

**BAB III**  
**METODOLOGI PENELITIAN**

**3.1. Alat dan Bahan**

Alat – alat yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya adalah neraca analitik, set alat gelas, set alat refluks, *stirring hot plate*, *heater*, oven, *furnace*, desikator, dan set reaktor. Sedangkan instrumen yang digunakan untuk analisis adalah FTIR, XRD, GCMS dan AAS.

Bahan – bahan yang digunakan tercantum dalam Tabel 3.1 sebagai berikut:

**Tabel 3.1.** Bahan – bahan yang Digunakan Pada Penelitian

Bahan	Spesifikasi
Minyak Goreng	Bimoli
Ni(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	Pro analysis Merck
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Type E 60 G neutral Pro analysis and for thin layer chromatography Merck
Aquades	-
Gas Hidrogen (H <sub>2</sub> )	Certificate of analysis for gas mixed Costumer : PT. Aneka Gas 3 April 2008 Wt / pressure : 150 kg/cm <sup>2</sup> Composition : H <sub>2</sub> 89,8% N <sub>2</sub> 10,2%

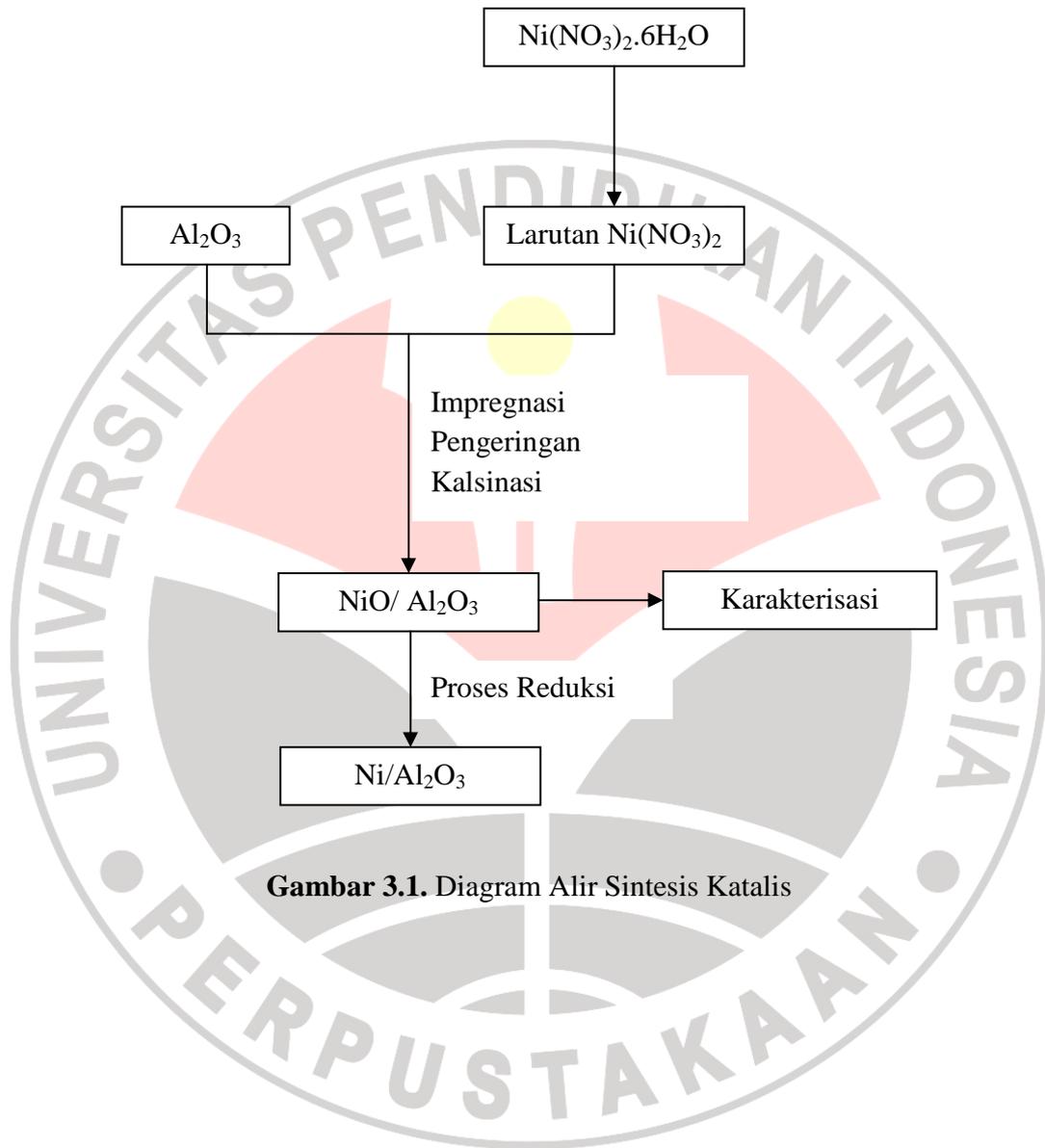
Gas Nitrogen (N <sub>2</sub> )	BOC GASES Certificate of conformit 15 April 2005 Pressure : 150 A > 99,999% N <sub>2</sub> , < 3 ppm O <sub>2</sub> , < 2 ppm H <sub>2</sub> O
Kertas saring	Whatman 64 mm

