

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Bahan dan Alat

3.1.1 Bahan-bahan yang digunakan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

- Abu Layang yang berasal dari PT. RAPP Pangkalan Kerinci Kabupaten Pelalawan
- NaOH
- Al(OH)₃
- Akuades
- Crude oil (Duri 7L 17)
- Larutan n-heksana
- Larutan diklorometana (DCM)
- Metanol
- Kapas
- Silika gel 60 (0,063 – 0,200 mm) 70 – 230 mesh ASTM
- Tetra Propil Ammonium Bromida

3.1.2 Alat-alat yang digunakan

- Furnace
- Oven
- Pengaduk magnetik
- Peralatan gelas
- Ayakan 200 mesh
- Desikator
- Neraca analitis
- Kertas saring Whatman 42
- Kolom
- Corong
- Hot plate
- Stopwatch
- Botol vial

- Penyaring vakum (buchner)
- Spektrofotometer IR
- Kromatografi gas (GC)
- Krusible
- Labu destilasi
- Autoklaf

3.2 Tahapan penelitian

3.2.1 Sintesis Zeolit

3.2.1.1 Penyiapan cuplikan abu layang

Abu layang yang mengandung sumber silika dihasilkan dari pembakaran batu bara yang digunakan sebagai bahan bakar Pembangkit Listrik Tenaga Uap (PLTU) yang berasal dari PT.RAPP Pangkalan Kerinci Kabupaten Pelalawan dikeringkan pada temperatur kamar, kemudian diayak dengan ukuran 200 mesh.

3.2.1.2 Kalsinasi abu layang

Sebanyak 100 gram abu layang dimasukkan ke dalam crusible, kemudian dipanaskan dalam furnace pada suhu 800°C selama 2 jam, kemudian didinginkan di dalam desikator.

3.2.1.3 Peleburan abu layang dengan NaOH

Sebanyak 25 g abu layang dilebur dengan 20 g NaOH dalam furnace pada temperatur 500°C selama 15 menit. Campuran didinginkan dalam desikator.

3.2.1.4 Pembuatan larutan natrium silikat

Setelah dingin, campuran leburan pada berbagai variasi NaOH dilarutkan dengan akuades secukupnya lalu dibiarkan selama 1 malam agar larut sempurna. Larutan yang terbentuk disaring dan diencerkan dengan akuades hingga volume 250 mL.

3.2.1.5 Pembuatan larutan natrium aluminat

Larutan aluminat dibuat dengan melarutkan 30,5 g NaOH dalam 100 mL akuades dan dipanaskan, agar larut sempurna campuran diaduk. Secara perlahan-lahan ditambahkan 21,65 g (AlOH)₃ sambil diaduk hingga terbentuk larutan bening. Setelah

semua $(\text{AlOH})_3$ melarut kemudian diencerkan hingga volume 250 mL dengan akuades.

3.2.1.6 Mensintesis zeolit (Akbar dkk; 1997)

Zeolit disintesis dengan menambahkan larutan natrium aluminat secara perlahan-lahan kedalam larutan natrium silikat sambil diaduk dengan magnetik stirer hingga homogen selama 3 jam, lalu terbentuk gel berwarna putih. Gel yang terbentuk disaring kemudian dipanaskan pada suhu 80°C selama 8 jam. Kristal yang terbentuk dicuci dengan akuades hingga pH filtrat netral ($\text{pH}=7$).

3.2.1.7 Karakterisasi zeolit sintesis

Zeolit hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan spektrofotometri inframerah, di laboratorium Farmasi FMIPA UNAND Padang, Sumatera Barat.

3.2.2 Sintesis Silikalit

1. Ditimbang 1,17 g TPA-Br dan 0,69 g NaOH pellets. Dilarutkan masing-masing-masing ke dalam 10 g akuades.
2. Kedua larutan dicampurkan dan dimasukkan ke dalam labu destilasi.
3. Ditambahkan 15,89 g SiO_2 sedikit demi sedikit sambil distirer.
4. Campuran diaging selama 1 jam pada temperatur kamar.
5. Setelah 1 jam suhu dinaikkan menjadi 200°C selama 16 jam. Kemudian hasilnya dimasukkan dalam autoklaf
6. Dipanaskan dalam oven suhu 190°C selama 8 jam.
7. Kristal yang diperoleh dicuci dengan akuades sampai pHnya netral.
8. Kristal dikeringkan pada suhu 105°K selama 12 jam kemudian dikalsinasi pada suhu 500°K selama 20 jam.

