

BAB III

METODE PENELITIAN

Penelitian ini terbagi dalam tiga tahap yaitu pembuatan penyangga $\text{TiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$, pembuatan katalis $\text{Ni/TiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$, karakterisasi dan uji aktivitas katalis. Pada pembuatan katalis ini terbagi lagi dalam beberapa tahap yaitu pembuatan penyangga, impregnasi, kalsinasi dan reduksi. Pada pembuatan penyangga, gel dibuat dengan metode sol gel dari bahan baku metal alkoksida lalu gel yang dihasilkan dikeringkan di oven. Pelapisan logam aktif pada penyangga dilakukan dengan metode impregnasi basah. Kalsinasi dilakukan untuk mengoksidasi nikel nitrat heksahidrat menjadi NiO . Pengaktifan dilakukan dengan cara mereduksi NiO menjadi Ni . Karakterisasi pada katalis meliputi TG-DTA, XRD, EDX, dan metode adsorpsi gas nitrogen. Uji aktivitas katalis dilakukan untuk menguji kinerja katalis hasil preparasi terhadap kemampuannya dalam menghidrogenasi minyak sawit.

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Katalis, Balai Teknologi Proses dan Katalisis, Pusat Penelitian Kimia, PUSPIPTEK Serpong.

3.1 PERALATAN DAN BAHAN

3.1.1 Peralatan

Alat-alat gelas, stirer/hotplate SM 26 Stuart Scientific, XRD Xpert Philips, quantasorb/quantachrome USA, Seiko (Exstar 6000) TG/DTA 6200,, reaktor *batch* bervolume 200 ml Vinci Technologies, tube furnace 21100 Thermolyne.

3.1.2 Bahan

Aquades, titanium tetra-n-propoksida [$\text{Ti}(\text{OC}_3\text{H}_7^n)_4$], aluminium sec-butoksida [$\text{Al}(\text{OC}_4\text{H}_9^{\text{sec}})_3$], asam nitrat p.a, nikel nitrat heksahidrat [$\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$], 1-propanol p.a, gas nitrogen, gas helium UHP, gas hidrogen UHP, nitrogen cair, campuran gas helium dalam nitrogen, minyak goreng pasar, larutan kalium iodida, larutan karbon tetra klorida, larutan natrium tiosulfat.

3.2 VARIABEL

3.2.1 Variabel yang dikendalikan

- Konsentrasi titanium tetra-n-propoksida
- Konsentrasi aluminium sec butoksida
- Volume aquades
- Konsentrasi n-propanol
- Konsentrasi asam nitrat
- Suhu kalsinasi
- Laju alir gas pada kalsinasi, reduksi dan uji aktivitas

3.2.2 Variabel bebas

- Konsentrasi Ni (10%, 15%, 20%)
- Waktu sampling reaksi hidrogenasi

3.2.3 Variabel yang dinilai

- Perubahan panas dan berat
- Luas permukaan
- Komponen katalis
- Bilangan iodium

3.3 CARA KERJA

3.3.1 Preparasi penyangga $\text{TiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ ($\text{TiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 0,2/0,8$)

1. Aluminium sec-butoksida dilarutkan dalam n-propanol yang telah dipanaskan pada suhu $65\text{ }^\circ\text{C}$ dan diaduk secara kontinyu selama 1 jam sehingga terjadi pelarutan sempurna lalu didinginkan sampai suhu kamar.
2. Titanium tetra-n-propoksida dalam n-propanol ditambahkan ke dalam larutan aluminium sec-butoksida dan diaduk selama 1 jam. Campuran dari n-propanol, aquades, dan asam nitrat ditambahkan tetes demi tetes dengan perbandingan 12 : 2 : 0,06. Campuran diaduk terus menerus sehingga terbentuk gel. Gel yang terbentuk dilanjutkan pengeringan pada suhu $100\text{ }^\circ\text{C}$ selama 18 jam.
3. Penyangga yang dihasilkan dikalsinasi pada suhu $500\text{ }^\circ\text{C}$ selama 2 jam dengan kenaikan suhu $5\text{ }^\circ\text{C}$ / menit dan kecepatan alir oksigen 15 mL/menit.

3.3.2 Preparasi Katalis

Preparasi 1

1. Sebanyak 4,5 g penyangga $\text{TiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ dilarutkan dalam 35 mL aquadest kemudian ditambah nikel nitrat hidrat (10%) dan dikeringkan pada suhu $100\text{ }^\circ\text{C}$ selama 18 jam (K 1.1)
2. Serbuk diatas dikalsinasi aliran gas oksigen dengan kecepatan alir 15 mL/menit pada suhu $500\text{ }^\circ\text{C}$ dengan kenaikan suhu $5\text{ }^\circ\text{C}$ /menit selama 2 jam. Selanjutnya diberi nama K 1.2.
3. Serbuk tersebut direduksi oleh gas hidrogen dengan kecepatan alir 150 mL/menit pada suhu $400\text{ }^\circ\text{C}$ selama 2 jam dengan kenaikan suhu $5\text{ }^\circ\text{C}$ /menit (K 1.3).

