

## BAB III

### METODE 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 reaksi hidrogenasi perengkahan katalitik asam oleat menggunakan reaktor batch. Analisis FTIR dan AAS di laboratorium kimia instrumen FPMIPA UPI, analisis GC-MS di laboratorium kimia FMIPA UNPAD, sedangkan untuk analisa XRD di laboratorium metalurgi ITB.

#### 3.2 Alat dan Bahan

##### 3.2.1 Alat

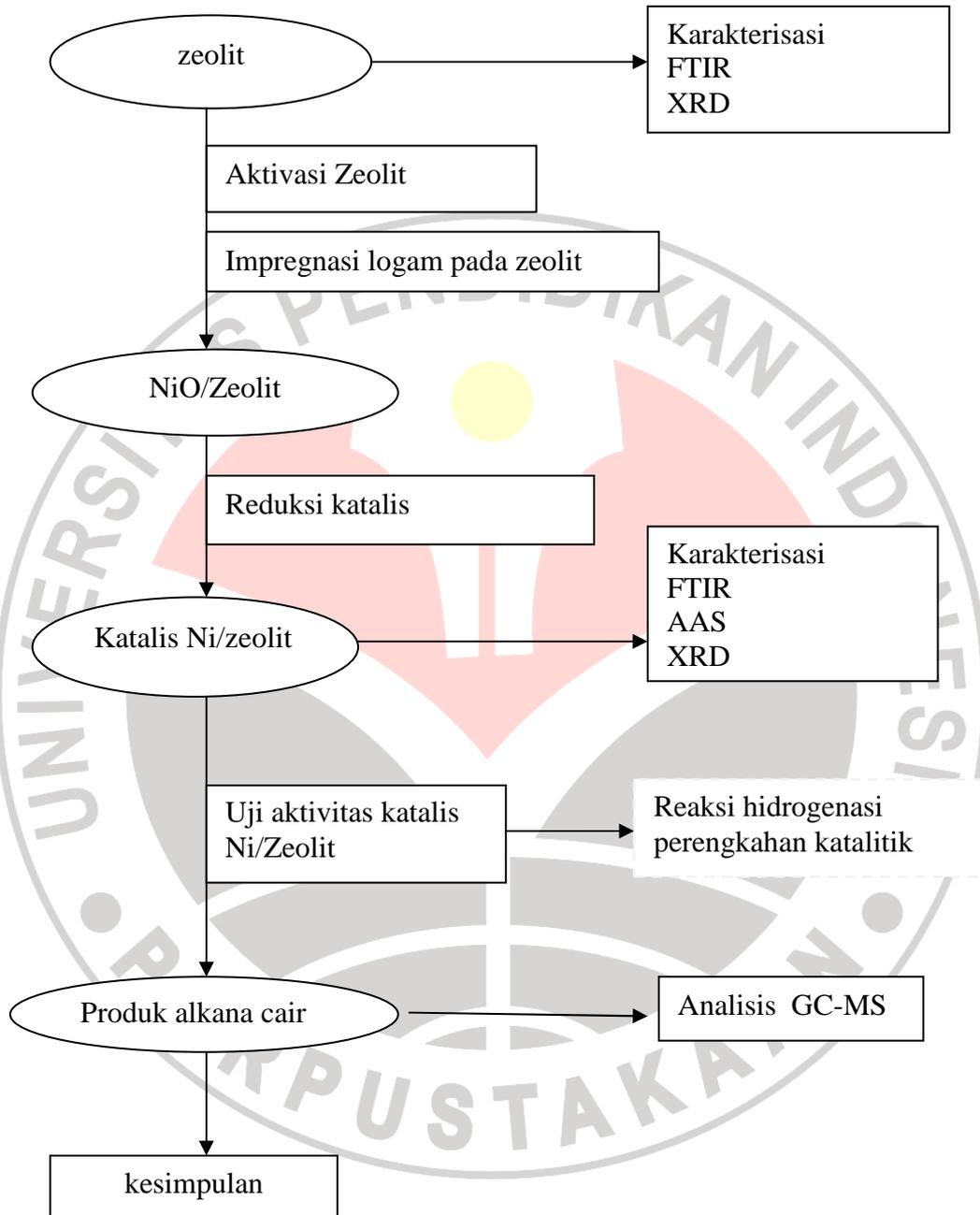
Alat-alat gelas, set alat refluks, *mechanical stirrer*, oven, *set furnace* dan set reaktor. Sedangkan instrumen yang digunakan untuk analisis dalam penelitian ini beserta spesifikasinya masing-masing adalah FTIR-8400 Shimadzu, AAS Analis 100 Perkin Elmer detektor UV & Visibel, dan GC-MS untuk GC Helleh Packard 5890 series II MS Helleh Packard 5970 mass selective kolom HP-5 DB at OV-05, dan untuk XRD PW1710 BASED dengan tube anode Cu.

##### 3.2.2 Bahan

Asam oleat p.a,  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (Merck), Zeolit 140 mesh, akuades, gas  $\text{H}_2$  (komposisi :  $\text{H}_2$  89,8%;  $\text{N}_2$  10,2%), gas  $\text{N}_2$  (> 99,999%  $\text{N}_2$ , < 3 ppm  $\text{O}_2$ , < 2 ppm  $\text{H}_2\text{O}$ ),  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , HF, HCl, NaOH, indikator universal.

