BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Prinsip metode penelitian ini adalah preparasi katalis Mo-Co/γ-Al_2O_3 dengan sistem impregnasi basah bertahap, yaitu impregnasi I dengan larutan garam $(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O$ dan impregnasi II dengan larutan garam $Co(NO_3)_2.6H_2O$. Katalis hasil kemudian dikarakterisasi kandungan logamnya dengan AAS, luas permukaan total katalis dengan micromeritic surface area analyzer dan keasaman total katalis secara gravimetri dan spektroskopi FTIR.

3.1 Peralatan dan Bahan

3.1.1 Peralatan

Peralatan yang digunakan meliputi: alat gelas, neraca analitis Bosch Sae-200, furnace 6000, oven, cawan platina, tanur tinggi 1000 °C, cawan porselin, desikator, kain kasa, AAS Perkin Elmer 5000, Micromeritic Surface Area Analyzer Nova 1000 Quantachrom, ATL Mattson FTIR.

3.1.2. Bahan

Bahan yang digunakan meliputi: garam Ammonium Hepta molibdat $(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O$ (Merck 1182), garam Kobal Nitrat $Co(NO_3)_2.6H_2O$, larutan standar Mo (Merck 9926), larutan standar Co (Merck 9986), gamma Alumina γ-Al_2O_3, air bebas ion, Na_2CO_3, HCl 6N, piridin, gas N_2, N_2 cair.

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

3.2. Variabel Penelitian

1. Variabel yang dikonstankan

   Berat penyangga, waktu impregnasi, suhu dan waktu pengeringan, suhu dan waktu kalsinasi.

2. Variabel bebas

   Konsentrasi kedua larutan garam prekursor, komposisi total logam oksida.

3. Variabel terukur

   Kandungan logam katalis, luas permukaan total katalis, keasaman total katalis.

3.3. Prosedur Penelitian

3.3.1. Preparasi Katalis

- Preparasi 1

γ-Al_2O_3 disiapkan dalam cawan porselin yang diletakkan pada oven kemudian dipanaskan selama 2 jam pada suhu 110 °C. Setelah suhu tersebut di-capai lalu didinginkan dalam desikator, dan menimbang 10 gram γ-Al_2O_3 anhidrat sebanyak 2 buah kemudian dibungkus dengan kain kasa serta diikat. Kemudian membuat dua variasi konsentrasi logam Mo dari larutan garam $(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O$ dengan kode seri M_1A dan M_2A seperti terlihat pada tabel 2. dibawah ini.

Tabel 2. konsentrasi logam Mo mula-mula

sampel / konsentrasi	M_1A	M_2A
C_o(g/100 mL H_2O)	12,4675	14,9373

keterangan: C_o= konsentrasi logam Mo mula-mula

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

Selanjutnya masing–masing sampel direndam dalam larutan garam $(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O$ sampai γ-Al_2O_3 tercelup seluruhnya. Setelah perendaman 2 jam katalis tersebut didiamkan di udara terbuka selama semalam, dilanjutkan dengan pengeringan pada suhu 120 °C selama 2 jam dan dikalsinasi pada suhu 500 °C dalam waktu 6 jam.

- Preparasi 2

Pada oven diletakkan cawan porselin yang berisi γ-Al_2O_3 dan dipanaskan selama 2 jam pada suhu 110 °C, lalu didinginkan dalam desikator. Setelah dingin menimbang 10 gram γ-Al_2O_3 anhidrat sebanyak 6 buah dan setiap sampel dibungkus dengan kain kasa serta diikat, kemudian menyiapkan 6 buah larutan logam Mo dan logam Co dari larutan garamnya yaitu $(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O$ dan $Co(NO_3)_2.6H_2O$ dengan komposisi masing-masing logam seperti pada tabel 3. dibawah ini.

