

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilaksanakan pada bulan April s.d Oktober tahun 2009 di Laboratorium riset kimia makanan dan material untuk preparasi sampel dan pereaksian *hydrocracking* minyak nabati dengan menggunakan reaktor *batch* dan Laboratorium Kimia Instrumen untuk analisis FTIR, AAS dan GCMS, di Gedung JICA lantai 5, Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI, serta analisis XRD di P3GL, Pasteur.

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 sentrifugator, pompa vakum, set alat *furnace*, dan set reaktor, sedangkan instrumen yang digunakan untuk analisis dalam penelitian ini instrumentasi difraksi sinar X XRD Philips X'Pert, AAS Perkin Elmer Analyst 100, FTIR 8400 Shimadzu, dan GCMS – QP5050A GC – 17A dengan kolom DB5MS 30m dan fasa gerak gas Helium.

3.2.2. Bahan Penelitian

Adapun bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini dapat dilihat pada tabel 3.1.

Tabel 3.1 Bahan yang digunakan berikut spesifikasinya

Bahan	Spesifikasi
Minyak Bimoli	(beli dipasaran)
Ni(NO ₃) ₂ .6H ₂ O	Pro analysis (GR) Merck
Akuades	Teknis
NaOH	Pro analysis (GR) Merck
AgNO ₃	Pro analysis (GR) Merck
Gas H ₂	Certificate of analysis for gas mixed 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
Bentoint FB	325 mesh (Ca bentonit)

3.3 Pola Penelitian

Penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahap, meliputi:

1. Aktivasi bentonit
2. Pilarisasi bentonit
3. Uji karakterisasi katalis PILC
 - a. Pengukuran difraksi sinar X (XRD)
 - b. Pengukuran puncak serapan inframerah dengan menggunakan FTIR
 - c. Pengukuran kadar logam nikel dalam katalis PiLC dengan menggunakan AAS.
4. Uji aktivitas katalis PILC pada reaksi *hydrocracking* minyak nabati
5. Analisis kromatogram GC-MS hasil proses *hydrocracking* minyak nabati.

3.4 Tahap Penelitian

3.4.1. Aktivasi Bentonit

20 gram bentonit FB dimasukkan ke dalam gelas kimia 250 ml dan ditambahkan 60 ml HCl 1N (1 gram bentonit FB/ 3 ml HCl 1N). campuran diaduk dengan menggunakan magnetik stirer selama 180 menit dengan kecepatan 600 rpm di atas *hot plate*, dengan 60 menit pertama pengadukan yang disertai pemanasan pada temperatur 80°C. Kemudian campuran didiamkan selama 24 jam hingga terbentuk endapan yang kemudian filtrat tersebut dibuang.

Campuran hasil pengadukan dan pengendapan dicuci hingga bebas ion klorida dengan akuades bebas ion sebanyak kurang lebih 10 L yang jika telah bebas ion klorida dapat dibuktikan dengan menambahkan larutan AgNO₃ dan tidak terbentuk endapan berwarna putih. Setelah pencucian campuran disentrifugasi dengan kecepatan 300 rpm selama 30 menit dan filtratnya dipisahkan. Endapan yang diperoleh dikeringkan dengan pemanas pada suhu 120 °C selama 20 jam.

3.4.2. Pilarisasi Bentonit

1. Preparasi Agen Pemilar

Dimasukkan 58,2 gram Ni(NO₃)₂·6H₂O ke dalam gelas kimia 1 L. kemudian ditambahkan NaOH 2N hingga volume 240 ml. campuran diaduk kuat di atas *hot palte* dengan kecepatan 600 rpm dan suhu ruang hingga homogen. Kemudian larutan didiamkan selama 24 jam.

