



**SINTESIS DAN KARAKTERISASI KATALIS Mo/SiO₂
MENGUNAKAN XRD DAN FTIR**

SKRIPSI

Oleh

**Landep Ayuningtias
NIM 151810301065**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
JEMBER
2019**



**SINTESIS DAN KARAKTERISASI KATALIS Mo/SiO₂
MENGUNAKAN XRD DAN FTIR**

SKRIPSI

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

Oleh

**Landep Ayuningtias
NIM 151810301065**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
JEMBER
2019**

PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk:

1. Ayahanda Hafidz yang tiada lelah dan menyerah untuk selalu mendoakan kebaikan anaknya ditengah perjuangan untuk kesembuhannya dan Ibunda Warsiningsih yang senantiasa mencurahkan kekhawatiran, keselamatan, nasihat dan doa yang tulus kepada anaknya;
2. Kakak Gembong Angger Waspodo yang kerap membantu support dalam menyelesaikan segenap urusan perkuliahan beserta adik tersayang Najwa Nur Hafidzoh yang senantiasa memberikan keceriaan dan hiburan pelepas rasa lelah dan penat;
3. Almamater Jurusan Kimia FMIPA Universitas Jember.
4. Teman-teman Chrypton 2015; Grup rumpik dan Grup BiSur yang sering menebar senyum dan keceriaan.
5. Adik-adik di Club ONMIPA terkhusus Rosa yang pernah menjadi benar-benar teman berjuang untuk almamater.
6. Tim Anorganik, Tim riset Analitik, Organik, Fisik dan Bikomia yang juga sering berbagi cerita dan canda pelepas rasa bosan dan letih.
7. Emil, sahabat dari SMA yang kerap menjadi motivasi penulis.
8. Guru-guru di TK Miftahul Ulum 02, Madrasah Ibtidaiyah Miftahul Ulum, MTs N Jember 1 dan MAN 1 Jember.
9. Terimakasih banyak kepada beberapa pihak yang tidak bisa saya sebutkan satu persatu.

MOTTO

“Tiada balasan untuk kebaikan kecuali kebaikan (pula)”

(terjemahan Surat Ar-Rahman ayat 60)*)



*) Departemen Agama Republik Indonesia. 2009. *Al Quran dan Terjemahannya for Women Aisyah*. Bandung: PT Sygma Examedia Arkanleema.

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

nama : Landep Ayuningtias

NIM : 151810301065

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul “Sintesis dan Karakterisasi Katalis Mo/SiO₂ Menggunakan XRD dan FTIR” adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali jika dalam pengutipan substansi disebutkan sumbernya, dan belum pernah diajukan pada instansi manapun, serta bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

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

Jember, 12 Juli 2019

Yang menyatakan,

Landep Ayuningtias

NIM 151810301065

SKRIPSI

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI KATALIS Mo/SiO₂ MENGGUNAKAN
XRD DAN FTIR**

Oleh

Landep Ayuningtias
NIM 151810301065

Pembimbing:

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

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

PENGESAHAN

Skripsi yang berjudul “Sintesis dan Karakterisasi Katalis Mo/SiO₂ Menggunakan XRD dan FTIR” telah diuji dan disahkan oleh Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember 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 Sulisty, S.Si., M.Si.
NIP. 198809242014041001

Anggota II,

Anggota III,

Drs. Sudarko, Ph.D.
NIP. 196903121992031002

Suardiyanto, S.Si., M.Si., Ph.D.
NIP. 197501291998021001

Mengesahkan,
Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Jember

Drs. Sujito, Ph.D.
NIP. 196102041987111001

RINGKASAN

Sintesis dan Karakterisasi Katalis Mo/SiO₂ Menggunakan XRD dan FTIR:

Landep Ayuningtias; 151810301065; 2019: 63 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.

