



**SINTESIS KATALIS Mo/SiO_2 PADA VARIASI pH DAN % COVERAGE
DENGAN METODE HIDROTERMAL DEPOSISI**

SKRIPSI

Oleh

**Windayanti
NIM 161810301020**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
JEMBER**

2023



**SINTESIS KATALIS Mo/SiO₂ PADA VARIASI pH DAN % COVERAGE
DENGAN METODE HIDROTEMAL DEPOSISI**

SKRIPSI

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat
untuk menyelesaikan Program Studi Kimia (S1)
dan mencapai gelar Sarjana Sains

Oleh

Windayanti

NIM 161810301020

JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS JEMBER

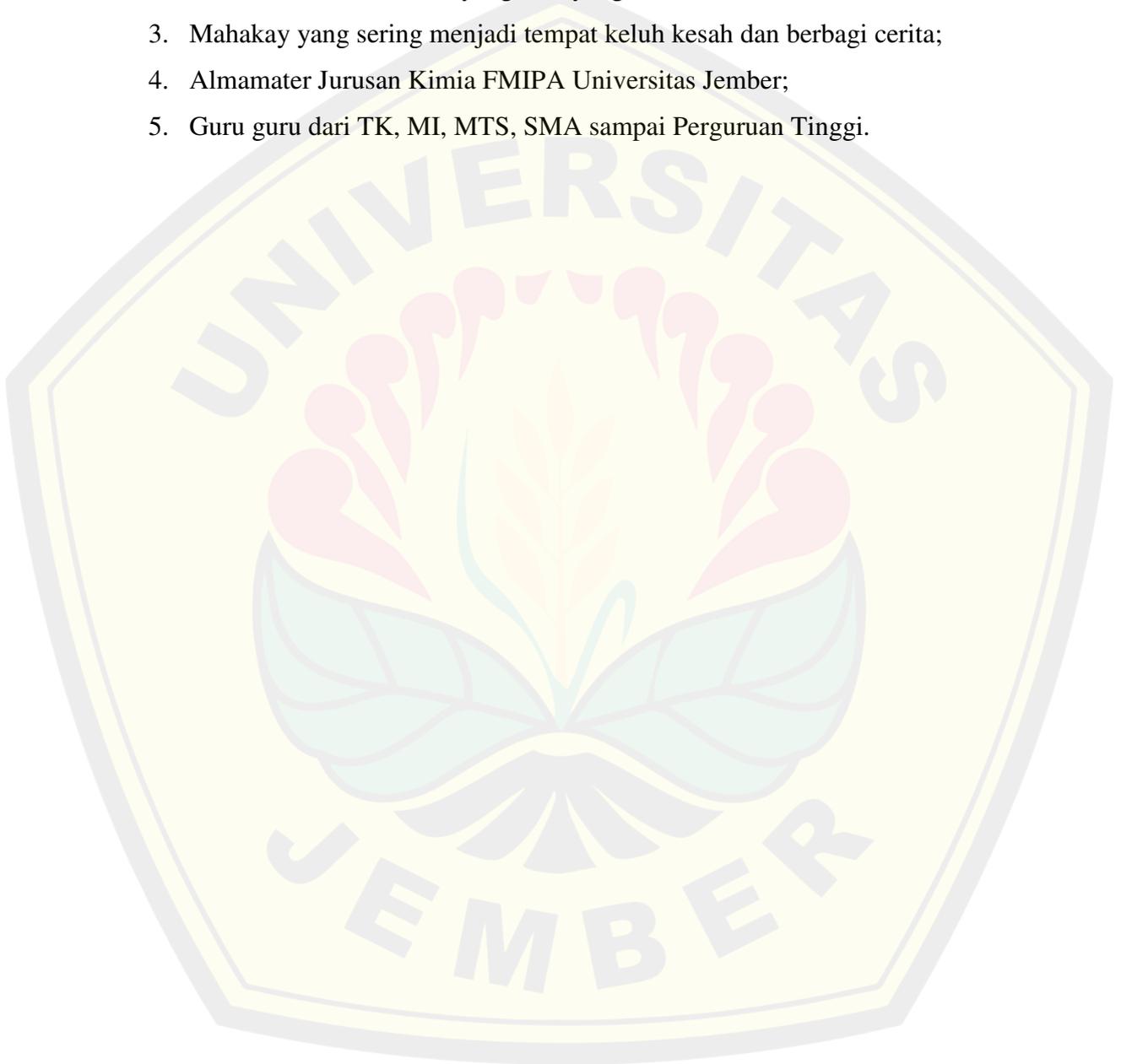
JEMBER

2023

PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk:

1. Orang tua saya tercinta ibu Nur Janah dan ayah Abdul Hamid yang selalu memberikan support, nasihat dan doa terbaik untuk anaknya;
2. Adik Mohammad Rezza yang tersayang;
3. Mahakay yang sering menjadi tempat keluh kesah dan berbagi cerita;
4. Almamater Jurusan Kimia FMIPA Universitas Jember;
5. Guru guru dari TK, MI, MTS, SMA sampai Perguruan Tinggi.



MOTTO

“Sebaik-baik manusia adalah yang paling bermanfaat bagi manusia lainnya”
(HR. Al-Qadla’iy dalam Musnad Asy-Syihaab no. 129, Ath-Thabaraaniy dalam
Al-Ausath no. 5787)^{*)}



^{*)} Departemen Agama Republik Indonesia. 2006. Al-Qur'an dan Terjemahannya. Jakarta. Pustaka Agung Harapan.

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Windayanti

NIM : 161810301020

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul “Sintesis Katalis Mo/SiO₂ pada Variasi pH dan % Coverage dengan Metode Hidrotermal Deposisi” adalah benar-benar hasil karya sendiri. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa ada tekanan dan paksaan dari pihak manapun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata dikemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember,
Yang menyatakan,

Windayanti
NIM 161810301020

SKRIPSI

**SINTESIS KATALIS Mo/SiO₂ PADA VARIASI pH DAN % COVERAGE
DENGAN METODE HIDROTEMAL DEPOSISI**

Oleh

Windayanti

NIM 161810301020

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : Tanti Haryati, S.Si., M.Si.

Dosen Pembimbing Anggota : Yudi Aris Sulistyono, S.Si., M.Si.

PENGESAHAN

Skripsi berjudul “Sintesis Katalis Mo/SiO₂ pada Variasi pH dan % coverage dengan Metode Hidrotermal Deposisi” karya Windayanti telah diuji dan disahkan pada:

Hari, tanggal :

Tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Tim Penguji,

Ketua,

Anggota I,

Tanti Haryati, S.Si., M.Si.
NIP. 198010292005012002

Yudi Aris Sulistiyo, S.Si.,M.Si.
NIP. 198809242014041001

Anggota II,

Anggota III,

Suwardiyanto, S.Si., M.Si., Ph.D.
NIP. 197501191998021001

Dwi Indarti, S.Si., M.Si.
NIP. 197409012000032004

Mengesahkan,
Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan
Alam

Drs. Achmad Sjaifullah, M.Sc., Ph.D.
NIP 195910091986021001

RINGKASAN

Sintesis Katalis Mo/SiO₂ pada Variasi pH dan % Coverage dengan Metode Hidrotermal Deposisi : Windayanti, 161810301020; 2022: 51 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Katalis dengan kriteria yang baik memiliki situs aktif yang tersebar merata pada permukaan katalis. Aktivitas katalis dapat di tingkatkan dengan cara mendeposisikan molibdenum pada permukaan material penyangga. Silika digunakan sebagai material penyangga karena memiliki luas permukaan yang relatif besar untuk tempat terdispersinya logam pada permukaan, volume pori dan distribusi keseragaman pori besar, serta memiliki stabilitas termal dan kimia yang baik. Katalis Mo yang berpenyangga SiO₂ memiliki aktivitas katalis yang lebih tinggi daripada jenis material yg lain. Katalis dapat ditingkatkan aktifitas katalisnya dengan cara memvariasikan pada pH ≥ 6 dimana ion polimobdat menjadi MoO₄²⁻. Jumlah pengemban Mo terhadap luas permukaan SiO₂ juga berpengaruh pada dispersi logam kedalam material pendukung (persen coverage). Tujuan penelitian ini yaitu mempelajari pengaruh pH larutan AHM (heksaamonium heptamolibdat tetrahidrat) dan persen coverage terhadap katalis hasil sintesis dengan menggunakan karakterisasi XRD dan FTIR.

Penelitian ini telah melakukan sintesis katalis Mo/SiO₂ dengan variasi persen coverage 50%, 75%, dan 100% melalui metode hidrotermal secara deposisi. Proses modifikasi dilakukan secara impregnasi basah yang dikondisikan pada pH 6, 8, dan 10. Pada metode hidrotermal, larutan dengan variasi pH di buat menjadi fasa gel dan dipanaskan pada waktu dan suhu tertentu. Hasil sintesis katalis Mo/SiO₂ di kalsinasi lalu dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui kristalinitas dan FTIR untuk mengetahui perubahan gugus fungsi yang terdapat pada katalis.

Hasil dari karakterisasi FTIR pada sampel yaitu ditemukan puncak puncak baru pada sampel silika yang ditambahkan dengan Mo. Puncak baru yang dihasilkan yaitu Si-O-Mo, Mo=O, dan Mo-O-Mo. Perbedaan bilangan gelombang

pada katalis tidak berubah secara signifikan pada pita vibrasi Si-O-Si, Mo-O-Si, Mo-O-Mo dan Mo=O. Pada persen *coverage* 50% tidak muncul spesies Mo=O dan Mo-O-Si. Pada *coverage* 75% muncul spesies Mo=O dan Mo-O-Mo. Sedangkan pada *coverage* 100% hanya muncul spesies Mo-O-Si. Munculnya spesies Mo-O-Mo pada *coverage* 75% menunjukkan terjadinya agregat molibdenum pada Mo/SiO₂. Intensitas puncak vibrasi ulur –OH silanol semakin menurun seiring dengan meningkatnya pH dan persen *coverage*. Katalis dengan *coverage* 50% dan 100% dengan variasi 6,8, dan 10 yang dikarakterisasi menggunakan XRD tidak menunjukkan adanya perbedaan puncak. Puncak tersebut berbentuk melebar (*Hump*) pada daerah $2\theta = 17^{\circ}-30^{\circ}$ yang menggambarkan struktur material yaitu amorf. Hal ini terjadi dikarenakan pemuat Mo kurang dari atau sama dengan luas permukaan terbentuknya spesies MoO₃ kristalin yang mengalami agregasi dan relatif tersebar. Agregasi terjadi karena banyaknya pemuat molibdenum yang melebihi luas permukaan SiO₂. Sampel katalis ini menghasilkan puncak yang sesuai dengan kristal MoO₃.

Kesimpulan pada penelitian ini yaitu spesies katalis Mo/SiO₂ menunjukkan bahwa pada sampel dengan *coverage* 50% tidak memiliki puncak Mo=O, Mo-O-Si, dan Mo-O-Mo. Pada *coverage* 100% memiliki Mo-O-Si, sedangkan pada *coverage* 75% memiliki puncak Mo-O-Si, Mo=O, dan Mo-O-Mo yang tidak mengalami perubahan secara signifikan. Hasil karakterisasi FTIR terdapat puncak Mo-O-Mo menunjukkan terjadinya agregat molibdenum pada Mo/SiO₂. pH dan persen *coverage* yang semakin meningkat akan menyebabkan intensitas –OH silanol semakin menurun. Karakterisasi XRD menunjukkan bahwa sampel dengan variasi pH terdapat perbedaan yaitu pada *coverage* 50% dan 100% menghasilkan puncak silika amorf sedangkan pada *coverage* 75% menghasilkan puncak yang sesuai dengan kristal α -MoO₃ ortorombik.

PRAKATA

Puji syukur kehadiran Allah SWT, atas segala limpahan rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Sintesis Katalis Mo/SiO₂ pada Variasi pH dan % Coverage dengan Metode Hidrotermal Deposisi”. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis menyampaikan terimakasih kepada:

1. Bapak Drs. Achmad Sjaifullah, M.Sc., Ph.D. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
2. Ibu Dr. Anak Agung Istri Ratnadewi, S.Si., M.Si. selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
3. Ibu Tanti Haryati, S.Si., M.Si. selaku dosen pembimbing utama dan Bapak Yudi Aris Sulisty, S.Si, M.Si. selaku dosen pembimbing anggota yang telah memberikan bimbingan, meluangkan waktu, tenaga, pikiran dalam penulisan skripsi ini;
4. Bapak Suwardiyanto, S.Si., M.Si., Ph.D., dan Ibu Dwi Indarti, S.Si., M.Si. selaku dosen penguji yang telah memberi kritik dan saran untuk penelitian dan perbaikan penulisan tugas akhir ini;
5. Bapak Drs. Sudarko, Ph.D selaku Dosen Pembimbing Akademik yang telah membimbing dan memberi masukan selama penulis menjadi mahasiswa;
6. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu.

Penulis juga menerima segala kritik dan saran dari semua pihak untuk kesempurnaan skripsi ini. Penulis berharap skripsi ini dapat bermanfaat nantinya.

Jember,

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	ii
HALAMAN PERSEMBAHAN	iii
HALAMAN MOTTO	iv
HALAMAN PERNYATAAN.....	v
HALAMAN PEMBIMBING	vi
HALAMAN PENGESAHAN.....	vii
RINGKASAN	viii
PRAKATA	x
DAFTAR ISI.....	xi
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR GAMBAR.....	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xv
Halaman.....	xv
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Batasan Masalah	4
1.5 Manfaat Penelitian.....	4
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Katalis	5
2.2 Molibdenum.....	7
2.3 Silika (SiO ₂)	7
2.4 Interaksi Mo pada Permukaan Silika.....	9
2.5 Pengaruh pH terhadap spesies Mo.....	10
2.6 Metode Hidrotermal	11
2.7 X-ray Diffraction (XRD)	12
2.8 Fourier Transform Infra-Red (FTIR)	13
BAB 3. METODE PENELITIAN.....	15

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian.....	15
3.2 Alat dan Bahan.....	15
3.2.1 Alat	15
3.2.2 Bahan.....	15
3.3 Prosedur Penelitian.....	15
3.3.1 Preparasi Silika (SiO ₂).....	15
3.3.2 Metode Hidrotermal Deposisi	16
3.3.3 Kalsinasi	16
3.3.4 Karakterisasi <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	16
3.3.5 Karakterisasi <i>Fourier Transform Infra-Red</i> (FTIR).....	17
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	18
4.1 Hasil Sintesis Katalis Mo/SiO₂.....	18
4.2 Pengaruh pH terhadap Perubahan Gugus Fungsi Mo/SiO₂ Menggunakan Karakterisasi FTIR dan XRD.....	20
4.3 Pengaruh Persen Coverage terhadap Spesies Molibdenum pada Mo/SiO₂ Menggunakan Karakterisasi XRD dan FTIR	24
BAB 5. PENUTUP.....	270
5.1 Kesimpulan.....	270
5.2 Saran	270
DAFTAR PUSTAKA	31
LAMPIRAN	35

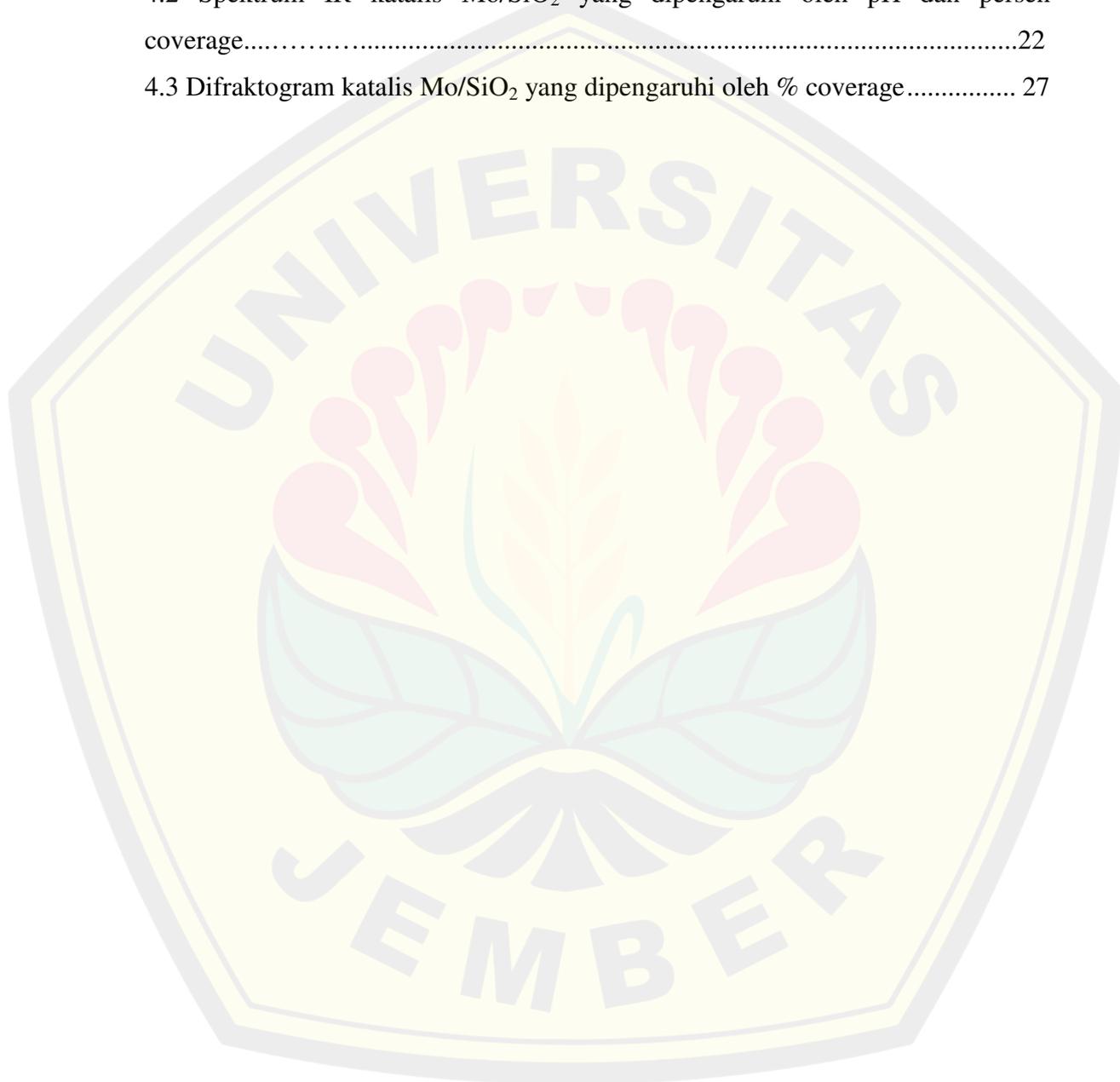
DAFTAR TABEL

	Halaman
3.1 Sampel yang dikarakterisasi pada hasil penelitian.....	19
4.1 Pergeseran bilangan gelombang hasil spektra FTIR katalis Mo/SiO ₂	23
4.2 Hasil penentuan spesies katalis Mo/SiO ₂	24