### 3.2. Tahapan Penelitian

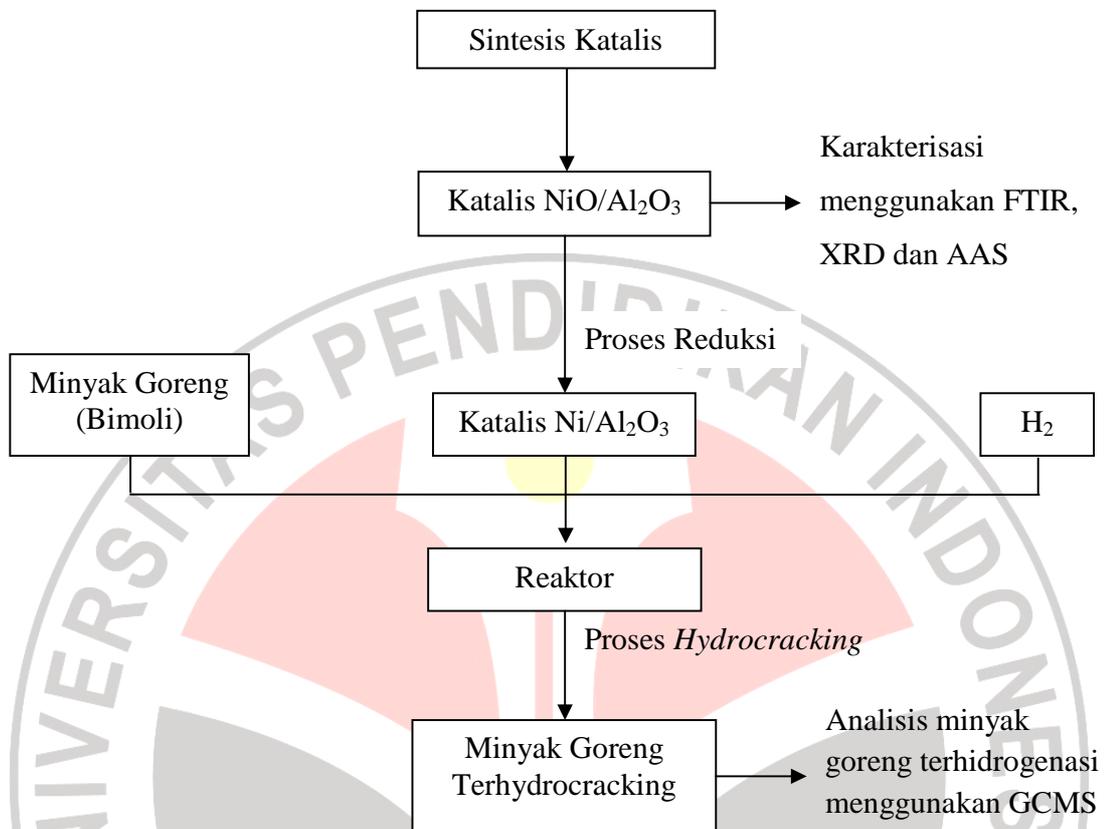
Tahapan penelitian secara garis besar dibagi menjadi 3 tahap, yaitu:

