

B A B III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Metoda Penelitian

Proses preparasi katalis yang diamati dalam penelitian ini adalah sistem impregnasi secara bertahap, yaitu impregnasi I dengan larutan garam $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dan impregnasi II dengan larutan garam $\text{Co}(\text{NO}_3)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan target akhir yang diharapkan yaitu mendapatkan katalis $\text{Mo-Co}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan komposisi 15 % MoO_3 dan 4,2 % CoO . Percobaan preparasi ini terdiri dari tiga tahap, yaitu:

1. Penentuan konsentrasi optimum dari garam $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dan garam $\text{Co}(\text{NO}_3)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ untuk impregnasi sehingga diperoleh katalis dengan komposisi 15 % MoO_3 dan 4,2 % CoO .
2. Konsentrasi optimum yang diperoleh pada langkah 1, kemudian digunakan dalam preparasi katalis dengan sistem impregnasi bertahap yaitu impregnasi I dalam larutan garam $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dan impregnasi II dalam larutan garam $\text{Co}(\text{NO}_3)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dimana setiap tahap impregnasi diikuti dengan pengeringan dan kalsinasi. Pada tahap ini juga dilakukan variasi konsentrasi awal untuk mengetahui pengaruh konsentrasi terhadap nilai koefisien difusi dan kandungan logam pada hasil impregnasi.
3. Perhitungan nilai koefisien difusi sebagai pendekatan teoritis proses difusi yang terjadi selama impregnasi. Perhitungan ini menggunakan persamaan 13 yang dihitung dengan bantuan komputer program turbo pascal (lampiran 2).

Untuk melihat kinerja katalis Mo-Co/ γ -Al₂O₃, dalam penelitian ini dilakukan uji aktivitas katalis Mo-Co/ γ -Al₂O₃ dalam proses hidrodeshidrosulfurisasi kerosin yang mengandung sulfur dengan menggunakan alat *catetest unit*.

3.2. Peralatan dan Bahan

3.2.1. Peralatan

- AAS
- Neraca analitik
- Oven
- Furnace
- Pengaduk magnet
- Stirer
- Beaker glass 150 ml
- Pipet
- Karet penghisap
- Gelas ukur 25 ml
- Labu takar
- Cawan platina
- Catatest Unit (skema alat pada lampiran 3)



3.2.2. Bahan

- γ -Al₂O₃

Bentuk : pelet

Jari-jari pelet	: 0,001 meter
Bulk density	: 0,595 gram/mL
Volume pori	: 0,634 mL/gram
Radius pori	: 57,6724 Å

- $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ p.a
- $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ p.a
- Larutan standar Co 1000 ppm
- Larutan standar Mo 1000 ppm
- Umpan (kerosin)
- DMDS (dimetil disulfida)
- Hidrogen HP (PT. IGI)
- Katalis Mo-Co/ γ - Al_2O_3
- Kerosin yang ditambahkan dengan DMDS 1% (v/v)

3.3. Prosedur Penelitian

3.3.1. Preparasi Katalis

a. Impregnasi I dalam larutan garam Mo

1. γ - Al_2O_3 berbentuk pelet disiapkan dalam pinggan porselin, kemudian dipanaskan dalam furnace selama 2 jam pada suhu 120 °C, didinginkan dalam desikator.
2. Ditimbang 10 gram γ - Al_2O_3 yang telah aktif , lalu dimasukkan ke dalam pembungkus kasa dan diikat. Ini dibuat sebanyak 7 seri yang diberi kode M₁, M₂, M₃, M₄, M₅, M₆ dan M₇ masing-masing direndam dalam larutan garam $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ sesuai tabel berikut:

Tabel.1. Variasi konsentrasi garam $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$

Kode sampel	M ₁	M ₂	M ₃	M ₄	M ₅	M ₆	M ₇
Konsentrasi % (b/v)	0,90	1,81	3,62	7,25	14,10	14,20	29,02

Perendaman dilakukan selama 2 jam.

- Hasil perendaman diangkat dan didiamkan di udara terbuka selama ± 16 jam, selanjutnya dikeringkan pada suhu 120°C selama 2 jam, lalu dikalsinasi pada suhu 500°C selama 6 jam. Setelah selesai kalsinasi suhu diturunkan dan katalis diangkat kemudian didinginkan.
- Konsentrasi Mo dalam larutan awal dan dalam katalis hasil impregnasi dianalisis dengan AAS.

b. Impregnasi II dalam larutan garam Co

- $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ berbentuk pelet disiapkan dalam pinggan porselin, kemudian dipanaskan dalam furnace selama 2 jam pada suhu 120°C , didinginkan dalam desikator.
- Ditimbang 10 gram $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang telah aktif, lalu dimasukkan ke dalam pembungkus kasa dan diikat. Ini dibuat sebanyak 7 seri. Yang diberi kode C₁, C₂, C₃, C₄, C₅, C₆ dan C₇ masing-masing direndam dalam larutan garam $\text{Co}(\text{NO}_3)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan konsentrasi sesuai tabel berikut ini

Tabel.2. Variasi konsentrasi garam $\text{Co}(\text{NO}_3)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Kode sampel	C ₁	C ₂	C ₃	C ₄	C ₅	C ₆	C ₇
Konsentrasi % (b/v)	0,80	1,50	3,20	6,40	12,85	23,30	25,73

Perendaman dilakukan selama 2 jam.

