

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Preparasi katalis Cu-zeolit dilakukan dengan cara impregnasi basah, di mana faktor yang ditinjau adalah pengaruh waktu pengadukan/impregnasi larutan garam prekursor dan pengaruh bentuk fisik penyangga yang diimpregnasi. Katalis tersebut kemudian dikarakterisasi kadar logamnya dengan AAS dan sifat adsorpsi terhadap hidrokarbon ringan (LPG) dengan spektroskopi IR.

3.1. Peralatan dan Bahan

3.1.1. Peralatan :

Peralatan yang digunakan :

Refluk, orbital shaker TS-330, neraca analitis, *furnace*, Oven, oven vakum, teflon, ayakan 80 mesh, spektroskopi IR Shimadzu FTIR-8201 pc, AAS Perkin Elmer 5000, pompa vakum, cetakan pelet, erlenmeyer, pengaduk magnetik, dan corong gelas.

3.1.2. Bahan :

Bahan yang digunakan :

Zeolit alam kering, larutan HCl 6N, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, aquadest, AgNO_3 , dekstrin, hidrokarbon ringan (LPG), air raja/aqua regia, HF 1%, O_2 (g), dan N_2 (g).

3.2. Variabel Penelitian

1). Variabel tetap

- Jenis, ukuran, dan massa zeolit
- Waktu dan temperatur kalsinasi
- Tekanan dan laju alir gas nitrogen dan oksigen
- Konsentrasi garam prekursor

2). Variabel berubah

- Waktu pengadukan/impregnasi
- Suhu uji aktivitas katalis
- Bentuk fisik penyangga saat impregnasi

3). Variabel yang dinilai

- Kadar logam katalis

3.3. Cara Kerja

3.3.1. Preparasi Katalis Cu-zeolit

Zeolit alam diperoleh dari lereng gunung Merapi, Yogyakarta. Zeolit alam yang telah kering ditumbuk sampai halus dan diayak menggunakan ayakan ukuran 80 mesh di Fakultas Teknik UNDIP.

Zeolit alam 80 mesh dikeringkan dengan oven pada temperatur 110 °C selama 3 jam sehingga diperoleh zeolit yang terbebas dari air. Zeolit tersebut dimasukkan ke dalam labu bulat dan ditambahkan larutan HCl 6 N kemudian dipanaskan dengan temperatur 90 °C selama 3 jam. Zeolit hasil perlakuan asam didinginkan, disaring, dan dicuci dengan aquadest sampai zeolit tersebut tidak

mengandung ion Cl^- , hal ini diuji dengan larutan AgNO_3 . setelah bersih, sampel dikeringkan pada temperatur 110°C selama 3 jam. Sampel dibagi menjadi dua, sampel pertama ditambahkan dekstrin (1% berat zeolit) selanjutnya dimasukkan dalam cetakan pelet dan dipompa vakum. Sampel pelet difurnace pada temperatur 500°C selama 5 jam sehingga berwarna merah bata. Sampel pelet dimasukkan dalam 25 ml larutan $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (5% berat zeolit) dan diaduk dengan pengaduk magnetik variasi waktu 5 jam (M1), 10 jam (M2), dan 15 jam (M3). Selanjutnya sampel pelet dikalsinasi 500°C selama 3 jam. Sampel kedua, ditambahkan 25 ml $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (5% berat zeolit) kemudian diaduk dengan pengaduk *orbital shaker* dengan kecepatan 150 rpm variasi waktu pengadukan 5 jam (B1), 10 jam (B2), 15 jam (B3). Sampel dikeringkan pada temperatur 110°C selama 3 jam dan ditambahkan dekstrin (1% berat zeolit) kemudian dimasukkan dalam cetakan pelet dan dipompa vakum, sampel pelet selanjutnya dikalsinasi pada temperatur 500°C selama 3 jam.

