

III. METODELOGI PENELITIAN

A. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini telah dilakukan di Laboratorium Biomassa Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung. Analisis Difraksi Sinar-X dan morfologi permukaan dilakukan di Laboratorium Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN) Batan Serpong, analisis keasaman dilakukan di Laboratorium Biomassa Universitas Lampung. Uji aktivitas katalis dilakukan di Laboratorium Biomassa Universitas Lampung, dan analisis hasil uji aktivitas dilakukan di Laboratorium Kimia FMIPA Universitas Indonesia. Penelitian ini dilakukan dari bulan November 2011 sampai dengan bulan Maret 2012.

B. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain, pengaduk magnetik, *furnace Lenton 3508*, neraca analitik, difraktometer sinar-X, *Scanning Electron Microscopy (SEM) JEOL JSM-6510la*, *Fourier Transform Infra Red (FTIR) Varian 2000*, reaktor katalitik, Kromatografi Gas (KG) *GC Shimadzu 9-A* dengan detektor FID, desikator 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%), cobalt nitrat (Merck, 99%) $\text{Co}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, piridin (J.T. Baker), $\text{C}_5\text{H}_5\text{N}$, putih telur, 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 $\text{Ni}_y\text{Fe}_{(1-x-y)}\text{Co}_x\text{O}_{3\pm\delta}$ (variabel $x = 0.1 - 0.3$; $y = 0,2$) dilakukan dengan cara melarutkan 60 mL putih telur dalam 40 mL aquades. Larutan kemudian diaduk menggunakan pengaduk magnet pada suhu ruang sampai diperoleh larutan yang homogen. Kemudian ke dalam larutan putih telur ditambahkan 1,105 g $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 5,371 g $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, dan 0,670 g $\text{Co}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (untuk $x = 0,1$) secara perlahan-lahan. Kemudian campuran diaduk menggunakan pengaduk magnet yang disertai dengan sonifikasi secara simultan pada suhu ruang sampai diperoleh larutan yang homogen. Setelah itu campuran homogen dipanaskan menggunakan *hot plate* pada suhu 80°C sampai terbentuk padatan prekursor $\text{Ni}_{0,2}\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,1}\text{O}_3$. Setelah itu, prekursor $\text{Ni}_{0,2}\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,1}\text{O}_3$ dikalsinasi pada suhu 500°C selama 2 jam (Maensiri *et al.*, 2007). Perlakuan yang sama juga dilakukan untuk sintesis $\text{Ni}_y\text{Fe}_{(1-x-y)}\text{Co}_x\text{O}_{3\pm\delta}$ ($x = 0,2$ dan $0,3$; $y = 0,2$).

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 $15 - 70^\circ$, dengan *scan step size* 0,05°/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 Keasaman Katalis

Penentuan jumlah situs asam pada katalis dilakukan secara gravimetri (ASTM, 2005) melalui kemisorpsi basa piridin. 0,2 g katalis ditimbang, dimasukkan ke dalam wadah dan diletakkan di dalam desikator bersama basa piridin. Desikator di tutup selama 24 jam untuk memberikan waktu katalis mengadsorpsi basa piridin. Setelah 24 jam, sampel katalis dikeluarkan dan dibiarkan di tempat terbuka selama 2 jam. Kemudian sampel katalis ditimbang. Selanjutnya jumlah situs asam yang terdapat pada katalis ditentukan menggunakan persamaan berikut.

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

Dimana, w_1 = Berat wadah kosong
 w_2 = Berat wadah + cuplikan
 w_3 = Berat wadah + cuplikan yang telah mengadsorpsi piridin
BM = Bobot molekul piridin.

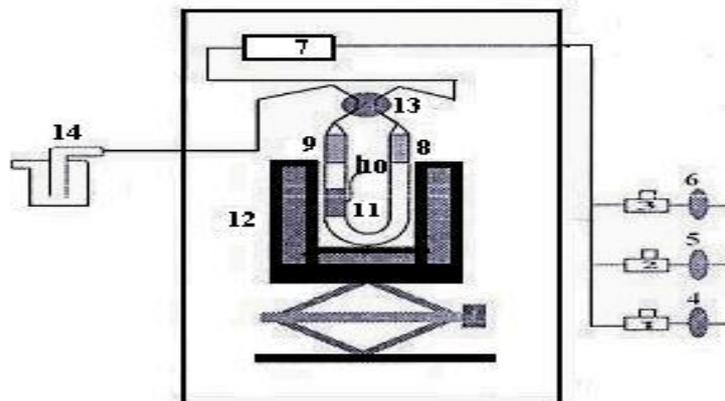
Penentuan jenis situs asam katalis, dilakukan secara kualitatif menggunakan spektroskopi inframerah. Sampel katalis yang dianalisis dicampur dengan KBr kemudian dimasukkan ke dalam *vessel* sampel, lalu dilakukan pengukuran. Kemudian dilakukan analisis dari spektra yang didapat pada daerah bilangan gelombang $1200 - 2100 \text{ cm}^{-1}$ (Rodiansono *et al.*, 2007).

c. Analisis Morfologi Permukaan Katalis

Analisis morfologi permukaan katalis dilakukan menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). 0,1 g sampel katalis yang akan dianalisis ditempatkan pada wadah sampel yang mengandung *sticking tape* tembaga, kemudian sampel dilapisi lapisan tipis emas atau bahan yang bersifat konduktor lainnya (Drbohlavova *et al.*, 2009). Kemudian sampel tersebut diberikan berkas elektron. Berkas elektron akan dipantulkan oleh sampel untuk kemudian ditangkap detektor membentuk foto (Hanke, 2001).

3. Uji Aktivitas Katalis

Aktivitas katalitik dari katalis diuji menggunakan reaktor dengan skema kerja reaktor digambarkan pada Gambar 11 berikut.



Gambar 11. 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 45 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 45 menit. Variasi suhu yang dilakukan adalah 200°C, 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.

4. Analisis Produk 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 helium (5 mL/menit) dan gas nitrogen (5 mL/menit)
Kolom : PEG (*polyethylene glycol*) 2 M sepanjang 4 meter
Detektor : FID
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.

Kemudian kromatogram hasil uji analisis yang diperoleh dibandingkan terhadap kromatogram standar alkohol 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.