

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Prinsip metoda penelitian yang dilakukan adalah preparasi katalis Cu-ZnO/Al₂O₃ secara ko-impregnasi kering. Selanjutnya katalis yang terbentuk dikarakterisasi. Karakterisasi katalis dilakukan dengan melakukan analisis komposisi kimia, analisis komponen mineral, uji fisisorpsi dan kemisorpsi.

Penelitian ini dilakukan di Lab. Preparasi/Karakterisasi Katalis Litbangtek Proses PPPTMGB “Lemigas”, Jl. Ciledug Raya Cipulir Jakarta Selatan

3.1. Peralatan Dan Bahan

3.1.1. Peralatan

- Penangas minyak (Heidolph WB 2000) dan pompa vakum
- *Surface Area Analyzer* NOVA 1000 Quantachrome
- Micromeritics Pulse Chemsorb 2705
- reaktor kwarsa dan *heater* (untuk kalsinasi)
- neraca analitik Mettler H 80 (max 160 g, d=0,1 mg)
- neraca analitik BOSCH Sae-200
- Perkin-Elmer 5000 *Atomic Absorption Spectrophotometer*
- Alat gelas
- difraktometer sinar-X Philips PW 1710 Based

3.1.2. Bahan-bahan

- $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ Merck p.a
- $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ Aldrich p.a
- Al_2O_3
- Aquadest
- HNO_3 Merck p.a
- HCl Merck p.a
- Gas O_2
- Gas N_2
- N_2 cair
- Gas CO
- Gas He
- Gas H_2
- Gas asetilen (C_2H_2)

3.2. Variabel Penelitian

Dalam penelitian ini variabel yang diambil adalah :

1. Variabel Yang Dikonstankan

Konsentrasi Cu (5% berat), berat penyangga Al_2O_3 (50 g), suhu N_2 cair (77,4 K), waktu kalsinasi, suhu kalsinasi, laju alir udara pada saat kalsinasi.

2. Variabel Bebas

Perbandingan mol Cu dan ZnO

3. Variabel Yang Dinilai (Parameter Penelitian)

Luas permukaan total, luas permukaan logam dan derajat dispersi logam.

3.3. Cara Kerja

3.3.1. Preparasi Katalis Cu-ZnO/Al₂O₃

Al₂O₃ padat (silinder) sebanyak 50 g dikeringkan dengan cara memvakumkan guna membuka pori-porinya pada suhu 200°C selama 1 jam lalu didinginkan. Al₂O₃ kemudian diimpregnasi dengan campuran larutan Zn(NO₃)₂·6H₂O dan Cu(NO₃)₂·3H₂O sebagai larutan senyawa prekursor katalis. Komposisi Cu yang digunakan adalah 5% berat, sementara variasi perbandingan mol Cu/ZnO = 1 / 0; 1 / 0,5; 1 / 1; dan 1 / 2. Katalis hasil impregnasi dikeringkan pada suhu 120°C selama ± 2 jam, selanjutnya dikalsinasi dengan mengalirkan gas O₂ (laju alir = 200 mL/menit) pada suhu 400°C selama 6 jam.

3.3.2. Analisis Komposisi Kimia

Analisis komposisi kimia dilakukan untuk mengetahui jumlah kandungan logam Cu dan Zn yang berhasil masuk ke penyangga, analisis dilakukan dengan menggunakan alat Perkin-Elmer 5000 *Atomic Absorption Spectrophotometer*. Sampel katalis yang sudah dikalsinasi sebanyak 0,3-0,5 g didestruksi dengan aqua regia. Analisis dengan AAS ini dilakukan pada λ Cu = 325,1 nm dan λ Zn = 211,7 nm. Gas bakar yang digunakan adalah udara-asetilen dengan perbandingan stoikiometrik.

3.3.3. Analisis Komponen Mineral

Pengujian sampel dengan metode XRD bertujuan untuk mengidentifikasi komponen mineral yang terkandung dalam katalis. Alat yang digunakan adalah difraktometer sinar-X Philip PW 1710 BASED, radiasi Cu K α ($\lambda=1,54060 \text{ \AA}$), kondisi pengoperasian pada 40 kV dan 37 mA.

Preparasi sampel dilakukan dengan membuat sampel katalis menjadi bentuk bubuk (*powder*).

3.3.4. Uji Fisisorpsi dan Kemisorpsi

3.3.4.1. Uji Fisisorpsi

Uji fisisorpsi dilakukan untuk mengukur luas permukaan total padatan. Analisis ini dilakukan dengan alat *surface area analyzer* NOVA 1000 Quantachrome; menggunakan persamaan BET [persamaan (2.1)]. Pengukuran dilakukan dengan mengalirkan gas N₂ pada temperatur nitrogen cair (77,4 K). Sebelumnya dilakukan *degassing* sampel pada 200^oC untuk menghilangkan uap air yang mungkin ada.

3.3.4.2. Uji Kemisorpsi

Uji kemisorpsi dilakukan untuk menentukan luas permukaan dan derajat dispersi satu komponen dari katalis yaitu logam Cu. Uji kemisorpsi CO non-

disosiasi pada suhu kamar dilakukan dengan alat Micromeritics Pulse Chemsorb 2705.

Katalis yang telah dikalsinasi direduksi terlebih dahulu dengan mengalirkan gas H_2 (laju alir=20 mL/menit, $T=350^{\circ}C$), katalis didinginkan sampai suhu kamar dengan mengalirkan gas He untuk mengusir dan membersihkan sisa gas H_2 yang ada (laju alir=30 mL/menit), selanjutnya gas CO sebanyak 0,093 mL diinjeksikan ke katalis dalam aliran He pada suhu kamar. Pengaliran sejumlah tertentu gas CO ini dilakukan berulang kali sampai didapat pembacaan yang konstan.

