

III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Biomassa, Lembaga Penelitian Universitas Lampung. Analisis difraksi sinar-X (XRD), morfologi permukaan (SEM), dan analisis komposisi unsur (EDX) dilakukan di Laboratorium Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN) Batan Serpong, analisis keasaman dilakukan di Laboratorium Kimia Lembaga Ilmu Pengetahuan (LIPI) Serpong, dan analisis menggunakan Kromatografi Gas dilakukan di Laboratorium Afiliasi Departemen Kimia Universitas Indonesia, dari bulan November 2009 sampai bulan Maret 2010.

B. Alat dan Bahan

Peralatan yang akan digunakan dalam penelitian ini antara lain adalah: reaktor katalis, *furnace Lenton 3508*, Spektrofotometer Infra Merah (IR) *Shimadzu IrPrestige-21*, X-Ray Diffraction (XRD) *Philips PW1710*, GC *Varian Cp3800 GC*, Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray Spectrometer (SEM-EDX), *magnetic stirrer*, desikator, dan peralatan gelas. Sedangkan bahan-bahan yang dibutuhkan adalah $\text{Fe}_3(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, asam sitrat, piridin ($\text{C}_5\text{H}_5\text{N}$), gas argon (BW 99,95%), gas hidrogen (BOC 99,99%), dan gas karbon dioksida (BOC 99,99%).

C. Cara Kerja

1. Pembuatan Katalis dengan Metode Sol-gel

Sebanyak 25,28 gram $\text{Fe}_3(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ditambahkan ke dalam 100 mL pelarut asam sitrat/ H_2O (perbandingan asam sitrat : $\text{Fe}_3(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ = 2:1), larutan kemudian diaduk dengan pengaduk magnetik pada temperatur $\pm 70^\circ\text{C}$ agar logam terdistribusi merata dalam larutan, sampai diperoleh gel. Kemudian gel dikeringkan dalam oven dengan suhu 60°C selama 24 jam untuk menghilangkan air, lalu ditimbang dan dihitung rendemen yang terbentuk.

2. Kalsinasi

Proses kalsinasi dilakukan dengan menggunakan *furnace* yang diprogram sesuai dengan perlakuan yang diinginkan, dengan langkah-langkah sebagai berikut:

- a. Sampel disiapkan.
- b. Sampel dimasukkan ke dalam tungku pemanas (*furnance*).
- c. Alat tungku dihubungkan dengan sumber tegangan, kemudian setting alat dalam keadaan hidup atau "ON".
- d. Tungku diatur *setting* sesuai dengan perlakuan pada sampel.
- e. Tungku pemanas dimatikan ketika proses telah selesai.
- f. Sampel dikeluarkan dari tungku pemanas.

Pemanasan sampel terbagi menjadi 3 *segment*, yaitu kenaikan (*run*), penahanan (*dwell*), dan pengakhiran (*end*). Pertama-tama sampel dipanaskan dari temperatur 30°C hingga mencapai temperatur 120°C

dengan kenaikan temperatur $1^{\circ}\text{C}/\text{menit}$. Setelah mencapai temperatur target (120°C) temperatur ditahan selama 2 jam (120 menit), kemudian temperatur dinaikkan kembali hingga mencapai temperatur 350°C dengan kenaikan temperatur $1^{\circ}\text{C}/\text{menit}$. Setelah mencapai temperatur 350°C , temperatur ditahan selama 3 jam (180 menit). Selanjutnya alat *furnace* akan menghentikan pemicu kenaikan dan penahanan suhu, dan secara otomatis suhu di dalam *furnace* akan turun kembali secara perlahan hingga mencapai suhu kamar (30°C).

3. Reduksi

Sebanyak 35,5 mg katalis yang telah melewati proses kalsinasi ditempatkan pada tabung reaktor. Katalis dipanaskan sampai temperatur reaksi yaitu 500°C dan ditahan pada temperatur tersebut selama 30 menit. Kemudian dialirkan gas H_2 dengan laju alir tertentu pada temperatur penahanan tersebut. Laju alir gas H_2 yang digunakan adalah 1,6 L/jam, 1,8 L/jam, dan 2,0 L/jam.

4. Karakterisasi

a. Karakterisasi dengan difraksi sinar-X (XRD)

Pada penelitian ini karakterisasi dengan XRD dilakukan untuk menganalisis pengaruh variasi laju alir gas H_2 terhadap fasa kristalin yang terbentuk pada tahapan reduksi maupun fasa kristalin pada katalis Fe_3O_4 setelah dilakukan uji aktivitas. Analisis dilakukan menggunakan radiasi CuK_{α} ($1,5406 \text{ \AA}$). Hasil difraktogram yang didapat kemudian

diidentifikasi menggunakan metode Search Match dengan standar File data yang terdapat dalam program PCPDFWIN 1997.