Dispersi logam yang tinggi pada material pengemban akan memperbanyak jumlah situs aktif katalis yang akan meningkatkan laju reaksi katalitik. Salah satu upaya mengoptimalkan kinerja bahan katalis yakni dengan memaksimalkan dispersi Mo pada permukaan silika melalui modifikasi konsentrasi pemuatan Mo pada silika dan variasi suhu kalsinasi. Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis katalis dengan variasi konsentrasi 5, 10, 15% Mo/SiO₂ melalui metode impregnasi yang dikalsinasi pada variasi suhu kalsinasi 110°C, 300°C dan 500°C. Impregnasi dilakukan dengan cara merendam silika ke dalam larutan garam heksaamonium heptamolibdat tetrahidrat (NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O (AHM). Katalis Mo/SiO₂ hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD (*X-ray Diffraction*) untuk mengetahui profil dispersi spesies Mo di atas permukaan silika dan analisis FTIR untuk mengetahui perubahan gugus fungsi pada silika setelah diimpregnasi dengan prekursor Mo, mengkonfirmasi keberhasilan impregnasi spesies Mo pada silika dan mengetahui kapasitas dispersi spesies logam pada material pengemban.

Hasil katalis yang preparasi pada penelitian ini menunjukkan peningkatan intensitas warna dengan meningkatnya konsentrasi Mo pada silika yang mengindikasikan bahwa semakin banyaknya spesies Mo pada sampel. Peningkatan suhu kalsinasi 110°C → 300°C → 500°C menghasilkan perubahan warna pada serbuk Mo/SiO₂ dari hijau-kekuningan → biru keabu-abuan → putih yang dapat dihubungkan dengan terbentuknya spesies tertentu dari hasil dekomposisi AHM sebagai prekursor Mo pada suhu kalsinasi yang berbeda. Silika yang telah diimpregnasi dengan spesies Mo menghasilkan puncak pita baru milik vibrasi Mo-O-Si, Mo=O terminal dan Mo-O-Mo yang mengkonfirmasi keberhasilan penyatuan molibdenum pada silika. Penyatuan spesies Mo pada

kerangka silika mempengaruhi vibrasi Si-O-Si ($\sim 1090 \text{ cm}^{-1}$) ulur asimetris dengan menghasilkan pita *shoulder*. Karakterisasi FTIR juga dapat digunakan untuk mengetahui kapasitas dispersi spesies Mo pada silika berdasarkan penurunan intensitas pita gugus -OH pada sampel. Penurunan intensitas -OH silanol mengindikasikan semakin berkurangnya gugus -OH karena digunakan untuk bereaksi dengan spesies Mo. Secara keseluruhan menunjukkan bahwa persentase gugus -OH (silanol) dari silika merkck mengalami penurunan dari 100% hingga mencapai persentase terendah pada 31,6%. Persentase gugus -OH silanol pada sampel Mo/SiO₂ yang dikalsinasi pada 110°C dan 300°C mengalami peningkatan seiring dengan meningkatnya konsentrasi karena adanya tambahan kontribusi gugus -OH yang berasal dari spesies oksida molibdenum yang mengikat -OH. Peningkatan suhu kalsinasi hingga 500°C menurunkan persentase -OH seiring dengan meningkatnya konsentrasi sampel, yang disebabkan oleh dehidroksilasi akibat peningkatan suhu kalsinasi dan dekomposisi AHM sebagai prekursor Mo membentuk MoO₃.

Peningkatan konsentrasi hingga 10%Mo/SiO₂ dan 15%Mo/SiO₂ pada suhu kalsinasi 500°C telah menghasilkan puncak yang bersesuaian dengan kristal α -MoO₃ orthorombik, yang mengindikasikan molibdenum kurang terdispersi pada silika. Kesesuaian struktur α -MoO₃ orthorombik pada sampel 10%Mo/SiO₂ (kalsinasi 500°C) ditunjukkan oleh bidang [021] yang sesuai dengan puncak mayor difraksi $2\theta = 12,8^\circ$. Kesesuaian struktur α -MoO₃ orthorombik pada sampel 15%Mo/SiO₂ (kalsinasi 500°C) ditunjukkan oleh bidang-bidang kisi [021], [110], [040], [021], [101], [111], [150] yang sesuai dengan puncak difraksi $2\theta = 12,8^\circ; 23,2^\circ; 25,7^\circ; 27,3^\circ; 33,7^\circ; 35,5^\circ; 38,9^\circ$.

