

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah peralatan gelas, set alat refluks, oven, desikator, *furnace*, set reaktor, neraca analitik, mantel *heater*, *magnetic stirrer*, dan termokopel, sedangkan instrumen yang digunakan untuk analisis dan karakterisasi produk, diantaranya adalah FTIR – 8400 Shimadzu, GCMS, dan AAS Analyst 100 Perkin Elmer detector UV & Visibel.

Bahan-bahan dan spesifikasinya yang digunakan pada penelitian ini, dapat dilihat pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1 Bahan-Bahan yang Digunakan

Bahan	Spesifikasi
Minyak goreng	Minyak goreng merek Bimoli terbuat dari minyak kelapa sawit
$\text{NiNO}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	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
Dimetil sulfida (DMS)	Dimethyl Sulfide $\geq 99\%$ Sigma Aldrich
Al_2O_3	Type E 60 G neutral Pro analysis and for thin layer chromatography Merck
Akuades	Teknis
Gas H_2	Certificate of analysis for gas mixed Costumer : PT. Aneka 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
--------------------	--

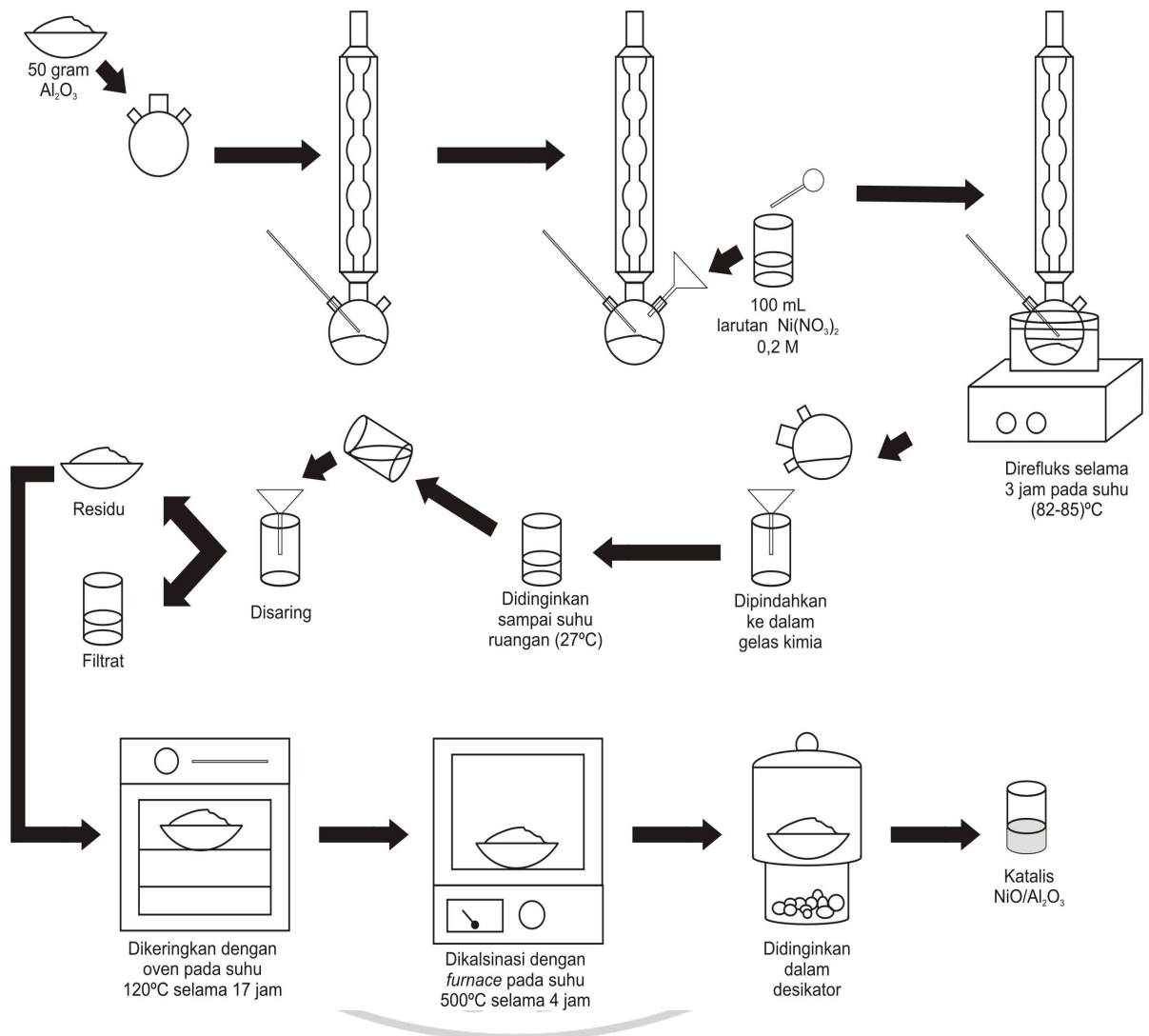
3.2 Preparasi Katalis

Pada penelitian ini, sintesis katalis NiO/Al₂O₃ dan dilakukan dengan menggunakan metoda *wet impregnation*. Untuk dapat mengimpregnasikan prekursor logam ke dalam material pendukung, maka volume larutan garam dibuat berlebih dari jumlah alumina yang digunakan. Tahap-tahap dari sintesis katalis ini meliputi tahap pembuatan larutan garam prekursor, tahap impregnasi, tahap kalsinasi dan tahap sulfidasi katalis.

Pada pembuatan larutan Ni(NO₃)₂ (nikel nitrat), padatan Ni(NO₃)₂.6H₂O yang ditimbang sebanyak 29,117 gram. Padatan Ni(NO₃)₂.6H₂O yang telah ditimbang ini diletakkan didalam gelas kimia, kemudian dilarutkan dengan menggunakan akuades ± 200 mL hingga seluruh padatan Ni(NO₃)₂.6H₂O larut. Setelah seluruh padatan Ni(NO₃)₂.6H₂O larut, larutan dipindahkan ke dalam labu takar 500 mL. Larutan didalam labu takar 500 mL kemudian diencerkan dengan cara menambahkan akuades sampai tanda batas, yaitu hingga volume larutan mencapai 500 mL.

