

ABSTRACT

PRELIMINARY STUDY ON PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF $\text{Ni}_x\text{Co}_y\text{Fe}_{(1-x-y)}\text{O}_4$ NANOCATALYSTS AND ACTIVITY TEST FOR CONVERTING CO_2 AND H_2 INTO ALCOHOL COMPOUNDS

By

Mitra Septanto

In this study, three $\text{Ni}_y\text{Co}_x\text{Fe}_{(1-x-y)}\text{O}_4$ nanocatalysts (with $x = 0,2$ and $y = 0,1 - 0,3$) were synthesized using sol – gel method under ultrasound agitation from nitrate salts of iron, nickel and cobalt, dissolved in white egg solution. The catalysts were then subjected to calcination treatment at 500°C , followed by grinding to obtain powdered catalyst. The catalysts were characterized using the techniques of x-ray diffraction (XRD), gravimetry, infra red spectroscopy (IR), and scanning electron microscope (SEM). X-ray diffraction analysis revealed that the nanocatalysts consist of some crystalline phases such as CoFe_2O_4 which is superimposed to NiFe_2O_4 as a major phase, with Fe_2O_3 , NiO , and Co_3O_4 as minor phases. Acid content analysis using gravimetric method indicated that $\text{Ni}_{0,2}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,6}\text{O}_4$ nanocatalyst has the highest acidity of 19,87 mmole pyridine/g.catalyst. FTIR analysis demonstrated that Lewis acid sites is more dominant than Brønsted – Lowry acid sites in the three nanocatalysts investigated. Surface morphology analysis showed that $\text{Ni}_y\text{Co}_x\text{Fe}_{(1-x-y)}\text{O}_4$ nanocatalysts are not completely homogeneous, with particle sizes ranging between 85 and 140 nm. Conversion experiments indicated that all three catalysts prepared are active to convert CO_2 with hydrogen into ethanol and selective in the temperature range investigated, with the highest ethanol produced is 43,7 ppm.

Keywords : Nanocatalyst, CO_2/H_2 Conversion, Lewis and Brønsted-Lowry Acid

ABSTRAK

STUDI PENDAHULUAN PEMBUATAN DAN KARAKTERISASI NANOKATALIS $\text{Ni}_y\text{Co}_x\text{Fe}_{(1-x-y)}\text{O}_{4\pm\delta}$ SERTA UJI AKTIVITAS PADA KONVERSI ($\text{CO}_2 + \text{H}_2$)

Oleh

Mitra Septanto

Telah dilakukan pembuatan dan karakterisasi nanokatalis $\text{Ni}_y\text{Co}_x\text{Fe}_{(1-x-y)}\text{O}_4$ ($y = 0,2$ dan $x = 0,1 - 0,3$) dengan menggunakan metode sol-gel dan sonifikasi secara simultan dari bahan Fe, Ni dan Co nitrat dan putih telur dalam medium aquades. Pembuatan nanokatalis $\text{Ni}_y\text{Co}_x\text{Fe}_{(1-x-y)}\text{O}_4$ dibuat terhadap rasio Co/Fe (b/b). Proses karakterisasi katalis meliputi analisis fasa kristal menggunakan difraksi sinar-X (XRD), jumlah situs asam menggunakan metode *Gravimetri* dan jenis situs asam menggunakan Spektrofotometri Infra Merah (FTIR), serta analisis morfologi permukaan menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM). Selanjutnya dilakukan uji aktivitas katalitik terhadap konversi gas $\text{CO}_2 + \text{H}_2$ pada rentang suhu $200 - 400^\circ\text{C}$ dan hasil konversi dianalisis menggunakan kromatografi gas (KG). Hasil analisis fasa kristalin menggunakan difraksi sinar-X menunjukkan bahwa dalam katalis terdapat fasa kristalin NiFe_2O_4 dan CoFe_2O_4 dimana kedua puncak utama kedua fasa tersebut saling bertumpangtuh (*overlap*) yang mengindikasikan bahwa katalis yang terbentuk adalah $\text{NiCoFe}_2\text{O}_4$. Hasil analisis keasaman menggunakan metode *Gravimetri* menunjukkan katalis $\text{Ni}_{0,2}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,6}\text{O}_4$ memiliki nilai keasaman tertinggi yaitu 19,87 mmol piridin/g katalis, jika dibandingkan dengan katalis $\text{Ni}_{0,2}\text{Co}_{0,3}\text{Fe}_{0,5}\text{O}_4$ dan $\text{Ni}_{0,2}\text{Co}_{0,1}\text{Fe}_{0,7}\text{O}_4$. Hasil analisis keasaman katalis $\text{Ni}_y\text{Co}_x\text{Fe}_{(1-x-y)}\text{O}_4$ menggunakan Spektrofotometri Infra Merah (FTIR) menunjukkan situs asam Lewis lebih dominan dibandingkan dengan situs Bronsted-Lowry. Hasil analisis morfologi permukaan katalis $\text{Ni}_y\text{Co}_x\text{Fe}_{(1-x-y)}\text{O}_4$ yang dipreparasi dapat dikatakan belum homogen. Ukuran partikel yang telah mencapai nano adalah ukuran partikel katalis $\text{Ni}_{0,2}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,6}\text{O}_4$ dengan ukuran partikel $\pm 85\text{nm}$. Hasil uji aktivitas katalis $\text{Ni}_y\text{Co}_x\text{Fe}_{(1-x-y)}\text{O}_{4\pm\delta}$ terhadap konversi CO_2/H_2 menunjukkan bahwa katalis $\text{Ni}_y\text{Co}_x\text{Fe}_{(1-x-y)}\text{O}_{4\pm\delta}$ aktif dan selektif terhadap pembentukan etanol. Analisis menggunakan Kromatografi Gas menunjukkan bahwa katalis $\text{Ni}_{0,2}\text{Co}_{0,1}\text{Fe}_{0,7}\text{O}_4$ paling aktif terhadap konversi CO_2/H_2 menghasilkan etanol yaitu 43,7 ppm.