PRAKATA

Alhamdulillah atas segala rahmat, inayah dan karunia dari Allah SWT sehingga penulis diberi ridha untuk dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Sintesis dan Karakterisasi Katalis Mo/SiO₂ Menggunakan XRD dan FTIR” dengan baik dan tepat waktu. 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. Drs. Sujito, Ph.D. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
2. Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si. selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.
3. Tanty Haryati, S.Si., M.Si. selaku dosen pembimbing utama dan Yudi Aris Sulisty, S.Si, M.Si. selaku dosen pembimbing anggota yang dengan dedikasinya telah meluangkan waktu, tenaga, pikiran dan perhatiannya dalam penulisan skripsi ini;
4. Drs. Sudarko, Ph.D dan Suwardiyanto, S.Si., M.Si., Ph.D selaku dosen penguji yang telah memberi masukan untuk perbaikan tulisan ini.
5. Yudi Aris Sulisty, S.Si, M.Si. selaku Dosen Pembimbing Akademik yang telah banyak memberi masukan dalam konsultasi perkuliahan.
6. Segenap Bapak dan Ibu Dosen yang selama ini dengan dedikasinya telah mendidik dan mengajarkan ilmu.

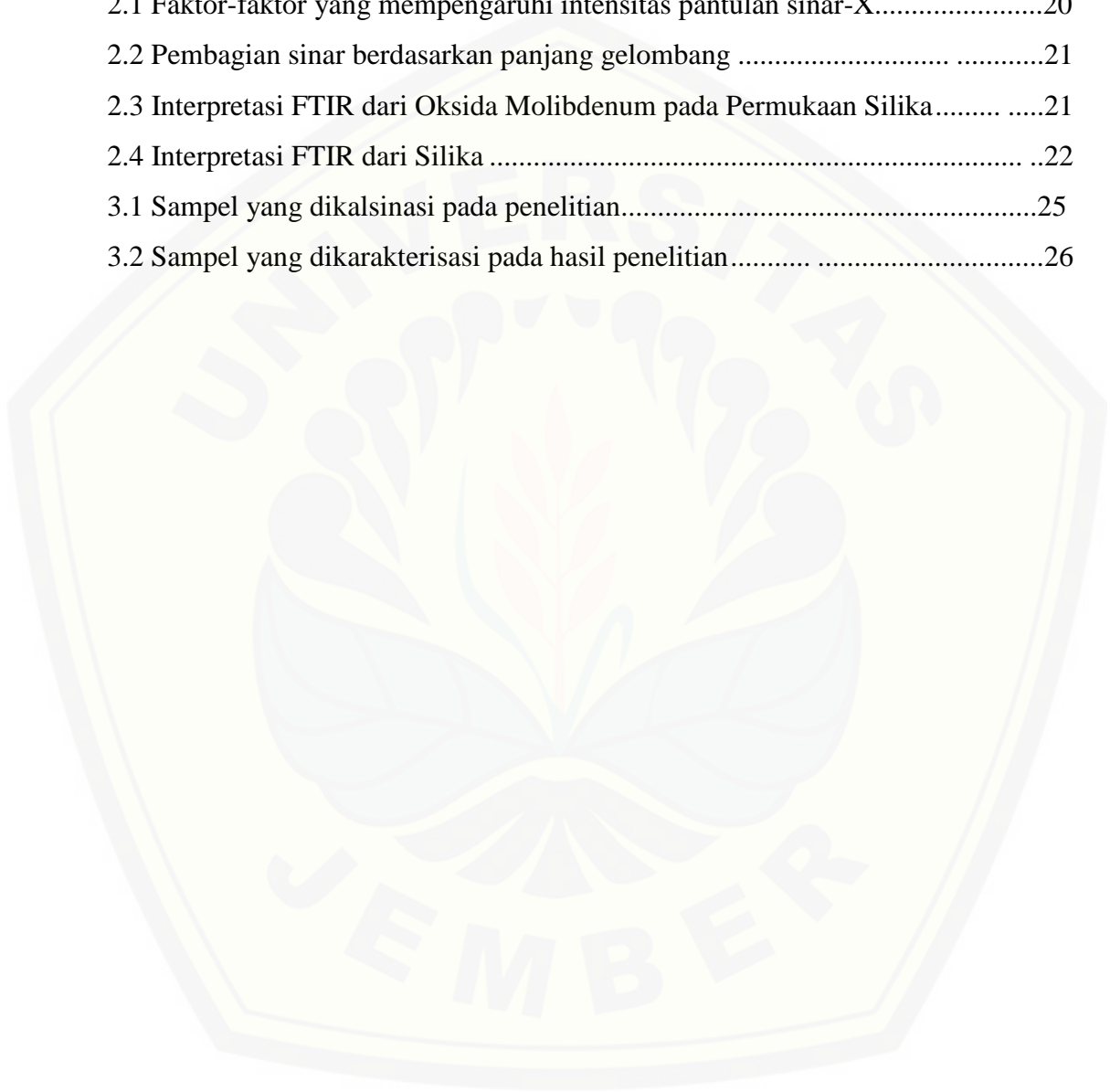
DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSEMBAHAN	ii
HALAMAN MOTTO	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
HALAMAN PEMBIMBING	v
HALAMAN PENGESAHAN	vi
RINGKASAN	vii
PRAKATA	viii
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Batasan Masalah	4
1.5 Manfaat Penelitian	4
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Katalis	5
2.2 Interaksi Spesies Oksida Mo pada Permukaan Silika	8
2.3 Metode Impregnasi	11
2.4 Interaksi Metal Support Catalyst Gliserol melalui Reaksi Hidrogenolisis	12
2.5 X-ray Diffraction (XRD)	13
2.5.1 Struktur Kristal.....	16
2.5.2 Identifikasi Fasa.....	18