3. Hasil perendaman diangkat dan didiamkan di udara terbuka selama ± 16 jam., selanjutnya dikeringkan pada suhu 120°C selama 2 jam, lalu dikalsinasi pada suhu 500°C selama 6 jam. Setelah selesai kalsinasi suhu diturunkan dan katalis diangkat kemudian didinginkan.
4. Konsentrasi Co dalam larutan awal dan dalam katalis hasil impregnasi dianalisis dengan AAS.

c. Impregnasi bertahap

1. γ - Al_2O_3 berbentuk pelet disiapkan dalam piringan porselin, kemudian dipanaskan dalam furnace selama 2 jam pada suhu 120°C , didinginkan dalam desikator.
2. Ditimbang 10 gram γ - Al_2O_3 yang telah aktif, lalu dimasukkan ke dalam pembungkus kasa dan diikat. Ini dibuat sebanyak 4 seri yang diberi kode MC_1 , MC_2 , MC_3 dan MC_4 . Masing-masing direndam dalam larutan garam $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dengan konsentrasi 14,20 % (w/v) sampai γ - Al_2O_3 tercelup seluruhnya. Perendaman ini dilakukan selama 2 jam.
3. Hasil perendaman diangkat dan didiamkan di udara terbuka selama ± 16 jam., selanjutnya dikeringkan pada suhu 120°C selama 2 jam, lalu dikalsinasi pada suhu 500°C selama 6 jam. Setelah selesai kalsinasi suhu diturunkan dan katalis diangkat dan didinginkan.
4. Hasil impregnasi I ini kemudian direndam dalam larutan garam $\text{Co}(\text{NO}_3)\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan konsentrasi 23,30 % (b/v) sampai tercelup seluruhnya. Perendaman ini dilakukan selama 2 jam

5. Hasil perendaman diangkat dan didiamkan di udara terbuka selama ± 16 jam., selanjutnya dikeringkan pada suhu 120°C selama 2 jam, lalu dikalsinasi pada suhu 500°C selama 6 jam.

d. Kalsinasi

Langkah-langkah dalam proses kalsinasi hasil impregnasi I dan II adalah sebagai berikut :

1. Katalis ditempatkan pada wadah yang lebar dan disusun sedemikian rupa sehingga menjadi satu lapis
2. Dimasukan ke dalam pemanas furnace kemudian pemanas dijalankan dengan kecepatan $25^{\circ}\text{C}/10$ menit sampai suhu 120°C dan dipertahankan selama 0,5 jam
3. Suhu pemanas dinaikan dengan kecepatan yang sama sampai suhu 200°C dan dipertahankan selama 1 jam. Demikian juga dilakukan sama sampai suhu 300°C , 400°C dan 500°C . Untuk suhu yang terakhir ini dipertahankan selama 2,5 jam.
4. Kalsinasi selesai sampai pada suhu 500°C .

e. Perhitungan nilai koefisien difusi

Pada penelitian ini pelet $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dianggap sebagai suatu unit silinder tak berhingga. Asumsi-asumsi yang digunakan dalam perhitungan nilai koefisien difusi ini antara lain:

1. Perubahan konsentrasi dipermukaan diabaikan
2. Tidak terjadi perubahan konsentrasi pada arah yang lain selain arah x (dalam hal ini arah jari-jari yang dilambangkan sebagai a)

3. Menggunakan persamaan 13 dihitung dengan program turbo pascal pada lampiran 2.

3.3.2. Uji Katalitik

a. Kondisi operasi

LHSV, Jam ⁻¹	: 4
H ₂ /HC, nm ³ /m ³	: 240
Volume Katalis, cc	: 80
P _{total} , Bar	: 40
Temperatur, °C	: Variabel 300, 330, 360

b. Cara Kerja

1. Reaktor diisi dengan katalis yang akan di uji, kemudian dipasang pada unit catatest.
2. Dilakukan test kebocoran dengan menahan tekanan reaktor P = 40 bar dan dibiarkan semalam. Apabila tidak terjadi kebocoran perlakuan dapat dilanjutkan.
3. Dilakukan pemanasan reaktor dan pengeringan katalis pada temperatur 100 °C, kemudian dinaikkan menjadi 150 °C
4. Hidrogen dialirkan ke unit dengan tekanan dan nisbah H₂/HC yang diinginkan.
5. Temperatur dinaikkan secara perlahan-lahan sampai 250 °C, kemudian kerosin DMDS dipompakan ke dalam unit untuk perlakuan sulfidasi.
6. Temperatur dinaikkan sampai 270 °C dan ditahan selama 5 jam. Selanjutnya kerosin-DMDS 1% diganti dengan umpan yang akan digunakan.

7. Setelah umpan masuk ke unit, temperatur dinaikkan sampai mencapai kondisi operasi. Pada kondisi ini unit catatest dioperasikan selama 3 jam.
8. Pengambilan sampel dilakukan selama satu jam \pm 320 cc produk.
9. Setiap pengambilan kondisi, pengambilan sampel dilakukan setelah 3 jam dari kondisi yang diinginkan dicapai.

c. Analisa hasil

Produk dari reaksi katalisis dianalisis kadar sulfurnya dengan metode ASTM D 1551.

