan AAS terlebih dahulu sampel dilarutkan dalam pelarut air raja hingga homogen, baru kemudian dianalisis yang hasil karakterisasinya dibandingkan dengan pola serapan larutan standar yang telah terlebih dahulu diketahui, yang dibantu dengan sebuah persamaan garis linear hasil penerapan hukum Lambert-Beer.

Pada intinya sampel dibuat menjadi dalam bentuk larutannya yang kemudian diatomisasi menjadi atom netralnya dengan bantuan pembakaran pada suhu sangat tinggi dengan bahan bakar berupa etilen-udara dengan rasio 2:1. Atom-atom netral tersebut ditembakkan suatu sinar dengan panjang gelombang khas dari tiap logam yang akan dianalisis melalui katoda hampa (*Hollow Cathode*). Atom-atom tersebut akan memberikan pola serapan energi yang berbanding lurus dengan konsentrasi (hukum Lambert-Beert) dari logam yang dianalisis tersebut.

3.4 Uji Aktivitas Katalis Ni-Zeolit pada Reaksi *Hydrocracking*

Untuk mengetahui aktivitas katalis Ni- zeolit dalam merengkah asam oleat , katalis diaplikasikan dengan cara reduksi katalis pada reaksi *hydrocracking* di dalam sebuah reaktor tipe *batch*, dengan menggunakan gas nitrogen dan hidrogen.

Untuk mengetahui proses uji aktivitas tersebut, perlu diawali dengan perhitungan secara teoritis tentang kandungan gas didalam reaktor dan perhitungan tekanan yang diperlukan untuk menghidrogenasi asam oleat menjadi fraksi alkana.

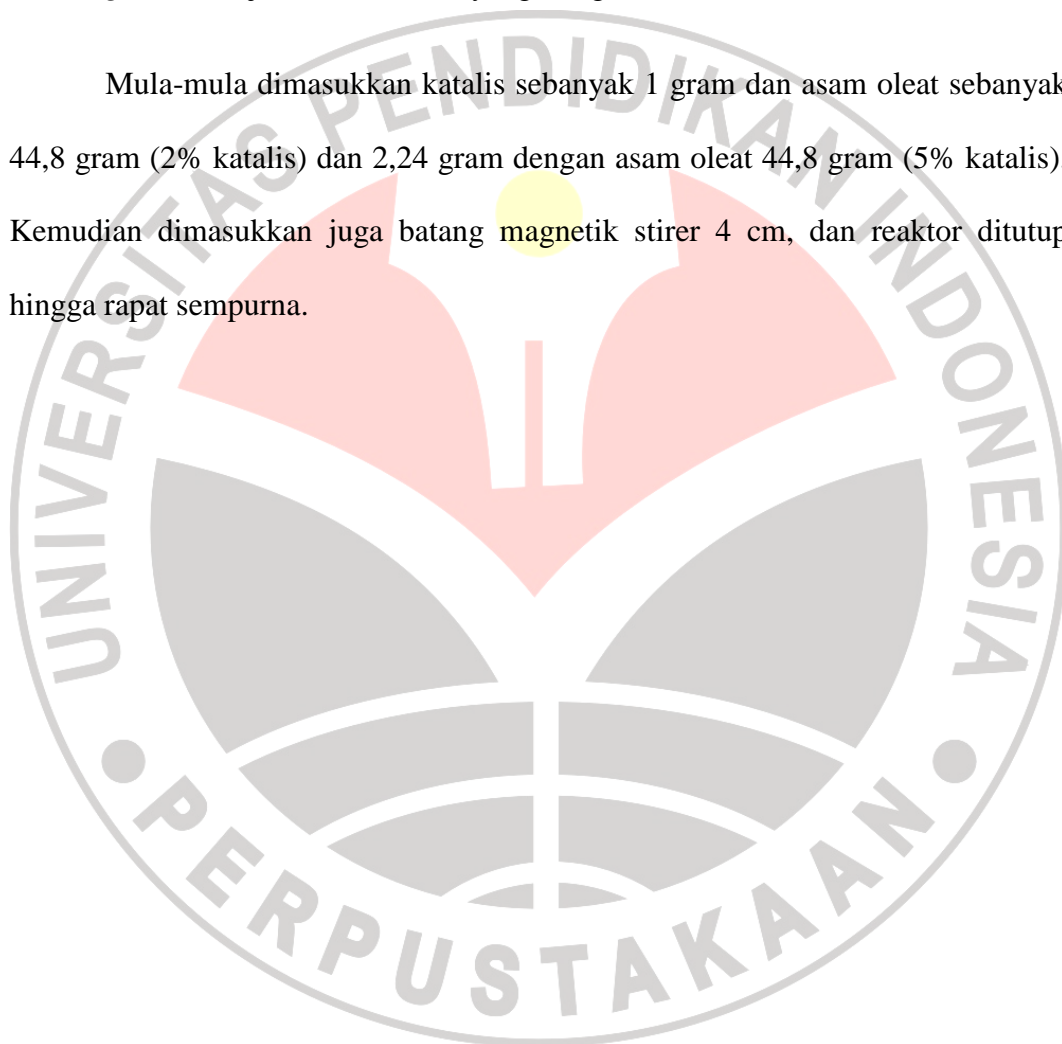
Berdasarkan hasil perhitungan yang dapat dilihat pada lampiran 5, komposisi akhir gas di dalam reaktor dapat mencapai 46,44% hidrogen dan 53,56% nitrogen untuk tekanan awal 20 kg/cm²; 51,33% hidrogen dan 48,67% nitrogen untuk tekanan awal 25 kg/cm²; dan 55,36 % hidrogen dan 44,64% nitrogen untuk tekanan awal 30 kg/cm².