2.6 Fourier Transform Infra-Red (FTIR)	19
BAB 3. METODE PENELITIAN	23
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	23
3.2 Alat dan Bahan	23
3.2.1 Alat	23
3.2.2 Bahan	23
3.3 Diagram Alir Penelitian	24
3.4 Prosedur Penelitian	24
3.4.1 Pembuatan Berbagai Larutan.....	24
3.4.2 Preparasi Silika (SiO_2).....	24
3.4.3 Impregnasi Penyangga SiO_2 dengan Larutan AHM Variasi Konsentrasi 5%, 10%, 15%	25
3.4.4 Kalsinasi.....	25
3.4.5 Karakterisasi XRD (<i>X-Ray Diffraction</i>)	25
3.4.6 Karakterisasi FTIR (<i>Fourier Transform Infra Red</i>)	25
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN 27	
4.1 Pengaruh Variasi Konsentrasi Mo dan Suhu Kalsinasi terhadap Karakterisasi FTIR Katalis Mo/SiO₂	28
4.2 Pengaruh Variasi Konsentrasi Mo dan Suhu Kalsinasi terhadap Karakterisasi XRD Katalis Mo/SiO₂	33
BAB 5. PENUTUP	37
5.1 Kesimpulan	35
5.2 Saran	35
Daftar Pustaka	36
Lampiran	42

DAFTAR TABEL

	halaman
2.1 Faktor-faktor yang mempengaruhi intensitas pantulan sinar-X.....	20
2.2 Pembagian sinar berdasarkan panjang gelombang	21
2.3 Interpretasi FTIR dari Oksida Molibdenum pada Permukaan Silika.....	21
2.4 Interpretasi FTIR dari Silika	22
3.1 Sampel yang dikalsinasi pada penelitian.....	25
3.2 Sampel yang dikarakterisasi pada hasil penelitian.....	26