2. Proses Interkalasi Bentonit

Mula-mula dibuat suspensi bentonit dengan perbandingan bentonit dan akuades sebesar 2% (w/w), dalam penelitian ini menggunakan 20 gram bentonit dalam 1 L, akuades yang diaduk selama 24 jam. Selanjutnya ke dalam suspensi tersebut ditambahkan secara perlahan larutan agen pemilar dengan perbandingan bentonit/ logam agen pemilar sama dengan 10 mmol logam nikel untuk setiap 1 gram bentonit. Campuran diaduk kuat dengan menggunakan magnetik stirer dengan kecepatan 600 rpm selama 24 jam di atas *hot plate*. Kemudian di *aging* selama 24 jam, dicuci hingga bebas ion Cl^- , dan campuran disaring dengan menggunakan penyaringan vakum, dan dipisahkan filtratnya.

3. Proses Pilarisasi Bentonit

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

3.4.3. Uji Karakterisasi Katalis PILC

1. Difraksi Sinar X (XRD)

Sampel dihaluskan terlebih dahulu menggunakan mortar secara perlahan-lahan. Sampel yang telah halus dicetak pada tempat sample kemudian dimasukkan dalam pusat silinder sinar-X. Kemudian dikenai sinar-X sehingga terjadi difraksi. Difraksi sinar-X dengan XRD Philips X'Pert dengan kondisi kerja sebagai berikut :

Tabel 3.2 Kondisi Kerja XRD (Difraktometer sinar-X)

No.	Parameter Instrumen	Kondisi Kerja
1	Sudut difraksi	3°-70°
2	Anode Material	Cu
3	K-Alpha1 [Å]	1.54060
4	Generator Settings	30 mA, 40 kV
5	Scan Type	Continuous

Analisis pola difraksi sinar-X pada bentonit dilakukan dengan cara membandingkan jarak antar bidang (d) pada bentonit dengan antar bidang (d) monmorillonit standar. Jika harga diantara puncak-puncak difraksi bentonit dan monmorillonit standar relatif sama yaitu memberikan harga d dengan simpangan maksimal $\pm 0,01$ maka puncak-puncak tersebut dihasilkan dari bidang difraksi yang sama. Kemudian dibandingkan pula bentonit sebelum dan setelah terpillar.

2. AAS

Analisis sampel dengan menggunakan AAS terlebih dahulu sampel dilarutkan dalam pelarutnya hingga homogen, baru kemudian dianalisis yang hasil karakterisasinya dibandingkan dengan pola serapan larutan standar yang telah terlebih dahulu diketahui, yang dibantu dengan sebuah persamaan garis linear hasil penerapan hukum Lambert-Beer.

Pada intinya sampel dibuat menjadi dalam bentuk larutannya yang kemudian diatomisasi menjadi atom netralnya dengan bantuan pembakaran pada suhu sangat tinggi dengan bahan bakar berupa etilen-udara dengan rasio 2:1. Atom-atom netral tersebut ditembakkan suatu sinar dengan panjang

gelombang khas dari tiap logam yang akan dianalisis melalui katoda hampa (*Hollow Cathode*). Atom-atom tersebut akan memberikan pola serapan energi yang berbanding lurus dengan konsentrasi (hukum Lambert-Beert) dari logam yang dianalisis tersebut.

3. FTIR

Sampel digerus bersama-sama dengan suatu halida anorganik yang memiliki ikatan ionik sehingga tidak akan menyerap sinar inframerah karena tidak ada vibrasi molekul di dalamnya. Contoh senyawa tersebut adalah NaCl atau KBr. Pada penelitian ini akan menggunakan senyawa KBr. Setelah digerus hingga bercampur sempurna, kemudian dipres pada tekanan 8 hingga 20 ton persatuan luas menjadi cakram tipis atau pelet. Kemudian pelet tersebut dimasukkan ke dalam plat dan kemudian siap ditembak oleh sinar inframerah.