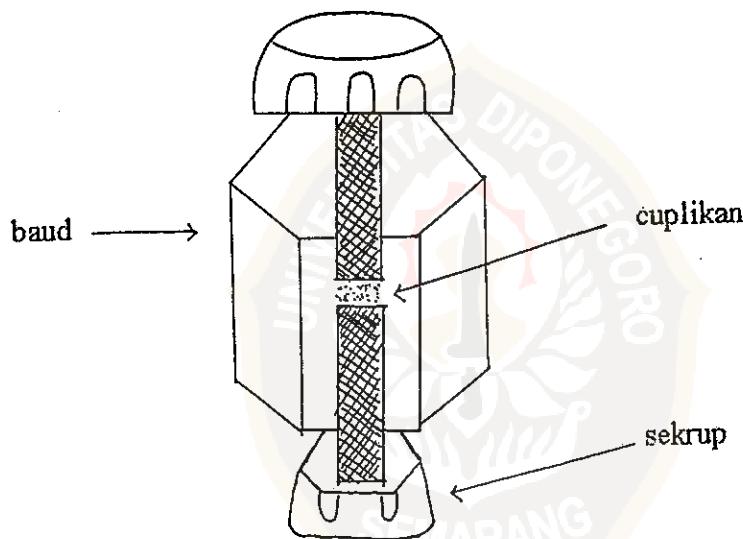
3.3.2. Analisa AAS

Pelet katalis Cu-zeolit berdiamater 1 cm dengan tinggi 0,5 cm diambil seluruh permukaan luarnya menggunakan pisau kira-kira sedalam 1 mm. Katalis dihaluskan sampai berbentuk bubuk. Bubuk tersebut ditimbang sebanyak 1 g dan dimasukkan dalam cawan teflon, ditambahkan larutan aqua regia dan dipanaskan sampai semua larut Untuk menyempurnakan kelarutan ditambahkan 3 tetes HF 1%. Larutan diencerkan didalam gelas ukur 25 ml sampai tanda batas kemudian dianalisa kadar logamnya dengan AAS. Untuk analisa Cu digunakan

panjang gelombang $\lambda = 325$ nm dengan gas bakar nitrogen oksida-asetilen. Analisa AAS dilakukan di laboratorium Instrumental Badan Vulkanologi Nasional Yogyakarta.

3.3.3. Analisa spektroskopi IR

Cuplikan padatan katalis digerus dalam mortal kecil bersama KBr kering dalam jumlah 0,5 – 2 mg cuplikan dan 100 g KBr kering. Campuran tersebut dipres di antara dua sekrup memakai kunci.



Gambar 3. Pembuat tablet cuplikan.

Kemudian sekrup dibuka dan band yang berisi tablet cuplikan tipis diletakkan di tempat sel spektroskopi infra merah dengan lubang mengarah ke sumber energi.

Spektra infra merah Cu-zeolit sebelum dan sesudah uji aktivitas terhadap hidrokarbon ringan pada temperatur 28 °C dan 200 °C diperoleh dengan

menggunakan alat spektroskopi infra merah jenis FTIR Shimadzu yang dilakukan di laboratorium instrumental Jurusan Kimia UNDIP Semarang dan UGM Yogyakarta.

Frekuensi yang diamati berkisar antara $400-4000\text{ cm}^{-1}$. adapun parameter pengukuran adalah mode pengukuran (% T) dengan resolusi 6 cm^{-1} .

3.3.4. Uji Aktivitas

Uji aktivitas katalis memakai hidrokarbon ringan (LPG) sebagai adsorbat yang mengandung propana dan isobutana. Untuk mengetahui sifat adsorpsi hidrokarbon ringan pada katalis Cu-zeolit digunakan spektroskopi IR.

Dengan kondisi operasi :

Temperatur = $28\text{ }^{\circ}\text{C}$ dan $200\text{ }^{\circ}\text{C}$

Waktu pengadsorpsian = 15 jam

Berat katalis = 5 g

Prosedur pengujian terhadap hidrokarbon ringan

Langkah 1. Reaktor oven vakum dihampakan yang di dalamnya sudah terdapat katalis Cu-zeolit, kemudian dialiri gas hidrokarbon ringan selama 5 menit. Dibiarkan pada temperatur kamar $28\text{ }^{\circ}\text{C}$ selama 5 jam, kemudian katalis Cu-zeolit dianalisa dengan spektroskopi IR.

Langkah 2. Reaktor oven vakum dihampakan yang di dalamnya sudah terdapat katalis Cu-zeolit, kemudian dialiri gas hidrokarbon ringan selama 5 menit. Temperatur reaktor oven vakum dinaikkan sampai $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ dan dipertahankan selama 5 jam, kemudian katalis Cu-zeolit dianalisa dengan spektroskopi IR.