

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilaksanakan pada bulan Februari sampai dengan September tahun 2011 di Laboratorium riset kimia makanan dan material untuk preparasi sampel dan pereaksian hidrogenasi perengkahan katalitik asam oleat dengan menggunakan reaktor *batch*. Analisis XRD dilakukan di laboratorium metalurgi ITB, analisis FTIR dan AAS di laboratorium kimia instrumen FPMIPA UPI, sedangkan analisis GC-MS dilakukan di laboratorium kimia FMIPA UNPAD.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

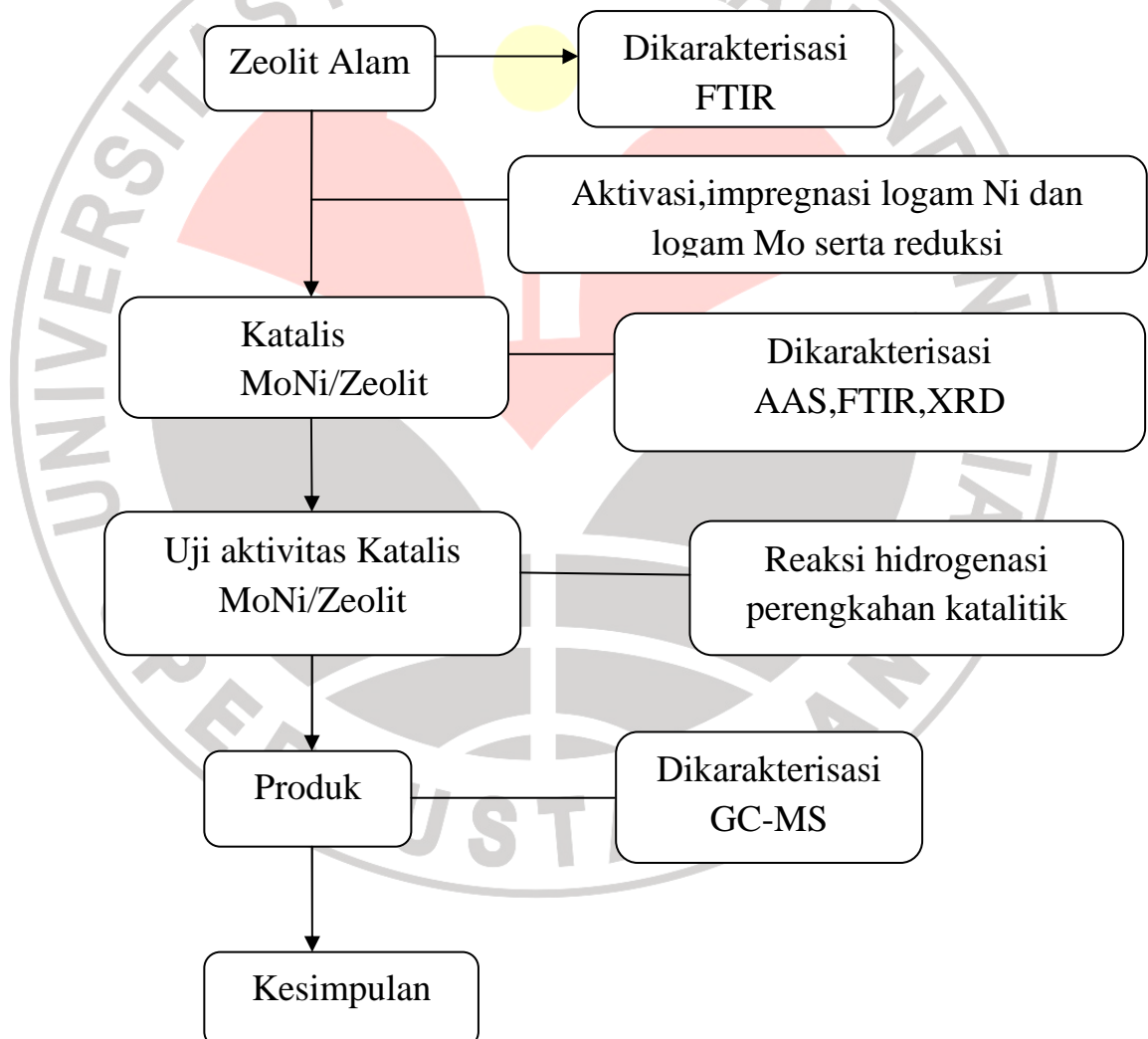
3.2.1. Alat Penelitian

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini, diantaranya adalah alat-alat gelas, set alat refluks, *mechanical stirrer*, set *furnace*, pompa *vacuum* 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 GC-MS – QP5050A GC – 17A dengan kolom DB5MS 30m dan fasa gerak gas Helium dan XRD PW1710 BASED dengan Tube Anode Cu.

3.2.2. Bahan Penelitian

Adapun bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini, diantaranya adalah zeolit alam 140 mess, asam oleat, $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, akuades, NH_4Cl , HF , HCl , Gas N_2 dengan spesifikasi produk $> 99,999\%$ N_2 , dan gas H_2 dengan spesifikasi produk produk berkomposisi : H_2 89,8% N_2 10,2%.

3.3 Metode Penelitian



Gambar 3.1 Bagan Alir Penelitian

3.4 Tahapan Penelitian

3.4.1 Aktivasi Zeolit

Zeolit alam dari laboratorium kimia FPMIPA Riset dalam bentuk batuan berkerikil-kerikil, digerus hingga ukuran 140 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 105⁰C selama 2 jam. Kemudian dihaluskan dengan cara digerus hingga diperoleh serbuk kembali, kemudian dikalsinasi pada temperatur 500⁰C selama 3 jam sehingga diperoleh zeolit aktivasi (ZA) (Setyawan, 2001).