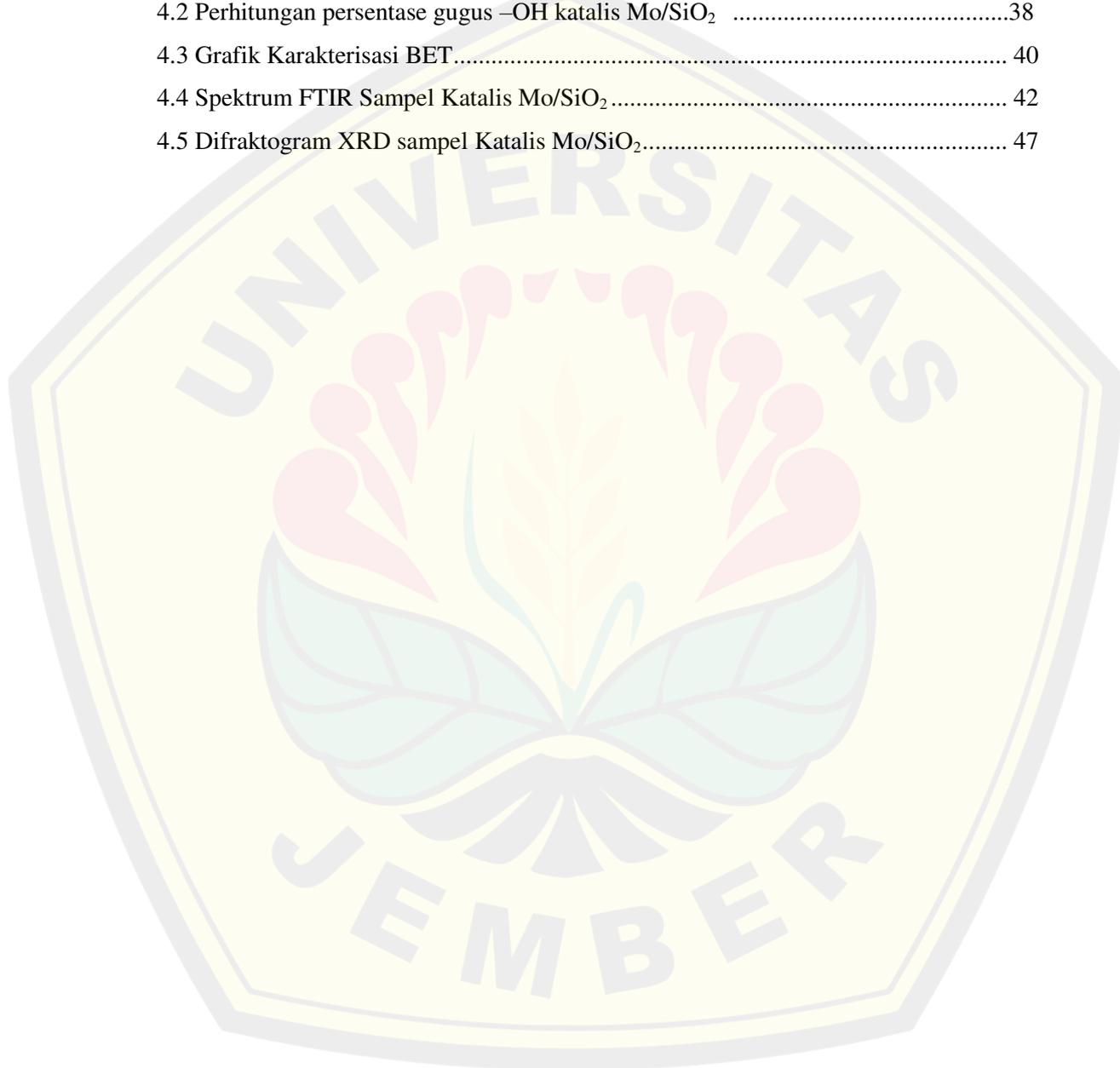
DAFTAR GAMBAR

	Halaman
2.1 Diagram reaksi tanpa dan dengan katalis	7
3.1 Diagram Alir Penelitian	17
4.1 Katalis Mo/SiO ₂	21
4.2 Spektrum IR katalis Mo/SiO ₂ yang dipengaruhi oleh pH dan persen coverage.....	22
4.3 Difraktogram katalis Mo/SiO ₂ yang dipengaruhi oleh % coverage.....	27



DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
3.1 Perhitungan preparasi bahan	35
4.1 Normalisasi spektrum FTIR dan perhitungan konstanta normalisasi sampel	37
4.2 Perhitungan persentase gugus –OH katalis Mo/SiO ₂	38
4.3 Grafik Karakterisasi BET.....	40
4.4 Spektrum FTIR Sampel Katalis Mo/SiO ₂	42
4.5 Difraktogram XRD sampel Katalis Mo/SiO ₂	47



BAB 1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Katalis berbasis logam mulia seperti Pt, Pd, Ru, Rh, dan Ir dikenal memiliki aktivitas katalis yang sangat baik untuk reaksi hidrogenolisis, tetapi harganya sangat mahal. Katalis logam mulia juga memiliki beberapa kelemahan seperti stabilitas termal yang rendah, mudah mengalami penurunan luas permukaan akibat pemanasan dan mudah mengalami sintering (penggumpalan) (Raidah, A. 2012). Substitusi logam transisi dengan logam yang lebih murah seperti Mo telah dikembangkan karena Mo memiliki keadaan oksidasi yang lebar (-2 sampai +6) dan juga memiliki keelektronegatifan mendekati logam mulia. Namun, ditemukan beberapa permasalahan terhadap penggunaan logam Mo sebagai material katalis. Secara alamiah, logam molibdenum stabil pada keadaan oksidasi +6 yang menyebabkan strukturnya cenderung membentuk poli-molibdat. Hal tersebut menyebabkan sisi aktifnya menjadi semakin kecil dan aktivitas katalisisnya rendah. Selain itu, katalis logam lebih mudah teragregasi membentuk partikel berukuran besar ketika digunakan dalam reaksi katalisis sehingga aktifitas katalisisnya juga menurun.

Langkah yang dilakukan untuk meningkatkan aktivitas katalisisnya yaitu dengan mendeposisikan molibdenum pada permukaan material penyangga (*metal supported catalyst*). Penggunaan silika sebagai material penyangga karena memiliki luas permukaan yang relatif besar untuk tempat terdispersinya logam pada permukaan, volume pori dan distribusi keseragaman pori besar, serta memiliki stabilitas termal dan kimia yang baik. Selain itu, gugus silanol pada silika yang bermuatan negatif sesuai untuk interaksinya dengan ion logam yang bermuatan positif. Disisi lain, silika memiliki keasaman permukaanya yang rendah yang menyebabkan aktifitas katalisisnya rendah yang dapat ditingkatkan dengan menambah logam seperti molibdenum pada strukturnya (Liu et al., 2012).

Berbagai macam strategi telah dikembangkan untuk mendispersikan spesies monomerik molibdenum pada permukaan silika. pH yang sesuai dapat

mengontrol laju adsorpsi, muatan permukaan support, dan ukuran oksianion Mo (Hutchings dan vedrine, 2004). Menurut Khimich, adanya katalis basa akan mempercepat laju reaksi. Berdasarkan hasil penelitian diketahui bahwa penambahan larutan ammonia dapat mempercepat pembentukan gel pada silika gel. pH larutan prekursor yang diberikan pada proses sintesis juga dapat mempengaruhi ukuran butir pada katalis. Semakin besar konsentrasi NH_4OH atau semakin besar pH yang diberikan maka akan menyebabkan ukuran kristal semakin besar. Semakin besar pH yang digunakan akan menghasilkan luas permukaan silika yang lebih besar. Hasil tersebut sesuai dengan yang dilaporkan oleh peneliti lainnya (Bae et al., 2003).

Distribusi spesies monomerik molibdenum juga bergantung pada kesesuaian antara luas permukaan penyangga dengan jumlah spesies molibdenum. Pori-pori penyangga silika akan lebih banyak terisi oleh fasa aktif Mo sehingga menyebabkan luas permukaan katalis menjadi lebih besar (Husin dan Hasfita, 2006). Akan tetapi, Wang et al. (2015) melaporkan bahwa puncak karakteristik MoO_3 cenderung meningkat dengan bertambahnya rasio Mo:Si yang menunjukkan MoO_3 telah mengalami agregasi membentuk partikel berukuran besar.

Dowden dan Walker memperoleh katalis oksida multi komponen berdasarkan pada oksida molibdenum (MoO_3) dari hasil penelitiannya dan menyimpulkan bahwa molibdenum yang digabungkan dengan oksida lain akan menghasilkan katalis yang lebih aktif (Pitchai dan Klier, 1986). Zhang et al. (2015) juga menyatakan bahwa studi pembuatan katalis MoO_3 berpenyangga SiO_2 perlu dilakukan untuk mendapatkan katalis yang aktif dan selektif. Debecker et al. (2011) menyatakan bahwa metode impregnasi prekursor Mo pada penyangga yang diinginkan merupakan cara termudah untuk membuat katalis berbasis MoO_3 . Proses tersebut berdampak bagus pada morfologi, sifat dan proporsi MoO_3 dari produk akhir katalis.

Sintesis katalis Mo/ SiO_2 pada penelitian ini dilakukan dengan metode hidrotermal. Metode hidrotermal dipilih karena relatif sederhana tanpa menggunakan peralatan yang rumit dan mahal, selain itu juga mempunyai

beberapa keuntungan seperti pemanasan cepat, reaksi cepat, hasil lebih bagus, kemurnian tinggi dan efisiensi transformasi energi tinggi. Metode hidrotermal dengan suhu rendah merupakan metode menggunakan sintesis nanopartikel dalam pelarut air destilasi dan pemanasan pada suhu rendah. Metode ini sesuai untuk menghasilkan bentuk dan komposisi kristal yang diinginkan (Shojai et al., 2011). Suhu kalsinasi yang digunakan pada penelitian ini yaitu 500°C. Shoji et al. (2016) melaporkan bahwa temperatur kalsinasi dan konsentrasi pemuatan logam pada suatu jenis material pengemban dapat mempengaruhi profil distribusi logam pada material pengemban berdasarkan difraktogram XRD, dimana difraktogram 10% MoO₃/SiO₂ pada kalsinasi 550°C telah menghasilkan puncak kristal MoO₃.

Penelitian “Sintesis Katalis Mo/Sio₂ Pada Variasi pH dan % Coverage Dengan Metode Hidrotermal Deposisi” bertujuan untuk menghasilkan katalis dengan sebaran Mo merata tanpa membentuk agregat dan memiliki aktivitas katalitik yang tinggi. Katalis hasil sintesis kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD dan FTIR. Karakterisasi katalis dilakukan dengan *X-ray Diffraction* (XRD) untuk mengidentifikasi fasa kristal dari sampel. Analisis *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR) digunakan untuk mengetahui perubahan gugus fungsi pada silika setelah diimpregnasi dengan prekursor Mo dan mengetahui kapasitas dispersi spesies logam pada material pengemban.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian latar belakang di atas, rumusan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh variasi pH dengan metode hidrotermal deposisi terhadap hasil sintesis katalis Mo/SiO₂?
2. Bagaimana pengaruh variasi % coverage dengan metode hidrotermal deposisi terhadap hasil sintesis katalis Mo/SiO₂?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Mengetahui pengaruh variasi pH dengan metode hidrotermal deposisi terhadap hasil sintesis katalis Mo/SiO₂ menggunakan karakterisasi XRD dan FTIR.

2. Mengetahui pengaruh variasi % coverage dengan metode hidrotermal deposisi terhadap hasil sintesis katalis Mo/SiO₂ menggunakan karakterisasi XRD dan FTIR.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Sintesis Mo/SiO₂ dilakukan melalui metode hidrotermal deposisi
2. Variasi pH yang digunakan yaitu 6, 8, dan 10
3. Variasi % coverage yang digunakan yaitu 50%, 75%, dan 100%
4. Kalsinasi setiap sampel dilakukan pada suhu 500°C.

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat digunakan untuk:

1. Memberikan informasi mengenai metode pengembangan yang paling tepat untuk menghasilkan katalis dengan Mo tersebar
2. Memberikan informasi mengenai profil dispersi katalis spesies Mo pada silika berdasarkan karakterisasi XRD dan FTIR.
3. Mengevaluasi efektivitas penggunaan katalis Mo berpenyangga SiO₂

BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

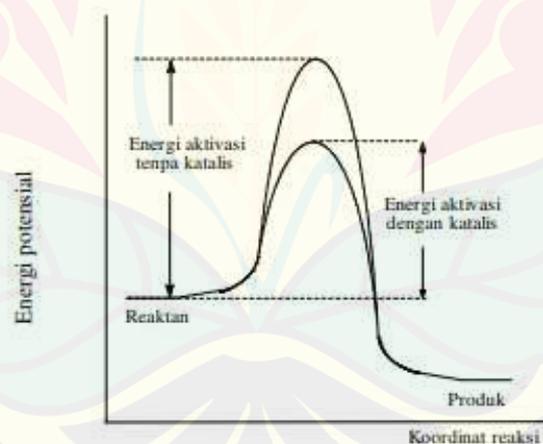
2.1 Katalis

Katalis merupakan suatu zat yang dapat meningkatkan laju reaksi kimia sehingga reaksi dapat berjalan lebih cepat. Katalis ikut terlibat dalam suatu reaksi, tetapi terbentuk kembali seperti bentuk semula pada akhir reaksi. Katalis tidak memberikan tambahan energi pada sistem dan secara termodinamika tidak dapat mempengaruhi keseimbangan. Katalis mempercepat reaksi dengan cara menurunkan energi aktivasi reaksi sebagai akibat dari interaksi antara katalis dan reaktan. Katalis memiliki situs-situs aktif yang berperan dalam proses reaksi. Situs-situs aktif tersebut berasal dari logam-logam yang terdeposit pada pengemban atau pun yang berasal dari pengemban itu sendiri. Logam-logam yang digunakan biasanya logam-logam transisi yang menyediakan orbital d kosong atau elektron tunggal yang akan disumbangkan pada molekul reaktan sehingga terbentuk ikatan baru dengan kekuatan ikatan tertentu (Campbell, 1998).

Secara umum katalis terbagi menjadi dua macam berdasarkan fasanya yaitu katalis homogen dan katalis heterogen. Katalis homogen adalah katalis yang memiliki fasa yang sama dengan reaktannya baik berupa cair atau gas. Contoh katalis homogen adalah HCl, NaOH, AlCl₃, NiO, ZnO dan lain-lain. Katalis heterogen adalah katalis yang memiliki fasa yang berbeda dengan reaktannya, contohnya alumina, silika, dan besi molibdat dimana fasa reaktan cair atau gas. Katalis heterogen memiliki kelebihan yaitu mudah dipisahkan dengan produk diakhir reaksi dibandingkan dengan katalis homogen (Perego dan Villa, 1997). Keuntungan menggunakan katalis heterogen (berupa padatan) yaitu jenis katalisnya banyak, mudah dimodifikasi dan dapat diregenerasi pada suhu pemisahan serta dapat digunakan untuk mereaksikan senyawa yang peka terhadap suasana asam dan tidak merusak warna hasil reaksi. Persyaratan utama suatu katalis heterogen adalah permukaan yang aktif dan mampu mengadsorpsi reaktan. Kelebihan utama katalis heterogen yaitu mudah dipisahkan dari hasil reaksi (Li, 2005). Menurut Nurhayati (2008), berikut ini beberapa parameter yang harus diperhatikan untuk dapat menilai baik atau tidaknya suatu katalis:

1. Aktivitas, yaitu kemampuan katalis untuk mengkonversi reaktan menjadi produk yang diinginkan.
2. Selektivitas, yaitu kemampuan katalis mempercepat satu reaksi di antara beberapa reaksi yang terjadi sehingga produk yang diinginkan dapat diperoleh dengan produk sampingan seminimal mungkin.
3. Kestabilan, yaitu lamanya katalis memiliki aktivitas dan selektivitas seperti keadaan semula.
4. Rendemen katalis / *Yield*, yaitu jumlah produk tertentu yang terbentuk untuk setiap satuan reaktan yang dikonsumsi.
5. Kemudahan diregenerasi, yaitu proses mengembalikan aktivitas dan selektivitas katalis seperti semula.

Katalis meningkatkan laju reaksi dengan cara mempengaruhi energi pengaktifan suatu reaksi kimia. Keberadaan katalis akan menurunkan energi pengaktifan, sehingga reaksi dapat berjalan dengan cepat. Diagram reaksi tanpa dan dengan katalis dapat dilihat pada gambar berikut ini:



Gambar 2.1 Diagram Reaksi Tanpa dan Dengan Katalis (Agustine, 1996)

Menurut Agustine (1996), reaksi katalisis heterogen memiliki tahapan-tahapan yang lebih kompleks dibandingkan dengan reaksi katalisis homogen. Hal ini terjadi karena pada reaksi katalisis heterogen katalis tidak terdistribusi merata ke dalam media reaksi. Berikut beberapa tahapan penting pada reaksi katalisis heterogen agar reaksi berjalan sempurna yaitu:

- a. Transpor reaktan ke permukaan katalis

- b. Interaksi (adsorpsi) reaktan pada katalis
- c. Reaksi pada permukaan katalis yang melibatkan satu atau lebih reaktan teradsorpsi
- d. Desorpsi produk dari permukaan katalis
- e. Transpor produk menjauh dari katalis.

Umur suatu katalis dipengaruhi oleh deaktivasi katalis yang dapat menyebabkan penurunan aktivitas dan selektivitas katalis. Penurunan aktivitas dan selektivitas katalis yang terjadi secara terus-menerus pada waktu tertentu akan menyebabkan katalis tidak dapat digunakan lagi untuk mengkatalisis reaksi atau dengan kata lain, katalis tersebut telah mati. Semakin besar proses deaktivasi yang terjadi, semakin pendek umur suatu katalis.

2.2 Molibdenum

Molibdenum merupakan logam yang relatif inert, atau sedikit bereaksi dengan larutan asam dan alkali. Logam ini memiliki titik leleh 2610°C dengan tingkat oksidasi -2, -1, 0, 1, 2, 3, 4, 5, dan 6. Molibdenum merupakan unsur transisi golongan VI dengan memiliki konfigurasi elektron $[\text{Kr}] 4d^5 5s^1$. Konfigurasi elektron logam Mo menunjukkan adanya orbital d dan s yang belum terisi penuh (setengah penuh) sehingga ada elektron yang tidak berpasangan sehingga dapat digunakan sebagai katalis (Siswodiharjo, 2006).

