

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Variabel Penelitian

Variabel yang dikonstantakan adalah temperatur. Variabel yang berubah adalah berat katalis. Variabel yang dinilai adalah komposisi hasil proses perengkahan katalitik.

3.2 Peralatan dan Bahan-bahan

3.2.1 Peralatan

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

3.2.2 Bahan-bahan

Bahan-bahan yang digunakan adalah tempurung kelapa, zeolit alam dari Wonosari, akuades, larutan HF 1 %; HCl 6 N; NH_4Cl 0,1 M; dan NH_4OH .

3.3 Cara Kerja

Tahap-tahap yang dilakukan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Pembuatan dan karakterisasi katalis.
2. Pirolisis tempurung kelapa.

3. Perengkahan produk cair pirolisis tempurung kelapa dengan katalis zeolit alam.
4. Analisis hasil yang meliputi GC, GC-MS, dan FTIR.

3.3.1 Pembuatan dan Karakterisasi Katalis

3.3.1.1 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 .

3.3.1.2 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.

3.3.1.3 Karakterisasi Katalis Zeolit Alam

A. Analisis Keasaman

Untuk mengetahui keasaman katalis dilakukan analisis keasaman dengan menggunakan metode adsorpsi basa yaitu dengan mengukur banyaknya gas amonia yang dapat diadsorpsi oleh zeolit. 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:

$$\text{Jumlah asam} = \frac{W_2 - W_1}{W_1 - W_0} \times \frac{1}{BM NH_3}$$

B. Analisis Rasio Si/Al

Rasio Si/Al ditentukan dengan menggunakan Spektrometer Serapan Atom. Data yang didapat berupa banyaknya kandungan SiO_2 dan AlO_3 , dengan perhitungan dapat diperoleh besarnya rasio Si/Al.

3.3.2 Pirolisis Tempurung Kelapa

Sebanyak 4 kg sampel tempurung kelapa kering dimasukkan ke dalam reaktor kemudian dipirolisis pada suhu $\pm 400^\circ\text{C}$ selama 2 jam dan didapatkan produk cair. Produk cair kemudian didestilasi vakum pada suhu 65°C untuk menghilangkan air. Pirolisis tempurung kelapa dilakukan di Laboratorium Rekayasa, Jurusan Teknologi Pertanian, Fakultas Pertanian, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.

3.3.3 Proses Perengkahan Katalitik

Sebanyak 15 mL produk cair dimasukkan ke dalam reaktor yang sebelumnya telah diberi katalis zeolit alam sebanyak 2 gram. Reaktor dipanaskan pada suhu 300°C selama satu jam. Gas N_2 dialirkan ke dalam reaktor untuk memberikan kondisi inert disamping untuk memudahkan gas yang terbentuk terdorong keluar reaktor. Gas dari reaktor dikondensasi pada suhu 0°C . Proses yang sama dilakukan dengan variasi berat katalis 2,5; 3; 3,5; dan 4 gram

3.3.5 Analisis Hasil Pirolisis dan Perengkahan Katalitik

Baik produk cair pirolisis maupun produk perengkahan katalitik dipisahkan dengan Kromatografi Gas (GC) kemudian dianalisis dengan GC-MS dan Spektrometer FTIR. Analisis dilakukan di Laboratorium Analisa Kimia Organik, Jurusan Kimia, F MIPA Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.