1. Tahap sintesis katalis Ni berbasis Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (alumina)
2. Tahap karakterisasi katalis NiO/Alumina
3. Tahap uji aktivitas katalis

### 3.3. Diagram Alir Penelitian



**Gambar 3.1.** Diagram Alir Sintesis Katalis



**Gambar 3.2.** Diagram Alir Keseluruhan Penelitian

### 3.4. Cara Kerja

#### 3.4.1. Sintesis Katalis

Sintesis katalis NiO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dilakukan berdasarkan adaptasi prosedur kerja yang telah dikembangkan didalam literatur (Moulijn, *et al.*, 1993; Rautanen, 2002; Fern´andez, *et al.*, 2007). Adapun tahapan preparasinya meliputi tahap pembuatan larutan garam prekursor, tahap impregnasi dan pengeringan serta kalsinasi.

Sintesis katalis diawali dengan pembuatan larutan garam prekursor. Yaitu pembuatan larutan garam prekursor Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> (Nikel Nitrat) 0,2003 M dengan menimbang sebanyak 29,114 gram padatan Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O yang berwarna hijau. Kemudian dilarutkan dalam 200 mL aquades dan diencerkan dalam labu ukur 500 mL hingga tanda batas.

Untuk mengimpregnasikan logam Ni ke permukaan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 50 gram Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> direfluks bersama dengan 500 mL larutan garam prekursor Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> 0,2003 M pada (82-85)°C selama 3 jam. Kemudian didinginkan hingga suhu ruangan dan disaring menggunakan kertas saring.

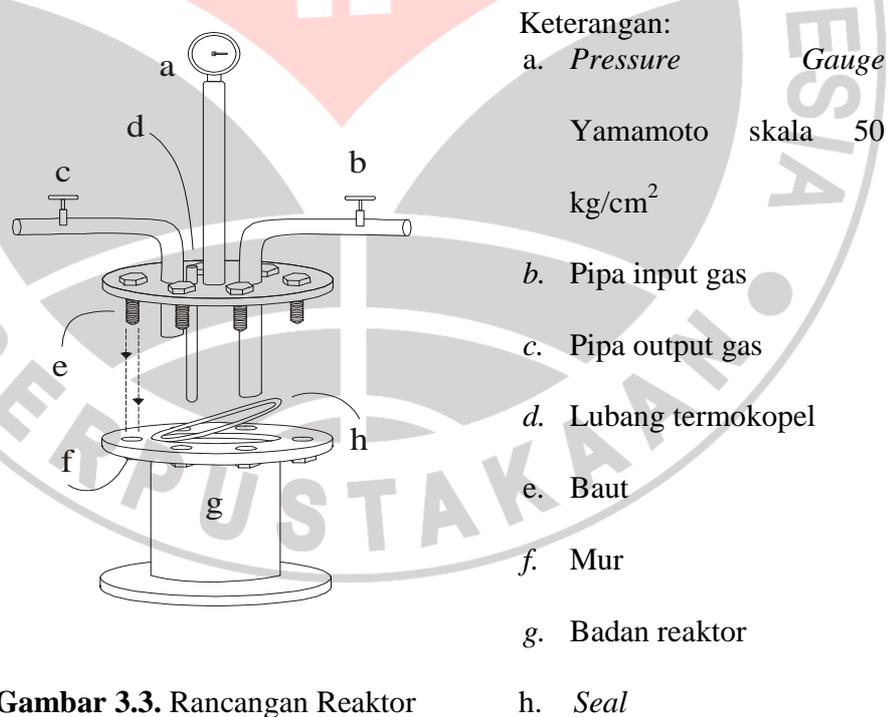
Setelah dilakukan penyaringan, katalis dikeringkan untuk menghilangkan air, nitrat, dan senyawa – senyawa organik dilakukan menggunakan oven pada suhu 120°C selama 17 jam dan kalsinasi dilakukan menggunakan *furnace* pada 500°C selama 4 jam untuk mengubah kation Ni menjadi bentuk oksidanya, kemudian didinginkan di desikator.

