

III. METODELOGI PENELITIAN

A. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik Fisik Universitas Lampung. Analisis keasaman dan ukuran partikel katalis dilakukan di UPT Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi Universitas Lampung, analisis fasa kristalin dilakukan di BATAN Serpong, analisis morfologi katalis dilakukan di Laboratorium Anorganik UGM dan analisis hasil uji aktivitas dari reaksi katalitik dilakukan di LIPI Serpong. Penelitian dilakukan dari bulan Oktober 2014 sampai Juni 2015.

B. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas, termometer, oven, neraca digital, desikator, ultrasonikasi, *Magnetic Stirrer*, *Freezer Dry*, *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*, *Particle Size Analyzer (PSA)*, *Transmission Electron Microscopy (TEM)*, *X-ray Diffraction (XRD)* dan *Liquid Chromatography Mass Spectrophotometer (LCMS)*.

Bahan-bahan yang digunakan adalah pektin, Lathanum nitrat $\text{La}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Merck, 99%), Cromium nitrat $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (Merck, 99%), piridin (J.T Baker),

selulosa (Merck), gas Hidrogen (BOC 99,99%), amonia, fehling A, fehling B dan akuades.

C. Prosedur Penelitian

1. Preparasi Nanokatalis

Preparasi nanokatalis LaCrO_3 dilakukan dalam beberapa tahap, yaitu sebagai berikut.

a. Proses gelisasi prekursor dengan pektin

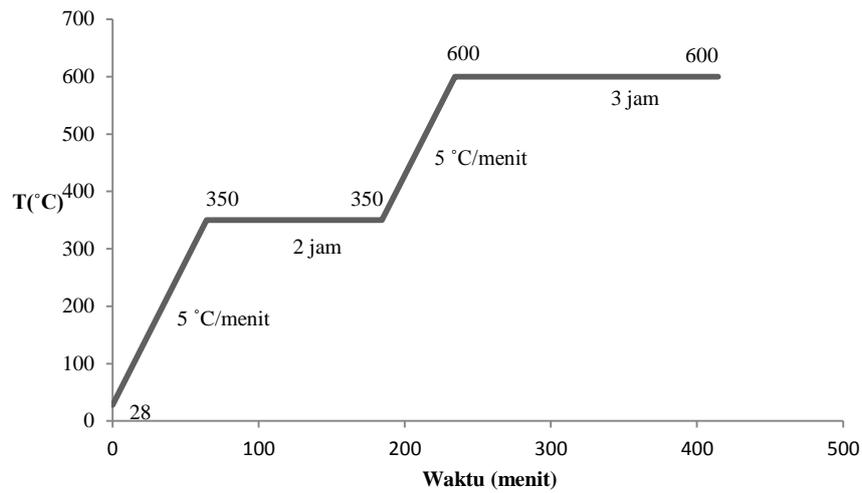
Proses gelisasi dilakukan dengan melarutkan 1,8125 gram $\text{La}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 1,6749 gram $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, 4 gram pektin dan 2,5 mL amonia dalam 200 mL akuades. Larutan diaduk menggunakan *heating magnetic stirrer* pada temperatur 100 °C hingga diperoleh larutan homogen dan terbentuk gel.

b. *Freezer-dry*

Freezer-dry digunakan untuk menghilangkan uap air dalam rongga bahan nanokatalis tanpa merusak jaringan yang telah terbentuk dari bahan tersebut. Keseimbangan antara panas yang diadsorpsi oleh sampel untuk menguapkan air dan memindahkan panas dari kondensor untuk mengubah uap air menjadi es adalah inti dari proses *freezer-dry*.

c. Kalsinasi pada temperatur 600 °C

Profil kalsinasi disajikan dalam Gambar 18.

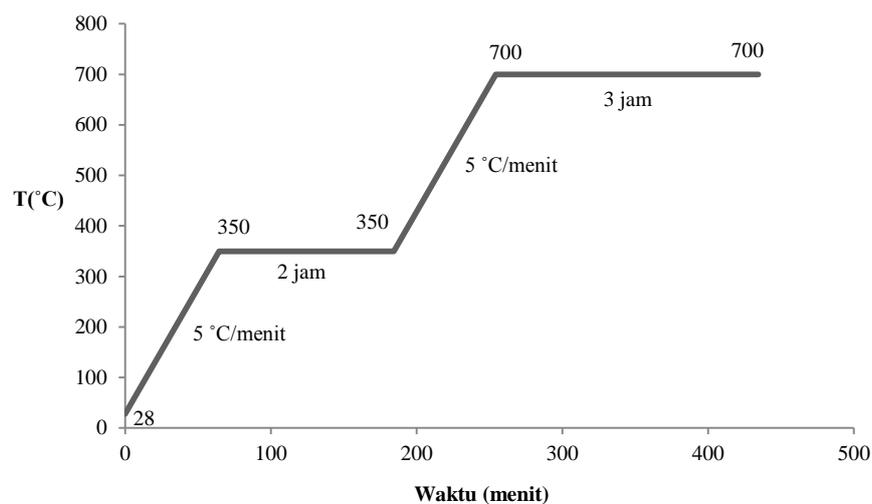


Gambar 18. Profil kalsinasi sampai temperatur 600 °C.

