

## BAB IV

### METODOLOGI PENELITIAN

#### 4.1. Persiapan Bahan Baku

##### 4.1.1 Silika Terpresipitasi

Abu sawit yang berasal dari pabrik pengolahan sawit, terlebih dahulu dikonversi menjadi silika terpresipitasi dengan cara sebagai berikut (Saputra, dkk., 2004):

1. NaOH padat sebanyak 200 gr, abu sawit sebanyak 1 kg dan H<sub>2</sub>O sebanyak 5 liter dimasukkan ke dalam reaktor yang dilengkapi dengan pengaduk dan pendingin balik.
2. Larutan diaduk dengan kecepatan 500 rpm sambil dipanaskan pada suhu 105°C dan dijaga konstan selama 4 jam.
3. Setelah selesai, dibiarkan dingin dan kemudian disaring untuk memisahkan filtrat dan *cake*.
4. Terhadap filtrat ditambahkan indikator phenolptalein 10 tetes dan dititrasi dengan larutan HCl teknis pekat secara perlahan-lahan dan diaduk sampai terjadi perubahan warna (larutan sudah membentuk gel semua).
5. Kemudian disaring kembali untuk memisahkan gel dengan air.
6. Gel yang diperoleh kemudian dioven pada suhu 120°C sampai kering.

Sebelum digunakan, silika terpresipitasi dari abu sawit dianalisis kadar silikanya dengan metoda AAS. Diagram alir pembuatan silika terpresipitasi dapat dilihat pada Gambar.

#### 4.1.2 Pembuatan Natrium Aluminat

Natrium aluminat dibuat dengan cara melarutkan 109,5 gr NaOH dalam 1000 ml aquades, kedalam larutan tersebut dimasukkan sebanyak 76 gr  $\text{Al(OH)}_3$  sambil diaduk. Setelah semua  $\text{Al(OH)}_3$  larut kemudian didiamkan hingga terbentuk endapan. Endapan kemudian disaring dan dipanaskan dalam oven sampai kadar airnya konstan.

#### 4.2 Sintesis ZSM – 5

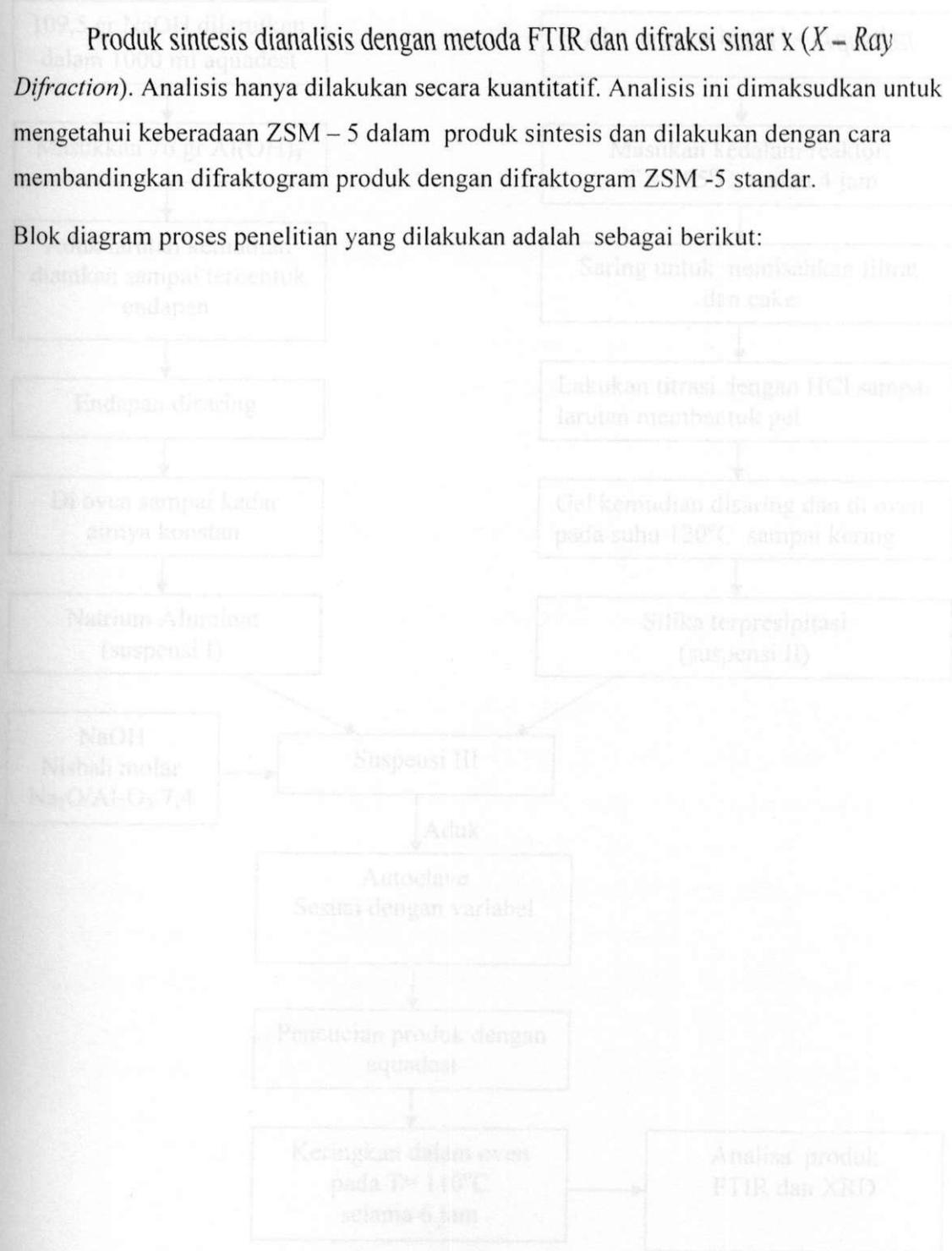
Sintesis ZSM – 5 mengacu pada prosedur dan kondisi proses yang telah dilakukan oleh Vempati (2002), namun dengan sumber silika yang berasal dari abu sawit. Sintesis ZSM – 5 dilakukan pada variasi nisbah molar  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  (20, 25 dan 30), temperatur (160, 175 dan 190C) dan waktu sintesis (12, 18 dan 24 jam). Sintesis tersebut dilakukan dengan cara sebagai berikut:

