

### III. METODE PENELITIAN

#### A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik Fisik Universitas Lampung. Analisis distribusi ukuran partikel dilakukan di UPT. Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi, Universitas Lampung dan analisis struktur kristal dilakukan di BATAN Serpong. Analisis jenis situs asam dan morfologi katalis dilakukan di Laboratorium Universitas Gadjah Mada. Serta uji katalitik katalis dilakukan di PT. SIG Bogor. Penelitian dilakukan dari bulan April 2015 sampai September 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 *High Performance Liquid Chromatography (HPLC)*.

Adapun bahan-bahan yang akan digunakan pada penelitian ini adalah serbuk pektin,  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (Merck, 99%),  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  (Merck, 99%),

$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  (Merck, 99%), piridin  $\text{C}_5\text{H}_5\text{N}$  (J.T Baker),  $\text{NH}_3$  (Merck, 99%), gas hidrogen, selulosa (Merck, 99%), dan aquades.

### C. Prosedur Kerja

Penelitian ini akan dilakukan dalam beberapa tahap yaitu pembuatan katalis dan karakterisasi katalis, serta uji aktivitas dalam reaksi konversi selulosa.

#### 1. Pembuatan Nanokatalis

Pembuatan nanokatalis  $\text{Ni}_{0,7}\text{Cu}_{0,3}\text{Fe}_2\text{O}_4$  dilakukan dengan cara melarutkan 8 gram pektin dalam 400 mL aquades. Larutan tersebut diaduk menggunakan magnetik stirer pada temperatur ruang sampai diperoleh larutan yang homogen ( $\pm 3$  jam ). Sebanyak 25 mL  $\text{NH}_3$  ditambahkan kedalam larutan tersebut untuk menjaga pH larutan pektin dalam keadaan basa. Kemudian kedalam larutan tersebut ditambahkan tetes demi tetes secara perlahan sebanyak 40 mL larutan yang mengandung 2,14 gram  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , 400 mL larutan yang mengandung 8,33 gram  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  dan 120 mL larutan yang mengandung 0,75 gram  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  yang dilarutkan dalam aquades menggunakan *heating magnetic stirrer* pada suhu ruang sampai campuran benar-benar homogen. Kemudian sistem larutan tersebut dipanaskan pada suhu  $100^\circ\text{C}$  hingga volum larutan menyusut dan membentuk gel. Gel yang didapatkan selanjutnya di *freeze dry* untuk menghilangkan molekul air sampai terbentuk serbuk kering. Serbuk kering tersebut dibagi menjadi 2 ke dalam cawan penguap dengan bobot yang sama untuk kemudian dikalsinasi sampai suhu  $600^\circ\text{C}$  pada cawan pertama dan  $800^\circ\text{C}$  pada cawan kedua

dengan laju temperature 2°C/menit. Kemudian katalis digerus hingga halus menggunakan mortar, ditimbang dan dilanjutkan untuk uji karakterisasi katalis.

## 2. Karakterisasi Katalis

### a) Analisis Struktur Katalis

Penentuan 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<sub>α</sub> (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 *Match Crystal Impact*. Ukuran partikel dihitung menggunakan persamaan Scherrer sebagai berikut.

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

Dimana,

$D$  = ukuran partikel (nm)

$K$  = konstanta (0,94)

$\lambda$  = 1,5425 Å

$\beta$  = radian (FWHM)

$\theta$  = lebar puncak

### **b) Analisis Morfologi Katalis**

Penentuan morfologi katalis dilakukan menggunakan instrumentasi *Transmission Electron Microscop* (TEM). Karakterisasi biasanya dilakukan dengan teknik *lift out Focus ion Beam* (FIB). Sedikit sampel nanokalis disiapkan dan diletakan pada *thin membrane foil* dan ditutup dengan logam tungsten atau platina. Kemudian sampel di *cutting* oleh *ion beam*. *Thin membrane* selanjutnya ditransfer kedalam *carbon-coated TEM grid* menggunakan in-situ or ex-situ *micromanipulator* untuk melihat pengamatan pada TEM.

### **c) Analisis Distribusi Ukuran Partikel Katalis**

Penentuan distribusi ukuran partikel katalis dilakukan menggunakan instrumentasi *Particle Size Analyzer* (PSA). Karakterisasi biasanya dilakukan dengan pengukuran *wet dispersion unit*. Sampel katalis yang diperoleh di masukkan kedalam *chamber* yang berisi aquades hingga warna indikator pada *control PC* menunjukkan warna hijau pada skala 10-12 secara stabil dan ditunggu beberapa menit selama proses berlangsung.