Berdasarkan Gambar 18 di atas mula-mula gel dipanaskan sampai temperatur 350 °C dengan laju temperatur 5 °C/menit ditahan selama 2 jam. Kemudian temperatur dinaikkan sampai 600 °C, ditahan selama 3 jam. Setelah 3 jam, temperatur dibiarkan kembali ke temperatur ruang.

d. Kalsinasi pada temperatur 700 °C

Profil kalsinasi disajikan pada Gambar 19.



Gambar 19. Profil kalsinasi sampai temperatur 700 °C.

2. Karakterisasi Nanokatalis

A. Analisis Keasaman

Penentuan jumlah situs asam nanomaterial dilakukan dengan metode gravimetri (ASTM, 2005). Sebanyak 0,25 gram katalis dimasukkan ke dalam wadah diletakkan ke dalam desikator bersama basa piridin, ditutup dan dibiarkan selama 24 jam. Setelah 24 jam katalis yang telah mengadsorpsi basa piridin dikeluarkan dan dibiarkan di tempat terbuka selama 2 jam. Selanjutnya sampel ditimbang dan jumlah situs asam dari nanokatalis ditentukan menggunakan persamaan berikut.

$$\text{Keasaman} = \frac{(w_3 - w_2)}{(w_2 - w_1)BM} \times 1000$$

Dimana, w_1 = Berat wadah kosong

w_2 = Berat wadah + cuplikan

w_3 = Berat wadah + cuplikan yang telah mengadsorpsi piridin

BM = Bobot molekul piridin

Penentuan jenis situs asam dilakukan menggunakan instrumentasi spektroskopi inframerah. Sampel nanokatalis LaCrO_3 dicampur dengan KBr, dimasukkan ke dalam *vessel* sampel dan dilakukan pengukuran pada panjang gelombang 1200-2100 cm^{-1} (Rodiansono *et al.*, 2007).

B. Analisis Ukuran Partikel

Katalis LaCrO_3 dianalisis menggunakan PSA untuk mengetahui ukuran partikel yang dihasilkan. Sampel divacum dan partikel yang memasuki *sensing area* dilaser dengan sinar inframerah dan dibaca oleh detektor.

C. Analisis Morfologi

Analisis morfologi nanokatalis dilakukan menggunakan TEM (*Transmission Electron Microscopy*). Tahapan persiapan sampel adalah sebagai berikut.

1. Sampel digerinda sampai ketebalan 20 μm .
2. Sampel ditembakkan dengan ion argon sampai berlubang.
3. Elektron ditembakkan, berkas yang menembus sampel akan dibaca oleh detektor dan diolah menjadi gambar (Bendersky and Gayle, 2001).

D. Analisis Struktur Kristal

Analisis struktur kristal dilakukan menggunakan difraksi sinar-X (XRD), 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 (Maiti *et al.*, 1973). Puncak-puncak yang terdapat pada difraktogram kemudian diidentifikasi menggunakan acuan difraktogram yang diterbitkan COD Match 2015. Ukuran partikel dihitung menggunakan persamaan Debye-Scherrer berikut.

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta}$$

Dimana: D = ukuran partikel (nm)

k = konstanta (0,94)

λ = 1,540598 Å

β = radian (FWHM)

θ = lebar puncak

E. Uji Katalitik

1. Preparasi Sampel

Dalam penelitian ini digunakan katalis LaCrO_3 sebanyak 100 mg, 0,5 g selulosa dan 100 mL akuades.

2. Reaksi Katalitik

Reaksi katalitik dilakukan dengan melarutkan 0,5 g selulosa ke dalam 100 mL akuades dan diultrasonikasi selama 6 jam. Larutan selanjutnya dipanaskan hingga temperatur 100 °C dan ditambahkan 10 mg katalis. Selanjutnya dialiri gas hidrogen dengan laju 10 mL per menit selama 120 menit. Setelah itu dibiarkan bereaksi selama 30 menit. Selanjutnya dilakukan dengan variasi gram katalis 20, 50 dan 100 mg, temperatur 120 dan 140 °C dan waktu bereaksi 60, 120 dan 180 menit. Alat konversi untuk reaksi katalitik ditunjukkan pada Gambar 20.



Gambar 20. Alat konversi pada reaksi katalitik.

3. Uji Fehling

Uji kualitatif dilakukan dengan penambahan larutan CuSO_4 (pereaksi fehling A) dan larutan NaOH (pereaksi fehling B). Sebanyak 1 mL larutan fehling A ditambahkan 1 mL larutan fehling B. Selanjutnya sebanyak 2 mL larutan hasil konversi selulosa ditambahkan ke dalam larutan fehling dan dipanaskan. Endapan merah bata menunjukkan adanya gula pereduksi.

4. Analisis dengan LCMS

Hasil konversi selulosa selanjutnya dianalisis menggunakan LCMS dengan parameter fasa gerak asetonitril:air (3:1). Analisis LCMS dilakukan untuk mengetahui senyawa apa saja yang terbentuk dengan melihat berat molekul yang diperoleh dari sampel tersebut.