1. Natrium aluminat dengan jumlah tertentu dicampur dengan aquadest (suspensi 1)
2. Abu sawit yang telah dikonversi menjadi silika terpresipitasi dengan jumlah tertentu (sesuai nisbah molar  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  yang divariasikan) dicampur dengan aquadest (suspensi 2) Suspensi 1 dicampur dengan suspensi 2 (suspensi 3).
3. Ke dalam suspensi 3 ditambahkan NaOH dengan jumlah tertentu sehingga diperoleh nisbah  $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$  7,4.
4. Dilakukan pengadukan selama 30 menit.
5. Dimasukkan dalam autoclaf pada temperatur 190°C selama 12, 15 dan 18 jam.
6. Padatan yang terbentuk dicuci dengan aquadest.
7. Padatan dikeringkan dalam oven pada temperatur 110°C selama 6 jam.
8. Produk yang terbentuk siap untuk dianalisis.

### 4.3 Analisis Produk ZSM5

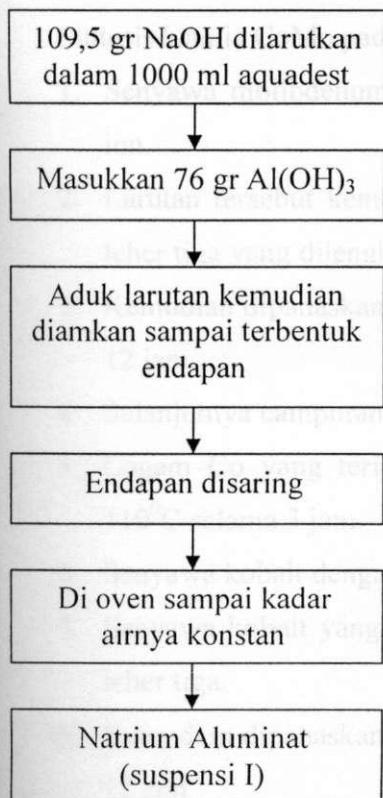
Produk sintesis dianalisis dengan metoda FTIR dan difraksi sinar x (*X-Ray Diffraction*). Analisis hanya dilakukan secara kuantitatif. Analisis ini dimaksudkan untuk mengetahui keberadaan ZSM – 5 dalam produk sintesis dan dilakukan dengan cara membandingkan difraktogram produk dengan difraktogram ZSM -5 standar.

Blok diagram proses penelitian yang dilakukan adalah sebagai berikut:



Gambar 4.1 Blok Diagram Sintesis ZSM-5

### Pembuatan Natrium Aluminat



### Pembuatan Silika Terpresipitasi



NaOH  
Nisbah molar  
 $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$  7,4

Suspensi III

Aduk  
Autoclave  
Sesuai dengan variabel

Pencucian produk dengan aquadest

Keringkan dalam oven pada  $T=110^\circ\text{C}$  selama 6 jam

Analisa produk FTIR dan XRD

Gambar 4.1 Blok Diagram Sintesis ZSM-5

### Sintesis katalis CoMo pada ZSM5

Sintesis katalis CoMo pada ZSM5 dilakukan dengan cara berikut :

1. Senyawa molibdenum dengan jumlah tertentu dilarutkan dalam 500 ml air bebas ion.
2. Larutan tersebut kemudian dicampur dengan ZSM5 sejumlah tertentu dalam labu leher tiga yang dilengkapi pendingin leibig.
3. Kemudian dipanaskan pada suhu  $90^{\circ}\text{C}$  dan diaduk dengan pengaduk magnet selama 12 jam.
4. Selanjutnya campuran tersebut disaring dengan kertas saring.
5. Logam Co yang terimpregnasi pada ZSM5 dikeringkan dalam oven pada suhu  $110^{\circ}\text{C}$  selama 3 jam.
6. Senyawa kobalt dengan jumlah tertentu dilarutkan dalam 500 ml air deion.
7. Senyawa kobalt yang sudah larut dicampur dengan sampel Mo/ZSM5 dalam labu leher tiga.
8. Kemudian dipanaskan pada suhu  $90^{\circ}\text{C}$  dan diaduk dengan pengaduk magnet selama 12 jam
9. Selanjutnya campuran tersebut disaring dengan kertas saring dan padatan yang berupa CoMo/ZSM5 dikeringkan dalam oven pada suhu  $110^{\circ}\text{C}$  selama 3 jam.
10. Sampel yang sudah kering dikalsinasi pada suhu  $500^{\circ}\text{C}$  selama waktu tertentu dengan dialiri gas nitrogen pada dengan laju alir 10 ml/menit.
11. Sampel yang sudah dikalsinasi, selanjutnya dioksidasi pada suhu  $400^{\circ}\text{C}$  selama 2 jam dengan dialiri gas oksigen dengan laju alir 10 ml/menit.
12. Selanjutnya sampel direduksi pada suhu  $400^{\circ}\text{C}$  selama 2 jam dengan dialiri gas hidrogen dengan laju alir 10ml/menit.
13. Sampel CoMo/ZSM5 dianalisa BET untuk menentukan luas permukaan katalis tersebut.