Molibdenum luas pemakaiannya dalam reaksi katalitik baik dalam bentuk logam murni, oksida logam atau dikombinasikan dengan logam lain dan pengemban. Logam molibdenum sering digunakan dalam berbagai pengemban antara lain: silika, alumina, dan zeolit. Logam Mo yang teremban pada zeolit sering digunakan dalam proses hidrorengkah sebagai katalis hidrodessulfurisasi. Molibdenum (Mo) pada katalis lebih selektif terhadap proses deoksigenasi melalui jalur hidrodoksigenasi. Molibdenum memiliki aktivitas yang rendah dalam proses hidrogenasi tetapi memiliki aktivitas yang lebih tinggi dalam proses hidrodoksigenasi (Nugrahaningtyas, 2012).

2.3 Silika (SiO_2)

Silika (SiO_2) merupakan salah satu unsur hara yang dibutuhkan tanaman,

terutama padi dan tanaman lain yang bersifat akumulator Si. Silika juga merupakan unsur terbesar kedua yang terdapat di kerak bumi, dan sebagian besar Si terdapat di dalam tanah. Silika termasuk unsur nonesensial, namun Si dapat berperan dalam meningkatkan fotosintesis dan resistensi tanaman terhadap cekaman biotik (serangan hama dan penyakit) dan abiotik (kekeringan, salinitas, alkalinitas, dan cuaca ekstrim). Silika memiliki sifat non konduktor, memiliki ketahanan terhadap oksidasi dan degresi termal yang baik (Trianasari, 2017).

Silika mempunyai kestabilan termal dan kimia yang bagus, memiliki luas permukaan yang besar ($>600 \text{ m}^2/\text{g}$) dan mempunyai ukuran mikropori dan mesopori rentang 5-500 Å. Silika amorf maupun silika mesopori telah banyak digunakan sebagai material support anorganik. Diketahui bahwa sintesis silika menggunakan CTABr sebagai molecular templating agent mempunyai ukuran partikel yang lebih seragam dibandingkan silika amorf (Santen, 1999).

Kirk dan Othmer (1984) menyatakan bahwa silika amorf telah diklasifikasi sebagai material tidak beracun. Silika amorf memiliki susunan atom dan molekul berbentuk pola acak dan tidak beraturan. Akibat pola acak dan tidak beraturan tersebut, silika amorf memiliki struktur *spherical* yang rumit. Struktur rumit tersebut menyebabkan luas area permukaan yang tinggi, biasanya diatas $3 \text{ m}^2/\text{g}$. Silika amorf dalam berbagai kondisi dianggap lebih reaktif dibanding silika kristalin. Tingkat kereaktifan dari silika amorf disebabkan karena adanya gugus hidroksil (silanol) yang didapat setelah pemanasan mencapai temperatur $400 \text{ }^\circ\text{C}$. Gugus silanol (Si-OH) ini dapat ditemukan di atas permukaan dari sampel silika yang menyebabkan terbentuknya daerah yang reaktif.

Silika dioksida merupakan oksida logam dimana memiliki sifat sebagai predominan yaitu sifat asam dan basa yang mengakibatkan stabil pada temperatur tinggi (Phongamwong et al., 2017). Penambahan silika sebagai penyangga katalis menyebabkan terjadinya dispersi fasa aktif yang dapat menyebabkan katalis dalam keadaan lebih stabil, selain itu meningkatkan porositas serta aktivitas katalis sehingga meningkatkan konversi produk, sehingga katalis dengan kombinasi silika mampu bekerja menyerap molekul air dari bahan pada saat reaksi berlangsung (Keller et al., 2016).

Penggunaan silika sebagai katalis heterogen jarang digunakan karena silika memiliki kelompok hidroksil di permukaan yang termasuk asam Brønsted lemah dan karena itu hampir tidak mengembangkan aktivitas katalitik, selain itu sangat mudah menyerap air sehingga proses aktivasi katalis sulit untuk dilakukan. Untuk alasan ini dan karena keasaman rendah dari kelompok silanol, silika tidak digunakan sebagai katalis aktif, tetapi mereka memainkan peran penting sebagai pendukung oksida (Ertl et al., 1997). Pada reaksi transesterifikasi untuk produksi biodiesel, silika perlu dimodifikasi dengan penambahan berupa logam-logam alkali mengikuti metode impregnasi diiringi pengeringan dan aktivasi termal. Hal ini dilakukan untuk menghasilkan katalis berupa logam-logam aktif dengan penyangga silika yang lebih bersifat stabil pada suhu yang tinggi dan mampu memperluas luas kontak, serta akan meningkatkan situs aktif dari katalis yang digunakan yang mampu meningkatkan konversi dan yield (Dai et al., 2016).

2.4 Interaksi Mo pada Permukaan Silika

Katalis heterogen yang terdiri dari dua komponen yaitu material pengemban dan logam merupakan jenis *Metal supported catalyst*. Material pengemban ini memiliki luas permukaan yang tinggi dan menstabilkan dispersi komponen aktif (misalnya logam yang diembankan pada oksida). Pengemban berfungsi untuk mencegah aglomerasi dan memungkinkan pembentukan partikel atau tablet kristal katalis yang terpisah satu sama lain oleh komponen pendukung sehingga memperbanyak jumlah situs aktif katalis. Logam berfungsi sebagai komponen aktif dari katalis yang paling bertanggung jawab terhadap reaksi kimia yang terjadi (Perego dan Villa, 1997).

Katalis oksida logam yang disupport pada material pengemban dirancang untuk memaksimalkan jumlah situs aktif. Karakterisasi struktural pada tingkat molekul suatu spesies oksida Mo terisolasi yang tersebar pada silika bertujuan untuk mengurai mekanisme reaksi katalitik dan katalis dapat berkinerja tinggi. Spesies molibdenum yang dicangkokkan pada silika memiliki relevansi dengan berbagai reaksi katalitik, termasuk dalam reaksi konversi gliserol menjadi 1,3-propanadiol. Spesies Mo yang bereaksi dengan gugus $-OH$ permukaan silika

termasuk kelompok silanol (terisolasi, vinil, dan geminal) yang dapat mempengaruhi geometri dan stabilitas spesies Mo yang berada pada permukaan silika (Guesmi et al., 2012).

Skema silanasi pada modifikasi spesies Mo pada silika hampir sama dengan silanasi MoO₃ pada zeolit H-ZM5. Silanasi MoO₃ pada zeolit H-ZM5 mengurangi kepadatan situs asam pada eksternal permukaan H – ZSM5. Situs asam Brønsted pada permukaan zeolit eksternal telah terlibat dalam banyak reaksi dan situs hidroksi ini mudah diakses oleh reaktan. Pertukaran MoO₃ ke H-ZSM5 melibatkan penyebaran lapisan MoO₃ pada permukaan eksternal H-ZSM5 dan ditahan oleh lapisan kelompok OH eksternal. Lapisan-lapisan ini kemudian terdepolymerisasi pada suhu yang lebih tinggi sehingga terbentuk monomer dan oligomer kecil MoO_x yang kemudian bermigrasi ke saluran zeolit. Pada suhu yang lebih tinggi lagi, spesies (MoO₂OH)⁺ bereaksi dengan H⁺ dari gugus OH yang lain atau dengan spesies (MoO₂OH)⁺ yang lain dan melepaskan molekul H₂O untuk membentuk dimer (Mo₂O₅)⁺² (Ding et al., 2002).

2.5 Pengaruh pH terhadap spesies Mo

Pembentukan struktur kristal dalam sintesis katalis dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya temperatur, kalsinasi, pH larutan, konsentrasi dopan, waktu reaksi (lama pengadukan) dan banyaknya air yang digunakan. faktor-faktor ini juga dapat mempengaruhi ukuran butir, komposisi atau transformasi fasa, dan kristalinitas dari katalis. Salah satu faktor yang secara signifikan berpengaruh adalah pengaturan pH larutan. Beberapa peneliti telah menunjukkan bahwa variasi pH larutan akan menghasilkan pembentukan fasa yang berbeda. Hal ini dikarenakan semakin rendah keasaman larutan atau bersifat basa maka struktur fasa yang terbentuk adalah fase anatase sedangkan semakin tinggi keasaman larutan maka fasa yang terbentuk terarah ke fase *rutile* (Wang et al., 2007). Walker dan Woods (2013) menyatakan bahwa pH berpengaruh terhadap absorpsi molekul oleh silika, dimana semakin basa pH maka gugus Si-OH terminal menjadi terdeprotonasi. Permukaan silika menjadi lebih heterogen diatas pH 10.

Menurut Khimich, adanya katalis basa akan mempercepat laju reaksi. Berdasarkan hasil penelitian diketahui bahwa penambahan larutan ammonia mempercepat pembentukan gel pada silika gel. Parameter kisi yang diperoleh untuk semua sampel relatif sama dengan data ICSD-63711 (anatase). Hal ini disebabkan temperatur kalsinasi yang digunakan pada proses sintesis hanya 400°C sehingga tidak menyebabkan pergeseran parameter kisi. Perbedaan ukuran butir pada masing-masing sampel disebabkan pH larutan prekursor yang diberikan pada proses sintesis. Semakin besar konsentrasi NH_4OH atau semakin besar pH yang diberikan maka akan menyebabkan ukuran kristal semakin besar. Hasil tersebut sesuai dengan yang dilaporkan oleh peneliti lainnya (Bae et al., 2003).

2.6 Metode Hidrotermal

Metode hidrotermal adalah suatu proses yang menggunakan reaksi – reaksi fasa tunggal atau heterogen di dalam larutan air pada temperatur tinggi ($T > 25^\circ\text{C}$) dan tekanan >100 kPa untuk mengkristalisasi material keramik langsung dari larutan. Metode hidrotermal merupakan metode yang relatif sederhana tanpa menggunakan peralatan yang rumit dan mahal. Selain itu juga mempunyai beberapa keuntungan seperti pemanasan cepat, reaksi cepat, hasil lebih bagus, kemurnian tinggi dan efisiensi transformasi energi tinggi. Metode hidrotermal dengan suhu rendah merupakan metode menggunakan sintesis nanopartikel dalam pelarut air destilasi dan pemanasan pada suhu rendah. Metode ini sesuai untuk menghasilkan bentuk dan komposisi kristal yang diinginkan (Shojai et al., 2011).

Kelebihan proses hidrotermal adalah pengontrolan bentuk dan ukuran serbuk, penggunaan suhu rendah selama proses, tingkat homogenitas tinggi, biaya rendah, dan proses sintesis yang mudah. Perolehan sampel dengan kualitas tinggi dapat dilakukan dengan menggunakan pelarut pada tekanan tinggi yang dapat meningkatkan kelarutan padatan sehingga meningkatkan laju reaksi. Mekanisme yang terjadi dalam proses hidrotermal diantaranya adalah terlarutnya sedikit padatan dalam air, difusi zat terlarut, serta timbulnya senyawa berbeda dari padatan terlarut. Proses ini meliputi modifikasi struktur material dan mengurangi energi bebas pada sistem. Proses hidrotermal dapat dilakukan pada tabung dengan

tambahan teflon serta penutup yang keseluruhannya dilapisi dinding baja dan tidak terendam air (Jang et al., 2008).

2.7 X-ray Diffraction (XRD)

Analisa difraksi sinar X atau X-ray diffraction adalah suatu metode analisa yang digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel. Profil XRD juga dapat memberikan data kualitatif dan semi kuantitatif pada padatan atau sampel. Sinar X adalah radiasi elektromagnetik yang memiliki panjang gelombang berkisar 0,1 nm. Panjang gelombang sinar X tersebut setara dengan ukuran atom sehingga sangat ideal untuk aplikasi pembacaan struktur material (Prasetyoko et al., 2016).

Radiasi yang dipancarkan memiliki nilai tertentu yang sesuai dengan transisi elektron yang terjadi. Sehingga spektrum yang dihasilkan dari radiasi sinar-X disebut sebagai spektrum garis. Radiasi yang dihasilkan dari terpentalnya elektron pada kulit yang berdekatan yaitu L ke K dinamakan radiasi $K\alpha$. Sementara eksitasi elektron kulit M menuju kulit K menghasilkan radiasi karakteristik yang dinamakan $K\beta$. Analisis menggunakan difraksi sinar-X memanfaatkan interaksi sinar-X dengan atom yang tersusun dalam sistem kristal. Susunan atom-atom pada kristal adalah teratur dan berulang dalam ruang tiga dimensi. Setiap senyawa memiliki susunan atom-atom dalam bidang tertentu sehingga partikel cahaya (foton) yang datang pada sudut tertentu hanya akan menghasilkan pola tertentu. Pola difraksi pada XRD dinyatakan sebagai 2θ , dengan besar sudut-sudut yang terbentuk sebagai hasil difraksi berkas cahaya oleh kristal pada material yang terdeteksi oleh detektor. Hukum Bragg adalah perumusan matematika mengenai proses difraksi yang terjadi sebagai hasil interaksi antara sinar-X yang dipantulkan oleh material. Bragg menunjukkan bahwa bidang yang berisi atom-atom pada kristal akan memantulkan radiasi dengan cara yang sama dengan peristiwa pemantulan pada bidang cermin. Apabila sinar yang datang mengenai bidang yang tersusun paralel dan berjarak d satu sama

lain maka sinar yang datang akan dipantulkan kembali oleh bidang dan saling berinterferensi secara konstruktif (Setiabudi et al., 2012).

Metode difraksi dapat dibagi menjadi dua jenis berdasarkan perubahan panjang gelombang (metode Laue) dan berdasarkan perubahan sudut difraksi (metode Debye-Schreer)

a. Metode Laue

Pada metode Laue panjang gelombang sinar-X dibuat berubah sedangkan sudut difraksi dibuat tetap. Panjang gelombang sinar-X dapat divariasikan dengan cara mengubah-ubah plat logam yang menjadi sasaran sinar-X. Setiap logam yang berbeda akan menghasilkan panjang gelombang yang berbeda.

b. Metode Debye-Schreer (metode serbuk)

Pada metode ini, sudut θ dibuat berubah sedangkan panjang gelombang sinar-X dibuat tetap. Sudut θ dapat bervariasi dengan cara mengubah arah datangnya berkas sinar-X tanpa mengganti plat logam sumber sinar-X agar diperoleh panjang gelombang yang tetap.

(Setiabudi et al., 2012).

2.8 Fourier Transform Infra-Red (FTIR)

Spektroskopi infra merah merupakan metode penentuan gugus fungsi berdasarkan interaksi molekul dengan radiasi elektromagnetik pada daerah panjang gelombang 0,75-1000 μm atau 13000-10 cm^{-1} . Energi yang diperoleh dari radiasi infra merah akan menyebabkan vibrasi atau getaran pada molekul. Setiap jenis ikatan dan gugus fungsi pada suatu molekul akan memiliki pita absorpsi infra merah yang sangat spesifik dan khas. Sumber cahaya yang umum digunakan dalam FTIR adalah tungsten, narnst glower, atau glowbars. Jumlah frekuensi yang melewati senyawa akan diukur sebagai persen transmittan. Energi radiasi infra merah yang mengenai suatu molekul berhubungan dengan energi terjadinya vibrasi pada suatu ikatan. Kedua inti atom terikat pada pasangan elektron yang sama dalam suatu ikatan. Kedua inti atom tersebut dapat mengalami vibrasi ke depan-ke belakang dan atau ke samping ke atas satu sama lain. Energi vibrasi

yang terlibat sangat bergantung pada panjang ikatan, konsentrasi awan elektron dan massa atom-atom yang berikatan (Dachriyanus, 2004).



BAB 3. METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini terdiri dari sintesis dan karakterisasi katalis $\text{MoO}_3/\text{SiO}_2$. Karakterisasi luas permukaan SiO_2 dilakukan di Universitas Islam Indonesia. Sintesis katalis dan karakterisasi FTIR dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik FMIPA Universitas Jember. Karakterisasi katalis $\text{MoO}_3/\text{SiO}_2$ menggunakan XRD dilakukan di Institut Teknologi Sepuluh November. Penelitian ini dilakukan mulai bulan Februari 2021.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas beaker, gelas ukur, pipet tetes, neraca analitik, batang pengaduk, pengaduk magnetik, *furnace*, oven, cawan porselin, dan pH meter. Instrumen yang digunakan adalah *Brunauer, Emmett and Teller* (BET) *surface area analyzer*, *X-Ray Diffraction* (XRD) Merck Philips Tipe XPert MPD, dan *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR) Merck Shimadzu.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah ammonium heptamolibdat tetrahidrat ($(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$) (AHM) KGaA Made in Germany, akuades, dan Silika 70-230 mesh merck KGaA Made in Germany (SiO_2), Natrium silikat, asam klorida (HCl) 37%, dan amonium hidroksida (NH_4OH).

3.3 Prosedur Penelitian

3.3.1 Preparasi Silika (SiO_2)

SiO_2 dikarakterisasi menggunakan BET yang telah di-*degassing* pada suhu 300°C untuk mengetahui luas permukaannya. SiO_2 dikeringkan ke dalam oven

selama 1 jam pada suhu 110°C. SiO₂ didinginkan di dalam desikator selama 30 menit, kemudian ditimbang 1 gram.

3.3.2 Metode Hidrotermal Deposisi

a. Pembuatan Larutan AHM dengan Variasi Coverage 50%, 75%, dan 100%

Larutan AHM dibuat dengan cara melarutkan bubuk AHM sebanyak 0,0294 gram ke dalam 30 mL akuades untuk 50% coverage. Kemudian diaduk menggunakan batang pengaduk. Perlakuan tersebut diulangi untuk variasi 75% dengan bubuk AHM sebanyak 0,0441 dan variasi 100% dengan bubuk AHM sebanyak 0,0589 gram.

b. Pembuatan Larutan AHM dengan Variasi pH 6, 8, dan 10

Larutan AHM ditambah dengan NH₄OH hingga menjadi pH 6, 8, dan 10 kemudian dimasukkan ke dalam beaker yang dilengkapi dengan *magnetic stirrer*. beaker kemudian direndam ke dalam penangas air. Larutan diaduk dan suhu penangas air dinaikkan hingga 40°C selama 4 jam.

c. Impregnasi Penyangga SiO₂ dengan Larutan AHM

Penyangga SiO₂ ditambahkan Larutan AHM pada suhu 40°C selama 4 jam. Larutan kemudian ditambahkan Natrium silikat sebanyak 10 mL dan diaduk selama 4 jam menggunakan stirer. Larutan yang diperoleh ditambahkan HCl sampai terbentuk gel. Gel yang dihasilkan ditempatkan dalam autoklaf dan dipertahankan pada suhu 100°C selama 48 jam. Produk padat disaring, dicuci, dan dikeringkan pada suhu 100°C selama 4 jam. Dalam proses filtrasi dan pencucian, setiap spesies Mo yang tidak dimasukkan ke dalam katalis akan terhanyut (Liu et al., 2012).