DAFTAR GAMBAR

	halaman
2.1 Interaksi Katalis MoO ₃ /SiO ₂ dengan reaktan.....	6
2.2 Diagram Tingkat Energi Reaksi Katalitik.....	7
2.3 Dispersi logam pada permukaan material pengemban.....	8
2.4 Representasi <i>cluster</i> (a)spesies monomerik Mo mono-okso; (b)spesies monomerik Mo di-okso; (c)spesies dimerik Mo tetra-okso.....	9
2.5 Diagram fase (energi permukaan vs suhu) yang menunjukkan rentang stabilitas geometri oksida Mo yang diembankan pada silika.....	9
2.6 Spesies Mo Oksida pada H-ZSM5	11
2.7 Pertukaran gugus OH silanol H-ZSM5 dengan MoO ₃	11
2.8 Mekanisme hidrogenolisis gliserol membentuk 1,3-propanadiol pada katalis Pt/Al/WO ₃	12
2.9 Mekanisme pembentukan 1,3-propanadiol dalam hidrogenolisis gliserol melalui disosiasi heterolitik H ₂ di situs logam Pt	13
2.10 Pembentukan sinar-X akibat transisi elektron.....	14
2.11 Difraksi sinar-X pada kisi kristal.....	15
2.12 Susunan sel satuan kemudian menjadi kristal	16
2.13 Sistem kisi kristal dan kisi Bravais	17
2.14 Bidang kisi kristal berbentuk kubus	18
2.15 Jarak antar bidang kristal kubus	18
3.1 Diagram Alir Penelitian	24
4.1 Katalis Mo/SiO ₂	28
4.2 Spektrum IR katalis Mo/SiO ₂	29
4.3 Spesies dimer MoOx pada kerangka zeolit H-ZSM5	30
4.4 Persentase intensitas gugus –OH yang tersisa pada sampel.....	31
4.5 Geometri oksida Mo	32
4.6 Difraktogram katalis Mo/SiO ₂	33

DAFTAR LAMPIRAN

	halaman
3.1 Perhitungan preparasi bahan	42
4.1 Perhitungan persentase gugus –OH katalis Mo/SiO ₂	43
4.2 Normalisasi spektrum FTIR dan perhitungan jumlah gugus –OH silanol Mo/SiO ₂	45
4.3 Spektrum FTIR Sampel Katalis Mo/SiO ₂	46
4.4 Hasil Karakterisasi XRD Katalis Mo/SiO ₂	55

BAB 1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Konversi gliserol sebagai produk samping dari pembuatan biodiesel menjadi produk lain yang lebih bernilai tinggi seperti 1,3-propanadiol adalah hal yang sangat penting karena peningkatan produksi biodiesel telah membuat harga gliserol mentah dan murni mengalami penurunan. Berdasarkan laporan USA tahun 2007 harga gliserol murni turun dari \$1,50/Kg menjadi \$0,66/Kg dan gliserol mentah turun dari \$0,55/Kg menjadi \$0,11/Kg (Lee dkk., 2015). Katalis yang telah banyak digunakan untuk konversi gliserol menjadi 1,3-propanadiol melalui reaksi hidrogenolisis adalah *metal supported catalyst* berbasis logam mulia Pt, Ir, Rh dan Pd (Lee dkk., 2015; Kurosaka dkk., 2008; Nakagawa dkk., 2011). Untuk menghindari mahalanya biaya produksi karena penggunaan logam mulia yang mahal maka perlu digunakan jenis logam lain yang harganya lebih murah yakni logam Mo (Molibdenum). Shoji dkk., (2016) telah berhasil mengkonversi gliserol menjadi 1,3-propanadiol melalui reaksi hidrogenolisis menggunakan katalis Mo/SiO₂.

Mo/SiO₂ adalah katalis heterogen berjenis *metal supported catalyst* yang terdiri dari dua komponen yaitu Mo dan silika (Shoji dkk., 2016). Mo adalah unsur logam transisi golongan VIB yang berperan sebagai situs aktif katalis dan bertanggung jawab terhadap reaksi yang terjadi (Perego dan Villa, 1997). Silika berperan sebagai material pengemban yang menjadi tempat menempelnya logam sehingga logam dapat terdistribusi merata, terpisah satu sama lain oleh komponen pengemban dan mencegah terjadinya aglomerasi (Perego dan Villa, 1997). Silika dapat dijadikan pengemban karena stabil secara termal, mudah didapatkan, harganya murah dan memiliki luas permukaan yang besar (Husni dan Fikri, 2006).