Tekanan minimum yang diperlukan untuk reaksi *hydrocracking* pada ketiga tipe kondisi dapat dilihat pada lampiran 6. Untuk *hydrocracking* asam oleat sebagai asam lemak yang digunakan pada penelitian ini sebanyak 44,8 gram dengan kandungan terbesarnya asam oleat, dibutuhkan tekanan minimum sebesar 14,8 kg/cm² pada suhu reaksi 250⁰C, dan 16,24 kg/cm² pada suhu 300⁰C (jika fraksi yang dihasilkan heptadekana).

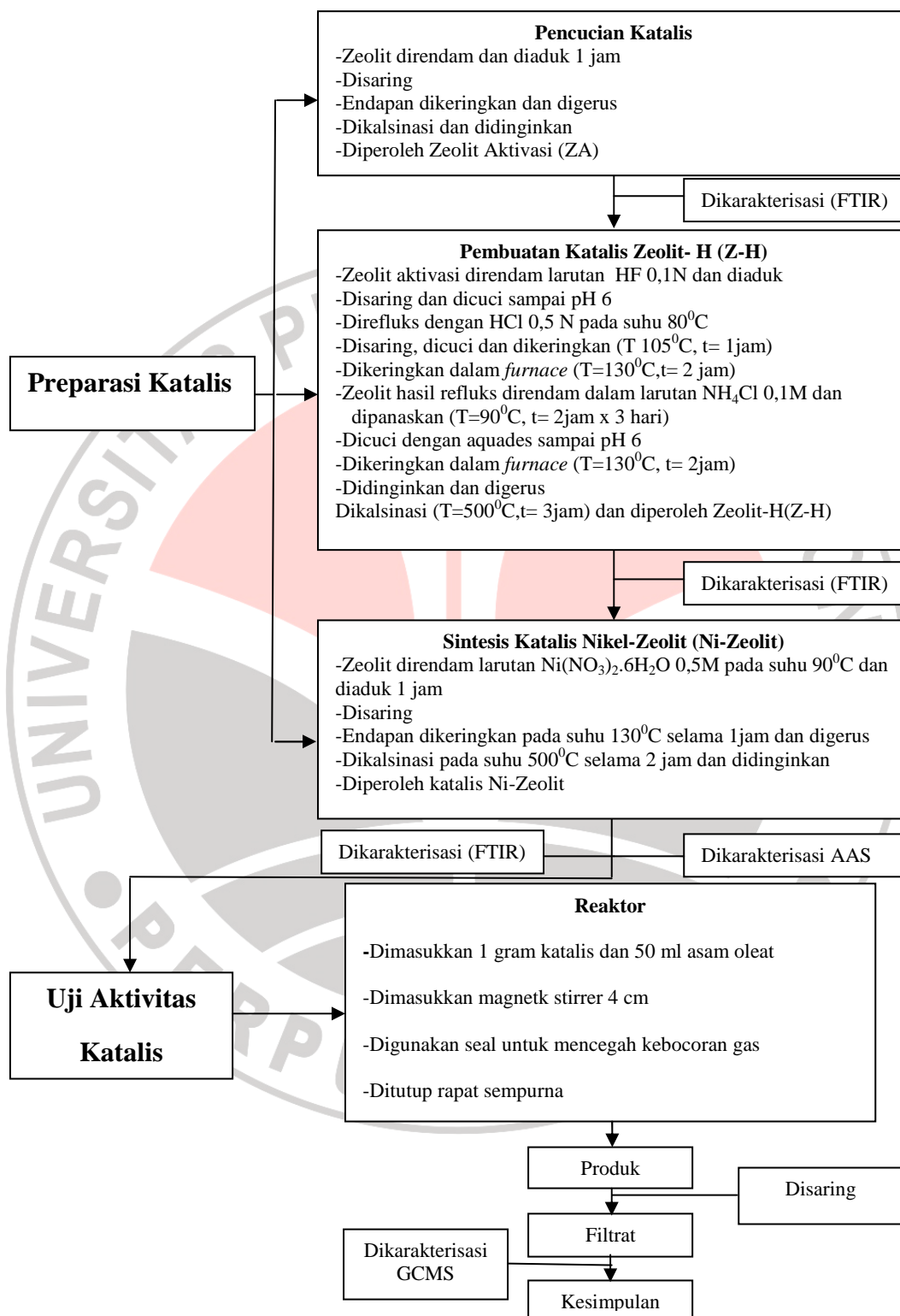
Sedangkan tekanan maksimum yang diperlukan sebesar 74 kg/cm² pada suhu reaksi 250⁰C, dan 81,22 kg/cm² pada suhu 300⁰C (jika fraksi yang dihasilkan nonana).

Reaktor di *flush* dengan mengalirkan gas N₂ sebanyak 1 kali siklus, dengan tekanan 15 kg/cm²(3 kali aplikasi), 13 kg/cm²(2 kali aplikasi), 12 kg/cm²(2 kali aplikasi) kemudian di *flush* kembali dengan gas H₂ sebanyak 1 kali siklus dengan tekanan 20, 25, 30 kg/cm². kemudian dilanjutkan proses *cracking* selama 2 jam setelah suhu yang diinginkan konstan.

Mula-mula dimasukkan katalis sebanyak 1 gram dan asam oleat sebanyak 44,8 gram (2% katalis) dan 2,24 gram dengan asam oleat 44,8 gram (5% katalis). Kemudian dimasukkan juga batang magnetik stirer 4 cm, dan reaktor ditutup hingga rapat sempurna.



3.5 Bagan Alir Penelitian



Gambar 3.1 Bagan Alir Kerja