

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Variabel Penelitian

Variabel yang dikonstantakan adalah temperatur umpan dan jenis katalis. Variabel yang berubah adalah perlakuan pirolisis, yaitu pirolisis tanpa katalis dan pirolisis dengan katalis. Variabel yang dinilai adalah hasil pirolisis.

3.2 Peralatan dan Bahan-bahan

3.2.1 Peralatan

Peralatan yang digunakan adalah peralatan gelas standar penelitian, satu set alat refluk, satu set alat pirolisis, satu set pemanas, desikator vakum, Spektrofotometer IR tipe Shimadzu FTIR 8201 PC, GC Hewlett Pacard 5890 Series II, GC-MS Shimadzu QP 5000, dan Spektrofotometer Serapan Atom.

3.2.2 Bahan-bahan

Bahan-bahan yang digunakan adalah sampah kantong plastik, zeolit alam dari Wonosari, akuades, larutan HF 1 %; HCl 6 N; NH₄Cl 0,1 M; dan NH₃ pa.

3.3 Cara Kerja

3.3.1 Pemilihan Plastik

Sampel plastik yang digunakan adalah sampah plastik yang terbuat dari polietilena. Beberapa jenis plastik ditusuk dengan besi panas, bila melunak berarti termoplas, bila tetap keras berarti termoset. Plastik yang melunak kemudian dicelupkan dalam air, bila mengapung berarti poliolefin, bila tenggelam berarti bukan. Plastik yang mengapung kemudian dibakar ujungnya, bila nyala biru

dengan ujung warna kuning berarti mengandung polietilena atau polipropilena, apabila baunya seperti parafin dan terbakar cepat, jelas mengandung polietilena. Plastik yang telah dipilih kemudian dianalisa dengan Spektroskopi Infra Merah.

3.3.2 Pembuatan Katalis

A. Persiapan Sampel Zeolit

Zeolit alam Wonosari dicuci dengan akuades untuk menghilangkan pengotor yang larut dalam air dan setelah air hasil pencucian cukup jernih selanjutnya dilakukan pengeringan. Butiran zeolit yang telah kering digerus untuk mendapatkan serbuk halus dan kemudian diayak dengan ayakan 125 μm .

B. Aktivasi

Tahap aktivasi dilakukan dengan merendam bubuk zeolit dalam larutan HF 1 % dengan perbandingan 1: 2 selama 10 menit di dalam suatu wadah plastik, kemudian disaring dan dicuci dengan akuades. Pencucian dihentikan setelah diperoleh pH air sama dengan 6. Berikutnya zeolit dikeringkan untuk menghilangkan air sisa pencucian.

Sampel kemudian direfluk dengan HCl 6 N selama 30 menit pada temperatur 90°C. Setelah itu dibiarkan semalaman, baru kemudian disaring dan dicuci dengan akuades sampai pH-nya kembali sama dengan 6. Langkah berikutnya adalah pengeringan dalam oven pada temperatur 130 °C selama satu jam untuk menghilangkan air.

Hasilnya kemudian direndam dalam NH_4Cl 0,1 M dengan perbandingan volume 1 : 2 dan dipanaskan pada temperatur 90 °C selama 30 menit perhari

selama satu minggu. Sampel disaring dan dicuci dengan akuades sampai pH-nya sama dengan 6, kemudian dikeringkan pada temperatur 120 – 130 °C.

Kalsinasi dilakukan pada temperatur 300 °C selama 4 jam dan dilanjutkan dengan proses hidrotermal pada temperatur 300 °C selama 4 jam. Hasilnya adalah katalis zeolit alam.

3.3.3 Analisa Kimia Katalis Zeolit Alam Asam

A. Analisa Keasaman

Untuk mengetahui keasaman katalis dilakukan analisis keasaman dengan menggunakan metoda adsorpsi basa yaitu dengan mengukur banyaknya gas amonia yang dapat diadsorpsi oleh sampel. Mula-mula ditimbang berat krus porselin kosong dan dinyatakan sebagai W_0 . Sampel zeolit sebanyak 0,5 gram dimasukkan dalam krus porselin, dipanaskan selama 2 jam pada temperatur 120 °C dan didinginkan dalam desikator. Sampel dan krus porselin ditimbang sebagai W_1 sebelum dimasukkan dalam desikator dan dialiri gas NH_3 yang berasal dari NH_4OH yang dipanaskan. Pengaliran gas NH_3 dilakukan sampai terlihat adanya uap dalam desikator, kemudian dibiarkan selama 24 jam. Sebelum dilakukan penimbangan, sampel diangin-anginkan selama 15 menit dan setelah diperoleh berat tetap disebut sebagai W_2 . Jumlah asam dapat dihitung dengan rumus:

$$\text{Jumlah asam} = [(W_2 - W_1)/(W_1 - W_0)] \times \text{BM } NH_3$$

C. Analisa SiO_2 dan Al_2O_3

Rasio Si / Al ditentukan dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom, yang dilakukan di Badan Penelitian dan Pengembangan Energi dan Sumber

Daya Mineral, Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Mineral dan Batubara, Bandung. Data yang didapat berupa banyaknya kandungan SiO_2 dan AlO_3 , dengan perhitungan dapat diperoleh besarnya rasio Si / Al.

3.3.4 Pirolisis Sampel

A. Pirolisis non katalitik

Sampel Plastik polietilena 76 gram ditempatkan dalam reaktor tertutup kemudian dipanaskan pada suhu $210\text{ }^\circ\text{C}$. Kondisi atmosfer inert dibuat dengan mengalirkan gas N_2 ke dalam reaktor. Gas hasil pirolisis dari reaktor dikondensasikan dalam pendingin es dan garam pada suhu $0\text{ }^\circ\text{C}$. Proses Pirolisis dihentikan hingga produk pirolisis tidak keluar lagi.

B. Pirolisis katalitik

Pirolisis katalitik dilakukan sama seperti pirolisis non katalitik dengan adanya penambahan perlakuan, yaitu dengan menempatkan katalis zeolit alam dalam reaktor pirolisis pada kondisi yang sama dengan pirolisis non katalitik (pemanasan $210\text{ }^\circ\text{C}$ dan pendinginan $0\text{ }^\circ\text{C}$).

3.3.5 Analisa Hasil Pirolisis

Produk pirolisis baik non katalitik maupun katalitik dipisahkan dengan Kromatografi Gas kemudian dianalisa dengan Spektrometer Massa dan Spektrofotometer FTIR. Analisa dilakukan di Laboratorium Analisa Kimia Organik, Jurusan Kimia, F MIPA Universitas Gajah Mada, Yogyakarta.