### 3.4.2. Karakterisasi Katalis

Proses kalsinasi menghasilkan katalis  $\text{NiO}/\text{Al}_2\text{O}_3$  yang kemudian dikarakterisasi menggunakan FTIR dan XRD untuk mengetahui logam Ni yang telah terimpregnasi pada  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Jumlah Ni yang telah terimpregnasi diketahui menggunakan instrumen AAS.

### 3.4.3. Rancangan dan Uji Coba Reaktor

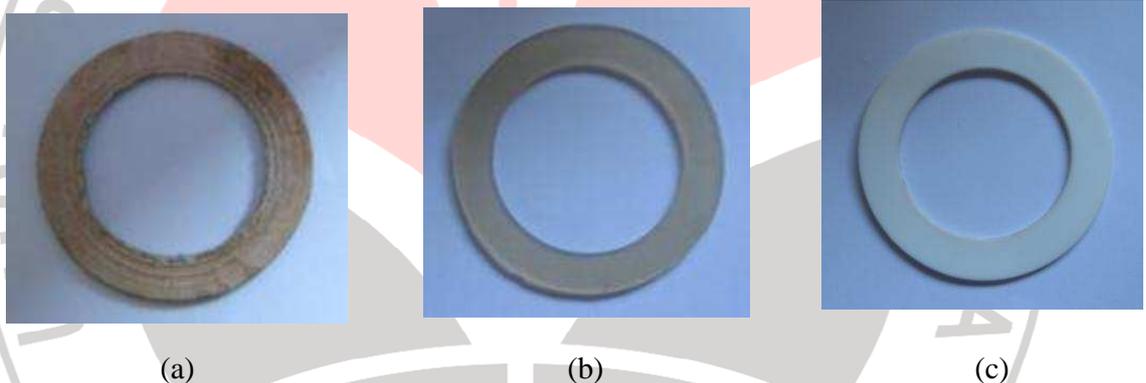
Rancangan reaktor dibuat dengan model seperti terlihat pada gambar 3.2.



**Gambar 3.3.** Rancangan Reaktor

Parameter – parameter yang diujicobakan pada rancangan diatas antara lain, ketahanan terhadap tekanan (kebocoran reaktor), ketahanan terhadap suhu, ketahanan terhadap reaksi kimia (baik reaktor maupun seal), dan hubungan antara kenaikan suhu dengan kenaikan tekanan baik pada gas hidrogen ( $H_2$ ) maupun pada gas nitrogen ( $N_2$ ).

*Seal* digunakan pada reaktor untuk mencegah kebocoran. *Seal* yang digunakan antara lain adalah *seal* garlo, silikon dan teflon sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 3.3.



