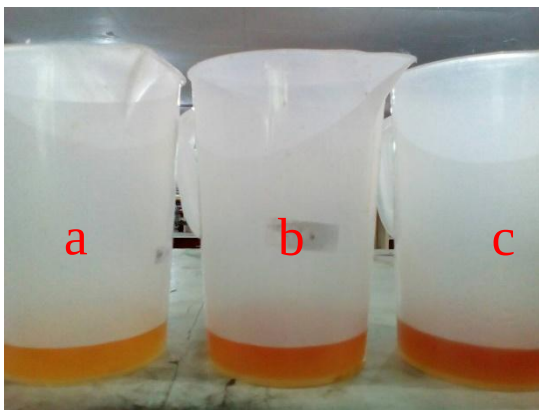


## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

### 4.1 Preparasi Katalis *Fischer-Tropsch*

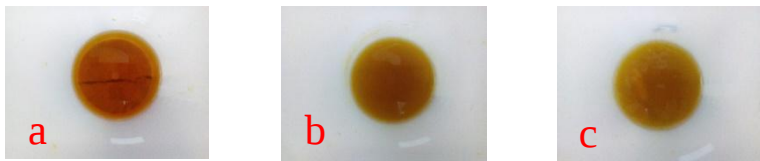
Katalis merupakan suatu zat yang dapat meningkatkan laju reaksi dimana zat tersebut tidak terlibat secara permanen selama proses reaksi berlangsung. Katalis dan reaktan akan saling berinteraksi sebelum terjadinya suatu zat antara (intermediet) yang reaktif. Interaksi katalis dengan reaktan dapat terjadi secara homogen (fasa yang sama) maupun heterogen (fasa yang berbeda) [36]. Katalis *Fischer-Tropsch* merupakan salah satu jenis katalis heterogen [21]. Katalis tersebut digunakan untuk mengkonversi batubara atau gas alam menjadi bahan bakar cair [4]. Katalis *Fischer-Tropsch* dapat disintesis menggunakan metode sol-gel [36,37].

Pada penelitian ini dibuat katalis dengan melakukan variasi pH dan konsentrasi larutan  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ . Katalis dibuat dengan mencampurkan larutan  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  dengan variasi konsentrasi 0,01; 0,03; 0,05 M dengan masing-masing ditambahkan larutan  $\text{HNO}_3$  1 M untuk mempertahankan suasana asam larutan.



**Gambar 4.1** Warna campuran larutan  $\text{HNO}_3$  1 M dan larutan  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  dengan variasi konsentrasi, (a) 0,01 M, (b) 0,03 M, dan (c) 0,05 M.

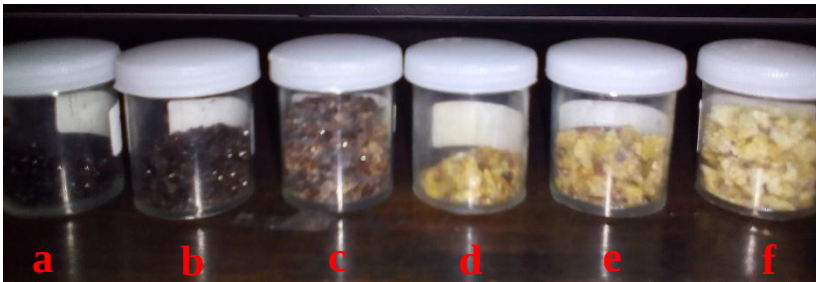
Kemudian masing-masing campuran larutan tersebut ditambahkan dengan larutan 0,4 M  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  secara perlahan sambil diaduk menggunakan pengaduk magnet. Penambahan larutan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  berfungsi sebagai pengemban katalis *Fischer-Tropsch* dalam bentuk xerogel silika. Silika yang terdapat di dalam larutan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  akan mengalami polimerisasi dengan larutan  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  sehingga dapat terbentuk hidrogel. Proses penambahan larutan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  dilakukan hingga pada masing-masing campuran larutan tercapai pH 3, 5, dan 7.



**Gambar 4.2** Warna campuran larutan setelah penambahan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  pada, (a) pH 3, (b) pH 5, dan (c) pH 7.