Seperti halnya dengan tipe penyerapan energi yang lain, molekul akan tereksitasi ke tingkatan energi yang lebih tinggi bila mereka menyerap radiasi inframerah. Penyerapan radiasi inframerah merupakan proses terkuantisasi. Hanya frekuensi tertentu dari radiasi inframerah yang akan diserap oleh molekul.

Radiasi dalam kisaran energi ini sesuai dengan frekuensi vibrasi rentangan (*stretching*) dan vibrasi bengkakan (*bending*) dari ikatan kovalen pada kebanyakan molekul. Dalam proses penyerapan tersebut, energi yang diserap akan menaikkan amplitudo gerakan vibrasi ikatan molekul. Namun demikian, perlu diketahui bahwa tidak semua ikatan dalam molekul dapat

menyerap energi inframerah, meskipun frekuensi tetap sesuai dengan gerakan ikatan. Hanya ikatan yang memiliki momen dipol (kovalen) yang dapat menyerap radiasi inframerah.

3.4.4. Aplikasi Reaktor untuk *Hydrocracking* Minyak Nabati

Penentuan komposisi gas di dalam reaktor dan perhitungan tentang banyaknya gas yang dibutuhkan untuk reaksi *hydrocracking* minyak nabati perlu dilakukan sebelum reaktor digunakan pada reaksi *hydrocracking* lebih lanjut terhadap sampel minyak nabati (minyak bimoli).

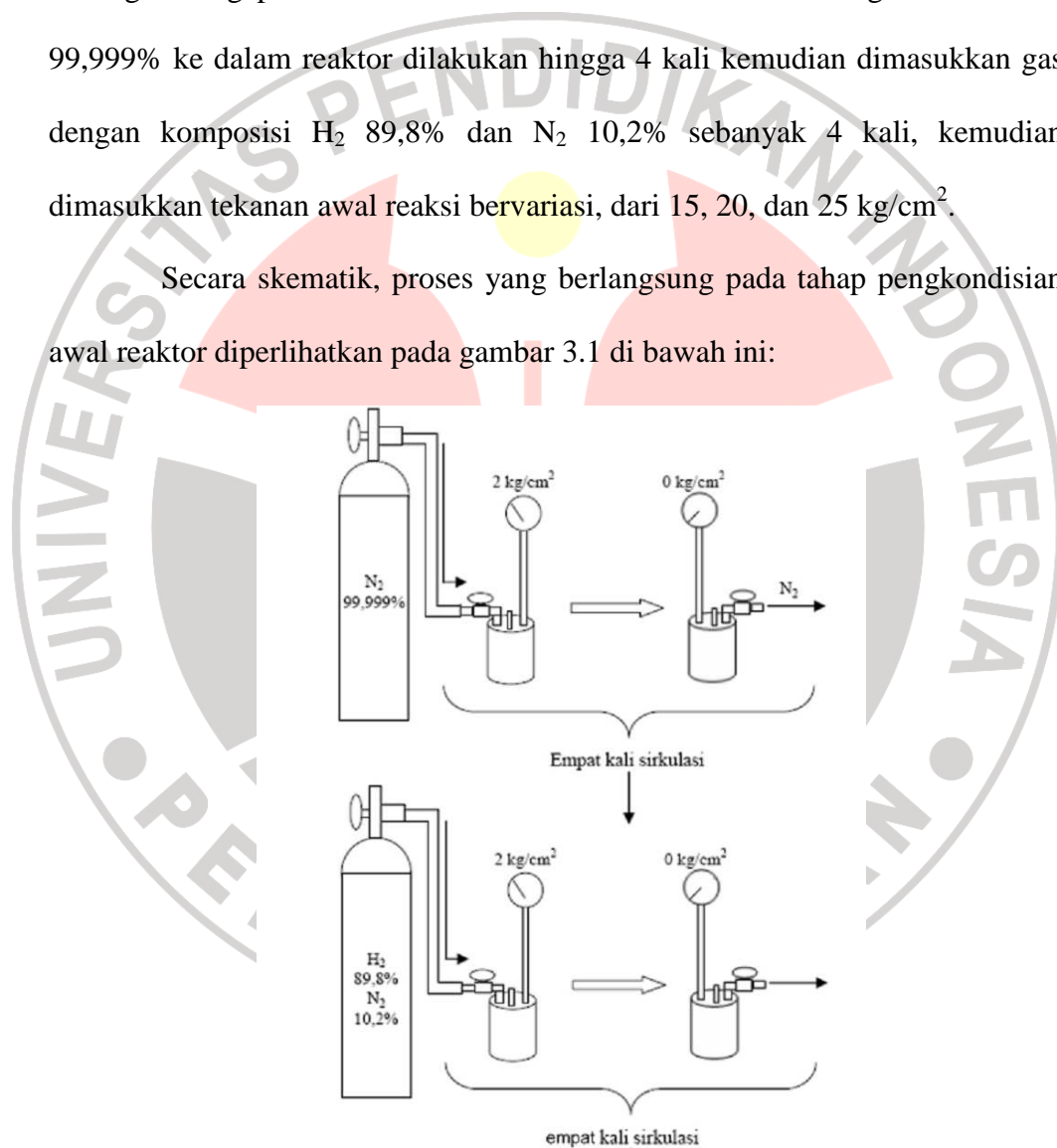
Perhitungan komposisi gas hidrogen dan nitrogen dalam reaktor diperlukan guna mengetahui berapa tekanan awal yang dibutuhkan dan berapa sirkulasinya sehingga tercapainya kondisi reaksi dapat diramalkan melalui keberadaan gas tersebut.