Setelah larutan garam prekursor selesai dibuat, tahap selanjutnya adalah tahap impregnasi pada larutan garam prekursor. Setelah tahap impregnasi selesai dilakukan, residu dikeringkan. Setelah residu kering, tahap selanjutnya adalah

tahap kalsinasi. Secara skematis, tahap impregnasi dan kalsinasi diperlihatkan pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1 Skema Proses Impregnasi dan Kalsinasi

Setelah dilakukan tahap pengeringan dan kalsinasi, tahap yang terakhir adalah tahap sulfidasi. Tahap sulfidasi ini bertujuan untuk mengubah katalis dari bentuk oksidanya menjadi bentuk katalis tersulfidasi. Proses sulfidasi ini dilakukan dengan memasukan katalis dan DMS kedalam reaktor, kemudian diisi dengan gas nitrogen 2 kg/cm^2 sebanyak 5 kali sirkulasi, lalu dikosongkan kemudian diisi dengan gas hidrogen 2 kg/cm^2 sebanyak 4 kali sirkulasi lalu dikosongkan kemudian diisi lagi dengan gas hidrogen 0.5 kg/cm^2 , setelah itu dipanaskan dengan mantel *heater* pada suhu 150°C dan waktu reaksi selama 3 jam.

3.3 Karakterisasi Katalis

Pada karakterisasi katalis, instrumen yang digunakan adalah FTIR – 8400 Shimadzu dan AAS Analyst 100 Perkin Elmer detector UV & Visibel. Penggunaan FTIR adalah untuk mengetahui adanya gugus aktif yaitu logam katalis yang terdispersi pada material pendukung dan untuk mengetahui terbentuknya gugus NiS pada material pendukung hasil dari reaksi sulfidasi. Analisis dengan menggunakan XRD dilakukan di Laboratorium Kimia Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Kelautan (PPGL). Sedangkan analisis dengan menggunakan AAS adalah untuk mengetahui kandungan logam prekursor yang telah terimpregnasi pada material pendukung. Analisa FTIR dan AAS dilakukan di Laboratorium Kimia Instrumen Universitas Pendidikan Indonesia.

