

III. METODELOGI PENELITIAN

A. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Biomassa Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung. Analisis Difraksi Sinar-X dilakukan di Laboratorium Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN) Batan Serpong, analisis morfologi permukaan dilakukan di Laboratorium Biomassa Universitas Lampung, 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 Biomassa Universitas Lampung. Penelitian ini dilakukan dari bulan Januari 2012 sampai dengan bulan Januari 2013.

B. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain, pengaduk magnetik, *furnace*, neraca analitik, difraktometer sinar-X, *Scanning Electron Microscopy*, *Fourier Transform Infra Red* (FTIR), reaktor katalitik, Kromatografi Gas (KG), 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%), tembaga nitrat (Merck, 99%) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 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 $\text{Ni}_y\text{Fe}_{(1-x-y)}\text{Cu}_x\text{O}_{3\pm\delta}$ (variabel $x = 0.1 - 0.4$; $y = 0,2$) 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 larutan putih telur dibagi menjadi 3 bagian yaitu pada tabung pertama terdiri dari 30 mL putih telur dan 2,3986 g $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, tabung ke dua terdiri dari 50 mL putih telur dan 3,3325 g $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, dan tabung ketiga terdiri dari 20 mL putih telur dan 1,9933 g $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (untuk $x = 0,1$). Kemudian masing-masing campuran diaduk menggunakan pengaduk magnet selama 2 jam pada suhu ruang sampai diperoleh larutan yang homogen. Setelah itu, masing-masing campuran larutan dicampur menjadi satu dan diaduk menggunakan pengaduk magnet selama 2 jam pada suhu ruang sampai diperoleh larutan yang homogen. Kemudian, campuran dipanaskan menggunakan *hot plate* pada suhu 80°C sampai terbentuk padatan prekursor $\text{Ni}_{0,2}\text{Fe}_{0,7}\text{Cu}_{0,1}\text{O}_3$. Setelah itu, prekursor $\text{Ni}_{0,2}\text{Fe}_{0,7}\text{Cu}_{0,1}\text{O}_3$ dikalsinasi pada suhu

600°C selama 2 jam (Maensiri *et al.*, 2007). Perlakuan yang sama juga dilakukan untuk sintesis $\text{Ni}_y\text{Fe}_{(1-x-y)}\text{Cu}_x\text{O}_{3\pm z}$ ($x = 0,2 ; 0,3$ dan $0,4$; $y = 0,2$).

2. Karakterisasi Katalis

a. Analisis Struktur Kristal

Analisis struktur kristal dilakukan menggunakan instrumentasi difraksi sinar-X (XRD). 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 $10 - 80^\circ$, 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 PCPDF-win 1997 (Drbohlavova *et al.*, 2009).

b. Analisis Kuantitatif Kristal

Analisis kuantitatif kristal dilakukan dengan metode penghalusan data XRD menggunakan software rietveld. Salah satu software penghalusan data XRD yaitu program bernama retica. Menjalankan program rietveld bernama retica dilakukan langkah-langkah berikut:

- a. Menyiapkan tiga buah file dengan baik yakni: file data(hasil data XRD), file input (program dibuat sendiri) berisi panjang gelombang yang digunakan XRD, pengambilan sudut difraksi 2θ dan File output.
- b. Menjalankan software retica untuk menghitung data kalkulasi.

- c. Mendapatkan hasil olahan data dari retica dengan analisis jika $\lambda \leq 4$ maka file input yang dibuat dikatakan cukup berhasil.

d. 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.

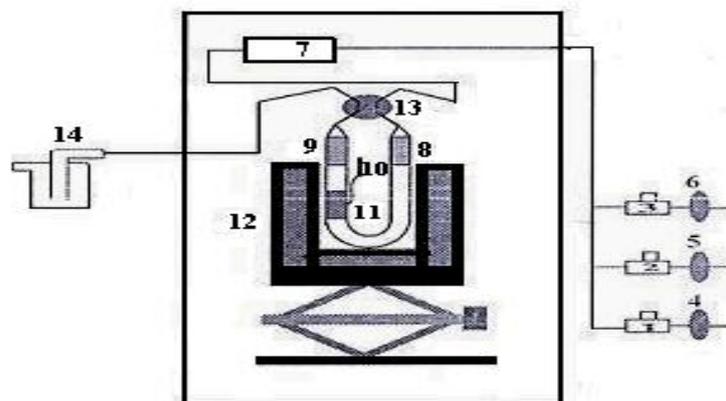
Penentuan jenis situs asam katalis, dilakukan secara kualitatif menggunakan spektroskopi inframerah. Sampel katalis yang dianalisis dicampur dengan KBr kemudian dimasukkan ke dalam *vessel* sampel, lalu dilakukan pengukuran. Kemudian dilakukan analisis dari spektra yang didapat pada daerah bilangan gelombang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

e. 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 15 berikut.



Gambar 15. 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 30 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 30 menit. Variasi suhu yang dilakukan adalah 100°C, 200°C, 300°C 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 : TCD

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, sedangkan untuk asam karboksilat kurva standar dibuat dari larutan standar asam formiat, asam etanoat, dan asam propanoat. Kemudian kromatogram hasil uji analisis yang diperoleh dibandingkan terhadap kromatogram standar alkohol dan asam karboksilat 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.