

### BAB III

#### METODOLOGI PENELITIAN

Prinsip metoda penelitian ini adalah preparasi katalis NiO-MoO<sub>3</sub>/γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dimana kandungan NiO 4 % dan kandungan MoO<sub>3</sub> 19,5 %, preparasi ini dilakukan dengan cara impregnasi basah dimana faktor yang akan ditinjau adalah pengaruh pH larutan garam prekursor Ni dan pengaruh konsentrasi kedua larutan garam prekursor. Katalis tersebut kemudian dikarakterisasi kandungan logamnya dengan AAS dan luas permukaan total katalis dengan uji fisisorpsi. Uji aktivitas katalis dilakukan dengan alat uji catatest dengan umpan LCGO (Light Cycle Gas Oil).

#### III.1. Peralatan dan Bahan

##### III.1.1. Peralatan

Peralatan yang digunakan adalah : alat gelas, neraca analitik Metter H 8, neraca analitik Bosch Sae-200, furnace 6000, oven, pH meter, cawan platina, tanur tinggi 1000 °C, AAS Perkin Elmer 5000, Micromeritic Surface Area Analyzer NOVA 1000 Quantachrome, unit catatest.

##### III.1.2. Bahan

Bahan yang digunakan adalah : Amonium hepta molibdat (NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>.4H<sub>2</sub>O merck p.a, nikel nitrat Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O merck p.a, gamma

alumina  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  (densitas 0,595 gr/cc, volume pori 0,634 cc/gr), aquadest, HCl 6N,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , gas  $\text{N}_2$ ,  $\text{N}_2$  cair, gas  $\text{H}_2$ , dimetildisulfida (DMDS), LCGO

### III.2. Variabel Penelitian

#### 1. Variabel yang dikonstantkan

Komposisi NiO dan  $\text{MoO}_3$ , berat penyangga, waktu impregnasi, suhu dan waktu pengeringan, suhu dan waktu kalsinasi, tekanan dan laju alir hidrogen pada uji aktivitas.

#### 2. Variabel bebas

pH larutan garam prekursor Ni, konsentrasi kedua larutan garam prekursor dan temperatur saat uji aktivitas.

#### 3. Variabel yang dinilai

Kandungan logam katalis, luas permukaan total katalis dan aktivitas hidrogenitrogenasi (HDN)

### III.3. Cara Kerja

#### III.3.1. Preparasi Katalis

##### \* Peperasi 1

- Sebanyak 10 gram alumina anhidrat yang telah dibungkus kasa direndam dalam larutan garam prekursor Mo 0,0967 M selama 2 jam, kemudian diangkat dan didiamkan satu malam, selanjutnya katalis dikeringkan pada suhu 120 °C selama 2 jam.

- Kemudian katalis direndam dalam larutan garam prekursor Ni 0,2677 M selama 2 jam, kemudian diangkat dan didiamkan satu malam, selanjutnya katalis dikeringkan pada suhu 120 °C selama 2 jam dan dikalsinasi pada suhu 500 °C selama 6 jam.

-Prosedur di atas adalah seri Mo<sub>1</sub>-Ni<sub>2</sub> (*katalis K.1.1*), berikutnya dilakukan preparasi yang sama seperti di atas untuk seri Ni<sub>1</sub>-Mo<sub>2</sub> (*katalis K.1.2*)

#### \* Peparasi 2

- Sebanyak 10 gram alumina anhidrat yang telah dibungkus kasa direndam dalam larutan garam prekursor Mo 0,0967 M selama 2 jam, kemudian diangkat dan didiamkan satu malam, selanjutnya katalis dikeringkan pada suhu 120 °C selama 2 jam.

- Setelah itu katalis tersebut direndam dalam larutan garam prekursor Ni yang mempunyai pH = 10 (kondisi ini dibuat dengan cara menambahkan NH<sub>4</sub>OH 25 % ke dalam larutan garam prekursor Ni 0,2677 M sampai didapatkan pH = 10) selama 2 jam, kemudian diangkat dan didiamkan satu malam, selanjutnya katalis dikeringkan pada suhu 120 °C selama 2 jam dan dikalsinasi pada suhu 500 °C selama 6 jam.