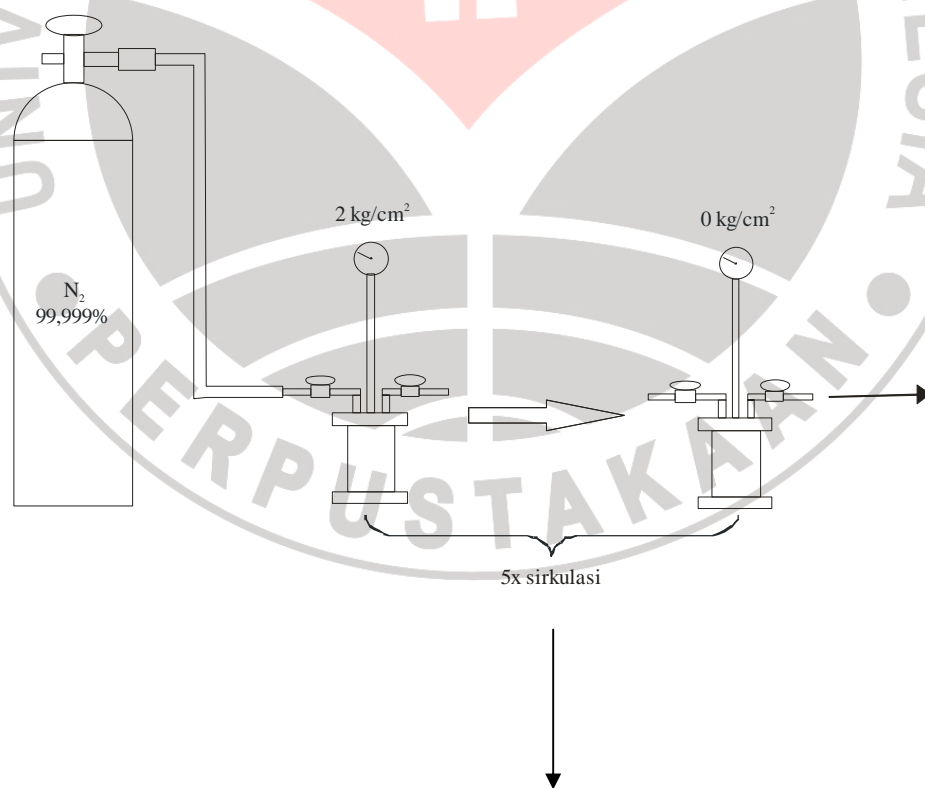
3.4 Uji Coba Reaktor

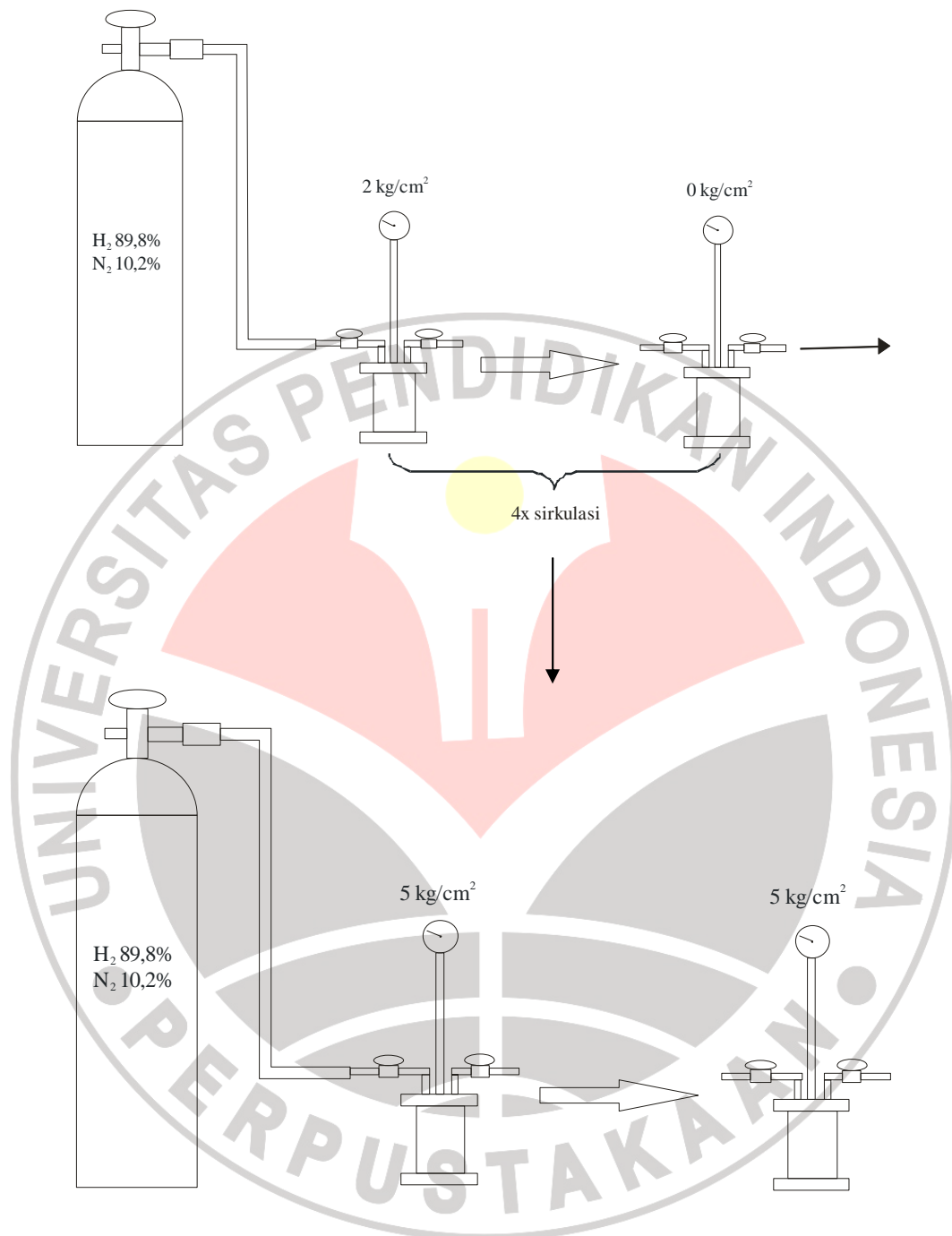
Reaktor diuji coba untuk mengetahui kondisi dari reaktor tersebut. Parameter yang diuji adalah uji kebocoran reaktor pada tekanan tinggi, dan uji ketahanan *seal* yang digunakan pada reaktor terhadap parameter suhu dan tekanan. Data yang diperoleh dari analisis parameter yang diuji, kemudian dijadikan acuan dalam melakukan proses reaksi sulfidasi katalis dan reaksi hidrogenasi minyak nabati.

