

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Metoda Penelitian

Prinsip metoda penelitian yang dilakukan adalah modifikasi zeolit alam dan sintesis katalis hidrokraking dengan zeolit sebagai pengemban dan nikel sebagai logam aktif. Zeolit alam diaktivasi kemudian dimasukkan logam nikel dengan metoda ion exchange dan dilanjutkan proses perlakuan termal. Katalis yang terbentuk kemudian diuji kristalinitas dan keasaman total.

3.2. Variabel penelitian

Parameter yang dinilai adalah kristalinitas, keasaman total katalis. Adapun variabel yang dikendalikan adalah jenis dan massa zeolit, konsentrasi asam, konsentrasi amonia, jenis dan konsentrasi garam prekursor, pH, waktu sedangkan variabel berubah adalah temperatur reduksi.

3.3. Alat

Alat gelas, neraca analitis melter AT-400, furnace, reaktor kalsinasi dan Reduksi, X-ray diffractometer Philips type PW 3710 Bases, desikator vakum, Infra Red Spektrofotometer Buck Scientific Model 500.

3.4. Bahan

Zeolit alam Bayah Jawa Barat Indonesia, HCl (E. Merck), Ni(NO₃)₂.6H₂O (E. Merck), AgNO₃ (E. Merck), aquades, gas H₂ (PT. Samator), gas N₂ (PT. Samator), NH₃ 25 %.

3.5. Cara kerja

3.5.1. Perlakuan Asam pada Zeolit

Sebanyak 50 gram zeolit alam asal Bayah (ZA) dengan ukuran – 200 mesh dimasukkan kedalam labu bulat. Kemudian ditambahkan 300 ml HCl 6 N (1:1) dan dipanaskan pada temperatur 100 °C selama 3 jam. Setelah dingin, sampel disaring dan dicuci dengan aquades sampai tidak terdapat ion Cl⁻ dan diuji dengan larutan AgNO₃. Setelah bersih sampel dikeringkan pada temperatur 120 °C selama 3 jam dan dikalsinasi pada temperatur 450 °C selama 3 jam (Z).

3.5.2. Pemasukkan logam nikel dan Perlakuan Termal

Sebanyak 2,5 gram Ni(NO₃)₂.6H₂O (2 % berat) ditambahkan pada 25 gram zeolit aktif dalam 100 ml aquades. Sampel kemudian dipanaskan pada temperatur 100 °C selama 6 jam. Setelah dingin sampel (Ni-zeolit) dikeringkan pada temperatur 120 °C selama 3 jam. Menyiapkan sebuah kolom diisi dengan 20 gram Ni-Zeolit, kemudian dikalsinasi dengan aliran gas N₂ (100 cc/ menit) pada temperatur 450 °C selama 4 jam (Ni-ZK). Kemudian sampel direduksi dengan aliran gas H₂ (100 cc/ menit) pada temperatur (300, 350, 400, 450)°C selama 4 jam (Ni-ZR-300, NiZR-350, Ni-ZR-400, Ni-ZR-450).

3.5.3. Analisa

1. Difraksi sinar-X

Analisa dilakukan di laboratorium Mineralogi PPPTM Jalan Jendral Sudirman no.623 Bandung. Dengan spesifikasi alat diffractometer tipe PW3710 BASED, Anoda Cu, Tegangan 40 KV, arus 30 mA, $\alpha_1 = 1,54056 \text{ \AA}$, $\alpha_2 = 1,54439 \text{ \AA}$, rasio intensitas 0,500. Analisa difraktogram penentuan derajat degradasi modifikasi dan sintesis $2\theta = 5 - 60^\circ$.

2. Penentuan Keasaman Katalis Secara Kuantitatif

Sejumlah A gram sampel dimasukkan dalam desikator vakum. Kedalam desikator vakum dialirkan uap amonia (NH_3) dan didiamkan selama 24 jam. Setelah 24 jam desikator vakum dibuka dan dibiarkan dalam udara terbuka selama 4 jam. Kemudian sampel ditimbang (B). Keasaman total ditentukan melalui persamaan (4).

$$\text{Keasaman Total} = \frac{B - A}{A} \cdot \text{BM NH}_3 \quad (\text{mmol.gram}^{-1}) \quad \dots(4)$$

3. Penentuan Keasaman Secara Kualitatif

Sampel katalis dibuat pelet dengan KBr dengan cara menumbuk 2 % berat katalis dalam KBr, kemudian ditekan sehingga diperoleh pelet. Pelet yang terbentuk ditempatkan pada spektrometer infra merah model 500 (Laboratorium Kimia Fisik Universitas Diponegoro). Pengukuran dilakukan pada bilangan gelombang $1300 - 1700 \text{ cm}^{-1}$.