Katalis menyediakan situs aktif untuk mempercepat pembentukan produk melalui jalur mekanisme reaksi alternatif dengan energi aktivasi yang lebih rendah

dari pada tanpa penggunaan katalis (Perego dan Villa, 1997). Dispersi spesies logam pada permukaan pengemban adalah salah satu parameter dalam mengoptimalkan kinerja katalis. Persebaran logam yang tinggi pada permukaan pengemban akan memperbanyak jumlah situs aktif katalis (Wang dkk., 2015; Prasetyoko dkk., 2016). Meningkatnya jumlah situs aktif akan meningkatkan laju reaksi katalitik (Trisunaryati dkk., 2005). Distribusi logam dapat dikarakterisasi dengan XRD. Distribusi logam yang merata ditandai dengan hanya munculnya puncak yang berasal dari material pengemban pada difraktogram. Sementara kemunculan puncak-puncak spesies logam menandakan bahwa logam teraglomerasi membentuk kisi kristal dan kurang terdispersi (Wang dkk., 2015; Miao dkk., 2010).

Suhu kalsinasi dan konsentrasi pemuatan logam pada suatu jenis material pengemban dapat mempengaruhi profil distribusi logam pada material pengemban berdasarkan difraktogram XRD. Shoji dkk. (2016) melaporkan bahwa difraktogram 10%MoO₃/SiO₂ pada kalsinasi 550°C telah menghasilkan puncak kristal MoO₃. Difraktogram katalis 1 dan 4%MoO₃/SiO₂ hanya memperlihatkan puncak silika amorf sementara 8 dan 16%MoO₃/SiO₂ memperlihatkan puncak kristal MoO₃ pada kalsinasi 550°C (Liu dkk., 2007). Pengaruh konsentrasi pemuatan logam juga dapat terlihat pada MoO₃ yang diembankan pada alumina dimana difraktogram katalis 30%MoO₃/Al₂O₃ pada kalsinasi 600°C menghasilkan puncak dari MoO₃ dan peningkatan konsentrasi katalis hingga 35%MoO₃/Al₂O₃ pada suhu kalsinasi yang sama menghasilkan puncak dari spesies Al₂(MoO₄)₃ (Wang dkk., 2012). Sementara itu efek suhu kalsinasi yang berbeda pada 25%Mo/Al₂O₃ hanya menghasilkan puncak milik γ -Al₂O₃ pada kalsinasi 500°C dan 600°C namun pada kalsinasi 700°C telah menghasilkan puncak spesies Al₂(MoO₄)₃ (Wang dkk., 2012).

Keberhasilan pemuatan logam pada material pengemban dapat dikarakterisasi menggunakan FTIR yang ditandai dengan munculnya puncak pita vibrasi baru yang berasal dari ikatan atom logam dengan atom dari material pengemban (Wang dkk., 2015). Selain itu karakterisasi FTIR juga dapat digunakan untuk mengetahui kapasitas dispersi spesies logam pada material

pengembangan. Penentuan kapasitas dispersi menggunakan FTIR dapat dievaluasi berdasarkan penurunan intensitas pita gugus –OH pada sampel. Contohnya yaitu terjadinya penurunan intensitas pita dari gugus hidroksil setelah titanium silikat diimpregnasi dengan WO_3 dan intensitasnya semakin menurun dengan meningkatnya konsentrasi pemuatan WO_3 pada titanium silikat karena semakin banyaknya gugus –OH yang hilang setelah digunakan bereaksi dengan WO_3 (Prasetyoko dkk., 2016).

