

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan Penelitian

3.1.1 Alat yang Digunakan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah : furnace/tungku kalsinasi, set reaktor katalis, set reaktor kalsinasi, difraktogram sinar-X Shimadzu X-2000, spektrometer Inframerah, kromatografi gas Hewlet Packard Hp 5890 Series II, BET NOVA Package Versi 2.00

3.1.2 Bahan yang Digunakan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah : tanah lempung Boyolali yang lolos ayakan 100 mesh, minyak bumi fraksi 200-300°C dari Minas. Bahan-bahan kimia dengan kualitas p.a yang digunakan sebagai berikut : TEOS (tetraetilortosilikat), dodesilamin, CTMABr (setiltrimetilamonium bromida), piridin, etanol, $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

3.2 Cara Kerja

3.2.1 Preparasi Lempung Alam

Lempung alam dihancurkan dan dikeringkan dengan oven pada temperatur 100°C untuk menghilangkan airnya. Lempung selanjutnya dimurnikan dari pengotornya menggunakan ayakan 100 mesh. Lempung yang diperoleh digunakan dalam proses sintesis.

3.2.2 Sintesis Lempung Terpillar

Suspensi lempung 2% (b/b) dibuat dengan melarutkan lempung sebanyak 3 gram ke dalam 150 mL air. CTMABr sebanyak 1,64 gram ditambahkan ke dalam suspensi lempung dengan perbandingan molar lempung : CTMABr = 1 : 3. Campuran diaduk selama 16 jam dalam temperatur kamar. Selanjutnya lempung disaring dan dicuci menggunakan etanol dan air untuk menghilangkan sisa surfaktannya. Lempung-CTMA dikeringkan pada temperatur kamar. Sebanyak 2 gram lempung-CTMA kering yang dihasilkan ditambahkan ke dalam campuran TEOS-dodesilamin dengan perbandingan molar TEOS : dodesilamin = 1 : 9. Volume TEOS dan dodesilamin yang digunakan masing-masing adalah 31 mL dan 4,6 mL. Campuran diaduk dalam temperatur kamar selama 5 jam. Lempung terinterkalasi yang diperoleh, disaring dan dicuci dengan etanol untuk menghilangkan sisa surfaktannya. Lempung terinterkalasi dikeringkan di udara terbuka pada temperatur kamar sebelum dikalsinasi pada temperatur 600°C, 700°C dan 800°C dengan kecepatan kenaikan temperatur 2°C/menit selama 2 jam untuk memperoleh lempung terpillar silika.

3.2.3 Impregnasi Nikel pada Lempung Terpillar

Larutan impregnasi dibuat dengan melarutkan $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam 10 mL air dengan kandungan logam nikel 0,5%; 1%; 2%; 4% (b/b) dari berat lempung terpillar yang akan diimpregnasi. Berat lempung terpillar untuk setiap variasi adalah 0,5 gram. Tabel 3.1 mencantumkan berat $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang diperlukan untuk impregnasi nikel ke dalam pori lempung terpillar.

Tabel 3.1. Berat $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang digunakan pada proses impregnasi

Kode larutan	Berat Ni(g)	Berat $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (g)
Ni 0,5%	0,0025	0,011
Ni 1%	0,005	0,021
Ni 2%	0,01	0,042
Ni 4%	0,02	0,085

Lempung terpillar ditambahkan dalam larutan impregnasi $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan diaduk selama 2,5 jam pada temperatur kamar. Lempung dikeringkan dalam oven pada temperatur 110°C sampai kering. Lempung yang diperoleh dikalsinasi pada temperatur 400°C dengan aliran gas N_2 selama 3 jam, gas O_2 selama 2 jam dan gas H_2 selama 2 jam dengan kecepatan gas masing-masing sebesar 120 mL/menit untuk memperoleh katalis lempung terpillar SiO_2 teremban nikel.

3.2.4 Karakterisasi Lempung Terpillar

1. Penentuan *Basal Spacing*

Penentuan *basal spacing* dilakukan dengan menggunakan difraktometer sinar X-2000 dengan metode bubuk menggunakan target Cu dan kecepatan pengukuran $2^\circ/\text{menit}$. Lempung asli, lempung terpillar dan lempung tanpa kalsinasi dilakukan pengukuran pada daerah $2\theta = 2^\circ - 15^\circ$.

2. Penentuan Keasaman dengan Metode Spektrometer Inframerah

Lempung terpillar silika dan lempung silika teremban nikel masing-masing sebanyak 0,1 gram diletakkan dalam desikator yang telah jenuh dengan uap piridin. Lempung dibiarkan dalam desikator selama semalam. Masing masing

lempung kemudian ditimbang untuk mengetahui berat piridin yang telah diadsorbsi.

Untuk analisa menggunakan FTIR, sebanyak 1 mg dari masing-masing lempung yang mengadsorbsi piridin dicampur dengan bubuk KBr dengan perbandingan 1 : 200 dan dibuat pelet tipis dan transparan. Pelet kemudian diletakkan dalam sel dan diukur pada bilangan gelombang 1300-1800 cm^{-1} .

3. Pengukuran Luas Permukaan dan Distribusi Pori

Luas permukaan dan distribusi pori lempung terpillar diukur dengan BET (Brunauer-Emmet-Teller) dari data adsorbsi-desorbsi N_2 , $P_0 = 753,01$ mmHg dan suhu bath 77,4 K menggunakan Nova 1000. Volume dan distribusi pori dihitung dari data adsorbsi N_2 dengan alat yang sama.

3.2.5 Aplikasi dan Uji Aktivitas Katalis

Aplikasi katalis dilakukan dengan menggunakan satu set reaktor katalis perengkahan dengan umpan minyak bumi fraksi 200°C-300°C. Perbandingan katalis dengan minyak bumi adalah 1 : 20. Proses perengkahan dilakukan pada temperatur 350°C dengan kecepatan aliran gas H_2 adalah 120 mL/menit. Hasil perengkahan dianalisis menggunakan kromatogram gas Hewlett Packrad Hp 5890 Series II dengan kolom 5% phenyl siloxan dengan sampel terinjeksi 0,2 μL dan detektor FID.

Setiap peak hasil kromatogram dibandingkan dengan kromatogram umpan awal, untuk menentukan golongan fraksi minyak bumi hasil perengkahan berdasarkan waktu retensi, selektivitas dan konversi individu katalis tersebut.

Pengolongan fraksi minyak bumi hasil perengkahan :

Fraksi ringan adalah :

Golongan A : fraksi minyak bumi dengan waktu retensi 3- 10 menit

Golongan B : fraksi minyak bumi dengan waktu retensi 11-14 menit

Fraksi berat adalah :

Golongan C : fraksi minyak bumi dengan waktu retensi 15-20 menit

Golongan D : fraksi minyak bumi dengan waktu retensi 21-25 menit

Selektivitas dirumuskan sebagai :
$$\frac{X_{ci} - X_{fi}}{\sum (X_c - X_r)}$$

Konversi individu dirumuskan :
$$\frac{X_{fi} - X_{ci}}{X_{fi}}$$

dimana

X_{fi} = luas area kromatogram umpan pada waktu retensi i

X_{ci} = luas area kromatogram hasil perengkahan pada waktu retensi i

i = menunjukkan waktu retensi ke- i

$X_{ci} - X_{ri}$ = selisih luas area umpan dan hasil perengkahan pada waktu retensi i (pertambahan luas area)

$\sum (X_c - X_r)$ = jumlah pertambahan luas area total

$X_{fi} - X_{ci}$ = pengurangan luas area kromatogram