

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilaksanakan pada bulan Maret 2017 hingga Juni 2017. Sintesis katalis *Fischer – Tropsch* berbasis logam besi dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik, Jurusan Kimia, Universitas Brawijaya. Pengukuran tingkat kekerasan gel dilakukan di Laboratorium Teknik Pengolahan Pangan dan Hasil Pertanian, Jurusan Keteknikan Pertanian, Universitas Brawijaya. Karakterisasi menggunakan XRD dilakukan di Laboratorium Teknik Material dan Metalurgi, Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, Institut Teknologi Sepuluh November (ITS).

3.2 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah besi(III) nirat [$\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$], natrium silika [Na_2SiO_3], asam nitrat [HNO_3] (kemurnian 65 %), etanol [$\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$] (kemurnian 96 %), dan air suling.

3.3 Alat Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian adalah gelas kimia 250 mL, pipet ukur 10 mL, labu ukur 100 mL, corong gelas, pengaduk gelas, pipet tetes, bola hisap, botol semprot, pengaduk magnet, neraca analitik *Ohaus Precision Advanced*, pH meter *Mettler Toledo*, oven *Memmert UL 30*, tanur *Furnace 6000*, texture analyzer TA – 41 *Brookfield*, dan XRD *Philips type X'pert*.

3.4 Tahapan Penelitian

1. Preparasi larutan.
2. Pembuatan hidrogel.
3. Uji kekerasan gel.
4. Pengaruh konsentrasi logam besi terhadap kecepatan terbentuknya gel.
5. Pembuatan xerogel
6. Pembuatan katalis.
7. Karakterisasi.
8. Analisis data.

3.5 Prosedur Kerja

3.5.1 Preparasi larutan

3.5.1.1 Preparasi larutan 0,4 M Na_2SiO_3

Larutan Na_2SiO_3 diambil sebanyak 9,43 mL menggunakan pipet ukur 10 mL. Setelah itu diencerkan ke dalam labu ukur 100 mL. Dari proses pengenceran, maka akan diperoleh larutan Na_2SiO_3 dengan konsentrasi 0,4 M. Perhitungan volume Na_2SiO_3 yang dibutuhkan dapat dilihat pada Lampiran B.1.

3.5.1.2 Preparasi larutan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$

Dalam preparasi larutan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$, dibuat dengan beberapa variasi konsentrasi yaitu 0,01; 0,03; dan 0,05 M. Larutan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ dengan berbagai variasi konsentrasi tersebut dibuat dengan melarutkan padatan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ sebesar 2, 4, dan 6 gram masing-masing ke dalam aquades sebanyak 50 mL. Perhitungan massa $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ yang dibutuhkan dapat dilihat pada Lampiran B.2.

3.5.1.3 Preparasi larutan HNO_3 1 M

Larutan HNO_3 65% diambil sebanyak 6,97 mL menggunakan pipet ukur 10 mL. Setelah itu diencerkan ke dalam labu ukur 100 mL. Proses pengenceran akan diperoleh larutan HNO_3 1 M. Perhitungan volume HNO_3 yang dibutuhkan dapat dilihat pada Lampiran B.3.

3.5.2 Pembuatan hidrogel

Pembuatan hidrogel dilakukan dengan mengambil larutan HNO_3 1 M sebanyak 2 mL dan ditambahkan ke dalam masing-masing variasi konsentrasi larutan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$. Kemudian ditambahkan dengan larutan 0,4 M Na_2SiO_3 ke dalam masing-masing variasi konsentrasi larutan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ sedikit demi sedikit sambil diaduk dengan pengaduk magnet hingga tercapai pH 3, 5, dan 7. Setelah itu, gel didiamkan hingga gel terbentuk.

3.5.3 Uji kekerasan hidrogel

Uji kekerasan dilakukan dengan cara memasukkan hidrogel yang sudah terbentuk ke dalam wadah dengan diameter sebesar 2 cm dan tinggi sekitar 2 cm. Kemudian dilakukan *compression test*

menggunakan jenis probe TA 41 dengan *test speed* dan *return speed* sebesar 10 mm/s.

3.5.4 Pengaruh konsentrasi logam besi terhadap kecepatan terbentuknya gel

Untuk mengetahui pengaruh konsentrasi logam besi terhadap kecepatan terbentuknya gel dapat dilakukan dengan cara mengamati setiap jenis perubahan setiap satu menit pada semua larutan dengan variasi konsentrasi $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ yang telah dibuat. Gel yang keras dapat diamati dengan cara memiringkan wadah campuran larutan yang digunakan. Apabila gel ketika dimiringkan tidak ada air yang keluar, maka gel tersebut telah mengeras.

3.5.5 Pembuatan xerogel

Hidrogel yang diperoleh selanjutnya disaring menggunakan kertas saring dan dicuci menggunakan larutan etanol 96 % untuk menghilangkan pengotornya. Kemudian gel dapat dikeringkan di dalam oven pada suhu 80 °C selama 10 jam.

3.5.6 Pembuatan katalis

Xerogel yang terbentuk dengan variasi pH dan konsentrasi larutan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ selanjutnya dikalsinasi menggunakan tanur pada suhu 500 °C selama empat jam. Kemudian diletakkan di dalam desikator selama 15 menit. Setiap xerogel yang terbentuk lalu digerus hingga menghasilkan serbuk yang halus.

3.5.7 Karakterisasi katalis

Karakterisasi katalis dilakukan dengan menggunakan instrumen *X-Ray Diffraction* (XRD). Pada analisis XRD menggunakan posisi sudut sebesar 2θ dengan rentang putar 5° sampai 60° pada kecepatan pindai setiap 1° per menit. Hasil yang diperoleh kemudian dibandingkan dengan difaktogram standar JCPDS.

3.5.8 Analisis data

3.5.8.1 Analisis Data XRD

Analisis data XRD dengan cara mengamati puncak difraksi kristal yang mewakili orientasi bidang kristal. Orientasi bidang

kristal yang diperoleh dibandingkan dengan data JCPDS Fe_2O_3 (no. 13-534).

3.5.8.2 Analisis Data Tingkat Kekerasan

Data yang diperoleh dari uji kekerasan hidrogel berupa angka yang menunjukkan seberapa keras gel yang diamati. Tingkat kekerasan yang diperoleh untuk setiap hidrogel dihitung rata-ratanya sehingga dapat diketahui secara pasti berapa angka kekerasan yang dimiliki setiap hidrogel.