(a)

(b)

(c)

**Gambar 3.4.** Jenis-jenis *seal* yang digunakan (a). *seal* Garlo, (b). *seal* Silikon, (c). *seal* Teflon.

#### 3.4.4. Uji Aktivitas Katalis Pada Proses Reduksi dan Reaksi *Hydrocracking*

Untuk mengetahui keaktifannya, katalis diaplikasikan pada reaksi reduksi katalis itu sendiri dan pada reaksi *hydrocracking* minyak goreng. Prosesnya diawali dengan perhitungan secara teoritis tentang komposisi gas

didalam reaktor dan perhitungan besarnya tekanan yang diperlukan untuk menghidrogenasi sejumlah tertentu minyak goreng (Bimoli). Analisis GCMS terhadap minyak goreng awal, dilakukan untuk mengetahui kandungan asam lemak dalam minyak goreng sehingga perhitungan teoritis untuk menentukan besarnya tekanan gas yang diperlukan dalam reaksi dapat lebih akurat. Setelah dilakukan perhitungan secara teoritis, pelaksanaan penelitian dilakukan dengan mengacu pada hasil perhitungan tersebut.

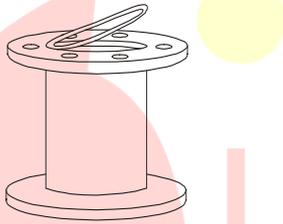
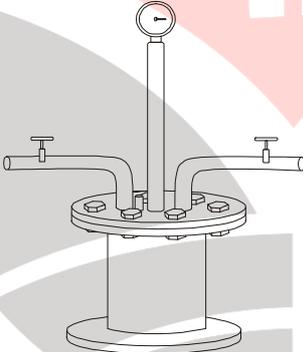
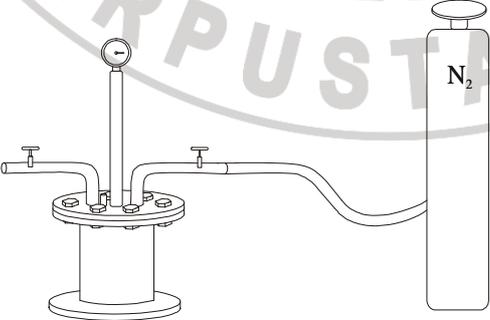
Reaktor diaplikasikan melalui serangkaian penelitian sebagai berikut:

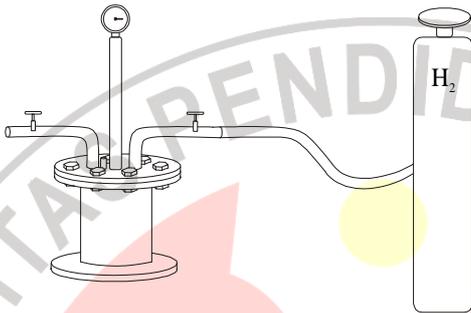
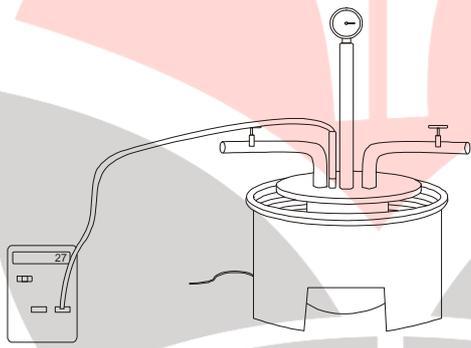
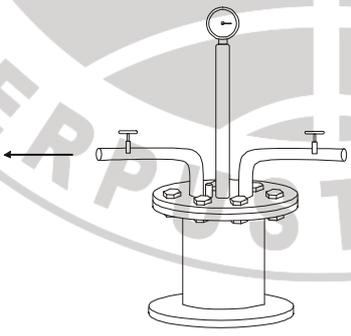
1. Proses reduksi pada tekanan input  $5 \text{ kg/cm}^2$  dan suhu  $(250 - 260) ^\circ\text{C}$  selama 2 jam.
2. Proses *hydrocracking* pada suhu  $(250 - 260) ^\circ\text{C}$ , menggunakan katalis  $\text{Ni/Al}_2\text{O}_3$  dengan variasi tekanan input pada  $5 \text{ kg/cm}^2$  atau dan  $10 \text{ kg/cm}^2$ .