Sampel ZA yang telah aktif direndam dalam larutan HF dengan perbandingan volume 1:2 dalam wadah plastik, selama 10 menit pada suhu kamar dan diaduk dengan menggunakan *mechanical stirrer* 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 80⁰C. Setelah itu disaring dan dicuci dengan akuades. Kemudian dikeringkan dalam oven pada temperatur 105⁰C dan di gerus sehingga diperoleh katalis hasil refluks (ZHR). Katalis ZHR kemudian dikeringkan dengan oven selama 2 jam pada temperatur 130⁰C. Selanjutnya ZHR dalam NH₄Cl 0,1 M dipanaskan pada temperatur 90⁰C 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 130⁰C. 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, 2001).

3.4.2 Impregnasi Logam Ni dan Mo

Tahapan Impregnasi Logam Ni yaitu sebanyak 29,1136 gram $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ secara perlahan dilarutkan di dalam gelas kimia berisi akuades 200 mL, setelah larut kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 500 mL lalu diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Larutan $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dimasukkan ke dalam labu dasar bulat sebanyak 100 mL, ditambahkan Z-H yang telah teraktivasi sebanyak 40 gram, direfluks selama 6 jam pada temperatur (82-85)°C dan didinginkan sampai temperatur ruangan 27°C kemudian disaring. Endapan yang diperoleh dikeringkan menggunakan oven pada temperatur 120°C selama 17 jam. Endapan dikalsinasi menggunakan *furnace* pada temperatur 500°C selama 5 jam dan didinginkan dalam desikator diperoleh sampel NiO/Zeolit.

Tahapan selanjutnya adalah impregnasi logam Mo yaitu sebanyak 15,7536 gram $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ secara perlahan dilarutkan di dalam gelas kimia 100 mL air. Larutan $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dimasukkan ke dalam labu dasar bulat sebanyak 100 mL, ditambahkan sampel NiO/Zeolit yang dihasilkan dari impregnasi Ni, direfluks selama 6 jam pada temperatur (82-85)°C dan didinginkan sampai temperatur ruangan 27°C kemudian disaring. Endapan yang diperoleh dikeringkan menggunakan oven pada temperatur 120°C selama 17 jam. Endapan dikalsinasi menggunakan *furnace* pada temperatur 500°C selama 5 jam dan didinginkan dalam desikator diperoleh katalis MoO-NiO/Zeolit.

3.4.3 Reduksi Katalis

Tahap terakhir adalah tahap reduksi yang bertujuan untuk mereduksi oksida logam menjadi logam katalis yang terdispersi pada material pendukung. Proses reduksi ini dilakukan dengan memasukkan katalis MoO-NiO/Zeolit ke dalam reaktor, kemudian diisi dengan gas nitrogen 2 kg/cm^2 sebanyak 4 kali sirkulasi, lalu dikosongkan kemudian diisi dengan gas hidrogen 2 kg/cm^2 sebanyak 3 kali sirkulasi lalu dikosongkan kemudian diisi lagi dengan gas hidrogen 5 kg/cm^2 , setelah itu dipanaskan dengan mantel *heater* pada suhu 300°C selama 2 jam.

3.4.4 Karakterisasi Katalis MoNi/Zeolit

Pada karakterisasi katalis MoNi/Zeolit, instrumen yang digunakan adalah FTIR (*Fourier Transform Infrared*), XRD (*X-Ray Diffraction*), AAS (*Atomic Absorption Spectrophotometer*). Karakterisasi katalis dengan menggunakan instrumen FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus aktif di dalam suatu padatan katalis. Analisis dengan menggunakan XRD dilakukan untuk memberikan informasi tentang jenis mineral dan tingkat kristalinitas struktur komponen penyusun sampel. Analisis dengan menggunakan instrumen AAS diperlukan untuk mengetahui serapan logam Ni dan Mo dalam katalis MoNi/Zeolit. Serapan ke dua atom tersebut dapat diketahui dengan menggunakan AAS sehingga kadar kedua atom yang diimbangkan ke dalam zeolit dapat diketahui.

3.4.5 Uji Aktivitas Katalis MoNi/Zeolit pada Reaksi Hidrogenasi Perengkahan Katalitik

Untuk mengetahui aktivitas katalis MoNi/Zeolit dalam reaksi hidrogenasi perengkahan katalitik asam oleat. Uji aktivitas katalis MoNi/Zeolit dilakukan di dalam sebuah reaktor tipe *batch*, dengan menggunakan gas nitrogen dan hidrogen. Mula-mula dimasukkan katalis sebanyak 0,2 gram dan asam oleat sebanyak 20 gram (1% katalis). Kemudian dimasukkan juga batang magnetik stirer 4 cm, kemudian di lapiasi dengan seal teflon lalu ditutup hingga rapat sempurna.

Reaktor di *flush* dengan mengalirkan gas N₂ sebanyak satu kali siklus dengan tekanan 12 barr, kemudian reaktor dialirkan gas H₂ hingga tekanan tertentu selama 2 jam terhitung variabel yang diinginkan telah tercapai. Sesuai dengan variabel-variabel uji aktivitas katalis sebagai berikut:

Tabel 3.1 Variabel Uji Aktivitas Katalis

No	Kondisi 1 (T = 300 ⁰ C)	Kondisi 2 (T = 350 ⁰ C)
1	P = 16,5 atm	P = 9,7 atm
2	P = 21,3 atm	P = 15,5 atm

Kemudian zat hasil reaksi disaring dengan kertas saring dan filtratnya dikarakterisasi menggunakan instrumen GC-MS. Analisis ini dilakukan untuk mengetahui komponen penyusun sampel dari asam oleat.