Preparasi 2

1. Sebanyak 4,25 g penyangga $\text{TiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ dilarutkan dalam 28,33 mL aquadest kemudian ditambah nikel nitrat heksahidrat (15%) dan dikeringkan pada suhu $100\text{ }^\circ\text{C}$ selama 18 jam.
2. Serbuk diatas dikalsinasi aliran gas oksigen dengan kecepatan alir 15 mL/menit pada suhu $500\text{ }^\circ\text{C}$ dengan kenaikan suhu $5\text{ }^\circ\text{C/menit}$ selama 2 jam. Selanjutnya diberi nama K 2.2.
3. Serbuk tersebut direduksi oleh gas hidrogen dengan kecepatan alir 150 mL/menit pada suhu $400\text{ }^\circ\text{C}$ selama 2 jam dengan kenaikan suhu $5\text{ }^\circ\text{C/menit}$ (K 2.3).

Preparasi 3

1. Sebanyak 4 g penyangga $\text{TiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ dilarutkan dalam 20 mL aquadest kemudian ditambah nikel nitrat heksahidrat (20%) dan dikeringkan pada suhu $100\text{ }^\circ\text{C}$ selama 18 jam (K 3.1)
2. Serbuk diatas dikalsinasi aliran gas oksigen dengan kecepatan alir 15 mL/menit pada suhu $500\text{ }^\circ\text{C}$ dengan kenaikan suhu $5\text{ }^\circ\text{C/menit}$ selama 2 jam. Selanjutnya diberi nama K 3.2.
3. Serbuk tersebut direduksi oleh gas hidrogen dengan kecepatan alir 150 mL/menit pada suhu $400\text{ }^\circ\text{C}$ selama 2 jam dengan kenaikan suhu $5\text{ }^\circ\text{C/menit}$ (K 3.3).

3.3.3 Karakterisasi Hasil

a. Pengukuran Thermal Gravimetric dan Differential Thermal Analyzer

Sampel yang dianalisa dengan TG-DTA adalah penyangga $\text{TiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang telah melalui tahap kalsinasi, impregnasi dengan nikel nitrat hidrat. Sebanyak 13,3 mg sampel dimasukkan kedalam wadah platina dan diletakkan pada tempat sampel yang terdapat pada alat. Alat ini dijalankan pada kecepatan kenaikan suhu $10\text{ }^\circ\text{C}/\text{menit}$ dari $25\text{ }^\circ\text{C}$ sampai dengan $1000\text{ }^\circ\text{C}$ dalam suasana gas oksigen dengan kecepatan alir $300\text{ ml}/\text{menit}$. Alat ini mengukur secara simultan perubahan panas dan perubahan berat yang terjadi pada sampel selama perlakuan termal.

b. Pengukuran luas permukaan spesifik

Jenis sampel yang dianalisa adalah katalis seri K 1.2, K 2.2, K 3.2, K 1.3, K 2.3, dan K 3.3. Luas permukaan total ditentukan dengan menggunakan metode adsorpsi gas dengan alat Quantasorb, Quantachrome.

Sampel dimasukkan kedalam gelas pipa berbentuk U dan dipasangkan pada holder degas. Sampel dilakukan degas dengan menggunakan gas He pada suhu $210\text{ }^\circ\text{C}$ selama 30 menit. Setelah selesai degas pipa gelas yang berisi sampel dipindahkan ke tempat analisis BET dan dianalisa lebih lanjut.

c. Pengukuran difraksi sinar X

Jenis sampel yang dianalisa adalah katalis seri K 1.1, K 1.2 dan K 1.3. Kirakira 1 gram sampel berbentuk bubuk diletakkan pada plat sampel, selanjutnya dipadatkan dan diratakan. Plat tersebut diletakkan pada tempat sampel yang terdapat pada alat XRD Xpert Phillips. Sampel dianalisa dengan pengukuran difraksi pada sudut 2θ antara $10\text{-}80^\circ$ dengan sumber $\text{CuK}\alpha$ dan $\lambda = 1,5405\text{ \AA}$.

3.3.4 Uji Aktifitas Katalis Ni/TiO₂-Al₂O₃

Aktifitas katalis (K 1.3, K 2.3 dan K 3.3) diuji dengan reaksi hidrogenasi minyak sawit dalam reaktor *batch* yang berkapasitas 200 ml pada suhu 180 °C, tekanan 15 bar, kecepatan pengadukan 750 rpm dengan waktu reaksi selama 1,5 jam. Berat minyak sawit yaitu 89 mg dan konsentrasi senyawa aktif katalis sebesar 0,05 % (ratio berat nikel terhadap berat minyak sawit). Selama reaksi ini dilakukan pengambilan sampel dengan interval waktu 30 menit yaitu pada menit ke-0, 30, 60, dan 90. Aktivitas katalisator diukur dengan menghitung bilangan iod dari produk yang dihasilkan selama proses reaksi berlangsung dengan menggunakan metoda Wijs.

3.3.4 Analisa Bilangan Iodium

1. Produk yang dihasilkan pada reaksi hidrogenasi dilarutkan dalam heksan lalu disentrifuse dengan kecepatan 12000 rpm selama 15 menit sehingga katalis terpisah dari larutan. Larutan dituang kedalam cawan lalu dikeringkan selama semalam sampai heksan menguap semua.
2. Sebanyak 0,1 g sampel dilarutkan dalam 10 mL karbon tetra klorida dan 10 mL larutan wijs dalam erlenmeyer 250 mL. Larutan disimpan dalam lemari gelap selama 1 jam.
3. Larutan sampel yang berwarna coklat ditambah larutan kalium iodida 10 % lalu dititrasi dengan natrium thiosulfat 0,01 N sampai berwarna kuning kemudian ditambah indikator amilum dan dititrasi dengan natrium thiosulfat 0,01 N sampai warna biru hilang.