3.3.3 Kalsinasi

Masing-masing sampel dikalsinasi pada suhu 500°C selama 5 jam menggunakan *furnace*.

3.3.4 Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD)

Karakterisasi menggunakan XRD digunakan untuk mengetahui distribusi molibdenum di permukaan silika sebagai situs aktif. Katalis Mo/SiO₂ sebanyak

0,5 gram dimasukkan ke dalam *holder* secara merata. Sampel dianalisis menggunakan radiasi Cu K α ($k = 1,5405\text{\AA}$) pada 40kV dan 100mA dengan nilai *scanning* pada $8^\circ \text{ menit}^{-1}$ dari $2\theta = 5^\circ$ sampai 60° (Wang et al., 2003).

3.3.5 Karakterisasi *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR)

Karakterisasi menggunakan FTIR digunakan untuk mengetahui interaksi antara molibdenum dengan silika pada katalis Mo/SiO₂. Spektra FTIR pada katalis dibandingkan dengan spektra FTIR Si pada bilangan gelombang tertentu. Katalis sebanyak 1 gram dicampurkan dengan KBr sebanyak 100 gram. Campuran kemudian ditempatkan pada cetakan dan ditekan menggunakan penekan mekanik. Penekan dipertahankan selama beberapa menit, sampel (pellet KBr) kemudian dimasukkan ke dalam *sampel holder* lalu dimasukkan ke dalam alat FTIR dan dianalisis pada bilangan gelombang 4000-400 cm⁻¹.

Tabel 3.1 Karakterisasi sampel hasil sintesis

Sampel Mo/SiO ₂ (coverage)	pH	Impregnasi	Karakterisasi	
		Hidrotermal	XRD	FTIR
50%	6	✓	✓	✓
	8	✓	✓	✓
	10	✓	✓	✓
75%	6	✓	✓	✓
	8	✓	✓	✓
	10	✓	✓	✓
100%	6	✓	✓	✓
	8	✓	✓	✓
	10	✓	✓	✓

BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Sintesis Katalis Mo/SiO₂

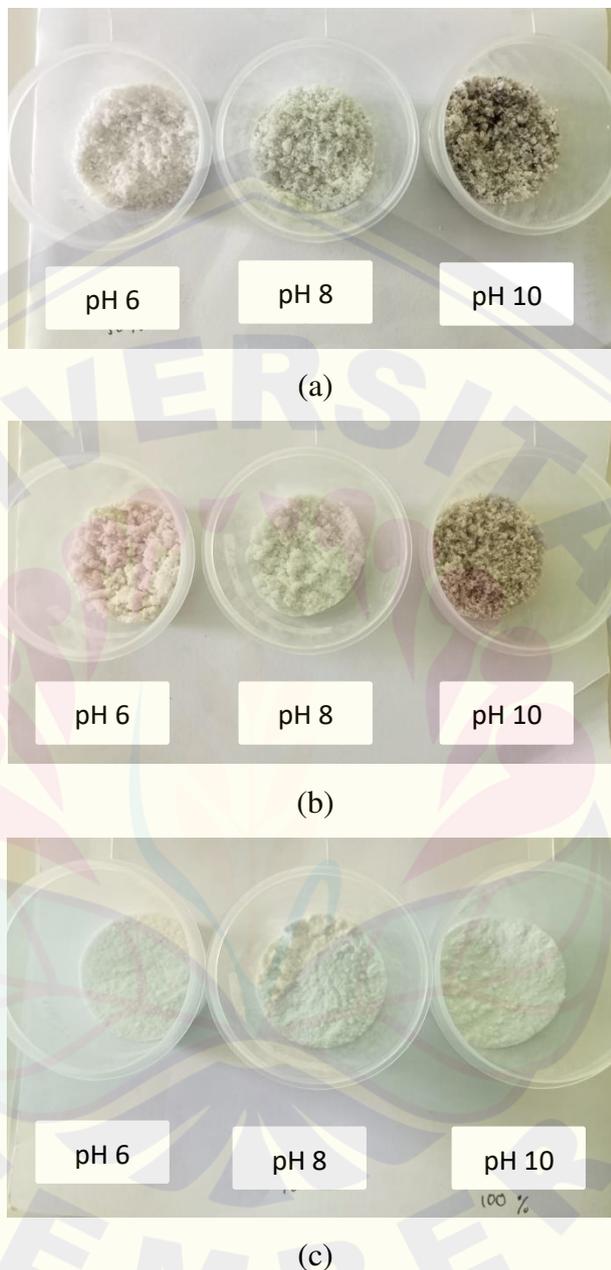
Katalis MoSiO₂ disintesis dengan metode hidrotermal deposisi yang di kondisikan pH nya dengan menambahkan larutan NH₄OH. Penambahan NH₄OH menghasilkan spesies anion molibdenum MoO₄²⁻ yang berfungsi untuk mengurangi pembentukan klaster dalam larutan impregnan. Anion yang diperoleh sesuai dengan yang dilaporkan Le dkk (2011) bahwa spesies molibdenum yang dikondisikan pada pH ≥6 akan menghasilkan spesies MoO₄²⁻. Reaksi Pembentukan anion MoO₄²⁻ ditulis pada persamaan reaksi (4.1).



(Klinbumrung dkk., 2011).

Pada metode hidrotermal Larutan impregnan ditambahkan dengan natrium silikat dan HCl sampai terbentuk gel. Natrium silikat digunakan sebagai sumber silika pendukung dan HCl berfungsi sebagai template berupa kation untuk menetralkan kerangka yang anionik sehingga membantu terbentuknya gel. Asam klorida yang ditambahkan ke dalam prekursor menyebabkan terjadinya protonasi gugus siloksi (Si-O⁻) menjadi silanol (Si-OH). Penambahan asam menyebabkan semakin tinggi konsentrasi proton (H⁺) dalam larutan natrium silikat dan sebagian gugus siloksi (Si-O⁻) akan membentuk gugus silanol (Si-OH). Gugus silanol yang terbentuk kemudian diserang lanjut oleh gugus siloksi (Si-O⁻) dengan bantuan katalis asam untuk membentuk ikatan siloksan (Si-O-Si). Proses ini terjadi secara cepat dan terus menerus untuk membentuk jaringan silika yang amorf. Fase gel tersebut merupakan awal dari pembentukan inti kristal yang merupakan hal penting dalam proses sintesis silika kristalin (O dian, 2004). Gel yang terbentuk dimasukkan kedalam autoklaf dan dipanaskan pada suhu 100°C selama 48 jam. Hal ini sesuai yang dilaporkan Hadi (1993) bahwa Proses kristalisasi terjadi pada proses hidrotermal selama 48 jam dengan suhu 150°C. Katalis yang diperoleh dari hasil sintesis ditunjukkan pada gambar (4.1). gambar

4.1 menunjukkan penampakan fisik dari material Mo/SiO₂ dengan berbagai macam variasi dan persen coverage.



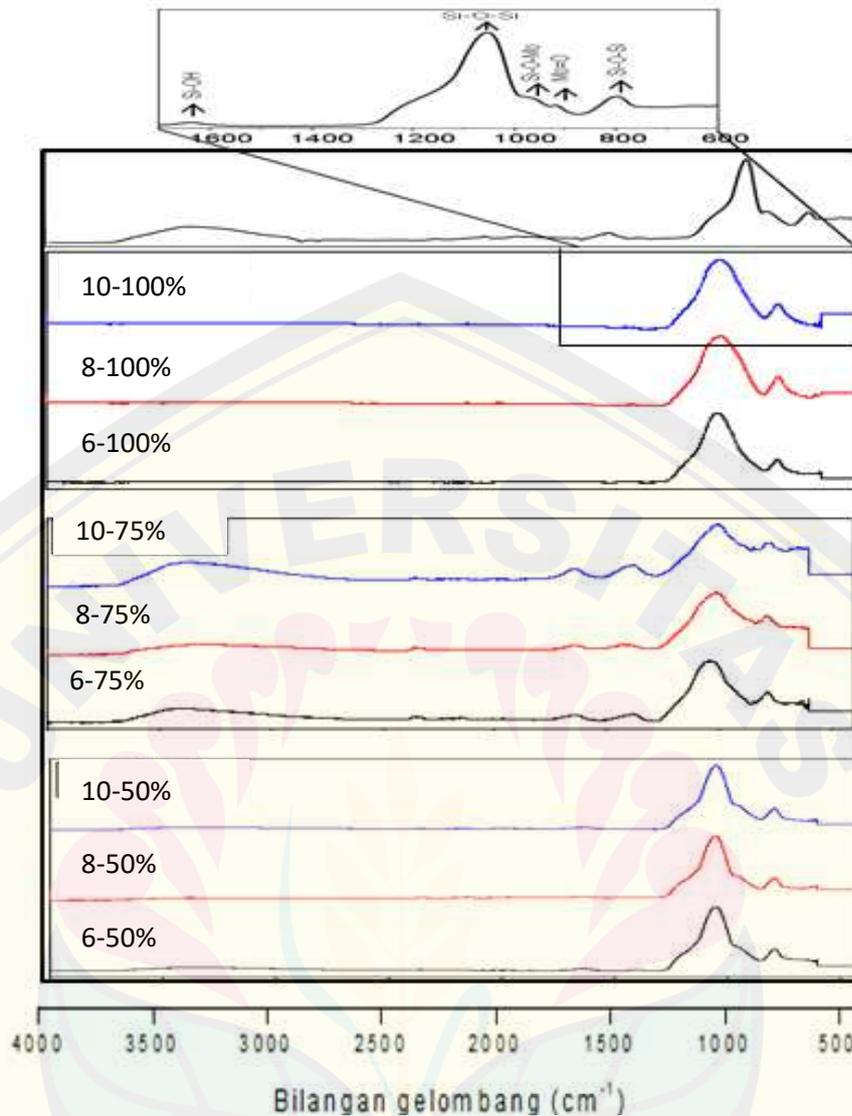
Gambar 4.1 Katalis Mo/SiO₂ yang dipengaruhi oleh pH dan persen coverage:
a). 50%; b). 75%; c). 100%

Katalis yang dipengaruhi oleh pH dan persen coverage menghasilkan perbedaan warna. Hal ini menunjukkan bahwa spesies Mo berinteraksi dengan silika. Pada coverage 100% perbedaan intensitas warna pada variasi pH 6,8, dan

10 tidak terlalu signifikan. Pada coverage 75% dan 50% terjadi perbedaan warna yang signifikan dimana perubahan warna dari putih kekuningan → biru keabu-abuan → abu-abu kecoklatan. Pengaruh pengkondisian pH larutan AHM dan persen coverage molibdenum yang digunakan pada pembentukan katalis Mo/SiO₂ perlu dilakukan analisa berdasarkan gugus fungsi dan kristalinitas dengan cara karakterisasi XRD dan FTIR untuk mengetahui jenis spesies molibdenum yang terbentuk.

4.2 Pengaruh pH terhadap Perubahan Gugus Fungsi Mo/SiO₂ Menggunakan Karakterisasi FTIR dan XRD

Karakterisasi FTIR digunakan untuk mengidentifikasi perubahan gugus fungsi pada Mo/SiO₂ akibat pengkondisian pH dan pengaruh persen coverage. Hasil spektra FTIR (Gambar 4.2) menunjukkan bahwa silika memiliki puncak-puncak khas pada daerah bilangan gelombang sekitar 793, 1055, 1631, dan 3398 cm⁻¹ yang menunjukkan gugus fungsi secara berurutan adalah vibrasi ulur Si–O–Si simetris, vibrasi ulur Si–O–Si asimetris, vibrasi tekuk –OH dari Si–OH, dan vibrasi ulur Si–OH (Capeletti dan Zimnoch, 2016; Wang dkk., 2015; Said dkk., 2006).



Gambar 4.2 Spektrum IR katalis Mo/SiO₂ yang dipengaruhi pH dan persen coverage

Silika yang ditambahkan dengan Mo menghasilkan spektra dengan beberapa puncak baru dibandingkan dengan spektra silika tanpa penambahan Mo. Puncak puncak baru yang terbentuk pada semua pengkondisian pH dari coverage 50% sampai 100% yaitu puncak vibrasi Mo-O-Mo, puncak vibrasi Mo-O-Si, dan puncak vibrasi Mo=O. Puncak vibrasi Mo-O-Mo ditemukan pada daerah bilangan gelombang 864-850 cm⁻¹. Puncak vibrasi Mo-O-Si ditemukan pada daerah bilangan gelombang 962-957 cm⁻¹ dan puncak vibrasi Mo=O pada daerah

bilangan gelombang 917-914. Profil spektra pada Mo/SiO₂ dengan berbagai variasi pH dan persen coverage hampir sama, yang membedakan hanya intensitas dari puncak-puncak yang berinteraksi antara SiO₂ dengan molibdenum seperti gugus –OH silanol, Si-O-Mo, dan Mo=O terminal. Perbedaan pH dan jumlah molibdenum yang menyebabkan intensitas dari puncak-puncak tersebut berbeda.

Sampel katalis yang diimpregnasikan dengan spesies Mo menghasilkan pita bahu (shoulder) pada vibrasi ulur asimetris Si-O-Si (~1555 cm⁻¹). Bakri dkk (2008) melaporkan bahwa pita bahu terbentuk karena terdapat tumpang tindih pita lemah dan kuat yang berdekatan sehingga menyebabkan puncak lebih melebar pada bilangan gelombang tersebut. Pita bahu yang terbentuk karena terdapat tumpang tindih pita milik Si-O-Si dengan pita milik Mo sehingga mempengaruhi vibrasi Si-O-Si ulur asimetris. Peningkatan pH dan persen coverage mempengaruhi pergeseran bilangan gelombang pada pita vibrasi Si-O-Si, Mo-O-Si, dan Si-OH secara signifikan. Pergeseran bilangan gelombang hasil spektra katalis Mo/SiO₂ ditunjukkan pada tabel 4.1.

Tabel 4.1 Pergeseran bilangan gelombang hasil spektra FTIR katalis Mo/SiO₂

Sampel	pH	Bilangan gelombang (cm ⁻¹)				
		Mo-O-Mo	Si-O-Si	Si-OH	Mo-O-Si	Mo=O
Silika	-	-	1055	3	-	-
				3		
				9		
50%	6	-	1054	3505	-	-
	8	-	1055	3505	-	-
	10	-	1055	3505	-	-
75%	6	850	1054	3398	901	964
	8	864	1054	3438	903	966
	10	850	1054	3398	898	963
100%	6	-	1054	3404	860	-
	8	-	1021	3330	860	-
	10	-	1021	3398	860	-

Hasil perubahan intensitas gugus fungsi pada katalis Mo/SiO₂ yang dipengaruhi pH dan persen coverage ditunjukkan pada tabel 4.2.

Tabel 4.2 Hasil Penentuan Spesies Katalis Mo/SiO₂

Coverage	pH	FTIR			
		Mo-o-Mo	Mo=O	Mo-O-Si	-OH
50%	6	-	-	-	10%
	8	-	-	-	19%
	10	-	-	-	38%
75%	6	0,12	0,15	0,07	9%
	8	0,11	0,16	0,06	16%
	10	0,11	0,16	0,06	30%
100%	6	-	-	0,08	7%
	8	-	-	0,07	13%
	10	-	-	0,07	44%

Pada semua variasi persen coverage dengan berbagai variasi pH yang berbeda menghasilkan intensitas Mo-O-Si yang hampir sama. Hal ini menunjukkan bahwa pH tidak merubah intensitas Mo secara signifikan. Pembentukan aglomerasi Mo dapat diidentifikasi berdasarkan munculnya gugus fungsi Mo=O. Munculnya gugus fungsi Mo=O pada daerah bilangan gelombang $\sim 966 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan bahwa terjadi pembentukan aglomerasi. Pada coverage 50% dan 100% tidak muncul spesies Mo=O yang berarti molibdenum belum mengalami aglomerasi. Pada coverage 75% spesies Mo=O muncul pada semua variasi pH yang mengindikasikan terbentuknya aglomerasi. Pada coverage 75% juga muncul spesies Mo-O-Mo pada daerah bilangan gelombang $\sim 960 \text{ cm}^{-1}$, sehingga dapat disimpulkan bahwa terjadi agregat molibdenum pada permukaan SiO₂.

Karakterisasi FTIR juga dapat digunakan untuk menentukan jumlah dispersi molibdenum secara semi-kuantitatif pada permukaan silika dengan cara mengamati penurunan intensitas pita gugus -OH silanol pada sampel. Vibrasi ulur -OH silanol dapat diamati pada bilangan gelombang $3500\text{-}3000 \text{ cm}^{-1}$. Gugus silanol memiliki sifat yang dapat mempengaruhi stabilitas prekursor yang

diambil karena material tersebut hanya dapat berikatan dengan gugus silanol (Guesmi, 2014). Persentase intensitas -OH dihitung dengan cara menghitung tinggi puncak -OH sampel Mo/SiO_2 yang dibandingkan dengan tinggi puncak gugus -OH silika tanpa modifikasi (lampiran 4.2). Intensitas -OH silanol menunjukkan banyaknya gugus -OH yang hilang akibat bereaksi dengan spesies Mo. Pada tabel 4.2 menunjukkan bahwa pada semua variasi persen coverage intensitas puncak vibrasi ulur -OH silanol semakin menurun seiring dengan meningkatnya pH. Penurunan persentase intensitas gugus -OH silanol berdasarkan perubahan pH dapat dilihat pada sampel dengan coverage 100% yaitu pada pH 6, 8, dan 10 secara berturut-turut 10%, 19%, dan 38%. Pada sampel coverage 75% secara berturut-turut 9%, 16%, dan 30% serta 7%, 13%, 44% pada sampel coverage 50%. Hal ini menunjukkan bahwa semakin tinggi pH maka semakin banyak gugus -OH silanol yang hilang akibat bereaksi dengan spesies Mo. Intensitas OH silanol yang semakin rendah menunjukkan semakin banyak gugus OH yang hilang akibat bereaksi dengan Mo.

