

## **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 *hydrocracking* asam lemak dengan menggunakan reaktor *batch*. Analisis FTIR dilakukan di Laboratorium Kimia Instrumen di Gedung JICA lantai 5 Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI dan analisis AAS dilakukan di dua tempat yaitu Lab. Kimia Instrumen FPMIPA UPI dan Lab. Kimia ITB, sedangkan untuk analisis GCMS dilakukan di Lab. Kimia FMIPA UNPAD dan analisis XRD dilakukan di Laboratorium Metalurgi ITB.

#### **3.2 Alat dan Bahan Penelitian**

##### **3.2.1 Alat**

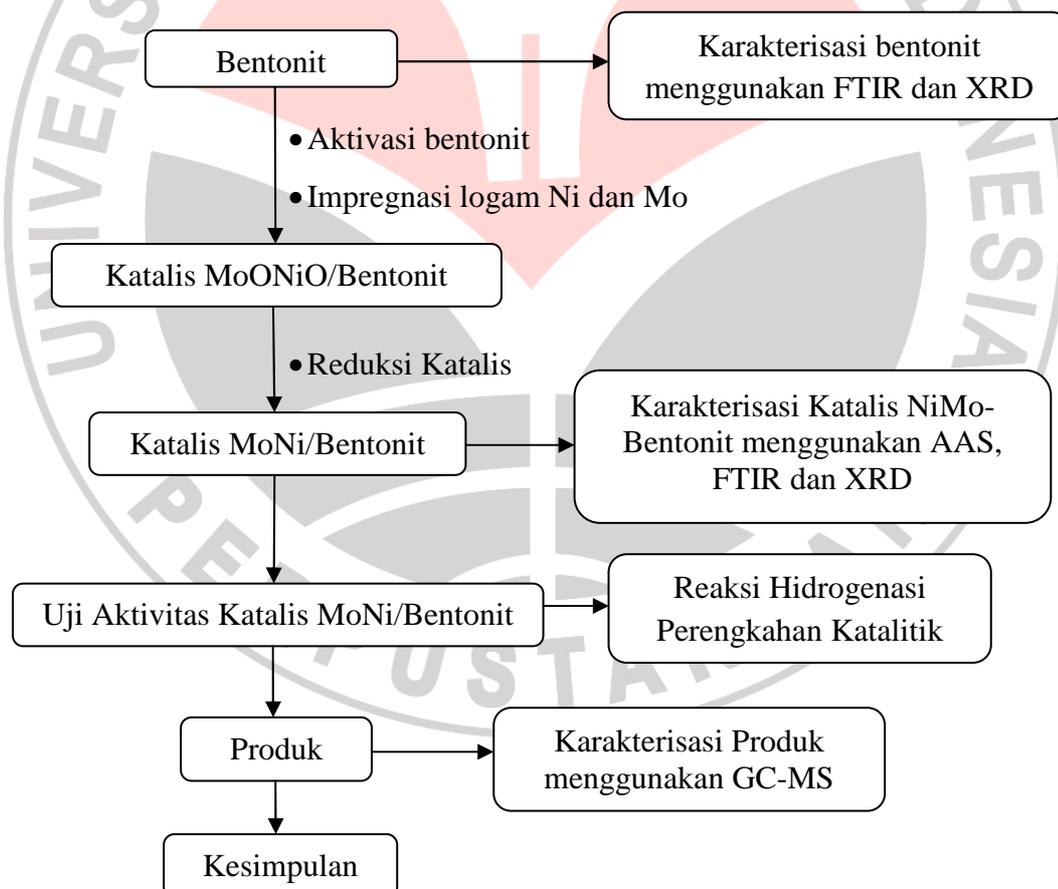
Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini, diantaranya adalah alat-alat gelas, pompa vakum, set alat refluks, set alat *furnace*, dan set reaktor, sedangkan instrumen yang digunakan untuk analisis dalam penelitian ini adalah AAS Perkin Elmer Analyst 100 dengan bahan bakar asetilen udara dengan laju alir 2:5.5, FTIR 8400 Shimadzu dengan metode KBr, GCMS – QP5050A GC – 17A dengan kolom DB5MS 30m dan fasa gerak gas Helium, dan XRD PW1710 BASED dengan Tube Anode Cu.

### 3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini, diantaranya adalah Bentonit jenis Na-bentonit berukuran 325 mesh, Akuades Teknis, HCl Pro analysis,  $\text{AgNO}_3$  Pro analysis,  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  Pro analysis,  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  Pro analysis, Asam Oleat Pro analysis, Gas  $\text{H}_2$  dengan komposisi :  $\text{H}_2$  89,8%  $\text{N}_2$  10,2% dan Gas  $\text{N}_2$  dengan komposisi :  $> 99,999\%$   $\text{N}_2$ ,  $< 3$  ppm  $\text{O}_2$ ,  $< 2$  ppm  $\text{H}_2\text{O}$

### 3.3 Metode Penelitian

Secara sistematis metode penelitian diperlihatkan oleh diagram berikut:



Gambar 3.1 Bagan Alir Penelitian

### 3.4 Tahap Penelitian

#### 3.4.1 Aktivasi Bentonit

Sebanyak 20 gram bentonit dimasukkan ke dalam gelas kimia 250 ml dan ditambahkan 60 ml HCl 1N (1 gram bentonit : 3 mL HCl 1N). Campuran diaduk dengan menggunakan magnetik stirer selama 3 jam dengan kecepatan 600 rpm di atas *hot plate* , dengan 1 jam pertama pengadukan yang disertai pemanasan pada temperatur 80°C. Campuran didiamkan selama 24 jam hingga terbentuk endapan yang kemudian filtrat tersebut dibuang.