-Prosedur di atas adalah seri Mo<sub>1</sub>-Ni<sub>2</sub> (*katalis K.2.1*), selanjutnya dilakukan preparasi yang sama seperti di atas untuk seri Ni<sub>1</sub>-Mo<sub>2</sub> (*katalis K.2.2*)

#### \* Peparasi 3

- Sebanyak 10 gram alumina anhidrat yang telah dibungkus kasa direndam dalam larutan garam prekursor Mo 0,2031 M selama 2 jam, kemudian

diangkat dan didiamkan selama satu malam, selanjutnya katalis

dikeringkan pada suhu 120 °C selama 2 jam.

- Setelah itu katalis direndam dalam larutan garam prekursor Ni 0,6800 M selama 2 jam, kemudian diangkat dan didiamkan satu malam, selanjutnya katalis dikeringkan pada suhu 120 °C selama 2 jam dan dikalsinasi pada suhu 500 °C selama 6 jam.
- Prosedur di atas adalah seri Mo<sub>1</sub>-Ni<sub>2</sub> (*katalis K.3.1*)

Tabel 1. Kondisi Preparasi Katalis

Kondisi	Preparasi 1	Preparasi 2	Preparasi 3
Prosedur	- Mo <sub>1</sub> -Ni <sub>2</sub> - Ni <sub>1</sub> -Mo <sub>2</sub>	- Mo <sub>1</sub> -Ni <sub>2</sub> - Ni <sub>1</sub> -Mo <sub>2</sub>	- Mo <sub>1</sub> -Ni <sub>2</sub>
Konsentrasi garam Mo	0,0967 M	0,0967 M	0,2031 M
Konsentrasi garam Ni	0,2677 M	0,2677 M	0,6800 M
pH larutan garam Ni	netral	10	netral

### III.3.2. Analisa AAS

Katalis dihaluskan sampai terbentuk powder, powder tersebut ditimbang sebanyak 0,1 gram dan dimasukkan ke dalam cawan platina, kemudian ditambahkan sedikit Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>. Sampel didekstruksi pada suhu 900 °C selama ± 30 menit. Dipakai larutan HCl 6 N untuk membilas kemudian diencerkan dengan aquadest dan selanjutnya kandungan logam dianalisa dengan AAS. Untuk analisa Ni menggunakan panjang gelombang  $\lambda = 232$  nm dengan gas bakar udara-

asetilen, sedangkan Mo dianalisa pada panjang gelombang  $\lambda = 313,3$  nm dengan gas bakar nitrogen oksida-asetilen.

### III.3.3. Uji Fisisorpsi

Uji fisisorpsi dilakukan untuk mengukur luas permukaan total katalis. Analisa ini dilakukan dengan alat Micromeritic Surface Area Analyzer dengan menggunakan persamaan BET. Mula-mula 0,5 gram sampel didegassing dengan mengalirkan gas nitrogen pada temperatur  $\pm 100$  °C selama 40 menit, kemudian sampel direndam dalam ice bath. Tahap adsorpsi dan analisa dilakukan dengan cara merendam sampel dalam nitrogen cair. Berat akhir sampel ditimbang kembali (berat ini dipakai dalam perhitungan akhir).

### II.3.4. Uji Aktivitas Katalis

Uji aktivitas katalis memakai umpan LCGO yang mempunyai kandungan nitrogen 0,0474 %. Kandungan nitrogen dianalisa dengan metode Kjeldhal sedangkan uji aktivitas menggunakan unit catatest (skema unit catatest terdapat pada lampiran 7) dengan kondisi operasi sebagai berikut :

- LHSV = 4 jam<sup>-1</sup>
- Volume katalis = 80 cc
- H<sub>2</sub> / HC = 210 nm<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>
- Temperatur = 300, 330, 360 °C
- Tekanan = 40 bar

### Prosedur Pengujian

- Reaktor diberi tekanan 40 bar dengan mengalirkan gas H<sub>2</sub>, kemudian suhu reaktor dinaikan dengan kecepatan 25 °C / setengah jam sampai didapatkan suhu 270 °C, pada suhu ini umpan yang telah diberi DMDS 4 % diinjeksikan ke dalam reaktor.
- Suhu reaktor dinaikan dengan kecepatan 30 °C / jam sampai suhu 300 °C, dimasukan umpan yang tidak mengandung DMDS dan dipertahankan selama 7 jam, pada 4 jam terakhir produk cairnya diambil
- Suhu reaktor dinaikan dengan kecepatan 30 °C / jam sampai suhu 330 °C dan dipertahankan selama 4 jam dan pada 2 jam terakhir produk cairnya diambil, hal yang sama juga dilakukan untuk suhu 360 °C.