Berdasarkan hasil perhitungan yang dapat dilihat pada lampiran 3 dan 4, komposisi akhir gas di dalam reaktor dapat mencapai 89,05% hidrogen dan 10,95% nitrogen untuk tekanan awal 15 kg/cm^2 ; 89,25% hidrogen dan 10,75% nitrogen untuk tekanan awal 20 kg/cm^2 ; dan 89,36% hidrogen dan 10,64% nitrogen untuk tekanan awal 25 kg/cm^2 .

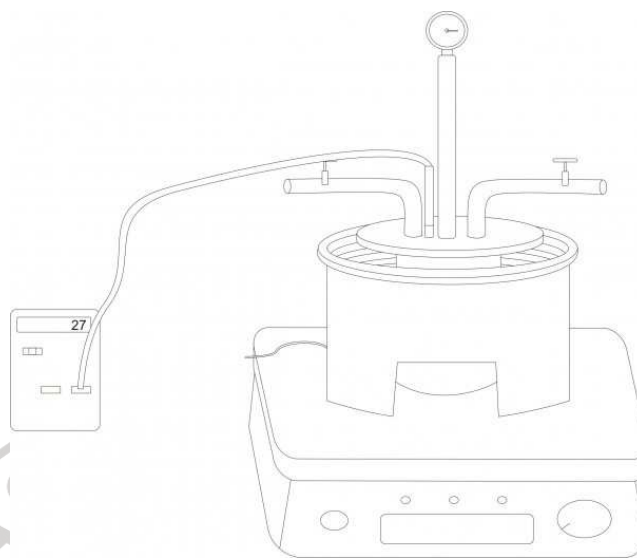
Tekanan minimum yang diperlukan untuk reaksi *hydrocracking* pada ketiga tipe kondisi dapat dilihat pada lampiran 5. Untuk *hydrocracking* minyak kelapa sawit (sampel minyak bimoli) sebagai minyak nabati yang digunakan pada penelitian ini sebanyak 50 gram dengan kandungan terbesarnya asam palmitat dan asam $\Delta 8$ -oktadekenoat, dibutuhkan tekanan minimum sebesar

