

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 sampai Mei 2015. Analisis struktur kristal dilakukan di Laboratorium Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN) Batan Serpong, analisis ukuran partikel dilakukan di Laboratorium TEM Jurusan Kimia FMIPA UGM dan laboratorium Nanotech LIPI Serpong, analisis Uji aktivitas katalis dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik/fisik Universitas Lampung, dan analisis hasil uji aktivitas katalis dilakukan di Laboratorium Metalurgi Universitas Indonesia.

B. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain, pengaduk magnetik, *furnace*, neraca analitik, *Freezer Dry*, *Particle Size Analyzer*, *Transmission Electron Microscopy*, *X-ray Diffraction*, reaktor katalitik, Kromatografi Gas (KG), desikator dan peralatan gelas laboratorium.

Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini antara lain, ferit 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%) $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, pektin, gas argon (Bumi Waras 99,95%), gas hidrogen (BOC 99,99%), gas CO_2 (BOC 99,99%), dan akuades/bides.

C. Prosedur Penelitian

1. Pembuatan Nanokatalis

Pembuatan nanokatalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{Fe}_x\text{Co}_x\text{O}_4$ (variabel $x = 0.1 - 0.4$) dilakukan dengan cara melarutkan 8 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 2,3986 g $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, tabung ke dua terdiri dari 200 mL pektin dan 3,3325 g $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, dan tabung ketiga terdiri dari 80 mL pektin dan 1,9933 g $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (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 gel prekursor $\text{Ni}_{0,9}\text{Co}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ yang dilanjutkan dengan proses *freeze-dry* hingga membentuk prekursor $\text{Ni}_{0,9}\text{Co}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$. Setelah itu, prekursor $\text{Ni}_{0,9}\text{Co}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4$ kalsinasi pada

suhu 600°C selama 2 jam. Perlakuan yang sama juga dilakukan untuk sintesis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{Fe}_2\text{Co}_x\text{O}_4$ ($x = 0,2$ dan $0,3$) dan variasi kalsinasi (600 sampai 800).

2. Karakterisasi Katalis

a. Analisis Struktur Kristal

Analisis struktur kristal dilakukan menggunakan instrumentasi difraksi sinar-X. 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* menggunakan program *Match Crystal Impact* dengan standar *file data* dengan kode *cod rev 129424* yang mengacu pada *Internasional Center for Diffraction Data (ICDD)* 7 Januari 2015 (Putz *et al.*, 2001).

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 *riedveld* bernama *retica* dilakukan langkah-langkah berikut:

- 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.
- Menjalankan software *retica* untuk menghitung data kalkulasi.

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

c. Analisis Ukuran Katalis

Analisis ukuran kristalin menggunakan metode *Debye-Scherrer* dan analisis ukuran partikel dilakukan dengan menggunakan TEM dan *particle size analyzer* (PSA) yang bekerja berdasarkan prinsip *Laser Diffraction* (LAS).

1. Analisis Ukuran Kristalin

Dari data XRD dapat ditentukan struktur dan ukuran kristal berdasarkan hasil perhitungan dengan persamaan *Debye-Scherrer* ditinjau dari perubahan nilai *Full Width at Half Maximum* (FWHM) puncak intensitas difraksi sinar-X untuk bidang orientasi tertentu dan perubahan ukuran butir kristal. Nilai *FWHM* dihitung dengan bantuan *software*, sedangkan rata-rata ukuran butir kristal dihitung dengan menggunakan formula *Debye-Scherrer* seperti Persamaan (1)

$$D = \frac{0,94 \cdot \lambda}{B \cos \theta}$$

Dimana:

D = Rata-rata ukuran butir kristal

λ = Panjang gelombang radiasi sinar-X (0.15406 nm)