### **d) Analisis Keasaman Katalis**

Penentuan sifat keasaman katalis dalam penelitian ini dilakukan dengan metode gravimetri dan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR). Dengan menggunakan metode gravimetri penentuan sifat keasaman katalis dilakukan dengan cara, menimbang wadah kosong yang kemudian diisi dengan 0,25 gram serbuk katalis dan dimasukkan ke dalam desikator yang

telah divakum dan berisi piridin. Kemudian proses ini dibiarkan selama 24 jam dalam desikator. Wadah yang berisi katalis selanjutnya dikeluarkan dan didiamkan di tempat terbuka selama 2 jam, agar basa yang terikat secara adsorpsi fisika terlepas kembali. Kemudian wadah ditimbang kembali, selisih berat katalis tersebut merupakan banyaknya basa yang teradsorpsi pada permukaan katalis.

Banyaknya mol basa yang teradsorpsi pada cuplikan dapat dihitung dengan rumus:

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

Dimana,

$w_1$  = Berat wadah kosong

$w_2$  = Berat wadah + katalis

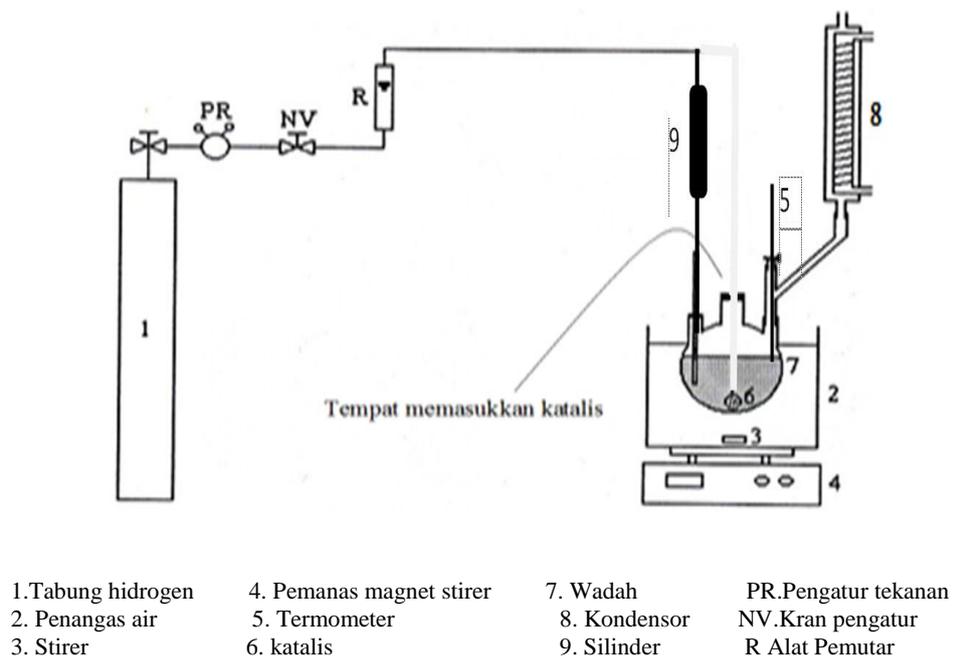
$w_3$  = Berat wadah + katalis yang telah mengadsorpsi piridin

BM = Bobot molekul piridin.

Serbuk katalis hasil dari metode gravimetri selanjutnya dilakukan penentuan jenis situs asam Bronsted-Lowry dan situs asam Lewis menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR). Sampel katalis 20 mg dicampur dengan 100 mg KBr. Kemudian sampel yang sudah dicampur dengan KBr dibentuk menjadi pelet dalam tekanan hidrolik. Lalu sampel diukur dengan menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR).

### 3. Uji Katalitik

Katalis  $\text{Ni}_{0,7}\text{Cu}_{0,3}\text{Fe}_2\text{O}_4$  yang dihasilkan pada penelitian ini selanjutnya digunakan dalam proses uji katalitik konversi selulosa menjadi gula alkohol. Sebanyak 0,5 g selulosa dan 100 mL aquades diultrasonik selama 8 jam. Dipindahkan ke dalam labu leher tiga (Gambar 12), lalu diaduk dengan pengaduk. Dipanaskan hingga variasi suhu 100 °C, 120 °C dan 140 °C. Selanjutnya ditambahkan katalis  $\text{Ni}_{0,7}\text{Cu}_{0,3}\text{Fe}_2\text{O}_4$  sebanyak 0,1 g dan dialirkan gas hidrogen dengan laju 10 mL/ menit dengan variasi waktu reaksi 2 jam dan 3 jam. Setelah itu, hasil reaksi disaring dan dianalisis dengan instrumentasi Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT).



Gambar 12. Seperangkat alat reaktor

#### **4. Analisis dengan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT)**

Hasil reaksi selulosa dengan katalis  $\text{Ni}_{0,7}\text{Cu}_{0,3}\text{Fe}_2\text{O}_4$  selanjutnya diuji fehling dan hasil positif (endapan merah bata) dianalisis lebih lanjut menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT) dengan parameter fasa gerak acetonitril : aquabides, kolom Carbohydrate High Performance (4,6 x 250 mm), detektor indeks refraksi, laju alir 1,4 mL/ menit, dan suhu kolom 35°C. Hal ini bertujuan untuk mengetahui kandungan alkohol yang terkandung dalam senyawa tersebut.