

BAB III

METODE PENELITIAN

Pembuatan katalis Ni/SiO₂-TiO₂ dibuat melalui tiga tahap. Tahap pertama adalah pembuatan penyangga SiO₂-TiO₂ dengan menggunakan metode sol gel yang dimodifikasi asam stearat. Tahap kedua adalah pembuatan katalis Ni/SiO₂-TiO₂ dengan menggunakan metode impregnasi. Tahap ketiga uji aktivitas katalis Ni/SiO₂-TiO₂ untuk reaksi hidrogenasi minyak kelapa sawit.

Selanjutnya penyangga dan katalis dikarakterisasi dengan TG-DTA, adsorpsi gas N₂, EDX (*Energy Dispersive X-Ray*), IR dan difraksi sinar-X, masing-masing untuk mengetahui perubahan energi dan berat akibat pengaruh pemanasan, luas permukaan, komposisi penyangga, ikatan molekul penyangga dan fasa kristal.

3.1 Peralatan dan bahan:

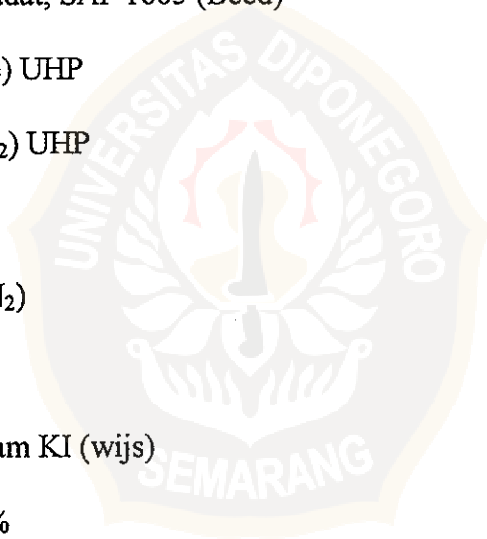
3.2.1 Peralatan:

- Quanta adsorb, Quata Chrome U.S.A,
- Viskometer Brooke Field, XRD Xpert Philips,
- SEM 515/EDX PV 9900, Philips Netherland,
- Reaktor hidrogenasi Vinci Technologies, Ruel vol 0,21 H,
- STA Setaram TAG Z4S, France,
- Tube Furnace 21100 Thermolyne,

- alat-alat gelas
- oven
- timbangan analitik.

3.2.2 Bahan-bahan:

- cairan tetraetilortosilikat, $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$
- cairan titanium n-propoksida $\text{Ti}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4$
- etanol, p.a.
- HNO_3
- aquades
- asam stearat padat, SAF 1865 (Beed)
- gas helium (He) UHP
- gas oksigen (O_2) UHP
- nitrogen cair
- gas nitrogen (N_2)
- larutan CCl_4
- larutan ICI dalam KI (wijs)
- larutan KI 10 %
- larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N
- larutan heksan
- minyak kelapa sawit.



3.2 Variabel penelitian

3.2.1 Proses Pembuatan Penyangga dan Katalis:

- a. Variabel konstan: pH larutan gel, konsentrasi larutan $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$, $\text{Ti}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4$, etanol, air dan HNO_3 , kecepatan alir gas H_2 , He, He/Ne, suhu kalsinasi dan reduksi, waktu kalsinasi dan reduksi, dan berat logam Ni.
- b. Variabel yang dinilai: perubahan berat dan energi gel saat pemanasan, luas permukaan penyangga dan katalis, komposisi unsur penyangga, dan kristalinitas katalis dan penyangga.
- c. Variabel bebas: konsentrasi asam stearat yang ditambahkan ke dalam penyangga.

3.2.2 Uji Aktivitas:

- a. Variabel konstan : Kecepatan alir dan tekanan gas H_2
- b. Variabel yang dinilai: nilai bilangan iod
- c. Variabel bebas : waktu reaksi hidrogenasi

3.3 Cara Kerja

3.3.1 Preparasi penyangga $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$

- Cairan tetraetil ortosilikat dilarutkan dalam campuran HNO_3 , H_2O , dan etanol dengan cara diteteskan dengan kecepatan tetes 0,05ml/detik, kemudian ditambahkan cairan titanium n-propoksida yang dilarutkan dalam

etanol dengan perbandingan molekul masing-masing $\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$ yaitu 0,8/0,2, $\text{H}_2\text{O}/\text{alkoksida}$ yaitu 2/1, etanol/alkoksida yaitu 12/1. Campuran terus diaduk selama 1 jam.