Pada penelitian yang dilakukan, penambahan larutan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  pada pH 3 tidak dapat terbentuk hidrogel sedangkan pada pH 5 dan pH 7 dapat terbentuk hidrogel. Hal tersebut dikarenakan larutan dengan pH yang lebih asam akan memiliki kadar proton yang cukup tinggi sehingga jumlah gugus Si-OH yang terbentuk cukup tinggi. Hidrogel yang terbentuk selanjutnya disaring dan dibilas menggunakan etanol 96% untuk menghilangkan pengotor. Untuk membentuk xerogel, hidrogel dipanaskan di dalam oven pada suhu 80 °C selama 10 jam.

Kalsinasi perlu dilakukan untuk mengubah  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  yang dihasilkan dari polimerisasi dengan  $\text{SiO}_2$  menjadi  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  serta untuk memperbesar struktur permukaannya secara permanen dengan ikatan kovalen sehingga terbentuk  $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$  yang stabil. Proton yang ada dapat dibebaskan ke dalam silika sehingga silika menjadi lebih asam. Proses kalsinasi juga untuk menghilangkan pengotor-pengotor organik yang masih ada. Tabel di bawah ini merupakan tabel yang menunjukkan pemberian kode pada xerogel yang telah dikalsinasi:



**Gambar 4.3** Xerogel kalsinasi, (a) X-1, (b) X-2, (c) X-3, (d) X-4, (e) X-5, dan (f) X-6.

#### 4.2 Pengaruh pH terhadap Tingkat Kekerasan Hidrogel

Terbentuknya hidrogel dalam metode sol-gel sangat bergantung pada pH suatu larutan. Hidrogel yang terbentuk dapat memiliki tekstur yang lunak atau keras jika ditinjau dari pH yang dibutuhkan saat terbentuk gel. Untuk mengetahui tingkat kekerasan gel yang dihasilkan, maka dapat menggunakan instrumen *Texture Analyzer*. Berikut adalah tabel tingkat kekerasan gel yang terbentuk pada pH 5 dan 7:

**Tabel 4.1** Tingkat kekerasan gel pada pH 5 dan 7

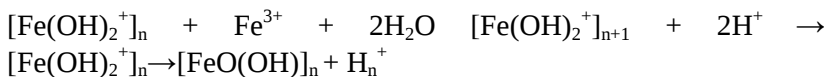
| No. | Konsentrasi $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ | pH | Rata-rata Tingkat Kekerasan (g) |
|-----|----------------------------------------|----|---------------------------------|
| 1   | 0,01 M                                 | 5  | 12,1                            |
|     |                                        | 7  | 21,2                            |
| 2   | 0,03 M                                 | 5  | 17,3                            |
|     |                                        | 7  | 21,9                            |
| 3   | 0,05 M                                 | 5  | 22,6                            |
|     |                                        | 7  | 27,1                            |

Bila ditinjau dari tingkat kekerasannya, gel yang terbentuk pada pH 7 cenderung memiliki tingkat kekerasan yang lebih tinggi dibandingkan dengan gel pada pH 5. Tingkat kekerasan suatu gel berhubungan dengan jumlah kandungan air yang terdapat di dalam gel. Semakin keras gel yang terbentuk, maka kandungan airnya semakin sedikit [17]. Gel dengan pH yang tinggi akan

menyebabkan penambahan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  meningkat sehingga kadar proton dalam larutan menjadi lebih sedikit bila dibandingkan dengan gel pada pH rendah. Hal tersebut menyebabkan kadar air dalam gel pada pH tinggi menjadi lebih sedikit.

#### 4.3 Pengaruh Konsentrasi $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ terhadap Waktu Pembentukan Gel

Proses pembuatan katalis *Fischer – Tropsch* dalam penelitian ini menggunakan besi. Besi yang digunakan berasal dari larutan  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ . Larutan  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  yang digunakan memiliki pH asam dimana apabila direaksikan dengan larutan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ , ia akan menginisiasi terbentuknya gel melalui proses polimerisasi. Polimerisasi kation besi akan dipropagasi oleh deprotonasi molekul air terkoordinasi dan gugus hidroksil. Berikut merupakan proses polimerisasi yang terjadi [17]:



Kation  $\text{Fe}^{3+}$  yang berasal dari larutan  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  memiliki peran dalam proses pembentukan gel. Dalam penelitian ini digunakan kation  $\text{Fe}^{3+}$  untuk mengetahui seberapa cepat terbentuknya gel. Berikut merupakan tabel pengamatan proses terbentuknya gel:

**Tabel 4.2** Pengaruh konsentrasi  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  terhadap terbentuknya gel pada pH 5

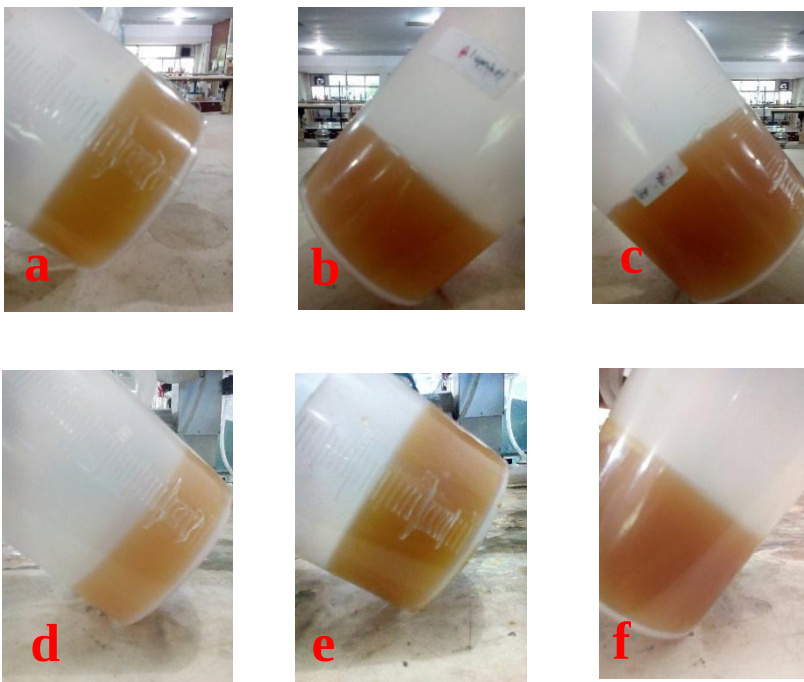
| Konsentrasi $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ (M) | Jenis Pengamatan                 | Waktu (menit) |
|--------------------------------------------|----------------------------------|---------------|
| 0,01                                       | Masih cair                       | 1 hingga 93   |
|                                            | Mulai mengental                  | 94            |
|                                            | Terbentuk gel tetapi masih lunak | 105           |
|                                            | Gel keras                        | 113           |
| 0,03                                       | Masih cair                       | 1 hingga 76   |
|                                            | Mulai mengental                  | 77            |
|                                            | Terbentuk gel tetapi             | 85            |

|      |                                  |             |
|------|----------------------------------|-------------|
| 0,05 | masih lunak                      |             |
|      | Gel keras                        | 96          |
|      | Masih cair                       | 1 hingga 62 |
|      | Mulai mengental                  | 63          |
|      | Terbentuk gel tetapi masih lunak | 72          |
|      | Gel keras                        | 81          |

**Tabel 4.3** Pengaruh konsentrasi  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  terhadap terbentuknya gel pada pH 7

| Konsentrasi $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ (M) | Jenis Pengamatan                 | Waktu (menit) |
|--------------------------------------------|----------------------------------|---------------|
| 0,01                                       | Masih cair                       | 1 hingga 73   |
|                                            | Mulai mengental                  | 74            |
|                                            | Terbentuk gel tetapi masih lunak | 81            |
|                                            | Gel keras                        | 92            |
| 0,03                                       | Masih cair                       | 1 hingga 15   |
|                                            | Mulai mengental                  | 16            |
|                                            | Terbentuk gel tetapi masih lunak | 23            |
|                                            | Gel keras                        | 33            |
| 0,05                                       | Masih cair                       | 1 hingga 3    |
|                                            | Mulai mengental                  | 4             |
|                                            | Terbentuk gel tetapi masih lunak | 8             |
|                                            | Gel keras                        | 14            |

Gel yang terbentuk pada pH 5 dan 7 untuk setiap konsentrasi larutan  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  yang terbentuk memiliki perbedaan. Gel dengan pH 7 akan lebih cepat terbentuk bila dibandingkan dengan gel dengan pH 5. Hal tersebut sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan Taufiq dkk bahwa proses pembentukan gel sangat dipengaruhi pH [38]. Gambar 4.5 menunjukkan proses terbentuknya gel untuk setiap konsentrasi  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ :

