

III. METODELOGI PENELITIAN

A. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik / Fisik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung pada bulan November 2014 - Maret 2015. Analisis ukuran partikel dilakukan di laboratorium Polimer biomass FMIPA Unila, dan analisis struktur kristal dilakukan di Laboratorium Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN) Batan Serpong, analisis morfologi permukaan dilakukan di Laboratorium TEM Jurusan Kimia FMIPA UGM, Uji aktivitas katalis dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik / Fisik Universitas Lampung, dan analisis hasil uji aktivitas dilakukan di METALURGI Universitas Indonesia.

B. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain, pengaduk magnetik, *furnace*, neraca analitik, difraktometer sinar-X, reaktor katalitik, Kromatografi Gas (KG), *Freez Dryer*, Tes Cepat Alkohol *Blood Alcohol Concentration (BAC)*, dan peralatan gelas laboratorium.

Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini antara lain, feri nitrat $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (Merck, 99%), nikel nitrat $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Merck, 99%), tembaga nitrat (Merck, 99%) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{C}_5\text{H}_5\text{N}$, pektin, NH_4OH , gas argon (Bumi Waras 99,95%), gas hidrogen (BOC 99,99%), gas CO_2 (BOC 99,99%), dan akuades/bides.

C. Prosedur Kerja

1. Pembuatan Nanokatalis

Pembuatan nanokatalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{Fe}_2\text{Cu}_x\text{O}_4$ (variabel $x = 0.1 - 0.3$) dilakukan dengan cara melarutkan 4 g pektin dalam 400 ml akuades. Larutan kemudian diaduk menggunakan pengaduk magnet pada suhu ruang sampai diperoleh larutan yang homogen. Kemudian larutan pektin diberi amoniak hingga pH menjadi 11 dan larutan dibagi menjadi 3 bagian yaitu pada tabung pertama terdiri dari 120 mL pektin dan 2,6696 g $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, tabung ke dua terdiri dari 200 mL pektin dan 8,2416 g $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, dan tabung ketiga terdiri dari 80 mL pektin dan 0,2464 g $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (untuk $x = 0,1$). Kemudian masing-masing campuran diaduk menggunakan pengaduk magnet selama 2 jam pada suhu ruang sampai diperoleh larutan yang homogen. Setelah itu, masing-masing campuran larutan dicampur menjadi satu dan diaduk menggunakan pengaduk magnet selama 2 jam pada suhu ruang sampai diperoleh larutan yang homogen. Kemudian, campuran dipanaskan menggunakan hot plate pada suhu 80°C sampai terbentuk padatan prekursor $\text{Ni}_{0,9}\text{Fe}_2\text{Cu}_{0,1}\text{O}_3$. Setelah itu, prekursor $\text{Ni}_{0,9}\text{Fe}_2\text{Cu}_{0,1}\text{O}_3$ dikalsinasi pada suhu

600°C selama 2 jam (Maensiri *et al.*, 2007). Perlakuan yang sama juga dilakukan untuk sintesis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{Fe}_2\text{Cu}_x\text{O}_{3\pm z}$ ($x = 0,2$ dan $0,3$).

2. Karakterisasi Katalis

a. Analisis Struktur Kristal

Analisis struktur kristal dilakukan menggunakan instrumentasi difraksi sinar-X (XRD). Prosedur analisis ini disesuaikan dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Maiti *et al.*, (1973). Analisis dilakukan menggunakan radiasi CuK_α (1,5425 Å), tabung sinar-X dioperasikan pada 40 kV dan 200 mA. Rentang difraksi yang diukur (2θ) dalam rentang 10 – 80°, dengan *scan step size* 0,02°/menit. Puncak-puncak yang terdapat pada difraktogram kemudian diidentifikasi menggunakan metode *Search Match* dengan standar *file data* yang terdapat dalam program PCPDF-win 1997 (Drbohlavova *et al.*, 2009).

b. Analisis Kuantitatif Kristal

Analisis kuantitatif kristal dilakukan dengan metode penghalusan data XRD menggunakan software riedveld. Salah satu software penghalusan data XRD yaitu program bernama retica. Menjalankan program riedtveld bernama retica dilakukan langkah-langkah berikut:

- a. Menyiapkan tiga buah file dengan baik yakni: file data(hasil data XRD), file input (program dibuat sendiri)berisi panjang gelombang yang digunakan XRD, pengambilan sudut difraksi 2θ dan File output.
- b. Menjalankan software retica untuk menghitung data kalkulasi.