Endapan dicuci hingga bebas ion klorida dengan aquades sebanyak 10 L. Jika telah bebas ion klorida dapat dibuktikan dengan menambahkan larutan AgNO<sub>3</sub> dan tidak terbentuk endapan berwarna putih. Setelah pencucian endapan yang bebas ion klorida disentrifugasi dengan kecepatan 300 rpm selama 30 menit dan filtratnya dipisahkan. Endapan yang diperoleh dikeringkan dengan pemanasan pada temperatur 120°C selama 20 jam. Kemudian endapan tersebut dikalsinasi pada temperatur 600°C selama 5 jam. Diperoleh bentonit teraktivasi.

#### 3.4.2 Impregnasi Logam Ni dan Mo

Tahapan impregnasi logam Ni yaitu sebanyak 29,117 gram Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O secara perlahan dilarutkan di dalam gelas kimia berisi akuades 200 mL, setelah larut kemudian dimasukan ke dalam labu takar 500 mL lalu diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Larutan Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O dimasukkan ke dalam labu dasar bulat sebanyak 100 mL, ditambahkan bentonit yang telah teraktivasi sebanyak 40 gram, direfluks selama 6 jam pada temperatur

(82-85) $^{\circ}$ C dan didinginkan sampai temperatur ruangan 27 $^{\circ}$ C kemudian disaring. Endapan yang diperoleh dikeringkan menggunakan oven pada temperatur 120 $^{\circ}$ C selama 17 jam. Endapan dikalsinasi menggunakan *furnace* pada temperatur 500 $^{\circ}$ C selama 5 jam dan didinginkan dalam desikator diperoleh sampel NiO/Bentonit.

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/Bentonit yang dihasilkan dari impregnasi Ni, direfluks selama 6 jam pada temperatur (82-85) $^{\circ}$ C dan didinginkan sampai temperatur ruangan 27 $^{\circ}$ C kemudian disaring. Endapan yang diperoleh dikeringkan menggunakan oven pada temperatur 120 $^{\circ}$ C selama 17 jam. Endapan dikalsinasi menggunakan *furnace* pada temperatur 500 $^{\circ}$ C selama 5 jam dan didinginkan dalam desikator diperoleh katalis MoONiO/Bentonit.

### 3.4.3 Reduksi Katalis

Tahap terakhir pada sintesis 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 MoONiO/Bentonit ke dalam reaktor, kemudian diisi dengan gas nitrogen 2 kg/cm<sup>2</sup> sebanyak 4 kali sirkulasi, lalu dikosongkan kemudian diisi dengan gas hidrogen 2 kg/cm<sup>2</sup> sebanyak 3 kali sirkulasi lalu dikosongkan kemudian diisi lagi dengan gas hidrogen 5 kg/cm<sup>2</sup>, setelah itu dipanaskan dengan mantel *heater* pada suhu 300 $^{\circ}$ C selama 2 jam.

### **3.4.4 Karakterisasi Katalis MoNi/Bentonit**

#### **3.4.4.1 Analisis AAS (*Atomic Absorption Spectroscopy*)**

Analisis dengan menggunakan AAS (*Atomic Absorption Spectroscopy*) dilakukan untuk mengetahui kandungan prekursor logam Ni dan Mo dalam katalis MoNi/Bentonit. Serapan kedua atom tersebut dapat diketahui dengan menggunakan AAS, sehingga kandungan kedua logam yang diimpregnasi ke dalam bentonit dapat diketahui.

#### **3.4.4.2 Analisis FTIR (*Fourier Transform Infrared*)**

Analisis dengan menggunakan FTIR (*Fourier Transform Infrared*) dilakukan untuk mengetahui gugus aktif di dalam suatu padatan katalis MoNi/Bentonit.

#### **3.4.4.3 Analisis XRD (*X – Ray Diffraction*)**

Analisis dengan menggunakan XRD (*X – Ray Diffraction*) dilakukan untuk mengetahui kandungan jenis mineral dan tingkat kristalinitas struktur komponen penyusun sampel.

### **3.4.5 Uji Aktivitas Katalis MoNi/Bentonit pada Reaksi Hidrogenasi Perengkahan Katalitik**

Pada uji aktivitas ini dilakukan untuk mengetahui aktivitas katalis MoNi/Bentonit dalam merengkah asam oleat. Uji aktivitas katalis MoNi/Bentonit

dilakukan di dalam sebuah reaktor tipe *batch*, dengan menggunakan gas nitrogen dan hidrogen.

Mula-mula dimasukkan katalis MoNi/Bentonit 0,2 gram dan asam oleat 20 mL (1% katalis). Selanjutnya dimasukkan juga batang magnetik stirer 3 cm, kemudian di lapiasi dengan seal teflon dan ditutup hingga rapat sempurna.

Reaktor di *flush* dengan mengalirkan gas N<sub>2</sub> sebanyak satu kali siklus dengan tekanan 12 barr, kemudian reaktor dialirkan gas H<sub>2</sub> 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°C)	Kondisi 2 (t = 350°C)
1	P = 15 kg/cm <sup>2</sup>	P = 10 kg/cm <sup>2</sup>
2	P = 18 kg/cm <sup>2</sup>	P = 15 kg/cm <sup>2</sup>

Zat hasil reaksi disaring dan filtratnya di karakterisasi dengan menggunakan instrumentasi GC-MS. Analisis dengan menggunakan GC-MS dilakukan untuk mengetahui komponen penyusun sampel asam oleat.