3.5 Aplikasi Reaktor untuk Proses Sulfidasi dan Reaksi Hidrogenasi

Pada penelitian ini, aplikasi reaktor digunakan untuk proses sulfidasi katalis dan reaksi hidrogenasi pada minyak goreng. Sebelum penelitian dilakukan, maka dilakukan perhitungan-perhitungan secara teoritis mengenai kondisi-kondisi pada reaktor. Selanjutnya, hasil dari perhitungan teoritis tersebut dapat digunakan dalam aplikasi reaktor untuk proses sulfidasi dan reaksi hidrogenasi. Sebelum dilakukan reaksi hidrogenasi pada minyak goreng, katalis yang akan digunakan disulfidasi terlebih dahulu. Setelah dilakukan proses sulfidasi, katalis diuji aktivitasnya pada reaksi hidrogenasi minyak goreng. Minyak goreng yang akan dijadikan bahan baku pada reaksi hidrogenasi, sebelum direaksikan, maka minyak goreng dianalisis terlebih dahulu dengan menggunakan GCMS. Analisis ini bertujuan untuk mengetahui komponen dan komposisi masing-masing komponen yang terdapat dalam sampel minyak goreng. Setelah dilakukan reaksi hidrogenasi, maka minyak hasil reaksi hidrogenasi ini dianalisis dengan menggunakan GCMS, hal ini bertujuan untuk mengetahui aktivitas katalis serta kemampuan reaktor

dalam mengkonversi asam lemak menjadi alkana cair. Sebelum dilakukan proses sulfidasi katalis dan reaksi hidrogenasi, maka dilakukan pengkondisian awal terlebih dahulu pada reaktor. Proses pengkondisian awal reaktor ini meliputi pemasukan gas nitrogen dengan kemurnian 99,999% sebanyak 2 kg/cm^2 dan mensirkulasinya sebanyak lima kali, lalu reaktor dikosongkan, kemudian dimasukkan gas hidrogen dengan komposisi 89,8% hidrogen dan 10,2% nitrogen dan mensirkulasinya sebanyak empat kali. Setelah disirkulasi, maka ke dalam reaktor dimasukkan gas hidrogen dengan komposisi 89,8% hidrogen dan 10,2% nitrogen sebanyak 5 kg/cm^2 . Proses yang berlangsung pada tahap pengkondisian awal reaktor diperlihatkan pada Gambar 3.2 berikut ini.





