

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Katalis Mo-Ni/ γ -Al₂O₃ dari beberapa sampel dilakukan impregnasi, dengan perlakuan yang berbeda. Perbedaan perlakuan impregnasi berdasar berat jenis dan volume pori penyangga. Dari masing – masing sampel katalis tersebut setelah perlakuan impregnasi mempunyai kandungan logam yang berbeda. Selanjutnya sampel katalis ditentukan efisiensi dan akurasi logam yang masuk pada katalis penyangga, dimana logam yang diharapkan terdapat pada penyangga adalah 8% (b/b) untuk Mo dan 3% (b/b) untuk Ni terhadap penyangga. Kemudian luas permukaannya dari sampel katalis tersebut ditentukan dengan menggunakan alat micromeritic surface area analyzer.

3.1. Variabel Penelitian

Dalam penelitian ini variabel yang diambil adalah :

1. Variabel tetap : Volume larutan, Berat katalis , Suhu dan Waktu
2. Variabel berubah : kandungan logam tiap sampel katalis

3.2. Alat yang digunakan :

1. Micromeritic surface area analyzer
2. AAS
3. Furnace

4. Oven

5. Neraca analitik Metler H8

6. Alat gelas : labu bulat, gelas arloji, lumpang porselin, gelas ukur, pipet tetes, erlenmeyer, pengaduk dan termometer.

3.3. Bahan yang digunakan :

1. γ - Al_2O_3 (katalis penyangga)
2. Garam $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (Merck 1182)
3. Garam $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Merck 6743)
4. aquadest

3.4. Cara Kerja

Perlakuan sampel pada penelitian ini meliputi tata cara impregnasi logam kedalam penyangga berdasar berat jenis dan volume pori, langkah - langkah pengeringan dan kalsinasi dengan berbagai variabel operasi.

3.4.1. Impregnasi

a. Impregnasi berdasar berat jenis penyangga

1. Memanaskan γ - Al_2O_3 pada suhu 120°C selama ± 1 jam kemudian didinginkan sampai suhu kamar dan ditimbang untuk lima sampel dengan berat setiap sampel ± 10 gram. Agar diperoleh komposisi logam Ni dan Mo

masing – masing 3% dan 8 % berat dalam penyangga katalis, maka diperlukan logam Ni = 0,3 gram dan logam Mo = 0,8 gram .

2. Melarutkan garam $(\text{NH}_4)_2\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ seberat 7,3598 gram kedalam aquadest hingga volume larutan tersebut tepat 100 mL, konsentrasi larutan ditentukan dengan AAS.
3. Membagi larutan garam $(\text{NH}_4)_2\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ masing-masing 20 mL kemudian sampel $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan berat ± 10 gram ditambahkan kedalam masing-masing larutan garam tersebut, sehingga $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ terendam.
4. Merendam sampel $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ kedalam larutan garam $(\text{NH}_4)_2\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ selama 2 jam, kemudian ditiriskan semalam. Konsentrasi larutan setelah $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ditiriskan semalam ditentukan dengan AAS.
5. Melakukan kalsinasi terhadap sampel katalis sampai suhu 600°C selama 6 jam, setelah temperatur sampel berada pada suhu kamar sampel tersebut ditimbang.
6. Melarutkan garam $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ kedalam aquadest sehingga volume larutan tepat 100 mL, konsentrasi larutan ditentukan dengan AAS.
7. Membagi larutan garam $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ masing-masing 20 mL kemudian sampel katalis dimasukkan kedalam larutan garam tersebut selama dua jam dan selanjutnya ditiriskan semalam, konsentrasi larutan setelah penirisan semalam ditentukan dengan AAS.

8. Melakukan kalsinasi terhadap sampel katalis selama 6 jam sampai suhu 500°C dan setelah temperatur sampel berada pada suhu kamar sampel tersebut ditimbang.

b. Impregnasi berdasar Volume pori penyangga

Impregnasi basah besar volume pori berbeda dengan impregnasi basah berdasar berat jenis penyangga. Perbedaannya hanya pada jumlah logam yang dilarutkan dan volume larutannya.

1. Menimbang garam logam $(\text{NH}_4)\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ seberat 25,1 gram kemudian dilarutkan kedalam aquadest sehingga diperoleh volume larutan tepat 100 mL dan dilanjutkan dengan memasukkan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ kedalam larutan tersebut dan direndam selama ± 2 jam.
2. Melakukan prosedur seperti pada impregnasi basah berdasar berat jenis pada point 4, 5, dan 6.
3. Menimbang garam $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ seberat 19,5 gram dan dilanjutkan dengan memasukkan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ kedalam larutan tersebut dan direndam selama ± 2 jam.
4. Melakukan prosedur seperti pada impregnasi basah berdasar berat jenis pada point 4, 5, dan 6.

3.4.2. Penentuan efisiensi dan akurasi logam yang terdapat pada penyangga

a. Penentuan efisiensi logam yang terdapat pada penyangga

3.4.2. Penentuan efisiensi dan akurasi logam yang terdapat pada penyangga

a. Penentuan efisiensi logam yang terdapat pada penyangga

Sampel katalis dengan kandungan logam yang berbeda ditentukan efisiensinya dengan cara membandingkan antara logam yang terdapat pada penyangga dengan logam yang terdapat pada larutan garam logam mula-mula (sebelum perlakuan impregnasi)

b. Penentuan akurasi logam yang terdapat pada penyangga

Sampel katalis dengan kandungan logam yang berbeda ditentukan akurasinya dengan cara membandingkan antara logam yang terdapat pada penyangga dengan logam yang dikehendaki pada penyangga.

3.4.3. Penentuan luas permukaan katalis

Penentuan luas permukaan katalis dengan menggunakan alat micromeritic surface area analyzer, dimana prinsip dari alat ini berdasar modifikasi persamaan BET.