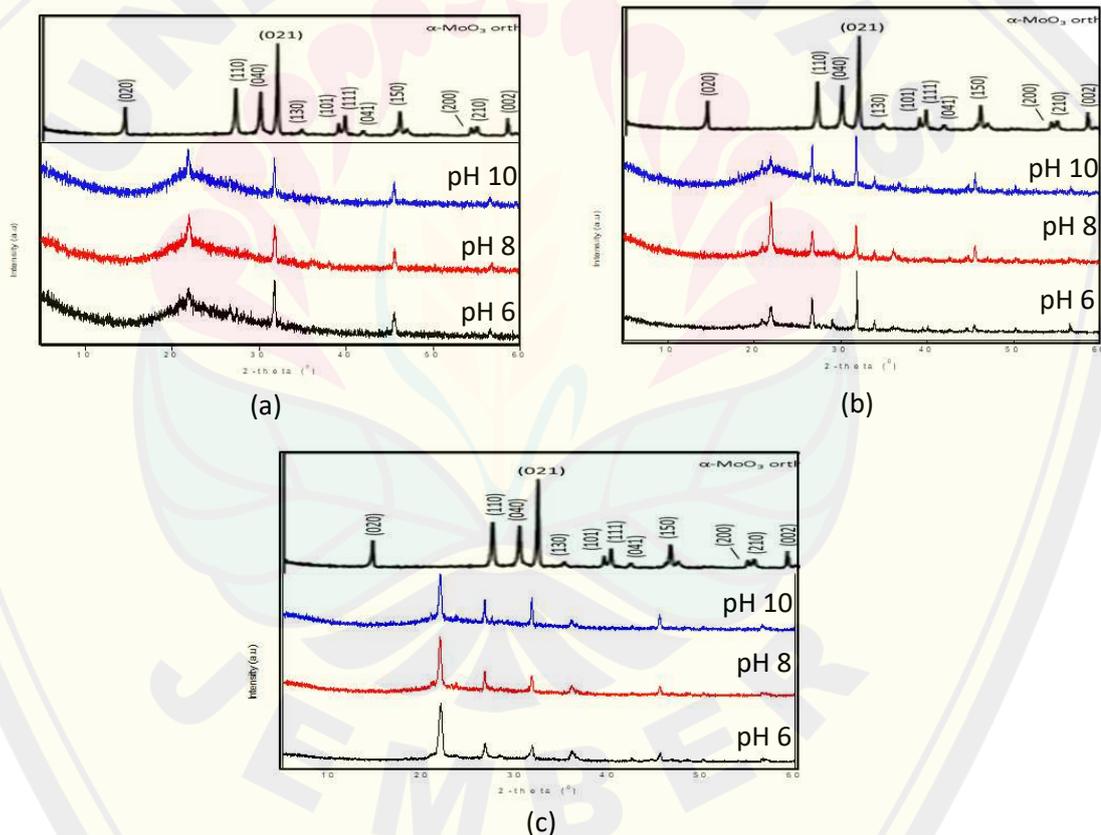
Sampel katalis Mo/SiO_2 juga dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui struktur kristalinitas dari material Mo/SiO_2 hasil sintesis. Pola difraktogram sinar X dari katalis Mo/SiO_2 yang dipengaruhi oleh pH menunjukkan bahwa semua sampel memiliki puncak melebar (*Hump*) pada daerah $2\theta = 17^\circ\text{--}30^\circ$ yang menggambarkan struktur material yaitu amorf. Pada gambar 4.3 menunjukkan bahwa difraktogram katalis Mo/SiO_2 dipengaruhi oleh variasi pH larutan molibdenum. Pada sampel dari pH 6 ke pH 10 mengalami penurunan intensitas puncak pada daerah $2\theta = 17^\circ\text{--}30^\circ$ yang menunjukkan bahwa intensitas puncak menurun seiring dengan meningkatnya pH. Hal ini dikarenakan pH yang semakin tinggi akan menghasilkan anion molibdenum MoO_4^{2-} semakin banyak sehingga kluster MoO_3 yang terbentuk juga semakin banyak.

4.3 Pengaruh Persen Coverage terhadap Spesies Molibdenum pada Mo/SiO_2 Menggunakan Karakterisasi XRD dan FTIR

Perubahan intensitas gugus -OH silanol juga dapat diamati berdasarkan pengaruh persen coverage. Persen coverage semakin tinggi maka intensitas gugus

–OH semakin rendah. Penurunan persentase intensitas gugus –OH silanol berdasarkan perubahan persen coverage yaitu 50%, 75%, dan 100% secara berturut-turut 7%, 9%, dan 10% pada pH 6 dan 13%, 16%, dan 19% pada pH 8. Hal tersebut menunjukkan bahwa intensitas gugus –OH semakin rendah seiring dengan meningkatnya persen coverage. Intensitas –OH silanol yang semakin rendah ini menunjukkan semakin banyak gugus –OH yang hilang karena telah bereaksi dengan spesies Mo.

Persen coverage juga berpengaruh terhadap struktur kristalinitas dari material Mo/SiO₂ hasil sintesis. Hal ini dapat dilihat pada Profil difraktogram Mo/SiO₂ yang menggambarkan model interaksi MoO₄²⁻ pada permukaan SiO₂ seperti Gambar 4.3.



Gambar 4.3 difraktogram katalis Mo/SiO₂ yang dipengaruhi oleh pH dan persen coverage a). 50%; b). 75%; c). 100%

Sampel katalis Mo/SiO₂ pada coverage 50% dan 75% memiliki puncak melebar (Hump) pada daerah $2\theta = 17^\circ - 30^\circ$ yang menggambarkan struktur

material yaitu amorf. Hal tersebut mengindikasikan bahwa Mo tidak membentuk fasa kristalin akibat pembentukan klaster MoO_3 . Sehingga Mo diasumsikan telah terdistribusi merata pada silika. Pada gambar 4.3 menunjukkan bahwa intensitas puncak difraktogram semakin rendah seiring dengan meningkatnya persen coverage, sehingga jumlah Mo yang tersebar semakin banyak. Hal ini dapat diperkuat dengan data penurunan gugus fungsi $-\text{OH}$ pada spektra FTIR.

Pada sampel katalis dengan coverage 100% menghasilkan puncak yang sesuai dengan kristal MoO_3 . Hal tersebut sesuai yang dilaporkan Wang dkk (2015) bahwa adanya puncak yang mengindikasikan terbentuknya spesies MoO_3 kristalin yang mengalami agregasi dan relative tersebar (Wang dkk., 2015). Kesesuaian struktur $\alpha\text{-MoO}_3$ ortorombik pada sampel *coverage* 100% ditunjukkan oleh bidang-bidang kisi [110], [040], [021], [130], [111], dan [150] dengan puncak difraksi $22,84^\circ$; $27,30^\circ$; $32,12^\circ$; $36,52^\circ$; $40,89^\circ$. Hal ini diperkuat dengan hasil karakterisasi dengan FTIR yang menunjukkan bahwa terbentuk aglomerasi pada molibdenum dengan membentuk agregat MoO_3 .

BAB 5. PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian tentang sintesis katalis Mo/SiO₂ pada variasi pH dan persen coverage dengan metode hidrotermal deposisi dengan karakterisasi XRD dan FTIR maka diperoleh kesimpulan sebagai berikut:

1. Penentuan spesies katalis Mo/SiO₂ menunjukkan bahwa pada sampel dengan coverage 50% tidak memiliki puncak Mo=O, Mo-O-Si, dan Mo-O-Mo. Pada coverage 100% memiliki Mo-O-Si, sedangkan pada coverage 75% memiliki puncak Mo-O-Si, Mo=O, dan Mo-O-Mo yang tidak mengalami perubahan secara signifikan. Hasil karakterisasi FTIR terdapat puncak Mo-O-Mo menunjukkan terjadinya agregat molibdenum pada Mo/SiO₂. pH dan persen coverage semakin meningkat menyebabkan intensitas -OH silanol semakin menurun.
2. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa sampel dengan variasi pH terdapat perbedaan yaitu pada coverage 50% dan 75% menghasilkan puncak silika amorf sedangkan pada coverage 100% menghasilkan puncak yang sesuai dengan kristal α -MoO₃ ortorombik.

5.2 Saran

Identifikasi pembentukan kluster molibdenum pada permukaan silika dengan metode hidrotermal yang diamati dengan karakterisasi FTIR dapat ditemukan gugus fungsi Mo-O-Mo, hanya saja gugus fungsi Mo-O-Mo tidak ditemukan pada semua sampel dengan variasi pH dan persen coverage. Oleh karena itu, saran untuk penelitian berikutnya diperlukan sintesis dengan variasi pH dan persen coverage dengan metode yang lain. Model karakterisasi lain juga diperlukan untuk mendukung analisis yang lebih detail untuk membuktikan bentuk dan keberadaan molebdenum pada silika.

DAFTAR PUSTAKA

- Augustine, R. L. 1996. *Heterogeneous Catalysis for the Synthetic Chemist*. New Jersey: Marcel Dekker Inc.
- Campbell, N.A. dan Reece, J .B. 1998. *Biologi*. Ed. 4. Jakarta: Erlangga.
- Capeletti, L. B. dan J. H. Zimnoch. 2016. Fourier transform infrared and raman characterization of silika-based materials. *Applications of Molecular Spectroscopy to Current Research in the Chemical and Biological Sciences*.
- Dachriyanus. 2004. *Analisis Struktur Senyawa Organik Secara Spektroskopi*. Padang: LPTIK Universitas Andalas.
- Dai, Y. M., K. T. Chen., P. H. Wang., dan C. C. Chen. 2016. *Solid-Base Catalysts For Biodiesel Production By Using Silica In Agricultural Wastes And Lithium Carbonate*. *Advanced Power Tecnology*. 27(6): 2432-2438.
- Debecker, D. P., Stoyanove, M., Rodemerck, U., Leonard, A., Su, BL., Gaigneaux, E. M. 2011 *Genesis of active and inactive species during the preparation of MoO₃/SiO₂-Al₂O₃ metathesis catalyst via wet impregnation*, *Catalys Today*. (169): 60 - 68.
- Ding, W., G. D. Meitzner, dan E. Iglesia. 2002. *The Effects Of Silanation Of External Acid Sites On The Structure And Catalytic Behavior of Mo/H-ZSM5*. *Chinese Journal of Catalysis*. 22:14–22.
- Ertl, G., Knozinger, H., Schuth, F., dan Jens, W. 1997. *Handbook of Heterogeneous Catalysis*. 2 nd Ed. German: Wiley VCH.
- Guesmi, H., R. Grybos, J. Handzlik, dan F. Tielens. 2012. *Characterization of Molybdenum Monomeric Oxide Species Supported on Hydroxylated Silica*. *Royal Society of Chemistry*. Vol. 10.
- Hadi, S. 1993. *Pembuatan dan Karakterisasi Zeolit A dari Sekam Padi*. Yogyakarta: Universitas Gadjah Mada.
- Housecroft CE., Sharpe CE., 2005. *Inorganic Chemistry, 2nd Edition*, Pearson Education Limited: England, 786.
- Husin, H., Hasfita, F. 2006. *Studi oksidasi etanol menjadi asetaldehida menggunakan katalis molibdenum oksida berpenyangga Al₂O₃, TiO₂, dan SiO₂*, *Jurnal Rekayasa Kimia dan Lingkungan*, 5 (1), 8 - 16.
- Hutchings, G. dan J. Vadrine. 2004. *Basic Principles in Applied Catalysis*. Berling: Spriger Verlag.

- Keller, T. C., J. Arras, M O Haus, R. Hauert, A. Kevin, J. Kevin, dan J. P Ramierez. 2016. *Synthesis-Proprety-Performance Relationships of Amorphous Silica Alumina Catalysts For The Production of Methylene dianiline And Higher Homologues*. Journal of Catalysis. 344: 757-767.
- Kirk, R.E. and Othmer. 1984. *Encyclopedia of Chemical Technology. 4 th Ed.* New York: John Wiley and Sons, Inc.
- Klinbumrung, A., T. Thongtem, dan S. Thongtem. 2011. Characterization of orthorhombic α - MoO₃ microplates produced by a microwave plasma process. *Journal of Nanomaterials*. 12(40): 1-5.
- Li, Zhi-Jian. 2005. *Novel Solid Base Catalysts for Michael Additions ; Synthesis, Characterization and Application. Disertasi.* Mathematisch Naturwissenschaftlichen Fakultät I, Humboldt-Universität zu Berlin, Berlin.
- Liu, Y., X. Ma, S. Wang, dan J. Gong. 2012. *The Nature of Surface Acidity and Reactivity of MoO₃/SiO₂ and MoO₃/TiO₂ for Transesterification of Dimethyl Oxalate with Phenol: A Comparative Investigation*. Applied Catalysis B: Environmental. 77(1-2):125-134.
- Mulya S, Rika., Syukri., Admi., 2013. *Penentuan kondisi optimum aktifitas katalitik Ni(II)-asetonitril yang diamobilisasi pada silika modifikasi untuk reaksi transesterifikasi*. Padang: Universitas Andalas.
- Nugrahaningtyas, K .D.,Yuniawan Hidayat, Prima Susan Prayekti. 2012. *Aktivitas Dan Selektivitas Katalis MoCo/USY Pada Reaksi Hidrode oksigenasi Anisol*. Jurnal Penelitian Saintek. 20 (1): 19-28.
- Nurhayati. 2008. *Reaksi Katalisis Oksidasi Stirena menjadi Benzaldehida menggunakan Katalis TiO₂-Al₂O₃ (1:1)-U dan TiO₂-Al₂O₃ (1:1)-PEG*. Skripsi. Depok. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.
- Odian, G. 2004. *Principles of Polymerization*. New York: John Wiley and Sons, Inc.
- Perego, C., Villa, P. 1997. *Catalyst Preparation Methods*. Elsevier Science: Catalysis Today. 34:281-305.
- Phongamwong, T., U. Chantaprashertporn, T. Witoon, T. Numpilai, Y. Pooarnporn, W. Limphirat,W. Dhonphai, P. Dittanet, M. Cheoronpanic, J. Limtrakul. 2017. *CO₂ Hydrogenation to Methanol over CuO-ZnO-ZrO₂-SiO₂ Catalyst Effect of SiO₂ Contents*. Chemical Engineering Jounal. 316: 692- 703.

- Pitchai, R., dan Klier, K. 1986. *Partial Oxidation of Methane*. Catalysis Review, Sci, Eng. 28, 13-88.
- Prasetyoko, D., H. Fansuri, Y. Lailun Ni'mah, dan A. Fadlan. 2016. *Karakterisasi Padatan*. Edisi 1. Yogyakarta: Deepublish. Negara. Skripsi. Jurusan Pendidikan Kimia. Universitas Negeri Yogyakarta.
- Raidah, A. 2012. *Pengaruh Garam Prekursor Terhadap Aktivitas Katalis CuO/ γ -Al₂O₃ yang digunakan dalam Reaksi Hidrogenasi Minyak Jarak*. Skripsi. Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik. Universitas Indonesia. Depok.
- Said, A. E. dan M. MM. A. El-Wahab. 2006. Surface properties and catalytic behavior of MoO₃/SiO₂ in esterification of acetic acid with ethanol. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*. 81(3): 329 - 335.
- Santen. R. A., J. A. Moulijn, van Leeuwen Piet W. N, B. A. 1999. *Averill Catalysis: An Integrated Approach, 2nd Ed.*, Elsevier Science Technology Books.
- Setiabudi, A., R. Hardian, dan A. Muzakir. 2012. *Karakterisasi Material Prinsip dan Aplikasinya Dalam Penelitian Kimia*. Bandung: UPI Press.
- Shozi, M, L., V. D. B. C. Dasireddy, S. Singh, P. Mohlala, D. J. Morgan, dan H. B. Friedrich. 2016. *Hydrogenolysis of Glycerol to Monoalcohol Over Supported Mo and W Catalyst*. ACS Sustainable. 10.
- Siswodiharjo, S., dan Hardjono, S. 2006. *Docking, synthesis, and cytotoxic activity of N-4-methoxybenzoyl-N'-(4-fluorophenyl)thiourea on HeLa cell line*. Thai Journal of Pharmaceutical Sciences. Vol. 41 No. 3, pp. 99-102.
- Trianasari, 2017. *Analisa dan Karakterisasi Kandungan Silika (SiO₂) sebagai Hasil Ekstraksi Batu Apung (Pumice)*. Skripsi. Fakultas MIPA Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- Wang, S., Y. Zhang, T. Chen, dan G. Wang. 2007. *Preparation and Catalytic Property of MoO₃/SiO₂ for Disproportionation of Methyl Phenyl Carbonate to Diphenyl Carbonate*. Journal of Molecular Catalysis A: Chemical. 398:32–37.
- Wang, S., Y. Zhang, T. Chen, dan G. Wang. 2015. *Preparation and Catalytic Property of MoO₃/SiO₂ for Disproportionation of Methyl Phenyl Carbonate to Diphenyl Carbonate*. Journal of Molecular Catalysis A: Chemical. 398:32–37.

Zhang, H., Yao, G., Wang, L., Su, Y., Yang, W., Lin, Y. (2015) *3D Pt/MoO₃ nanocatalysts fabricated for effective electrocatalytic oxidation of alcohol*, Applied surface science, 365, 294 - 300.