### 3.3 Metode Penelitian

Bagan alir penelitian



Gambar 3.1 Bagan alir penelitian

### 3.4 Tahap Penelitian

Penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahap, meliputi:

- a. Preparasi katalis yang terdiri dari aktivasi zeolit, impregnasi logam pada Zeolit, dan reduksi katalis.
- b. Karakterisasi katalis

Pengukuran yang dilakukan untuk mengkarakterisasi katalis, diantaranya: pengukuran serapan Ni pada larutan Ni/Zeolit menggunakan AAS, pengukuran puncak serapan inframerah dengan menggunakan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi, dan penentuan kristalinitas, difraksi dari hasil preparasi katalis menggunakan instrument XRD.

- c. Uji aktivitas katalis hasil preparasi pada reactor *batch*.

#### 3.4.1 Preparasi Katalis

##### 3.4.1.1 Aktivasi Zeolit

Zeolit dalam bentuk kerikil yang digerus hingga berbentuk serbuk 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 105<sup>0</sup>C selama 2 jam. Kemudian dihaluskan dengan cara digerus hingga diperoleh serbuk kembali, kemudian dikalsinasi pada temperatur 500<sup>0</sup>C selama 3 jam, sehingga diperoleh sampel ZA (butar, 2010).

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 stirrer* pada kecepatan 400 rpm.

Kemudian disaring dan dicuci berulang-ulang dengan akuades sampai pH 6. Setelah itu 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 digerus sehingga diperoleh katalis hasil refluks (ZHR). Katalis ZHR kemudian dikeringkan dengan oven selama 2 jam pada temperatur 130°C. Selanjutnya ZHR dalam NH<sub>4</sub>Cl 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, dihaluskan dan diletakkan dalam cawan porselin dan dikalsinasi selama 3 jam, pada temperatur 500°C dalam *furnace*. Selanjutnya didinginkan dan diperoleh zeolit teraktivasi (butar, 2010).

#### 3.4.1.2 Proses Impregnasi logam pada Zeolit

Sebanyak 58,2 gram Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O ditambahkan 240 mL NaOH 2N. Campuran diaduk kuat dengan kecepatan 600 rpm pada suhu ruang hingga homogen. Kemudian larutan didiamkan selama 24 jam.

Pada gelas yang berbeda, 20 gram zeolit yang telah diaktivasi ditambahkan dengan 1 liter akuades perbandingan zeolit dan akuades sebesar 2% (w/w), kemudian diaduk selama 24 jam. Selanjutnya ke dalam suspensi tersebut ditambahkan secara perlahan larutan agen pemilar dengan perbandingan zeolit/logam agen pemilar sama dengan 10 mmol logam nikel untuk setiap 1 gram zeolit. Campuran diaduk kuat dengan menggunakan magnetik stirer dengan kecepatan 600 rpm selama 24 jam. Kemudian di *aging* selama 24 jam, dicuci

hingga bebas ion  $\text{Cl}^-$ , dan campuran disaring dengan menggunakan penyaringan vakum, dan dipisahkan endapannya.

Setelah disaring, endapan dikeringkan dalam pemanas dengan suhu  $120^\circ\text{C}$  selama 20 jam. Kemudian endapan tersebut dikalsinasi pada temperatur  $600^\circ\text{C}$  selama 5 jam (Marzuki, 2009).

#### 3.4.1.3 Proses Reduksi Katalis

Proses reduksi ini dilakukan dengan memasukkan katalis kedalam reaktor, kemudian diisi dengan gas nitrogen  $2 \text{ kg/cm}^2$  sebanyak 4 kali sirkulasi, lalu dikosongkan kemudian diisi dengan gas hidrogen  $2 \text{ kg/cm}^2$  sebanyak 3 kali sirkulasi lalu dikosongkan kemudian diisi lagi dengan gas hidrogen  $5 \text{ kg/cm}^2$ , setelah itu dipanaskan dengan mantel *heater* pada suhu  $300^\circ\text{C}$  selama 2 jam. (Hardian, 2008)

### 3.4.2 Analisis Karakterisasi

#### 3.4.2.1 Analisis AAS

Analisis menggunakan instrumen AAS (*Atomic Absorption Spectroscopy*) dilakukan untuk menguji kandungan logam nikel yang terimpregnasi pada katalis Ni/Zeolit.

#### 3.4.2.2 Analisis FTIR

Analisis menggunakan instrumen FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada katalis Ni/Zeolit.

### 3.4.2.3 Uji XRD

Analisis menggunakan instrumen XRD dilakukan untuk mengetahui jenis mineral dan kristalinitas struktur komponen penyusun katalis Ni/Zeolit.

### 3.4.3 Uji Aktivitas katalis Ni/Zeolit

Uji aktivitas katalis Ni/Zeolit pada reaksi hidrogenasi perengkahan katalitik dilakukan dalam sebuah reaktor tipe batch, dengan menggunakan gas nitrogen dan hidrogen. Mula-mula dimasukan asam oleat 20 mL kemudian Ni/Zeolit 0,2 gram (1% katalis). Kemudian dimasukkan juga batang magnetik stirer, reaktor dilapisi dengan seal teflon lalu ditutup hingga rapat sempurna.

Reaktor diflush dengan mengalirkan gas N<sub>2</sub> sebanyak satu kali siklus dengan tekanan 12 kg/cm<sup>2</sup> lalu dikeluarkan, kemudian 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 t = 300°C	Kondisi t = 350°C
1	P= 18 kg/cm <sup>2</sup>	P= 15 kg/cm <sup>2</sup>
2	P= 22 kg/cm <sup>2</sup>	P= 18 kg/cm <sup>2</sup>

Kemudian zat hasil reaksi disaring dengan kertas saring, dan filtratnya dikarakterisasi menggunakan instrumen GC-MS.