Salah satu upaya mengoptimalkan kinerja bahan katalis yakni dengan memaksimalkan dispersi logam pada permukaan material pengembangan melalui modifikasi konsentrasi pemuatan logam pada pengembangan dan variasi suhu kalsinasi. Hingga saat ini 16% $\text{MoO}_3/\text{SiO}_2$ adalah konsentrasi terendah yang menghasilkan puncak kristal MoO_3 pada kalsinasi 550°C. Pengaruh variasi konsentrasi 5, 10, 15% Mo/SiO_2 pada variasi suhu kalsinasi dibawah 550°C terhadap profil dispersi logam pada permukaan silika belum diteliti. Sehingga pada penelitian ini akan dilakukan sintesis katalis 5, 10, 15% Mo/SiO_2 melalui metode impregnasi yang dikalsinasi pada variasi suhu 110°C, 300°C dan 500°C yang karakterisasi dengan XRD dan FTIR. Impregnasi dilakukan dengan cara merendam silika ke dalam larutan garam heksaamonium heptamolibdat tetrahidrat $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (AHM) (Shozi dkk., 2016; Wang dkk., 2012; Heracleous dkk., 2003). Katalis Mo/SiO_2 hasil sintesis pada penelitian ini dikarakterisasi menggunakan XRD (*X-ray Diffraction*) untuk mengetahui profil dispersi spesies Mo di atas permukaan silika dan analisis FTIR untuk mengetahui perubahan gugus fungsi pada silika setelah diimpregnasi dengan prekursor Mo, mengkonfirmasi keberhasilan impregnasi spesies Mo pada silika dan mengetahui kapasitas dispersi spesies logam pada material pengembangan.

1.2 Rumusan Masalah

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

1. Bagaimana pengaruh variasi konsentrasi dan suhu kalsinasi pada katalis Mo/SiO_2 hasil sintesis berdasarkan karakterisasi FTIR?

2. Bagaimana pengaruh variasi konsentrasi dan suhu kalsinasi pada katalis Mo/SiO₂ hasil sintesis berdasarkan karakterisasi XRD?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Mengetahui pengaruh variasi konsentrasi dan suhu kalsinasi pada katalis Mo/SiO₂ hasil sintesis berdasarkan karakterisasi FTIR.
2. Mengetahui pengaruh variasi konsentrasi dan suhu kalsinasi pada katalis Mo/SiO₂ hasil sintesis berdasarkan karakterisasi XRD.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Silika yang digunakan pada penelitian adalah silika merkck.
2. Sintesis Mo/SiO₂ dilakukan melalui metode impregnasi dengan waktu impregnasi 12 jam pada suhu ruang.
3. Kalsinasi setiap sampel dilakukan selama 5 jam.

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat digunakan untuk:

1. Memberikan informasi mengenai profil dispersi katalis spesies Mo pada silika berdasarkan karakterisasi XRD dan FTIR.
2. Bahan katalisator dalam hidrogenolisis gliserol menjadi produk turunannya pada penelitian selanjutnya.

BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Katalis

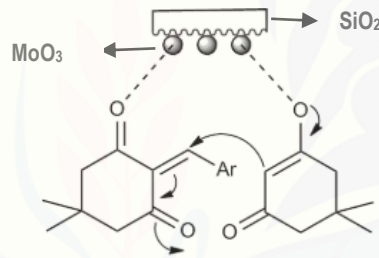
Katalis adalah suatu zat yang berfungsi untuk meningkatkan laju reaksi termodinamika namun tidak mengubah posisi kesetimbangan termodinamika. Katalis tidak mengubah arah kesetimbangan kimia, tetapi ia mengubah laju reaksi langsung dan reaksi balik, sehingga memudahkan pencapaian keadaan keseimbangan yang lebih cepat. Reaksi katalitik adalah reaksi siklus. Reaktan yang bereaksi dengan katalis membentuk kompleks teraktivasi sehingga membuka jalur untuk transformasi pembentukan produk. Setelah itu katalis dilepaskan dan siklus selanjutnya dapat dilanjutkan. Katalis sendiri memiliki waktu hidup tertentu. Hal itu disebabkan deaktivasi katalis akibat dari perubahan struktur katalis setelah bereaksi dengan reaktan. Dalam prakteknya katalis dapat diaktifkan kembali atau dapat juga diganti dengan yang baru untuk melangsungkan reaksi berikutnya (Knözinger dan Kochloefl, 2000).