LAMPIRAN

Lampiran 3.1. Perhitungan % Coverage

Diketahui:

- Mr MoO₃ : 143,95 g/mol
- Mr AHM : 1235,86 g/mol
- Luas permukaan SiO₂ : 110,266 m²/g
- Ukuran molekul MoO₃ : 3,9628 Å × 13,855 Å × 3,6964 Å
- Penampang melintang MoO₃ = 13,855 Å × 3,9628 Å
= 54,9 Å² atau 5,49 × 10⁻¹⁹ m²

$$\Sigma \text{ Molekul MoO}_3 = \frac{\text{Luas permukaan SiO}_2}{\text{Penampang melintang MoO}_3}$$

$$= \frac{110,266 \text{ m}^2/\text{g}}{5,49 \times 10^{-19} \text{ m}^2}$$

$$= 2,00849 \times 10^{20} / \text{gram}$$

$$\text{Mol MoO}_3 = \frac{\Sigma \text{ molekul MoO}_3}{\text{Bilangan Avogadro}}$$

$$= \frac{2,00849 \times 10^{20}}{6,02214 \times 10^{23}}$$

$$= 3,3352 \times 10^{-4} \text{ mol}$$

$$\text{Massa MoO}_3 = \text{Mol MoO}_3 \times \text{Mr MoO}_3$$

$$= 3,3352 \times 10^{-4} \text{ mol} \times 143,95 \text{ g/mol}$$

$$= 4,801 \times 10^{-2} \text{ gram}$$

$$\text{Mol AHM} = \frac{\text{Mol MoO}_3}{7}$$

$$= \frac{3,3352 \times 10^{-4} \text{ mol}}{7}$$

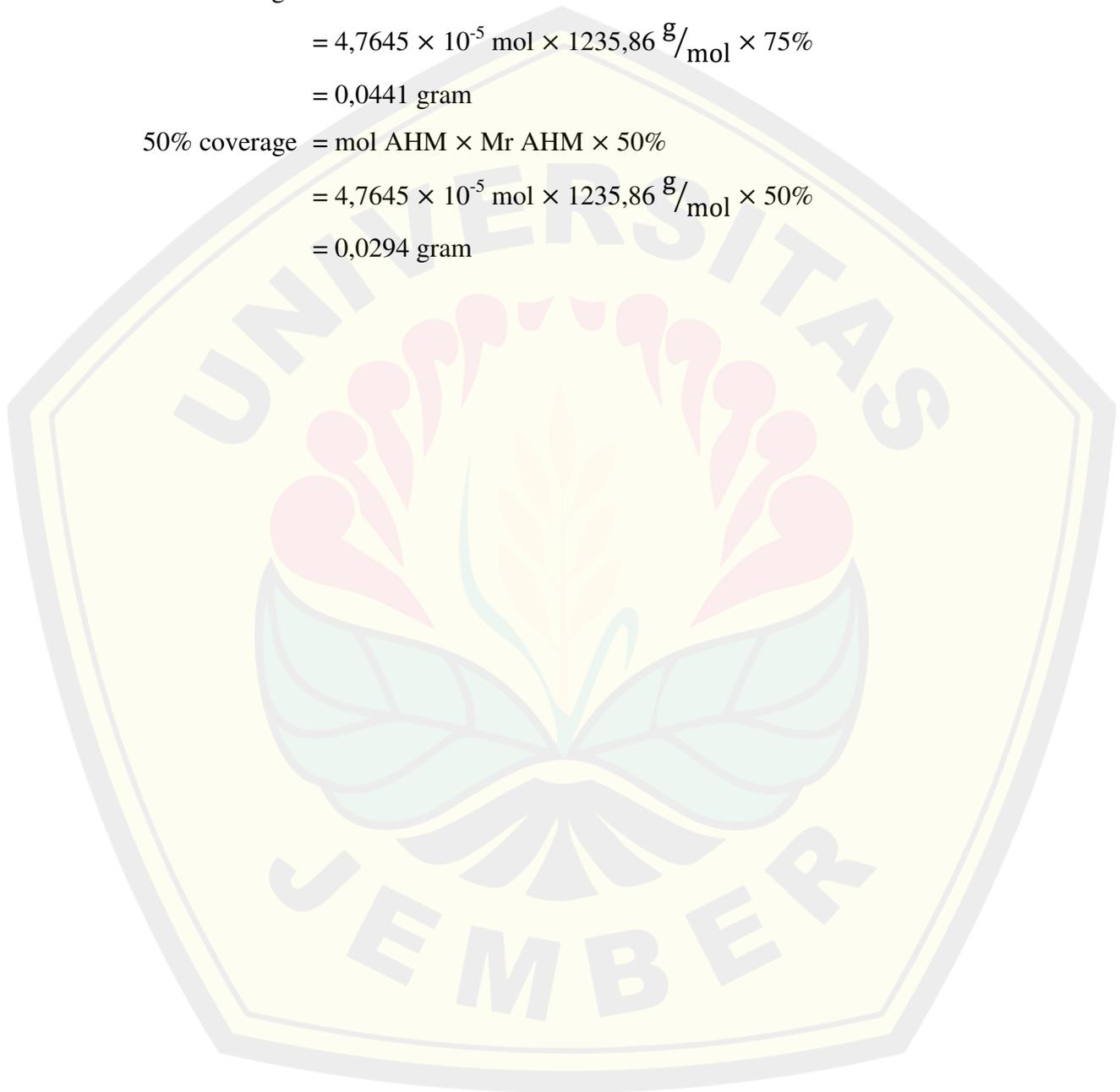
$$= 4,7645 \times 10^{-5} \text{ mol}$$

Massa AHM yang dibutuhkan pada :

$$\begin{aligned} 100\% \text{ coverage} &= \text{mol AHM} \times \text{Mr AHM} \times 100\% \\ &= 4,7645 \times 10^{-5} \text{ mol} \times 1235,86 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 100\% \\ &= 0,0589 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} 75\% \text{ coverage} &= \text{mol AHM} \times \text{Mr AHM} \times 75\% \\ &= 4,7645 \times 10^{-5} \text{ mol} \times 1235,86 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 75\% \\ &= 0,0441 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} 50\% \text{ coverage} &= \text{mol AHM} \times \text{Mr AHM} \times 50\% \\ &= 4,7645 \times 10^{-5} \text{ mol} \times 1235,86 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 50\% \\ &= 0,0294 \text{ gram} \end{aligned}$$



Lampiran 4.1 Normalisasi spektrum FTIR

Normalisasi pada penelitian ini dilakukan dengan cara menyamakan tinggi puncak vibrasi Si-O-Si dari sampel dengan tinggi puncak vibrasi Si-O-Si dari silika merck.

pH	Sampel	Tinggi puncak Si-O-Si (cm)	Konstanta normalisasi	Tinggi puncak Si-O-Si (cm) ternormalisasi
–	Silika merck	5,96	1	5,96
6	100% Mo/SiO ₂	5,97	1,114	5,96
	75%Mo/SiO ₂	5,44	1,095	5,96
	50% Mo/SiO ₂	5,35	0,998	5,96
8	100% Mo/SiO ₂	6,46	1,054	5,96
	75%Mo/SiO ₂	6,28	0,949	5,96
	50% Mo/SiO ₂	5,65	0,922	5,96
10	100% Mo/SiO ₂	6,94	1,101	5,96
	75% Mo/SiO ₂	6,55	0,909	5,96
	50% Mo/SiO ₂	6,32	0,585	5,96

Berikut merupakan perhitungan Konstanta sampel :

- | | |
|--|--|
| <p>a. 50% Mo/SiO₂ (pH 6)</p> $5,97\text{cm} \times n = 5,96 \text{ cm}$ $n = \frac{5,96 \text{ cm}}{5,97 \text{ cm}} = 0,998$ | <p>b. 75% Mo/SiO₂ (pH 6)</p> $5,44\text{cm} \times n = 5,96 \text{ cm}$ $n = \frac{5,96 \text{ cm}}{5,44\text{cm}} = 1,095 \text{ cm}$ |
| <p>c. 100% Mo/SiO₂ (pH 6)</p> $5,35\text{cm} \times n = 5,96 \text{ cm}$ $n = \frac{5,96 \text{ cm}}{5,35 \text{ cm}} = 1,114 \text{ cm}$ | <p>d. 50% Mo/SiO₂ (pH 8)</p> $6,46\text{cm} \times n = 5,96\text{cm}$ $n = \frac{5,96 \text{ cm}}{6,46 \text{ cm}} = 0,922\text{cm}$ |
| <p>e. 75% Mo/SiO₂ (pH 8)</p> $6,28\text{cm} \times n = 5,96 \text{ cm}$ $n = \frac{5,96 \text{ cm}}{6,28\text{cm}} = 0,949\text{cm}$ | <p>f. 50% Mo/SiO₂ (pH 8)</p> $5,65\text{cm} \times n = 5,96 \text{ cm}$ $n = \frac{5,96 \text{ cm}}{5,65 \text{ cm}} = 1,054\text{cm}$ |
| <p>g. 100% Mo/SiO₂ (pH 10)</p> $6,94\text{cm} \times n = 5,96 \text{ cm}$ $n = \frac{5,96 \text{ cm}}{6,4 \text{ cm}} = 0,858 \text{ cm}$ | <p>h. 75% Mo/SiO₂ (pH 10)</p> $6,55\text{cm} \times n = 5,96 \text{ cm}$ $n = \frac{5,96 \text{ cm}}{6,55 \text{ cm}} = 0,909 \text{ cm}$ |
| <p>i. 50% Mo/SiO₂ (pH 10)</p> $6,32\text{cm} \times n = 5,96 \text{ cm}$ $n = \frac{5,96 \text{ cm}}{6,32 \text{ cm}} = 1,101 \text{ cm}$ | |

Lampiran 4.2 Perhitungan persentase gugus –OH silanol kataslis Mo/SiO₂

pH	Sampel	Tinggi puncak gugus –OH (cm)	Persentase –OH (%)
–	Silika merck	0.88	100%
6	100% Mo/SiO ₂	0.06	7%
	75% Mo/SiO ₂	0.08	9%
	50% Mo/SiO ₂	0.09	10%
8	100% Mo/SiO ₂	0.12	13%
	75% Mo/SiO ₂	0.14	16%
	50% Mo/SiO ₂	0.17	19%
10	100% Mo/SiO ₂	0.39	44%
	75% Mo/SiO ₂	0.27	30%
	50% Mo/SiO ₂	0.34	38%

Perhitungan persentase gugus –OH pada bilangan gelombang ~3449 cm⁻¹ menurut Ghani (2018):

a. Persentase gugus –OH pada silika merck

$$\begin{aligned} \% \text{ Gugus - OH} &= \frac{\text{tinggi -OH sampel}}{\text{tinggi -OH silika merck}} \times 100\% \\ &= \frac{0,88}{0,88} \times 100\% \\ &= 100\% \end{aligned}$$

b. Persentase gugus –OH pada 100% coverage Mo/SiO₂ (pH 6)

$$\begin{aligned} \% \text{ Gugus - OH} &= \frac{\text{tinggi -OH sampel}}{\text{tinggi -OH silika merck}} \times 100\% \\ &= \frac{0,06}{0,88} \times 100\% \\ &= 7\% \end{aligned}$$

c. Persentase gugus –OH pada 75% coverage Mo/SiO₂ (pH 6)

$$\begin{aligned} \% \text{ Gugus - OH} &= \frac{\text{tinggi -OH sampel}}{\text{tinggi -OH silika merck}} \times 100\% \\ &= \frac{0,08}{0,88} \times 100\% \\ &= 9\% \end{aligned}$$

d. Persentase gugus –OH pada 50% coverage Mo/SiO₂ (pH 6)

$$\begin{aligned} \% \text{ Gugus - OH} &= \frac{\text{tinggi -OH sampel}}{\text{tinggi -OH silika merck}} \times 100\% \\ &= \frac{0,09}{0,88} \times 100\% \\ &= 10\% \end{aligned}$$

e. Persentase gugus –OH pada 100% coverage Mo/SiO₂ (pH 8)

$$\begin{aligned}\% \text{ Gugus - OH} &= \frac{\text{tinggi -OH sampel}}{\text{tinggi -OH silika merck}} \times 100\% \\ &= \frac{0,12}{0,88} \times 100\% \\ &= 13\%\end{aligned}$$

f. Persentase gugus –OH pada 75% coverage Mo/SiO₂ (pH 8)

$$\begin{aligned}\% \text{ Gugus - OH} &= \frac{\text{tinggi -OH sampel}}{\text{tinggi -OH silika merck}} \times 100\% \\ &= \frac{0,14}{0,88} \times 100\% \\ &= 16\%\end{aligned}$$

g. Persentase gugus –OH pada 50% coverage Mo/SiO₂ (pH 8)

$$\begin{aligned}\% \text{ Gugus - OH} &= \frac{\text{tinggi -OH sampel}}{\text{tinggi -OH silika merck}} \times 100\% \\ &= \frac{0,17}{0,88} \times 100\% \\ &= 19\%\end{aligned}$$

h. Persentase gugus –OH pada 100% coverage Mo/SiO₂ (pH 10)

$$\begin{aligned}\% \text{ Gugus - OH} &= \frac{\text{tinggi -OH sampel}}{\text{tinggi -OH silika merck}} \times 100\% \\ &= \frac{0,39}{0,88} \times 100\% \\ &= 44\%\end{aligned}$$

i. Persentase gugus –OH pada 75% coverage Mo/SiO₂ (pH 10)

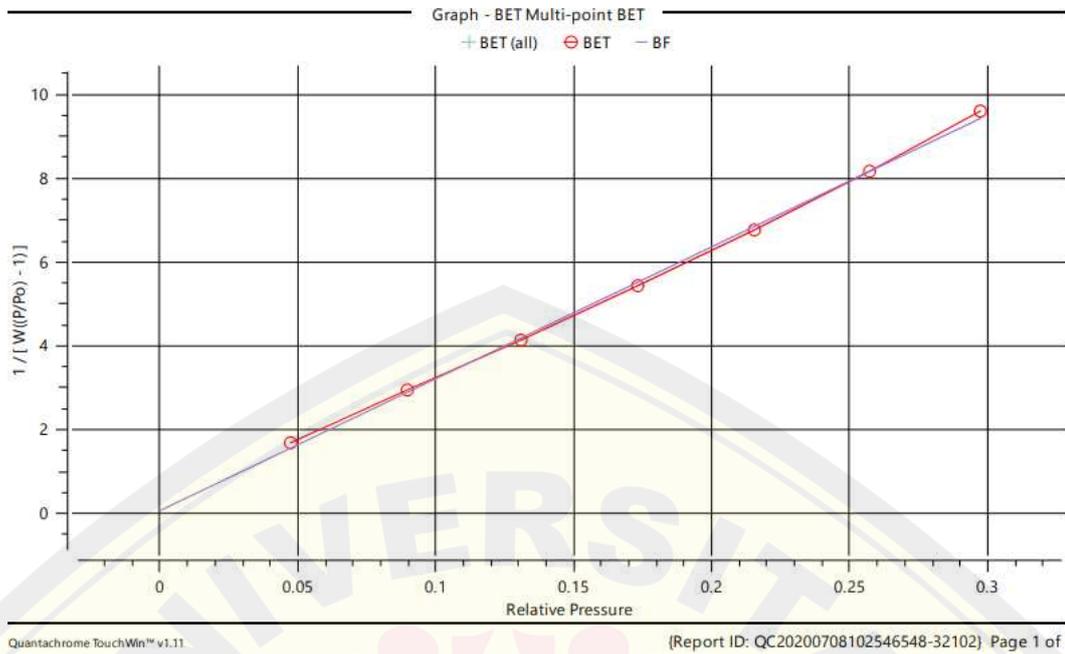
$$\begin{aligned}\% \text{ Gugus - OH} &= \frac{\text{tinggi -OH sampel}}{\text{tinggi -OH silika merck}} \times 100\% \\ &= \frac{0,27}{0,88} \times 100\% \\ &= 30\%\end{aligned}$$

j. Persentase gugus –OH pada 50% coverage Mo/SiO₂ (pH 10)

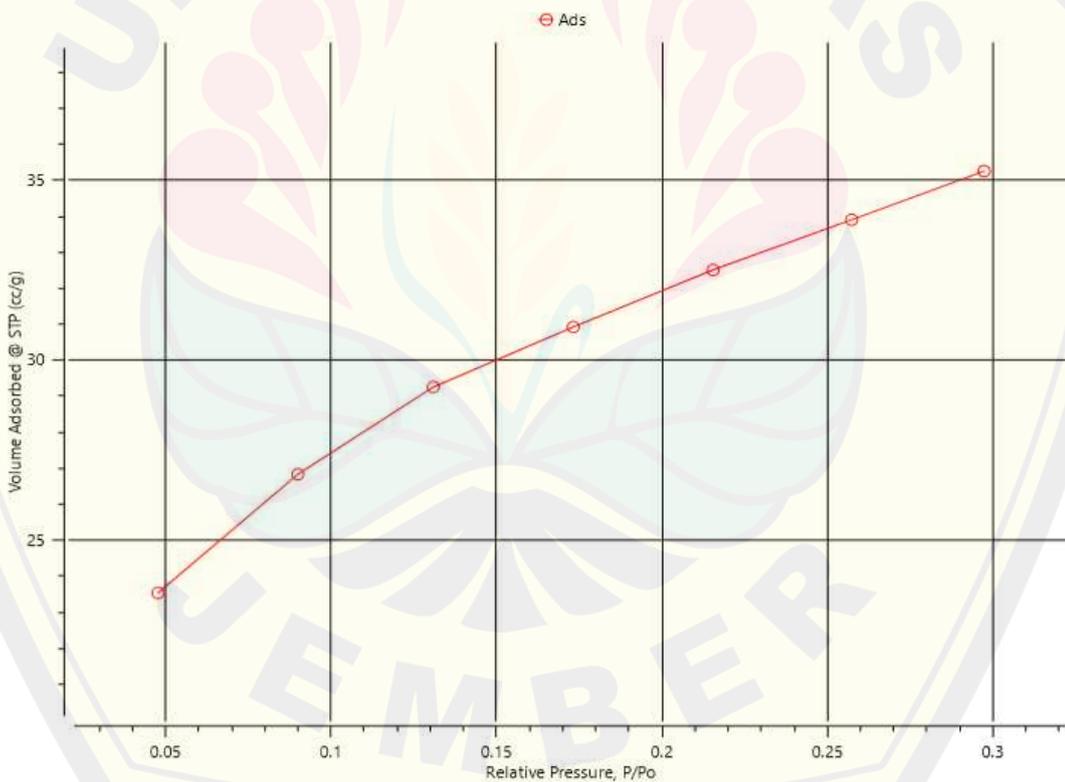
$$\begin{aligned}\% \text{ Gugus - OH} &= \frac{\text{tinggi -OH sampel}}{\text{tinggi -OH silika merck}} \times 100\% \\ &= \frac{0,34}{0,88} \times 100\% \\ &= 38\%\end{aligned}$$

Lampiran 4.3 Grafik karakterisasi BET

Report Date:	Wed Jul 8 2020	Operator	Lab Terpadu		
File Name:	01160620_SiO2.qcuPhysIso				
Analysis Information					
Sample					
ID	SiO ₂	Weight	0.755 g		
Description Analysis	SiO ₂				
Data ID	{e3bc74c5-43d9-4572-a8ff-ca40887391d}				
Operator		Date	2020.07.08	Duration	34.9 _{min}
Instruments	st 1 on NOVA touch 4LX [s/n:17017051001]			Firmware	1.0
Comments	Description of Sample				
Ambient temp.	0°	Void Volume Mode	NOVA Mode	Cell ID	21
Call Type Adsorbate	9mm w/o rod	Thermal Delay	600 _{sec}	Po Mode	Continuous
Name	Nitrogen	Molecular Weight	28.013 _{g/mol}	Cross Section Area	16.2 A ² /mol
Non-ideality	6.58e-005 _{1/torr}	Bath Temperature	77.35 _K		
Degas Information					
Time	1 hour	Temp.	300° _C		
Data Reduction Parameter					
Termal Transpiration	Yes				
Eff. Cell Diameter	0 _{mm}			Eff. Cell Diameter	0 _{mm}
Adsorbate Model					
Name	Nitrogen				
Bath Temperature	77.35 _K	Molecular Weight	28.013 _{g/mol}	Cross Section Area	16.2 A ² /mol
BET Multi-point BET results					
	Isotherm Branch	Adsorption			
	Slope	31.504			
	Intercept	0.0787876			
	Correlation coeff., r	0.999251			
	C constant	400.859			
	Surface area	110.266 m ² /g			