53,347 kg/cm² untuk sampel dalam bentuk asam lemak bebasnya dan 155,212 kg/cm² untuk sampel dalam bentuk trigliserida yang masing-masing pada suhu reaksi 250⁰C dan 58,458 kg/cm² untuk sampel dalam bentuk asam lemak bebasnya dan 170,057 kg/cm² untuk sampel dalam bentuk trigliserida yang masing-masing pada suhu reaksi 300⁰C. Pemasukkan N₂ dengan kemurnian 99,999% ke dalam reaktor dilakukan hingga 4 kali kemudian dimasukkan gas dengan komposisi H₂ 89,8% dan N₂ 10,2% sebanyak 4 kali, kemudian dimasukkan tekanan awal reaksi bervariasi, dari 15, 20, dan 25 kg/cm².

Secara skematik, proses yang berlangsung pada tahap pengkondisian awal reaktor diperlihatkan pada gambar 3.1 di bawah ini:



Gambar 3.1 Skema pengkondisian awal reaktor

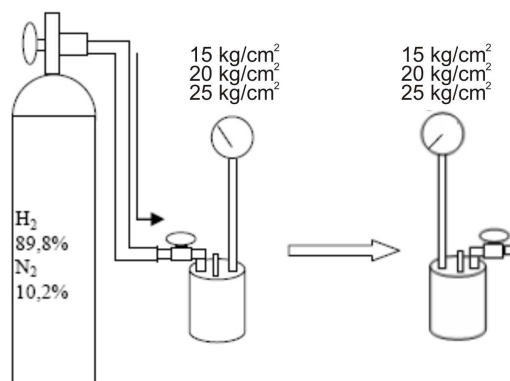


Gambar 3.2 Skema pengkondisian alat saat reaksi *hydrocracking*

Tahapan selanjutnya adalah pengkondisian reaktor untuk reaksi *hydrocracking*. Reaktor yang telah berisi gas hidrogen selanjutnya ditempatkan di atas *hot plate* ber-stirer dan *mantle heater* sebagai pemanasnya. Pemisahan tersebut dilakukan dengan maksud agar selain adanya pemanasan dari *mantle heater*, proses pengadukan sebagai penentu perubahan dapat berlangsung.

3.4.5. Uji Aktivitas Katalis PILC pada Reaksi *Hydrocracking*

Uji aktivitas katalis PILC dilakukan di dalam sebuah reaktor tipe *batch*, dengan menggunakan gas nitrogen dan hidrogen. Mula-mula dimasukkan katalis sebanyak 0,5 gram dan minyak kelapa sawit sebanyak 50 gram (1% katalis). Kemudian dimasukkan juga batang magnetik stirer 4 cm, kemudian ditutup hingga rapat sempurna.