θ = Sudut difraksi *Bragg* dan

B = Nilai *FWHM* dalam satuan radian

2. Analisis Ukuran Partikel menggunakan TEM

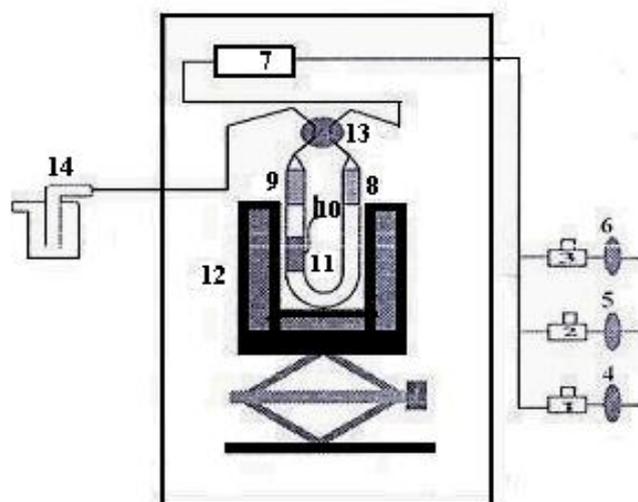
Sampel katalis yang akan dianalisis ditempatkan pada wadah sampel dengan dengan ukuran 3 mm dan ketebalan 300 μm . Sampel ditipiskan tengahnya sampai ketebalan sampel $\pm 20 \mu\text{m}$. Kemudian sampel tersebut ditembakkan dengan ion argon sampai berlubang. Pada bagian yang tipis ini ditembakkan berkas elektron sehingga menembus sampel kemudian hasil dari tembusan elektron tersebut yang ditangkap detektor yang diolah menjadi gambar (Bendersky and Gayle, 2001).

3. Analisis Ukuran Partikel menggunakan PSA

Pengukuran partikel Nanokatalis $\text{Ni}_{(1-x)}\text{Fe}_2\text{Co}_x\text{O}_4$ (variabel $x = 0.1 - 0.4$) dengan menggunakan metode basah metode ini memanfaatkan air atau aliran air 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 (Rawle, 2010).

4. Uji Aktivitas Katalis

Aktivitas katalitik dari katalis diuji menggunakan reaktor dengan skema kerja reaktor digambarkan pada Gambar 17.



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.

Gambar 17. Skema reaktor katalitik

Sampel katalis sebanyak 20 mg ditempatkan pada tabung reaktor. Kemudian katalis dipanaskan sampai suhu reaksi, suhu kemudian dipertahankan selama 30 menit. Kemudian dialirkan gas CO_2 , H_2 dan Ar dengan perbandingan $\text{CO}_2 : \text{H}_2 = 1 : 3$, dan laju aliran total CO_2 , H_2 dan Ar adalah 50 mL/menit atau setara 3 L/jam, reaksi kemudian dibiarkan selama 30 menit. Variasi suhu yang dilakukan adalah 200, 300 dan 400°C. Hasil katalisis yang keluar dari tabung reaktor kemudian ditampung dalam wadah penampung. Hasil dari uji aktivitas ini selanjutnya dianalisis menggunakan Kromatografi Gas.

5. Analisis Produk Hasil Konversi

a. Analisis produk menggunakan *Rapid Testing Strip*

Penggunaan tes alkohol cepat ini ditujukan sebagai metode cepat semi-kuantitasi untuk mendeteksi kadar alkohol dalam saliva sebagaimana jika *blood alcohol concentration* (BAC) melebihi kadar 0.02%.

Saturasikan pad reaktif dengan mencelupkannya kedalam sampel yang ditampung di dalam wadah, atau dengan mengoleskan langsung sampel ke pad reaktif. Setelah 10 detik, buang kelebihan sampel dengan cara menggoyangkan pad reaktifnya. Tunggu sampai 2 menit, bandingkan pad reaktif dengan chart warna yangtersedia. Hasil yang didapat setelah 2 menit bisa tidak akurat (Savchuk *et al.*, 2001).

b. Analisis produk dengan Kromatografi Gas

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

Fase gerak : gas helium (5 mL/menit) dan gas nitrogen (5 mL/menit)

Kolom : PEG (*polyethylene glycol*) 2 M sepanjang 4 meter

Detektor : TCD

Suhu : 150°C (injektor) dan 120°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.