- Sebelum menjadi gel, viskositas larutan dihitung sampai berubah menjadi gel. Larutan membentuk gel selama 31 jam.
- Gel yang terbentuk kemudian ditambah dengan asam stearat dengan konsentrasi 0 M; 0,25 M; 0,65 M; 1,08 M; dan 1,5M. Gel hasil disebut dengan gel termodifikasi. Gel termodifikasi didiamkan selama 24 jam pada suhu kamar.
- Gel termodifikasi dipanaskan dalam oven untuk menghilangkan air. Serbuk kering kemudian dianalisa dengan TG-DTA.
- Gel kering dikalsinasi dalam furnace pada suhu 500°C selama 2 jam.
- Hasil yang diperoleh berturut-turut adalah P_0 ; $P_{0,25}$; $P_{0,65}$; $P_{1,0}$; dan $P_{1,5}$
- Penyangga $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$ kemudian dikarakterisasi dengan adsorpsi gas N_2 , IR, EDX dan difraksi sinar-X.

3.3.2 Pembuatan katalis $\text{Ni}/\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$

- Pembuatan katalis $\text{Ni}/\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$ dilakukan dengan metode impregnasi. Untuk membuat 1 gram katalis Ni 20% dibutuhkan 0,8 gram penyangga dan 4 ml aquades.

- Suspensi penyangga dan aquades diteteskan larutan $\text{Ni}(\text{NO}_3)_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0,01 N sebanyak 7 ml dengan kecepatan penambahan 0,05 ml/detik.
- Larutan dipanaskan pada suhu 70°C dan diaduk terus sampai pelarut menguap dan menjadi serbuk kering. Setelah itu serbuk kering dikalsinasi pada suhu 500°C selama 2 jam. Katalis aktif setelah direduksi pada suhu 400°C selama 2 jam. Hasil berturut-turut adalah K_0 ; $K_{0,25}$; $K_{0,65}$; $K_{1,0}$ dan $K_{1,5}$. Katalis kemudian dikarakterisasi dengan adsorpsi gas N_2 dan difraksi sinar-X.

3.3.3 Karakterisasi penyangga dan katalis

a. Analisa dengan adsorpsi gas N_2

Penentuan luas permukaan sampel penyangga dan katalis, diawali dengan proses *degassing*, yaitu sampel sebanyak 0,01-0,05 gram dimasukkan ke dalam sel sampel selanjutnya didegasi dengan mengalirkan gas He pada suhu 200°C selama 30 menit, kemudian didinginkan pada suhu ruangan. Sel sampel kemudian dipindahkan ke holder sampel. Adsorpsi dilakukan dengan merendam sampel ke dalam nitrogen cair. Setelah adsorpsi, dilakukan desorpsi dengan mengeluarkan tabung sampel dari nitrogen cair, dan mencatat volume desorpsi yang tertera pada alat. Sejumlah tertentu uap nitrogen diinjeksikan pada aliran gas, sampai luas puncak mendekati area desorpsi.

b. Analisa difraksi sinar-X

Sejumlah sampel ditempatkan pada plat sampel, kemudian pintu pada alat ditutup rapat. Alat XRD Xpert Philips kemudian dihidupkan dan mengatur sudut 2θ pada interval $10 - 80^\circ$, dengan waktu pengukuran rata-rata 23 menit untuk masing-masing sampel. Target yang digunakan CuK, dengan α 1,54 nm. Puncak-puncak pada difraktogram kemudian dibandingkan dengan ASTM yang ada pada data base komputer untuk mengetahui jenis kristal pada masing-masing sampel.

3.3.4 Uji Aktivitas

Uji aktivitas katalis Ni/SiO₂-TiO₂ dilakukan pada reaksi hidrogenasi minyak kelapa sawit.

- Minyak kelapa sawit dicampur dengan 0,2 gram katalis K_{0,65} dan dipanaskan dalam reaktor rendam.
- Setelah suhu reaktor mencapai 180 °C dilakukan sampling interval waktu 1,5 jam yaitu pada 0 menit, 30 menit, 60 menit, 90 menit. Hasil kemudian disebut dengan H₀, H₃₀, H₆₀, dan H₉₀.
- Kemudian gas H₂ dialirkan pada tekanan 15 bar. Selanjutnya sampling dilakukan pada H₃₀, H₆₀ dan H₉₀.
- Hasil sampling, H₀, H₃₀, H₆₀ dan H₉₀ dilarutkan dalam heksan secukupnya, kemudian disentrifus dengan kecepatan 1200 rpm/10menit.

- Analisa bilangan iod terhadap sampel-sampel tersebut dilakukan dengan metode Wijs. Sebanyak 0,1 gram sampel H_0 , H_{30} , H_{60} dan H_{90} diambil dan dicampur dengan 10 ml larutan CCl_4 dan 10 ml larutan Wijs. Selanjutnya disimpan dalam lemari gelap selama 1 jam.
- Larutan ditambah dengan 10 ml larutan KI 10 % dan 50 ml aquades.
- Setelah itu larutan dititasi dengan larutan $Na_2S_2O_4$ 0,1 N sampai larutan merah berubah menjadi kuning, kemudian ditambah dengan indikator amilum dan dititrasi kembali dari larutan berwarna biru berubah menjadi bening.