b. Penentuan Keasaman Katalis

Metode yang digunakan untuk menentukan keasaman dari Fe_3O_4 adalah metode gravimetri. Katalis diambil sebanyak 0,25 gram dimasukkan ke dalam wadah dan diletakkan dalam desikator yang di dalamnya terdapat absorbat piridin (p.a). Desikator ditutup selama 24 jam, kemudian dikeluarkan dan dibiarkan selama 2 jam pada tempat terbuka untuk melepaskan basa yang teradsorpsi fisik. Berat katalis yang telah mengadsorpsi basa diukur untuk mendapatkan mol basa yang teradsorpsi pada silika-katalis dengan persamaan di bawah ini

$$\text{berat teradsorpsi} = \frac{(W_3 - W_2)}{(W_2 - W_1)BM} \text{ mol g}^{-1}$$

Dengan W_1 adalah berat wadah kosong, W_2 berat wadah dan cuplikan, W_3 berat wadah dan cuplikan yang telah mengadsorpsi piridin dan berat molekul piridin.

Untuk mengetahui jenis asam yang ada pada katalis digunakan metode spektrofotometri infra merah. Beberapa mg cuplikan katalis yang telah dijenuhkan dengan piridin diletakkan pada wadah sampel spektrofotometer infra merah untuk dianalisis. Sinyal spektrum pada bilangan gelombang $\pm 1450 \text{ cm}^{-1}$ dan bilangan gelombang $\pm 1630 \text{ cm}^{-1}$ masing-masing merujuk pada situs asam Brønsted-Lowry dan situs asam Lewis.

c. Karakterisasi dengan SEM-EDX

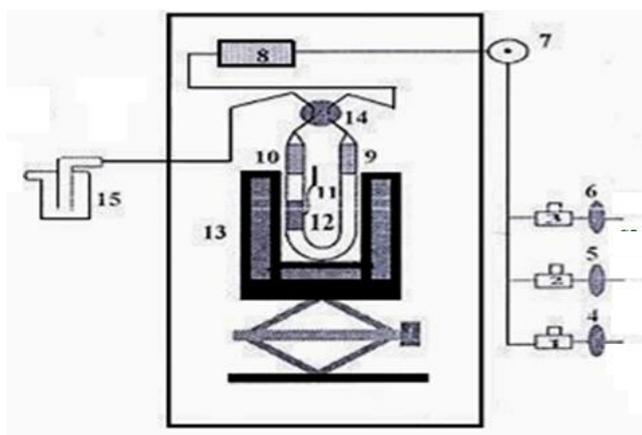
Untuk melakukan karakterisasi permukaan katalis Fe_3O_4 pada skala mikrometer atau bahkan submikrometer serta menentukan komposisi unsur sampel secara kualitatif maupun kuantitatif dapat dilakukan dengan menggunakan satu perangkat alat SEM yang dirangkaikan dengan EDX (*Energy Dispersive X-Ray Spectrometer*). Pada SEM (*Scanning Electron Microscope*) dapat diamati karakteristik bentuk, struktur, serta distribusi pori pada permukaan bahan. Sedangkan pada EDX (*Energy Dispersive X-Ray Spectrometer*) analisis kualitatifnya adalah proses identifikasi unsur-unsur yang ada dalam sampel dan analisis kuantitatifnya adalah untuk mengetahui kadar unsur yang terkandung dalam sampel. Tahapan analisisnya yaitu sejumlah sampel diletakkan dalam wadah sampel kemudian dilakukan proses *coating* (pelapisan) karbon pada sampel lalu dianalisis.

5. Uji Aktivitas Katalis

Aktivitas katalis diuji pada reaktor dengan skema kerja reaktor untuk konversi gas CO_2 menjadi metanol pada Gambar 9.

Sampel katalis sebanyak 20 mg ditempatkan pada tabung reaktor, katalis dipanaskan sampai temperatur 500°C dan ditahan pada suhu tersebut selama satu jam. Selama waktu penahanan, katalis direduksi menggunakan gas hidrogen dan gas argon dengan laju alir 1,8 L/jam untuk gas hidrogen dan 1,2 L/jam untuk gas argon. Setelah reduksi selesai, katalis didinginkan hingga mencapai temperatur reaksi, temperatur

kemudian dipertahankan selama 30 menit. Kemudian dialirkan gas CO₂, H₂ dan Ar selama waktu penahanan tersebut dengan laju alir total adalah 50 mL/menit, dan perbandingan gas CO₂ : H₂ adalah 1:4. Variasi temperatur yang dilakukan adalah 100, 200, 300, dan 400°C. Hasil katalisis keluar dari tabung reaktor kemudian ditampung dalam wadah penampung. Hasil dari uji aktivitas ini selanjutnya dianalisis menggunakan kromtografi gas.



Gambar 9. Reaktor Katalis

Keterangan :

1-3 = Regulator (flowmeter), 4-6 = Pengatur aliran gas, 7 = Tempat injeksi CO₂,
 8 = Wadah pencampur, 9-10 = Penghubung swagelock, 11 = Termokopel, 12 =
 Wadah katalis, 13 = furnace, 14 = Valve, 15 = Kantong penampung hasil analisis.