Minyak hasil *hydrocracking* dianalisis menggunakan GCMS setelah dipisahkan dari katalisnya melalui proses filtrasi menggunakan kertas saring.

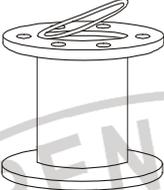
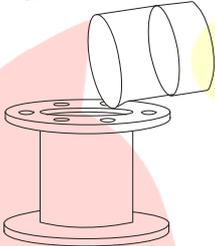
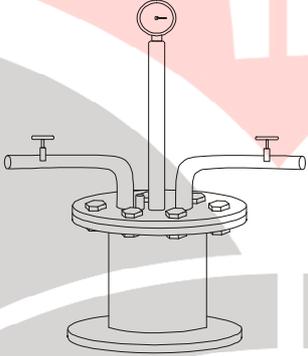
Proses reduksi dan *hydrocracking* selengkapnya seperti pada Tabel 3.2 dan Tabel 3.3 berikut.

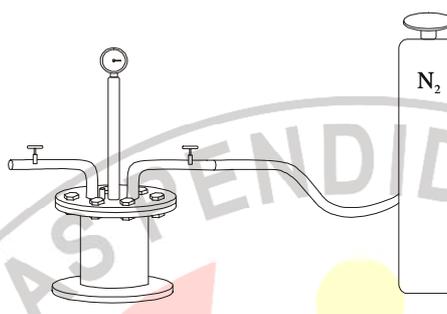
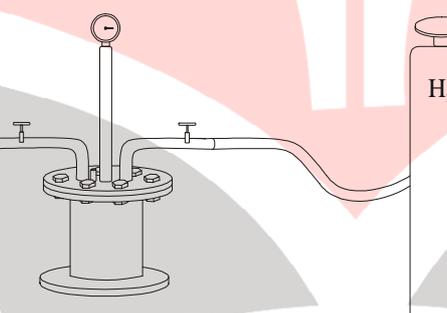
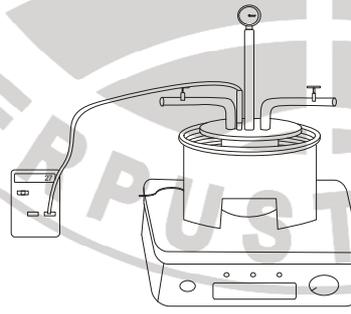
Tabel 3.2. Tahap Reduksi Katalis

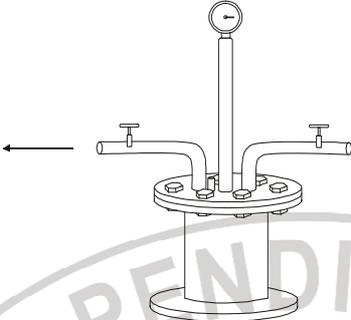
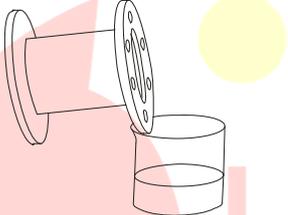
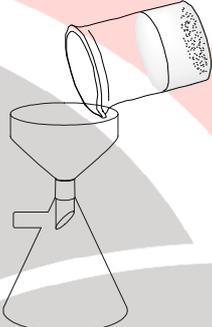
No.	Gambar	Deskripsi
1.		<p>1 gram Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dimasukkan ke dalam reaktor.</p>
2.		<p>Seal silikon dipasang dan dipastikan tidak ada rongga.</p>
3.		<p>Reaktor ditutup, baut dipasang dan dikencangkan.</p>
4.		<p>Reaktor diisi dengan gas N<sub>2</sub> melalui pipa stainless hingga regulator gas menunjukkan angka 2 kg/cm<sup>2</sup>, kemudian keran output reaktor dibuka hingga tekanan 1 kg/cm<sup>2</sup>. Dilakukan hingga 4 kali sirkulasi. Pada sirkulasi terakhir, gas tidak dikeluarkan untuk pemeriksaan kebocoran. Kebocoran diperiksa dengan</p>