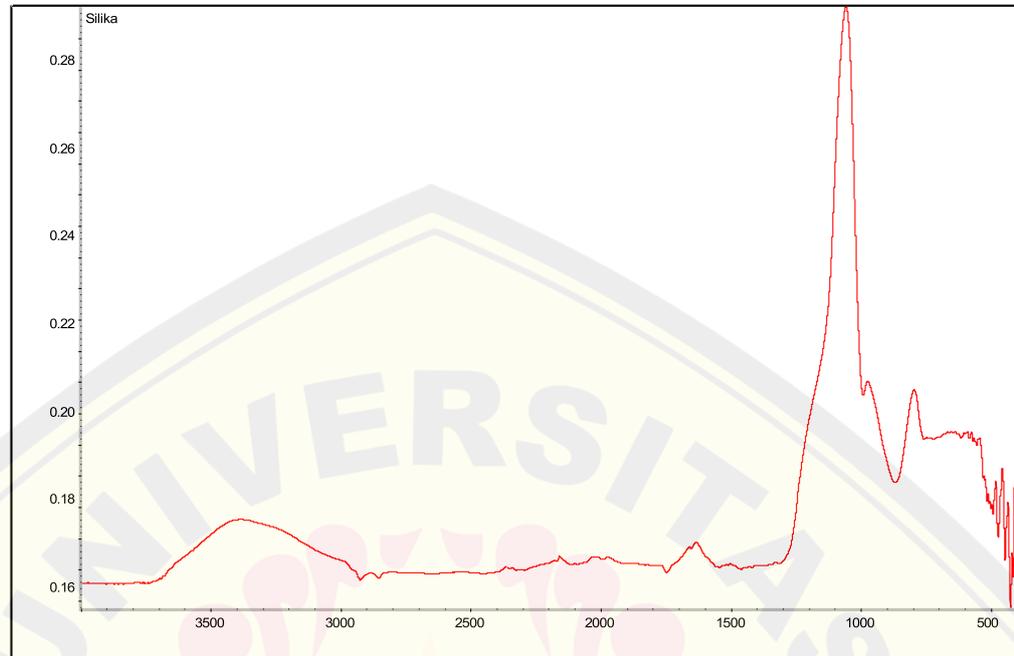
Gambar 4.1 Grafik BET SiO₂



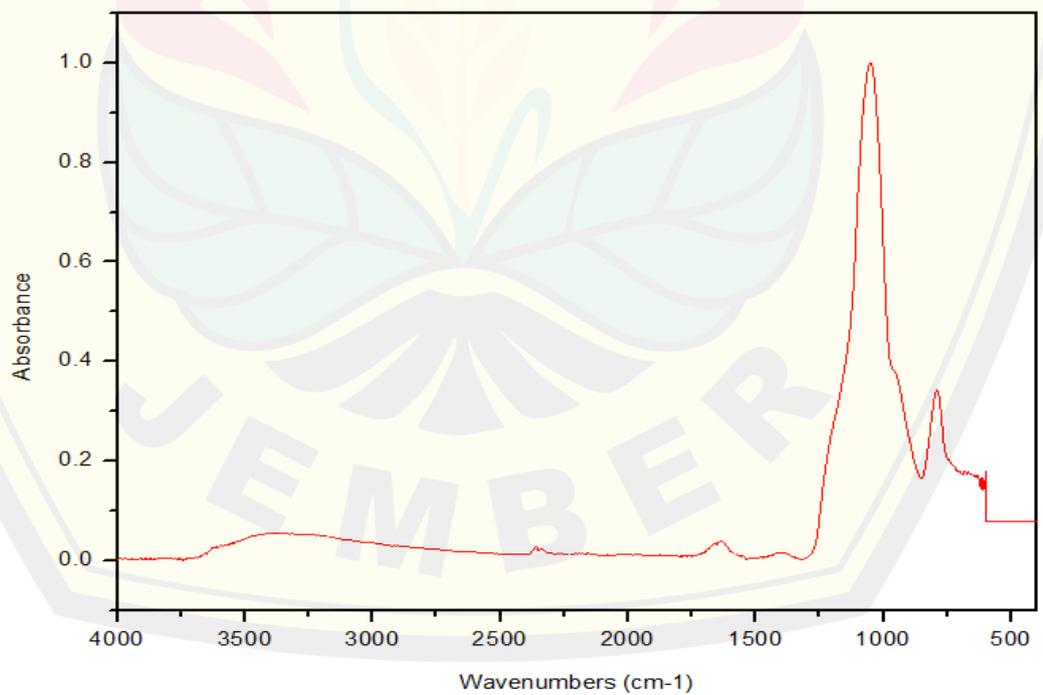
Gambar 4.2 Grafik isoterm SiO₂

Lampiran 4.4 Spektrum FTIR silika sampel katalis Mo/SiO₂

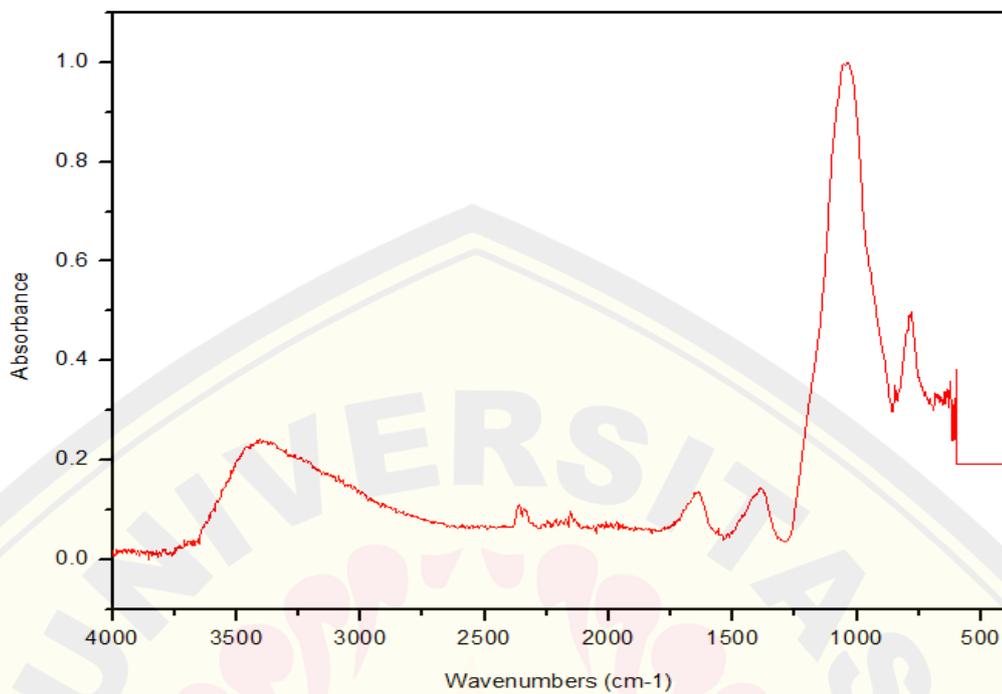
a. Silika



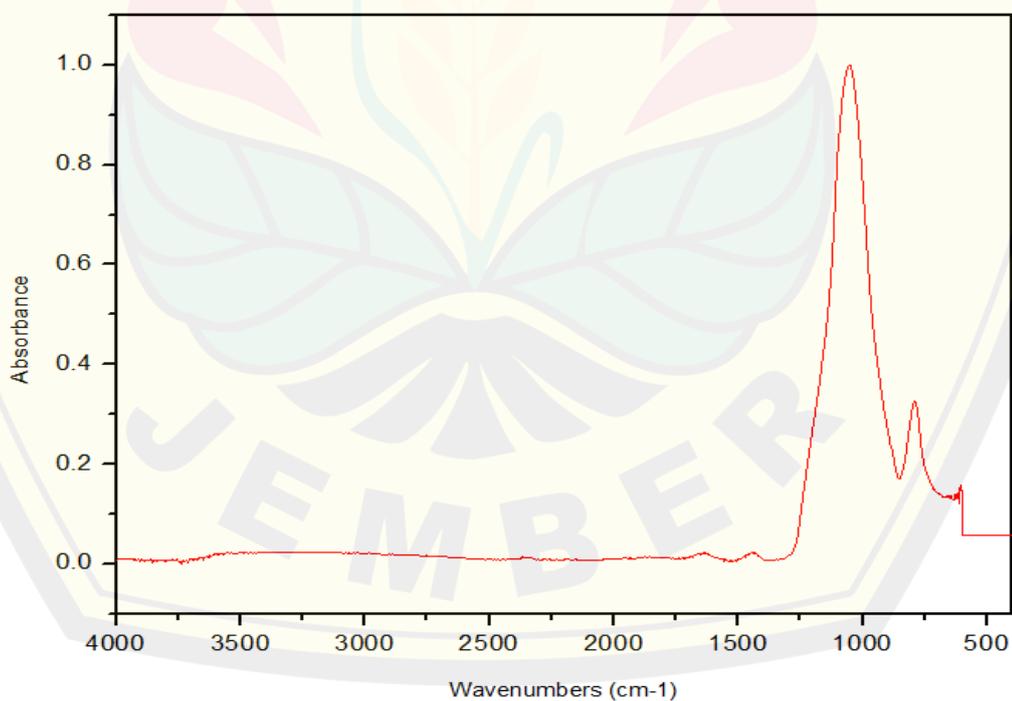
b. Katalis 100% coverage Mo/SiO₂ pH 6



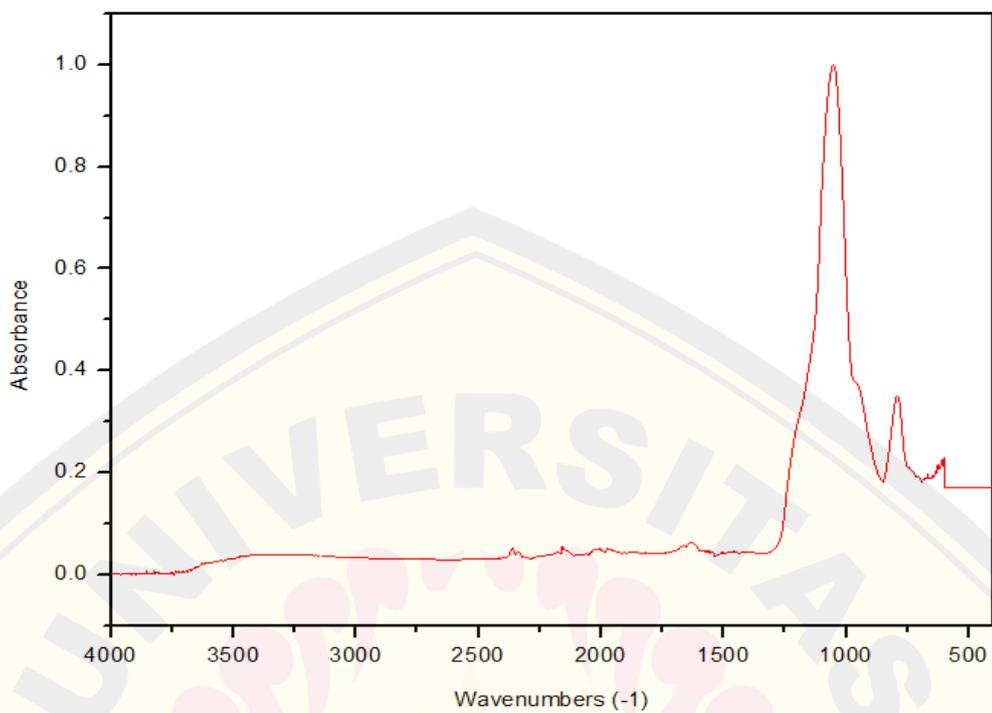
c. Katalis 75% coverage Mo/SiO₂ pH 6



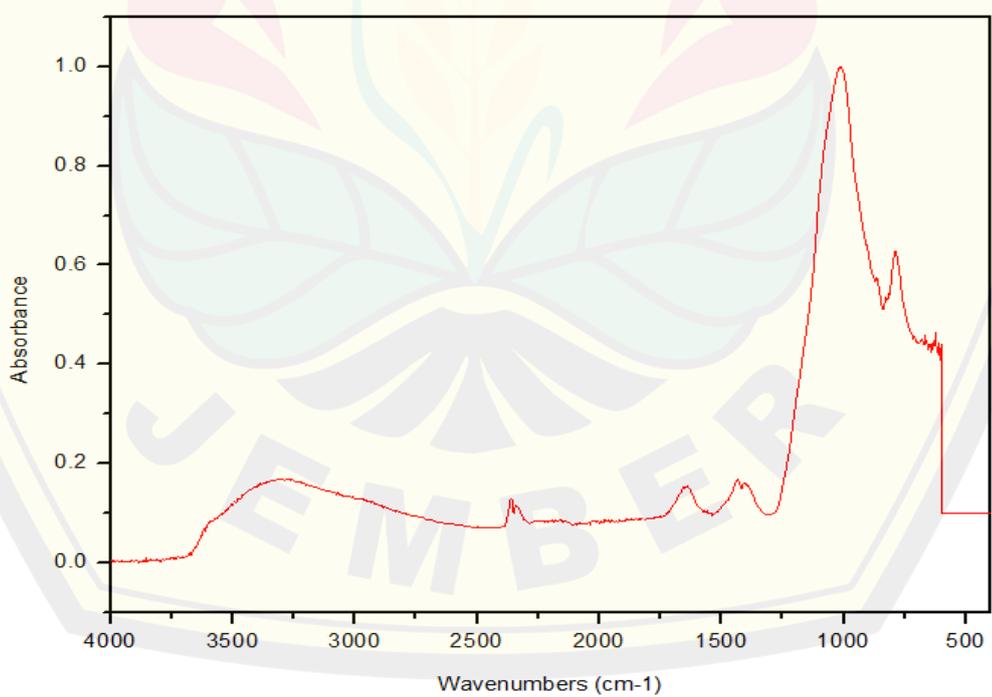
d. Katalis 50% coverage Mo/SiO₂ pH 6



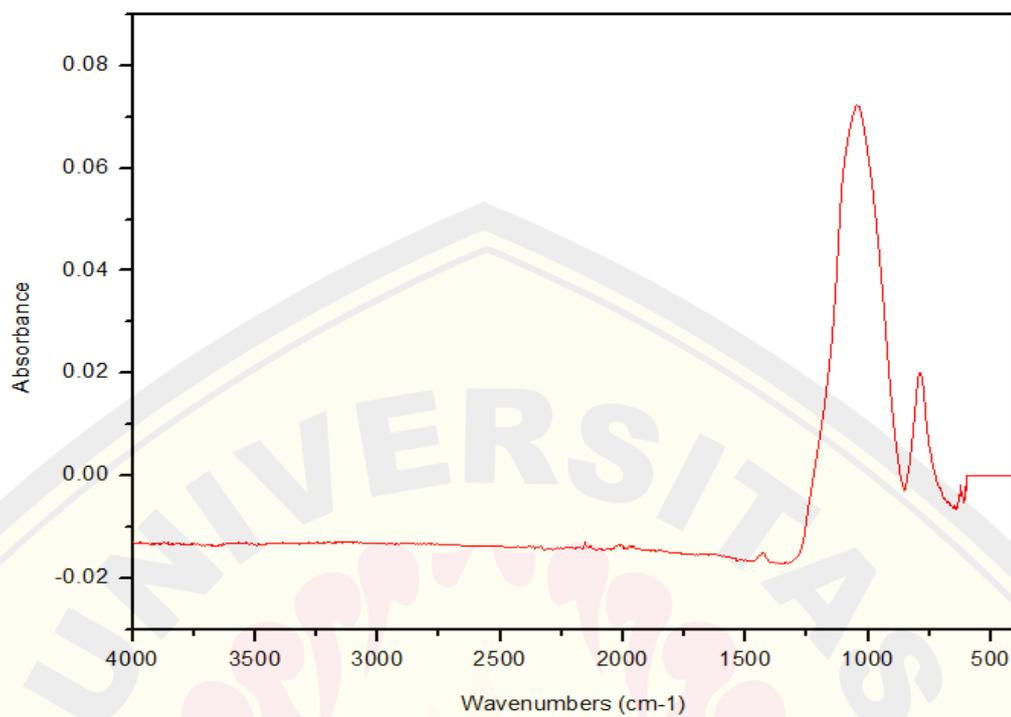
e. Katalis 100% coverage Mo/SiO₂ pH 8



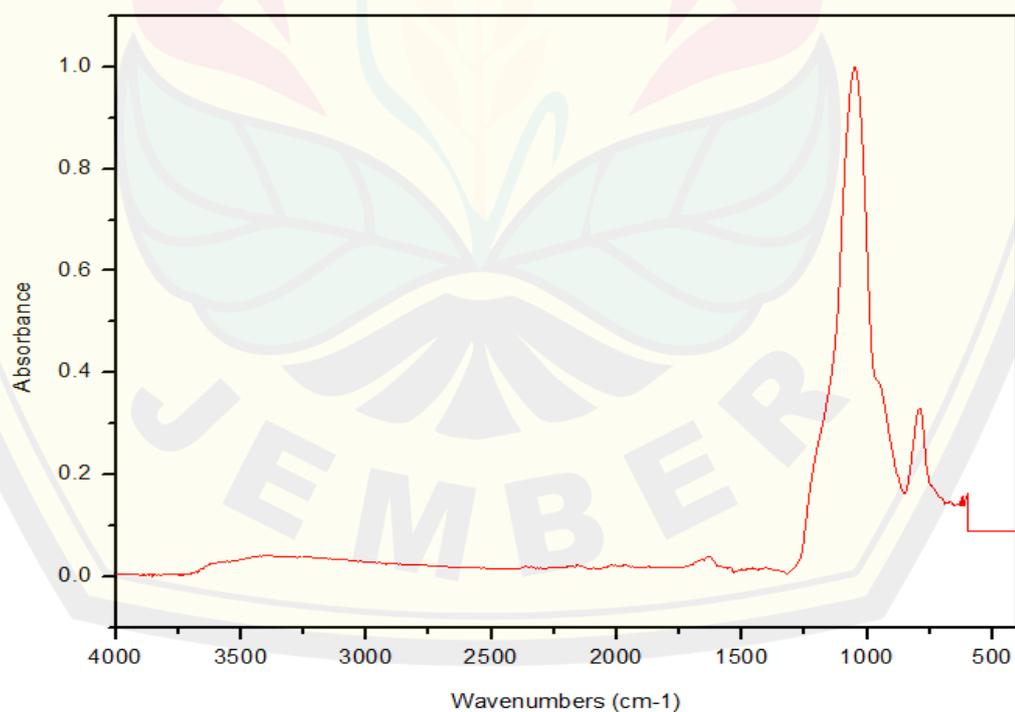
f. Katalis 75% coverage Mo/SiO₂ pH 8



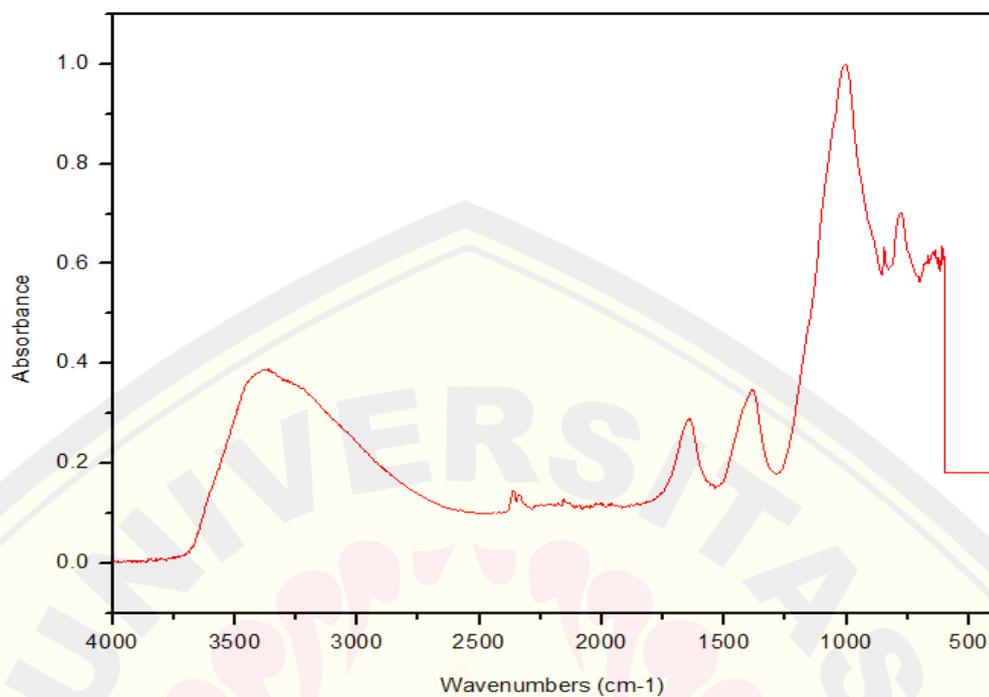
g. Katalis 50% coverage Mo/SiO₂ pH 8



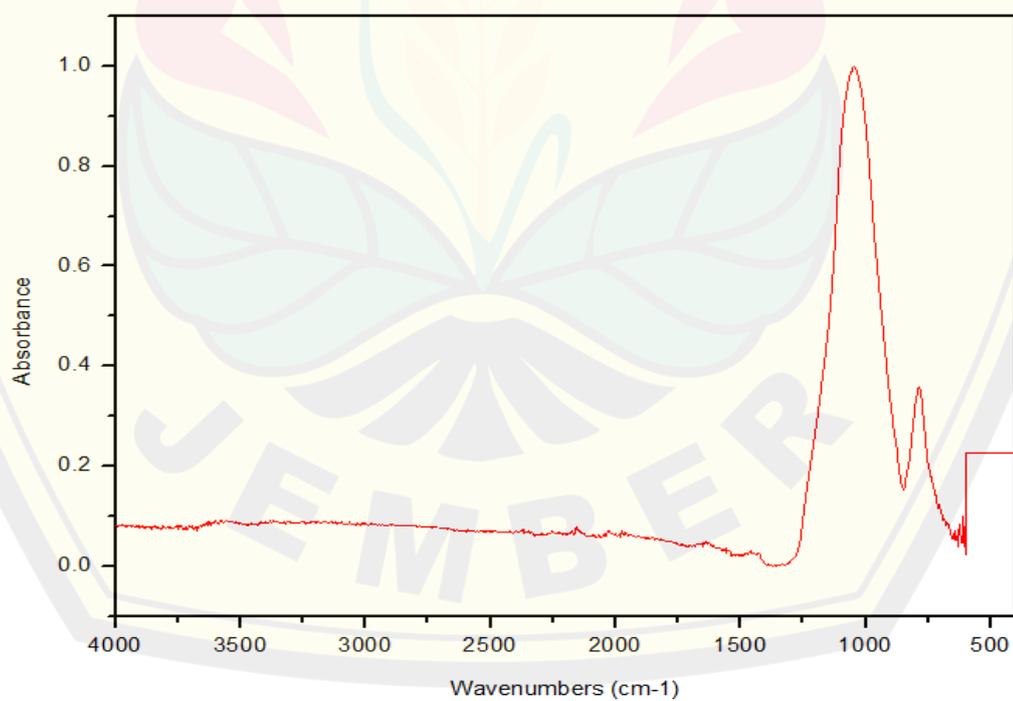
h. Katalis 100% coverage Mo/SiO₂ pH 10