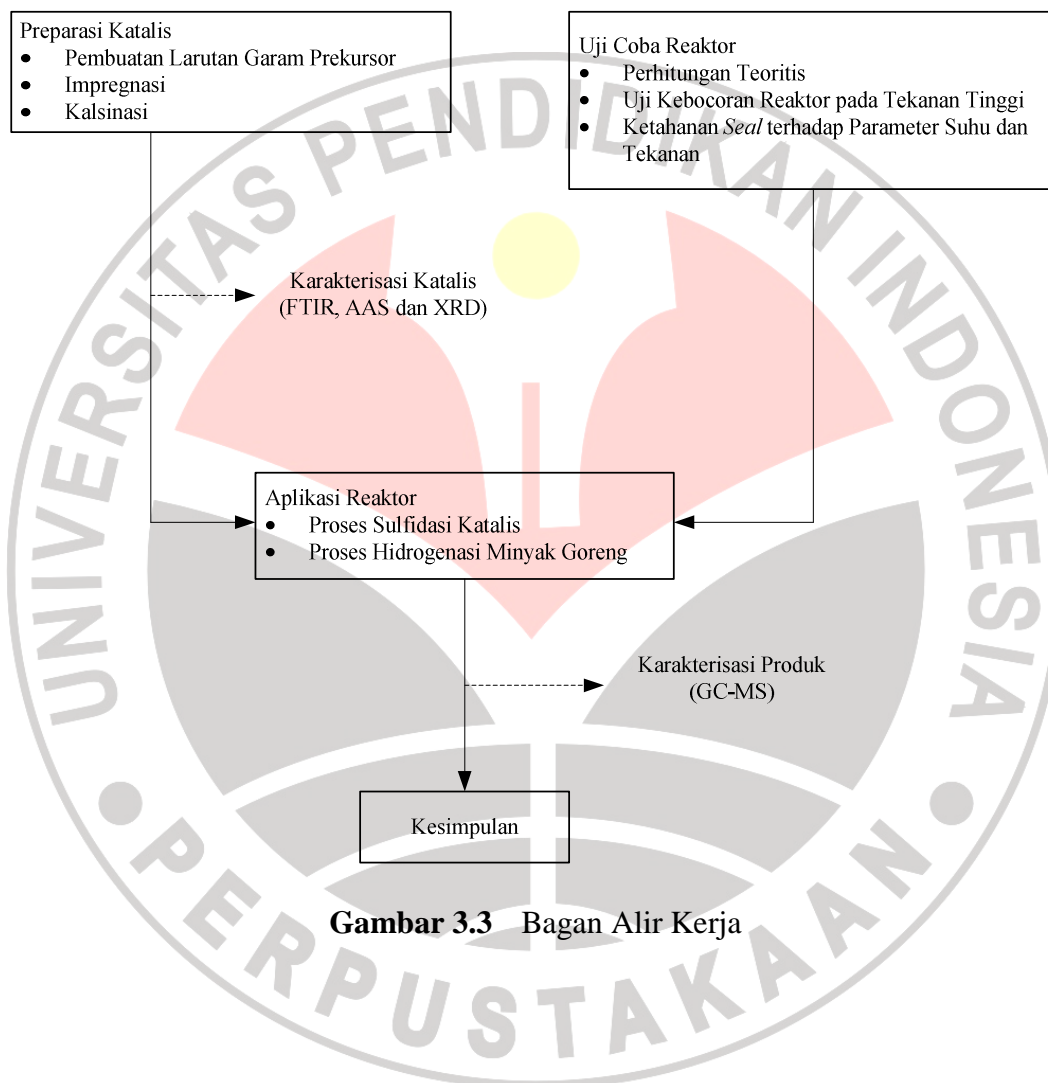
Gambar 3.2 Skema Pengkondisian Awal Reaktor

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

1. Proses sulfidasi katalis yang dilakukan pada suhu 150°C dengan waktu reaksi 3 jam.
2. Proses hidrogenasi asam lemak yang terdapat pada minyak goreng yang dilakukan pada suhu 250°C dengan menggunakan katalis $\text{NiS}/\text{Al}_2\text{O}_3$ dengan variasi tekanan pada $5\text{ kg}/\text{cm}^2$, $10\text{ kg}/\text{cm}^2$, $15\text{ kg}/\text{cm}^2$.
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

Alur penelitian yang dilakukan secara keseluruhan dapat digambarkan sebagai berikut:



Gambar 3.3 Bagan Alir Kerja