

### **III. METODELOGI PENELITIAN**

#### **A. Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini telah dilakukan di Laboratorium Biomassa Terpadu Universitas Lampung. Analisis difraksi sinar-x dan analisis morfologi permukaan dilakukan di Laboratorium Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN) Batan Serpong. Analisis keasaman telah dilakukan di Laboratorium Biomassa Terpadu Universitas Lampung dan uji aktivitas katalis telah dilakukan di Laboratorium Kimia FMIPA Universitas Gadjah Mada. Analisis hasil uji aktivitas telah dilakukan di Laboratorium Afiliasi Departemen Kimia FMIPA Universitas Indonesia. Penelitian ini telah dilakukan dari bulan Oktober 2012 sampai dengan bulan Agustus 2013.

#### **B. Alat dan Bahan**

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) Shimadzu 8201 PC, Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT) Shimadzu SCR-100 dengan detektor indeks refraksi, *Scanning Electron Microscopy* (SEM) JEOLBJS-6510*la*, difraktometer sinar-X Philips PW 1710, *furnace* Lenton 3508, *fermentor batch* Syrris, oven, desikator, *hot plate magnetic stirrer*, neraca analitik, dan peralatan gelas laboratorium.

Adapun bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah 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%), piridin  $\text{C}_5\text{H}_5\text{N}$  (J.T. Baker), putih telur, gas hydrogen (BOC 99,99%), selulosa mikrokrystalin (Merck, *density* 1,5 g/cm<sup>3</sup>, molekular  $(\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5)_n = (162, 06)_n$ ) dan akuades.

### C. Prosedur Kerja

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

#### 1. Pembuatan Nanokatalis

Nanokatalis  $\text{Ni}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$  dibuat sebanyak 4 katalis, yaitu dengan variable  $x = 0,2, 0,5, 0,8$  dan 1. Untuk pembuatan nanokatalis  $\text{Ni}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$  ( $x = 0,2$ ) dilakukan dengan cara melarutkan 60 mL putih telur dalam 40 mL akuades. Larutan kemudian diaduk menggunakan magnetik stirer pada suhu 27 °C sampai diperoleh larutan yang homogen. Kemudian larutan putih telur dibagi menjadi 2 bagian yaitu pada gelas kimia pertama terdiri dari 50 mL putih telur dan 0,3255 g  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , gelas kimia ke dua terdiri dari 50 mL putih telur dan 4,0707 g  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  lalu diaduk menggunakan magnetik stirer selama 2 jam pada suhu 27 °C sampai diperoleh larutan yang homogen. Kemudian, campuran dipanaskan menggunakan *hot plate magnetic stirrer* pada suhu 80°C sampai terbentuk padatan prekursor  $\text{Ni}_{0,2}\text{Fe}_{1,8}\text{O}_4$ . Setelah itu, prekursor  $\text{Ni}_{0,2}\text{Fe}_{1,8}\text{O}_4$  dikalsinasi pada suhu 600 °C selama 3 jam (Maensiri *et al.*, 2007). Perlakuan yang sama juga dilakukan untuk sintesis  $\text{Ni}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$  ( $x = 0,5, 0,8$  dan 1).

## 2. Karakterisasi Nanokatalis

### 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  $\text{CuK}_\alpha$  (1,5425 Å), tabung sinar-X dioperasikan pada 40 kV dan 200 mA. Rentang difraksi yang diukur ( $2\theta$ ) 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.

### b) Analisis Keasaman Katalis

Untuk menentukan sifat keasaman katalis dalam penelitian ini dilakukan dengan metode gravimetri dan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR). Penentuan sifat keasaman katalis dengan menggunakan metode gravimetri dilakukan dengan cara, mula-mula wadah kosong ditimbang kemudian diisi dengan 0,2 gram serbuk katalis dan dimasukkan ke dalam desikator yang berisi piridin yang telah divakumkan. Kemudian desikator ditutup selama 24 jam. Setelah itu, wadah yang berisi cuplikan bahan katalis dikeluarkan dan didiamkan di tempat terbuka selama 2 jam, agar basa yang terikat secara adsorpsi fisika terlepas kembali. Kemudian wadah ditimbang kembali, pertambahan berat bahan katalis merupakan banyaknya basa yang teradsorpsi pada bahan katalis. Banyaknya mol basa yang teradsorpsi pada cuplikan dapat dihitung dengan rumus Persamaan 1 (halaman 16).

Selanjutnya, penentuan situs asam Brønsted-Lowry dan situs asam Lewis dari bahan katalis, dilakukan dengan cara bahan katalis hasil uji keasaman secara gravimetri dianalisis dengan menggunakan FTIR. Sampel katalis dicampur dengan KBr, dengan perbandingan 1:50 atau 1:100. Kemudian sampel yang sudah dicampur dengan KBr dibentuk menjadi pelet. Lalu sampel diukur dengan menggunakan FTIR.

### **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. Kemudian sampel tersebut diberikan berkas elektron. Berkas elektron akan dipantulkan oleh sampel untuk kemudian ditangkap detektor membentuk foto (Hanke, 2001).

## **3. Uji Katalitik**

### **a. Preparasi Sampel**

Katalis yang digunakan dalam uji katalitik ini merupakan hasil dari pembuatan katalis nano  $\text{Ni}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ . Dalam penelitian ini digunakan sebanyak 100 mg katalis nano  $\text{Ni}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ , kemudian 0,5 g selulosa dan 100 mL akuades.

### **b. Reaksi Katalitik**

Sebanyak 0,5 g selulosa dimasukkan ke dalam wadah (seperti pada Gambar 13) dan dicampurkan dengan 100 mL akuades, lalu dialirkan gas hidrogen dengan

laju 10 mL per menit dan dipanaskan hingga temperatur 100 °C. Selanjutnya dimasukkan bahan katalis  $\text{Ni}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$  sebanyak 100 mg dan dibiarkan reaksi terjadi selama 2 jam. Kemudian sampel (hasil reaksi) dianalisis dengan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT). Selanjutnya ulangi reaksi untuk temperatur 120 °C dan 140 °C pada waktu reaksi seperti sebelumnya.



Gambar 13. *Fermentor batch*

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

Hasil reaksi selulosa dengan katalis  $\text{Ni}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$  ( $x = 0,2, 0,5, 0,8$  dan  $1$ ) selanjutnya dianalisis menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT) dengan parameter fasa gerak akuabides, kolom SCR-100 (disakarida penukar ion, Ca-form) detektor indeks refraksi, laju alir 1 mL/mnt, dan suhu kolom 60°C. Hal ini bertujuan untuk mengetahui kandungan gula alkohol dalam senyawa tersebut.