		mencelupkan reaktor ke dalam wadah berisi air. Adanya gelembung gas menunjukkan kebocoran tersebut.
5.		Setelah dipastikan tidak ada kebocoran pada reaktor, gas H <sub>2</sub> dialirkan ke dalam reaktor, sebagaimana gas N <sub>2</sub> , sebanyak 3 kali sirkulasi. Reaktor diisi dengan gas H <sub>2</sub> dengan tekanan 5 kg/cm <sup>2</sup> untuk proses reduksi.
6.		Proses reduksi dilakukan pada tekanan input 5 kg/cm <sup>2</sup> selama 2 jam. Pengukuran suhu dilakukan menggunakan termokopel. Suhu maksimum (250 – 260) °C
7.		Setelah dilakukan proses reduksi selama 2 jam, reaktor didinginkan dengan mengalirkan air keran ke atas badan reaktor perlahan-lahan. Setelah dingin, seluruh gas dalam reaktor dikeluarkan melalui keran output.

**Tabel 3.3.** Tahap *Hydrocracking* Minyak Goreng

No.	Gambar	Deskripsi
1.		<p>Seal silikon dipasang dan dipastikan tidak ada rongga.</p>
2.		<p>50 gram minyak goreng dimasukkan ke dalam reaktor berisi katalis tereduksi. <i>Magnetic stirrer</i> dimasukkan.</p>
3.		<p>Reaktor ditutup, baut dipasang dan dikencangkan.</p>

4.		<p>Reaktor diisi dengan gas <math>N_2</math> melalui pipa stainless hingga regulator gas menunjukkan angka <math>2 \text{ kg/cm}^2</math>, kemudian keran output reaktor dibuka hingga tekanan <math>1 \text{ kg/cm}^2</math>. Dilakukan hingga 4 kali sirkulasi.</p> <p>Pada sirkulasi terakhir, gas tidak dikeluarkan untuk pemeriksaan kebocoran. Kebocoran diperiksa dengan mencelupkan reaktor ke dalam wadah berisi air. Adanya gelembung gas menunjukkan kebocoran tersebut.</p>
5.		<p>Setelah dipastikan tidak ada kebocoran pada reaktor, gas <math>H_2</math> dialirkan ke dalam reaktor, sebagaimana gas <math>N_2</math>, sebanyak 3 kali sirkulasi.</p> <p>Reaktor diisi dengan gas <math>H_2</math> dengan tekanan <math>5 \text{ kg/cm}^2</math> untuk proses reduksi.</p>
6.		<p>Proses <i>hydrocracking</i> dilakukan pada tekanan input <math>5 \text{ kg/cm}^2</math> selama 2 jam. Proses pengadukan dijalankan.</p> <p>Pengukuran suhu dilakukan menggunakan termokopel. Suhu maksimum (<math>250 - 260</math>) <math>^{\circ}\text{C}</math></p>

7.		<p>Setelah dilakukan proses <i>hydrocracking</i> selama 2 jam, reaktor didinginkan dengan mengalirkan air keran ke atas badan reaktor perlahan-lahan. Setelah dingin, seluruh gas dalam reaktor dikeluarkan melalui keran output.</p>
8.		<p>Minyak goreng hasil <i>hydrocracking</i> dan katalis dikeluarkan dari dalam reaktor dan dipindahkan ke gelas kimia.</p>
9.		<p>Minyak hasil <i>hydrocracking</i> dipisahkan dari katalis dengan cara disaring menggunakan vakum.</p>

11.		Minyak goreng terhidrogenasi berwarna kuning kecokelatan. Kemudian dianalisis menggunakan GCMS.
-----	---	---