3.2.3 Penyaringan minyak bumi

3.2.3.1 Whole oil chromatogram (Tamboesai, E.M, 2002)

Sebelum dilakukan analisis dengan kromatografi gas perlu dilakukan persiapan pada sampel minyak karena sampel minyak yang diambil dari batuan reservoir maka yang pertama-tama dilakukan yaitu :

1. Sampel minyak diekstrak dengan menggunakan diklorometana p.a (pro analitik) untuk mendapatkan minyak mentah dari sampel tersebut. Rasio untuk

mengekstrak sampel dengan diklorometana yaitu 1,5 yang artinya 3 ml pelarut diklorometana dan 2 g sampel.

2. Sampel yang diekstrak dikocok selama 30 detik dengan menggunakan ultrasonik. Kalau minyaknya ada berarti warna larutan berubah menjadi kuning kehitaman. Sampel yang ada minyaknya dicentrifuge selama 15 menit.
3. Dilakukan dua kali pengekstrakan dan hasilnya kemudian digabungkan.
4. Kemudian diuapkan pelarutnya dengan pemanasan. Kalau pelarut organiknya sudah menguap sampel bisa dianalisis dengan kromatografi gas (GC).

3.2.3.2 Fraksinasi crude oil (Tamboesai, E.M, 2002)

1. Kolom beserta peralatan gelas lainnya dicuci dengan DCM teknis untuk menghilangkan minyak yang menempel.
2. Kolom beserta peralatan gelas tersebut kemudian dikeringkan di oven pada $T=120^{\circ}\text{C}$ sampai kering.
3. Kolom diisi dengan kapas steril sebagai penyumbat dan silika aktif (silika yang sudah dipanaskan dalam oven pada $T=120^{\circ}\text{C}$ selama minimal 1 jam) sebanyak ± 4 gram. n-heksan dituangkan pada beaker yang berisi silika dan aduk sampai rata, dan selanjutnya dituang ke kolom sambil digetarkan sehingga didapat kolom yang padat.
4. Kolom dielusi dengan n-heksana setelah kolom benar-benar padat.
5. Kolom dielusi dengan 200 mg crude oil (Duri 7 L 17).
6. Berturut-turut dituangkan 40 ml n-heksana, 40 ml 10% DCM dalam n-heksana dan terakhir campurkan 20 ml DCM dan 20 ml metanol sehingga didapat fraksi saturat, aromatik dan residu (polar).
7. Eluen dikonsentratkan sampai pelarut menguap (untuk mencegah supaya alkananya tidak ikut menguap maka ditambahkan batu didih).
8. Hasil pengkonsentratkan diambil ± 3 mg dan dilarutkan dalam masing-masing ± 1 mL DCM (untuk fraksi aromatik) dan n-heksana (untuk fraksi saturat). Hasilnya kemudian dimasukkan ke dalam vial untuk analisis kromatografi gas (GC). Untuk fraksi residu tidak dianalisis dengan menggunakan kromatografi gas (GC).

3.2.3.3 Pemisahan n-alkana dengan menggunakan silikalit

1. Sejumlah kecil (2 mg) fraksi saturat minyak bumi dilarutkan dalam n-heksana.
2. Kolom diisi dengan silikalit setinggi ± 1 cm.
3. Kemudian sampel saturat dielusi ke dalam kolom.
4. Eluen yang dihasilkan kemudian ditampung lalu dikonsentratkan. n-alkana akan tertahan sedangkan iso-parafin dan sikloparafin akan dilewatkan melalui pori-pori silikalit. n-alkana kemudian dikonsentratkan.
5. Hasil pengkonsentratkan tersebut kemudian diambil sebanyak ± 3 mg dan dilarutkan dalam n-heksana sebanyak ± 1 mL untuk analisis kromatografi gas (GC).

3.2.3.4 Penyaringan molekul n-alkana dengan zeolit

1. Kolom disumbat dengan kapas.
2. Kolom tersebut kemudian diisi dengan zeolit sebanyak $\pm 1,5$ cm sampai benar-benar padat, lalu dielusi dengan n-heksana.
3. Sampel yang merupakan hasil saturat yang telah disaring dengan silikalit kemudian ditimbang sebanyak ± 2 mg dan dilarutkan dengan sejumlah kecil n-heksana.
4. Sampel tersebut kemudian dielusi ke dalam kolom (ketebalan sampel dalam kolom diusahakan setipis mungkin). Waktu tinggal sampel dalam kolom 15 menit.
5. Eluen yang dihasilkan kemudian ditampung dan dikonsentratkan.
6. Hasilnya kemudian diuji dengan menggunakan kromatografi gas (GC).
7. Selanjutnya dihitung Rasio C20-C34/Pristan sebelum dan sesudah disaring dengan zeolit A.