- c. Mendapatkan hasil olahan data dari retica dengan analisis jika $\lambda \leq 4$ maka file input yang dibuat dikatakan cukup berhasil.

c. Analisis Morfologi Permukaan Katalis

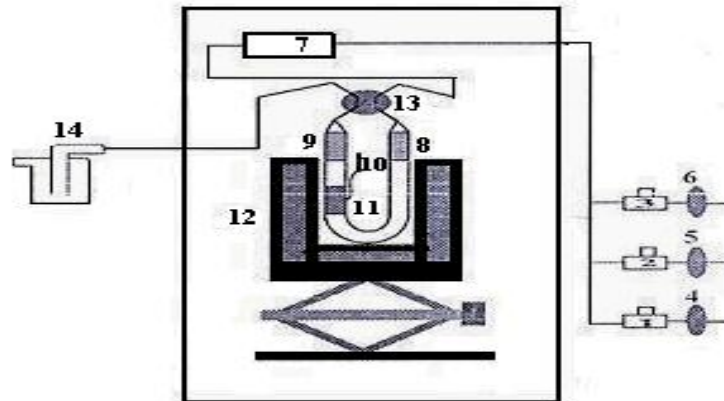
Analisis morfologi permukaan nanomaterial dilakukan menggunakan TEM. sampel katalis (± 5 mg) yang akan dianalisis ditempatkan pada wadah sampel dengan dengan ukuran 3 mm dan ketebalan 300 μm . Sampel ditetaskan methanol untuk mencegah aglomerasi. Kemudian sampel tersebut ditembakkan dengan ion argon sampai berlubang. Pada bagian yang tipis ini ditembakkan berkas elektron sehingga menembus sampel kemudian hasil dari tembusan elektron tersebut yang ditangkap detektor yang diolah menjadi gambar (Bendersky and Gayle, 2001).

d. Analisis Ukuran Partikel

Analisis ukuran partikel dilakukan dengan menggunakan *particle size analyzer* (PSA) yang bekerja berdasarkan prinsip *Laser Diffraction (LAS)*. Pengukuran partikel Nanokatalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{Cu}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ (variabel $x = 0.1 - 0.4$) dengan menggunakan metode kering metode ini memanfaatkan udara atau aliran udara untuk melarutkan partikel dan membawanya ke *sensing zone*. Pengukuran sampel dilakukan beberapa kali, hingga diperoleh dua data yang memiliki selisih kurang dari 0,0120 μm . Dari kedua data tersebut kemudian diolah secara bertahap dalam menentukan hasil terbaik.

3. Uji Aktivitas Katalis

Aktivitas katalitik dari katalis diuji menggunakan reaktor dengan skema kerja reaktor digambarkan pada Gambar 20 berikut.



Gambar 19. Skema Reaktor Katalitik

Keterangan :

1 – 3 = regulator (*flowmeter*), 4 – 6 = pengatur aliran gas, 7 = wadah pencampur, 8 – 9 = penghubung *swagelock*, 10 = termokopel, 11 = wadah katalis, 12 = *furnace*, 13 = *valve*, 14 = wadah penampung.

Sampel katalis sebanyak 20 mg ditempatkan pada tabung reaktor. Kemudian katalis dipanaskan sampai suhu reaksi, suhu kemudian dipertahankan selama 30 menit. Kemudian dialirkan gas CO₂, H₂ dan Ar dengan perbandingan CO₂ : H₂ = 1 : 3, dan laju aliran total CO₂, H₂ dan Ar adalah 50 mL/menit atau setara 3 L/jam, reaksi kemudian dibiarkan selama 30 menit. Variasi suhu yang dilakukan adalah 100°C, 200°C, 300°C dan 400°C. Hasil katalisis yang keluar dari tabung reaktor kemudian ditampung dalam wadah penampung yang telah dikelilingi bongkahan es. Hasil dari uji aktivitas ini selanjutnya dianalisis menggunakan Kromatografi Gas.

4. Analisis Produk dengan Tes Cepat Alkohol *BAC* dan Kromatografi Gas

a. Analisis Produk dengan Tes Cepat Alkohol *BAC*

Penggunaan alat tes alkohol cepat *BAC* digunakan untuk mendeteksi seyawa organik alkohol dalam sample cair yang mengandung konsentrasi alkohol melebihi 0,02%. Celupkan pad reaktif ke dalam sample, setelah 10 detik, buang kelebihan sample dengan cara menggoyangkan pad reaktifnya. Tunggu 2 menit untuk waktu pembacaan, setelah 2 menit bandingkan pad reaktif dengan standar warna *BAC*. Pembacaan hasil etelah 2 menit bisa tidak akurat.

b. Analisis Produk Alkohol dengan Kromatografi Gas

Sebanyak 20 μL hasil dari uji aktivitas diinjeksikan ke dalam instrumentasi kromatografi gas. Instrumentasi kromatografi gas diatur dengan parameter-parameter sebagai berikut:

Fase gerak : gas Nitrogen (50 mL/menit)

Kolom : HP-20M (*Carbowax*)

Detektor : FID 1

Suhu : 200°C (injektor) dan 240°C (kolom)

Analisis produk alkohol secara kuantitatif dilakukan dengan cara membuat kurva standar dari larutan standar metanol, etanol, propanol, butanol dan pentanol, sedangkan untuk asam karboksilat kurva standar dibuat dari larutan standar asam formiat, asam etanoat, dan asam propanoat. Kemudian kromatogram hasil uji analisis yang diperoleh dibandingkan terhadap

kromatogram standar alkohol dan asam karboksilat dengan cara membandingkan waktu retensi produk analisis dengan larutan standar. Sedangkan untuk analisis konsentrasi produk yang terbentuk dilakukan dengan cara perhitungan integrator yaitu menghitung luas area bawah puncak kromatogram sampel dan dibandingkan dengan luas puncak kromatogram standar yang telah diketahui konsentrasinya. Karena luas area kromatogram sebanding dengan konsentrasi produk yang dihasilkan.