Gambar 3.3 Skema pengisian tekanan awal

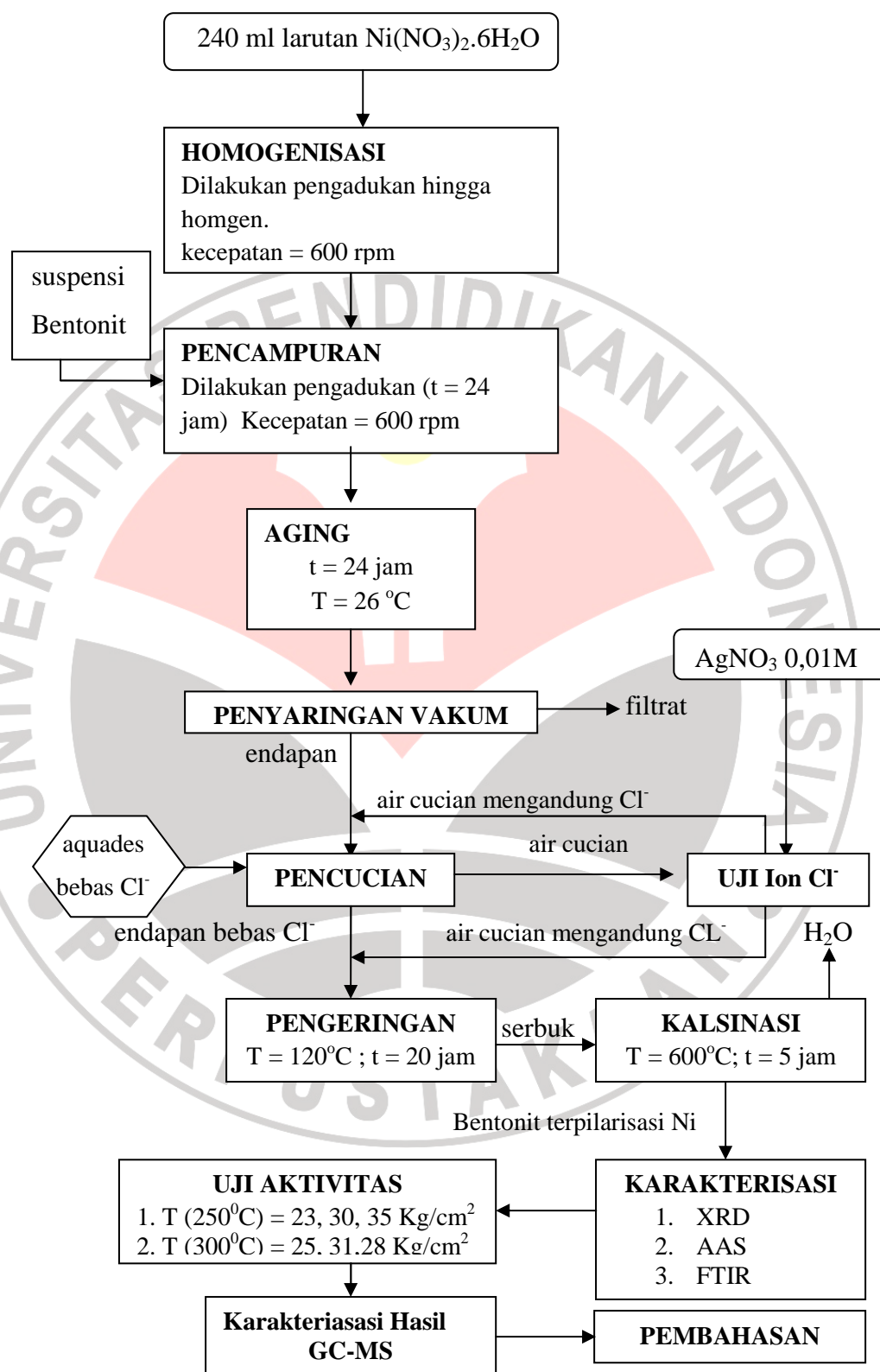
Reaktor di *flush* dengan mengalirkan gas N₂ sebanyak 4 kali siklus, dengan tekanan 2 kg/cm², kemudian di *flush* kembali dengan gas H₂ sebanyak 4 kali siklus dengan tekanan 2 kg/cm². Setelah yakin di dalam reaktor terdapat H₂ dengan tingkat kemurnian tinggi, reaktor diisi gas H₂ hingga tekanan tertentu selama 2 jam terhingga variabel yang diinginkan telah tercapai. Sesuai dengan variabel-variabel uji aktivitas katalis sebagai berikut:

Tabel 3.3 variabel uji aktivitas katalis PILC pada reaksi *hydrocracking*

No	Kondisi 1 (t = 250 ⁰ C)	Kondisi 2 (t = 300 ⁰ C)
1	P = 23 kg/cm ²	P = 25 kg/cm ²
2	P = 30 kg/cm ²	P = 31 kg/cm ²
3	P = 34 kg/cm ²	P = 28 kg/cm ²

Kemudian zat hasil reaksi disaring dan filtratnya di karakterisasi dengan menggunakan instrumentasi GC MS.

3.5 Bagan Alir Kerja



Gambar 3.4 Bagan Alir Kerja