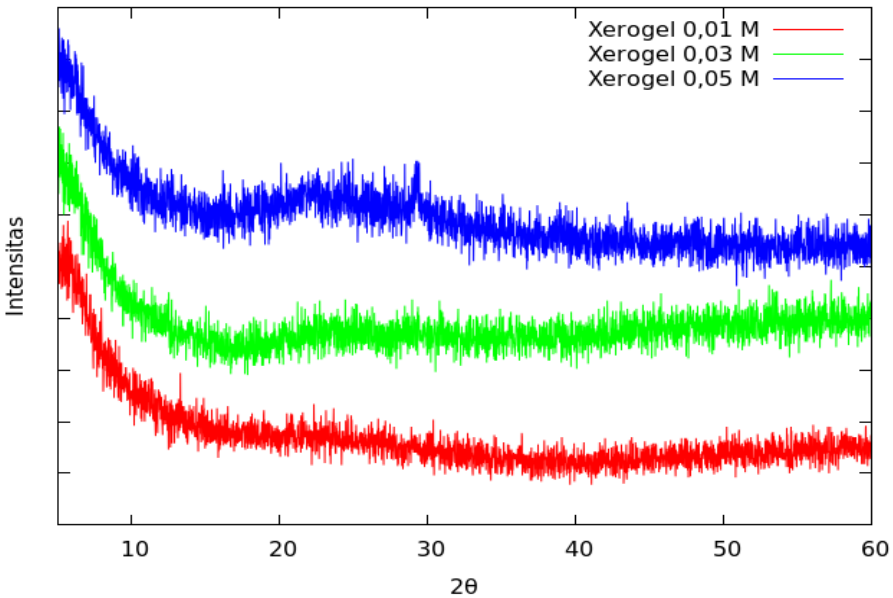


**Gambar 4.4** Proses pengamatan terbentuknya gel, (a) 0,01 M  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  pada pH 7, (b) 0,03 M  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  pada pH 7, (c) 0,05 M  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  pada pH 7, (d) 0,01 M  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  pada pH 5, (e) 0,03 M  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  pada pH 5, dan (f) 0,05 M  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  pada pH 5.

Polimerisasi dari kation  $\text{Fe}^{3+}$  akan dibatasi oleh gugus siloksan yang dihasilkan dari natrium silikat. Kation  $\text{Fe}^{3+}$  akan terperangkap dalam matriks fase gel silika. Kation tersebut akan terdispersi secara merata dalam gelas silika. Proses tersebut yang dapat menyebabkan campuran  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  dan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  berubah fase menjadi fase gel. Berdasarkan data yang diperoleh dapat dikatakan bahwa penambahan konsentrasi dari  $\text{Fe}^{3+}$  dapat mempengaruhi cepat atau lambatnya gel terbentuk. Semakin tinggi konsentrasi  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  yang digunakan, maka akan semakin banyak kation  $\text{Fe}^{3+}$  yang terperangkap di dalam gelas silika sehingga gel akan semakin cepat terbentuk.

#### 4.4 Analisis Data XRD

Sampel uji berupa padatan xerogel dengan berbagai variasi konsentrasi  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  pada pH 7 yang telah dikalsinasi pada temperatur  $500^\circ\text{C}$  selama empat jam. Padatan xerogel diuji dengan XRD untuk mengetahui apakah kristal  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  sudah terbentuk. Karakterisasi XRD dilakukan dengan laju pindai satu derajat per menit agar difraktogram yang dihasilkan memiliki gangguan yang kecil. Sudut yang diukur antara  $5\text{-}60^\circ$ . Data hasil XRD berupa difraktogram kemudian dicocokkan dengan data JCPDS no. 13-534.



**Gambar 4.5** Difraktogram xerogel dengan variasi  $[\text{Fe}(\text{NO}_3)_3]$  pH 7.

Difraktogram yang diperoleh memiliki perbedaan sangat jauh bila dibandingkan dengan JCPDS no. 13-534. Ketiga difraktogram sampel yang diperoleh, tidak ada puncak yang terbentuk sesuai dengan JCPDS no. 13-534. Hal tersebut menandakan bahwa sampel uji masih berupa amorf dan tidak ada

kristal  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  yang terbentuk. Proses kalsinasi masih diperlukan dengan suhu yang lebih tinggi sehingga kristal  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dapat terbentuk dan menghasilkan pola difraktogram yang sesuai dengan JCPDS no. 13-534.