i. Katalis 75% coverage Mo/SiO₂ pH 10

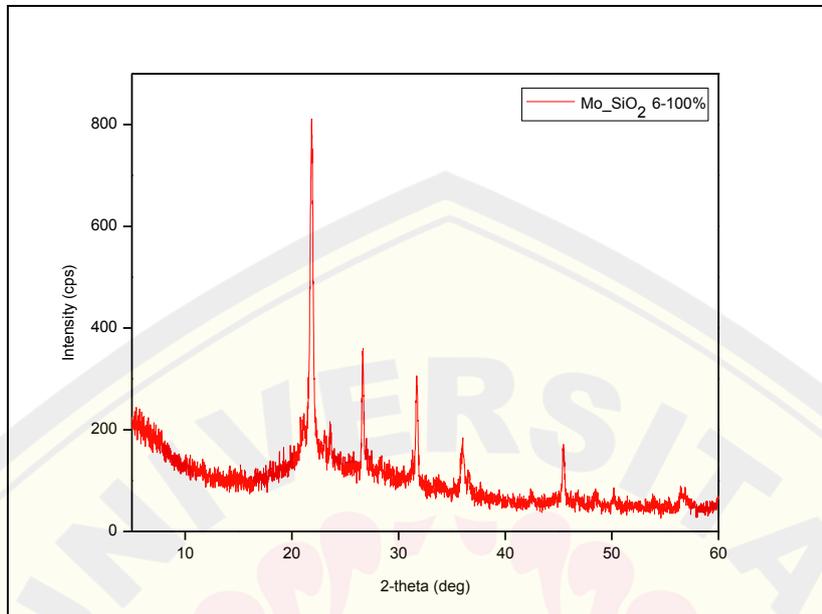


j. Katalis 50% coverage Mo/SiO₂ pH 10

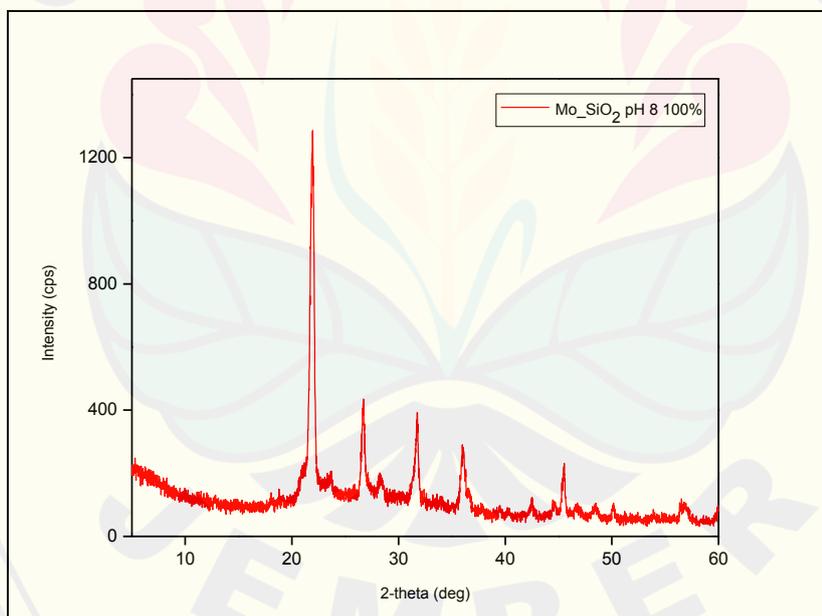


Lampiran 4.5 Difraktogram XRD sampel katalis Mo/SiO₂

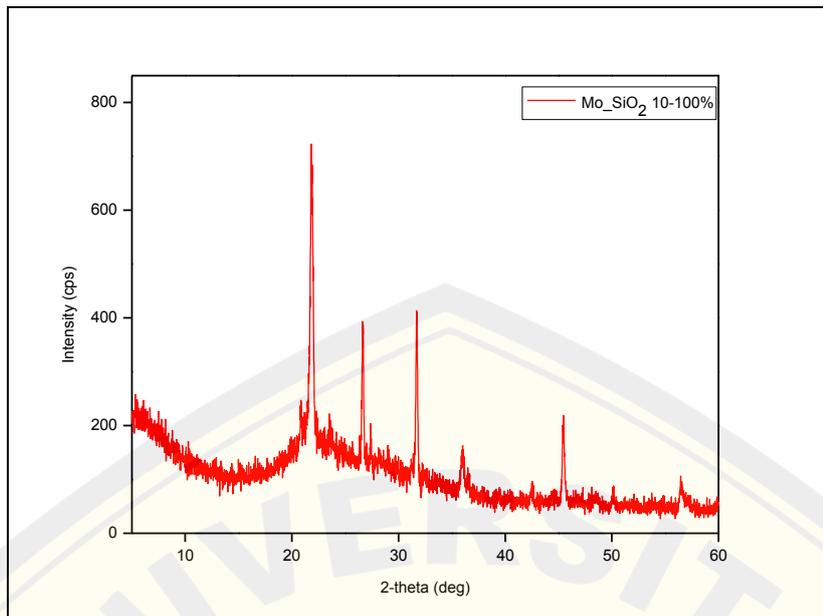
a. Katalis Mo/SiO₂ 100% coverage pH 6



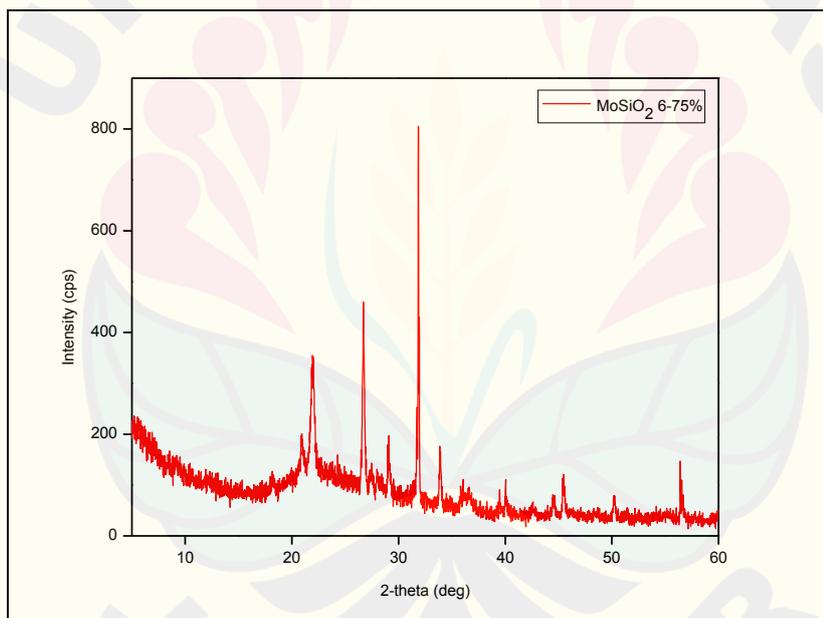
b. Katalis Mo/SiO₂ 100% coverage pH 8



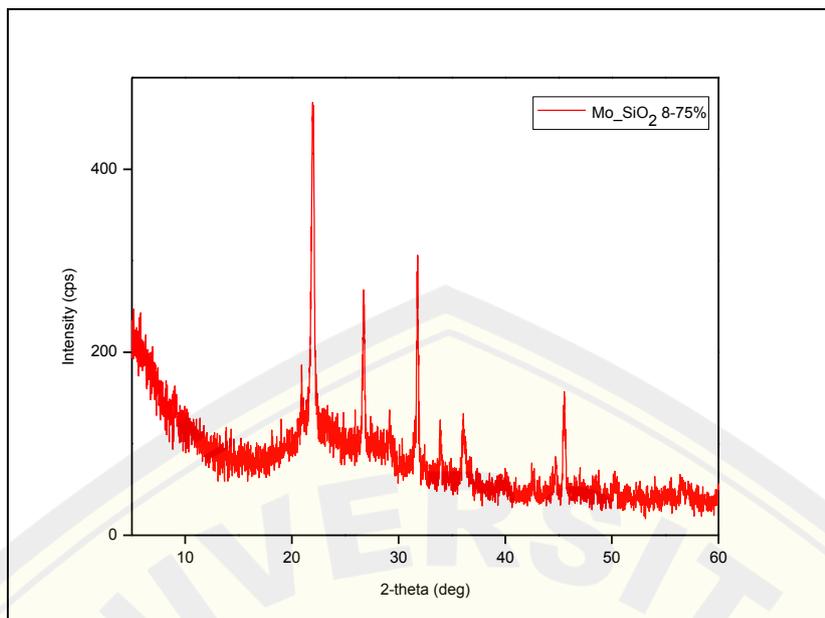
c. Katalis Mo/SiO₂ 100% coverage pH 10



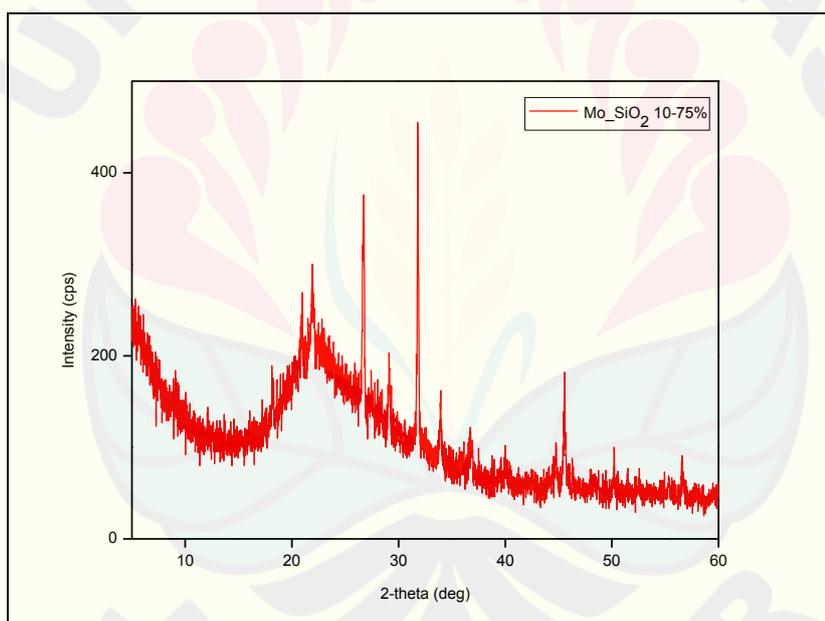
d. Katalis Mo/SiO₂ 75% coverage pH 6



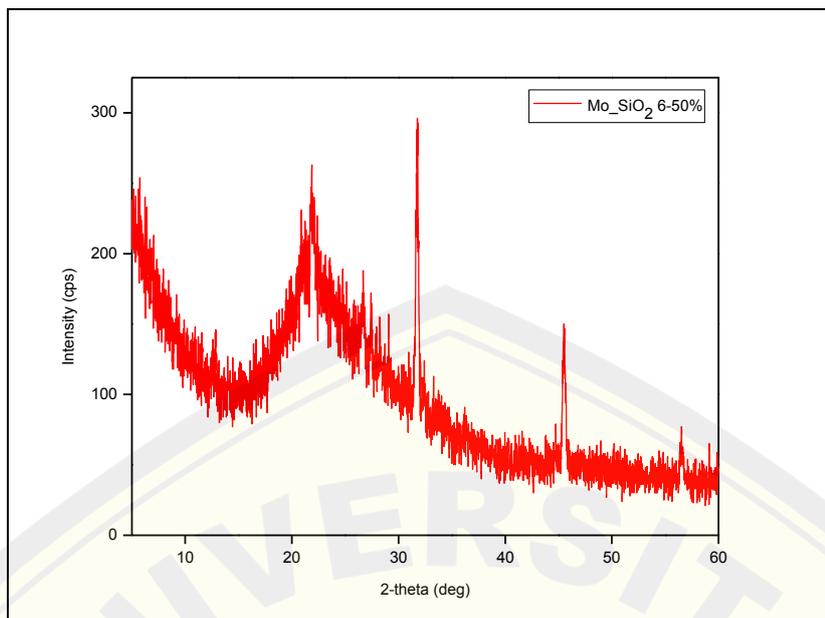
e. Katalis Mo/SiO₂ 75% coverage pH 8



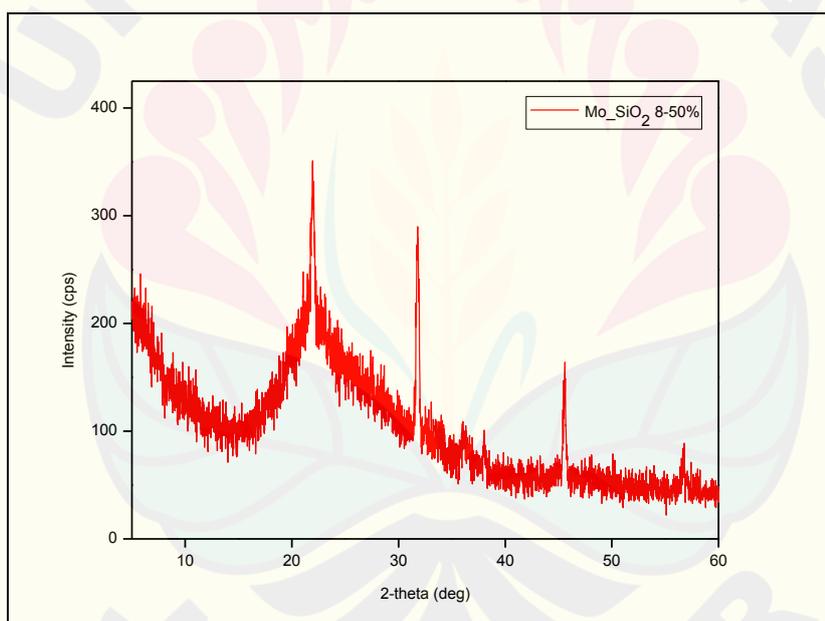
f. Katalis Mo/SiO₂ 75% coverage pH 10



g. Katalis Mo/SiO₂ 50% coverage pH 6



h. Katalis Mo/SiO₂ 50% coverage pH 8



i. Katalis Mo/SiO₂ 50% coverage pH 10