Tabel 3. Variasi konsentrasi masing-masing logam Mo dan Co awal

sampel / konsentrasi	MCA_1	MCA_2	MCA_3	MCA_4	MCA_5	MCA_6
C_{Ma}(g/100 mL H_2O)	7,1928	8,9100	11,4268	14,9373	15,7385	15,9324
C_{Ca}(g/100 mL H_2O)	4,4022	4,3755	4,0743	2,9055	2,9356	2,9785

Keterangan: C_{Ma}= konsentrasi logam Mo awal, C_{Ca}= konsentrasi logam Co awal

Pada tahap impregnasi I, masing-masing sampel direndam dalam larutan garam $(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O$ sampai γ-Al_2O_3 tercelup seluruhnya selama 2 jam. Selanjutnya katalis diangkat dan didiamkan di udara terbuka selama semalam

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

kemudian dikeringkan pada suhu 120 °C selama 2 jam. Setelah itu dikalsinasi pada suhu 500 °C dalam waktu 6 jam. Tahap berikutnya, katalis hasil impregnasi I direndam dalam larutan garam $Co(NO_3)_2.6H_2O$ dengan kandungan logam Co seperti pada tabel 3. diatas, adapun kondisi dan perlakuan preparasi sama seperti pada tahap impregnasi I.

- Kalsinasi

Pada langkah ini digunakan suhu 500 °C dan kalsinasi selama 6 jam. Mula-mula katalis hasil impregnasi diatur sedemikian rupa pada wadah sehingga menjadi satu lapis lalu diletakkan dalam pemanas furnice. Pemanas dijalankan dengan kecepatan 25 °C/10 menit sampai suhu 120 °C dan dijaga konstan selama 1 jam. Selanjutnya suhu pemanas dinaikkan dengan kecepatan yang sama sampai suhu 200 °C dan dijaga tetap konstan selama 1 jam. Demikian juga dilakukan sama sampai suhu 300 °C, 400 °C, dan 500 °C. Untuk suhu terakhir dipertahankan selama 2 jam. Setelah selesai kalsinasi katalis diambil untuk persiapan analisa.

3.3.2. Analisa AAS

Penentuan kandungan logam Mo dan Co yang terdapat pada sistem penyangga dengan menggunakan AAS. Sebanyak 0,1 gram sampel katalis yang telah dihaluskan dituang ke dalam cawan platina dan ditambah sedikit Na_2CO_3. Untuk mendekstruksi sampel diperlukan suhu 900 °C pada tanur pemanas selama kurang lebih 30 menit. Setelah serbuk mencair lalu cawan dipindahkan ke dalam hotplate

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

dalam ruang asam. Kemudian dibilas dengan larutan HCl 6N dan diencerkan dengan air bebas ion. Selanjutnya sampel diperiksa kandungan logamnya.

Co dianalisa pada $\lambda = 238,9$ nm dengan gas bakar udara-acetilen, sedangkan Mo dianalisa pada $\lambda = 313,3$ nm dengan gas bakar nitrogen oksida-acetilen.

3.3.3. Uji Luas Permukaan Katalis

Luas permukaan katalis diukur dengan micromeritic surface area analyzer. Pengukuran dilakukan dengan menentukan jumlah gas yang dibutuhkan untuk membentuk monolayer dari molekul gas pada katalis tersebut, sesuai persamaan BET. Pengukuran dilakukan dengan menggunakan gas N_2 pada temperatur N_2 cair (77,4 °K). Pada teknik ini katalis dengan berat 0,5 gram ditempatkan dalam tabung dan dipanaskan pada suhu 100 °C pada kondisi vacum selama 30 menit untuk mengeluarkan gas-gas pengotor yang mungkin ada. Kemudian didinginkan dengan cara merendam tabung sampel pada N_2 cair sambil dialiri gas N_2 sampai diperoleh suatu kondisi kesetimbangan. Pengukuran terbaik adalah jika luas yang ditunjukan counter 50 – 140 m^2, ketepatan terbesar didapat pada saat luas permukaan sampel yang ditunjukkan counter mendekati 140 m^2.

3.3.4. Uji Keasaman Katalis

Menyiapkan dan menjenuhkan sistem vacum dengan uap piridin. Padatan disimpan pada sistem vacum, kemudian gas piridin dialirkan selama semalam dalam temperatur kamar agar terjadi kontak antara gas dan sampel. Sistem dibiarkan dalam udara terbuka selama 2 jam, kemudian ditimbang sampai berat tetap untuk

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

memperoleh perbedaan berat sebelum dan setelah mengadsorpsi piridin. Jumlah basa yang teradsorpsi menyatakan nilai keasaman total katalis.

Untuk membedakan jenis asam Lewis dan asam Bronsted dari interaksi piridin dan padatan katalis diperoleh dari spektroskopi FTIR yang memberikan puncak-puncak spesifik pada bilangan gelombang yang diserap oleh masing-masing asam tersebut.

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)