Katalis terbagi menjadi katalis homogen dan katalis heterogen berdasarkan fasanya. 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). Menurut Handoko (2003), 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. Aktivitas biasanya dinyatakan sebagai persentase konversi atau jumlah produk yang dihasilkan dari jumlah reaktan dalam waktu reaksi tertentu.

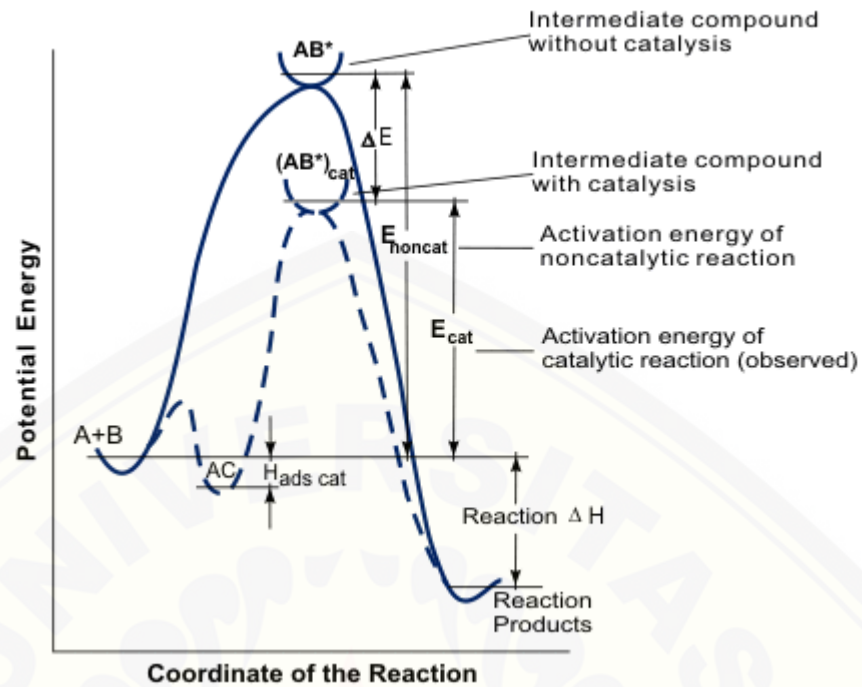
2. Selektivitas, yaitu kemampuan katalis mempercepat suatu reaksi diantara beberapa reaksi yang terjadi sehingga produk yang diinginkan dapat diperoleh dengan produk samping seminimal mungkin.
3. Kestabilan, yaitu ketahanan katalis terhadap kondisi reaksi.
4. Rendemen, yaitu jumlah produk tertentu yang terbentuk untuk setiap satuan jumlah reaktan yang dikonsumsi (biasanya dinyatakan dalam %berat produk).

Selain indikator di atas, persebaran logam pada permukaan material pengemban akan memperbanyak jumlah situs aktif katalis (Wang dkk., 2015). Meningkatnya jumlah situs aktif akan meningkatkan laju reaksi katalitik (Trisunaryati dkk, 2005). Katalis dengan situs aktif yang terdistribusi merata dapat meningkatkan interaksi reaktan dengan katalis sehingga mengoptimalkan laju reaksi pembentukan produk.



Gambar 2. 1 Interaksi Katalis $\text{MoO}_3/\text{SiO}_2$ dengan reaktan (Khojastehnezhad dkk., 2015)

Katalis heterogen yang biasa digunakan adalah logam-logam transisi karena mengandung orbital d yang tidak terisi penuh. Kekosongan orbital d tersebut dapat digunakan untuk membentuk kompleks teraktivasi dengan energi aktivasi yang lebih rendah daripada tanpa penggunaan katalis (Ratna, 1998). Perbedaan energi aktivasi reaksi yang menggunakan katalis dan reaksi tanpa katalis ditunjukkan pada Gambar 2.2.



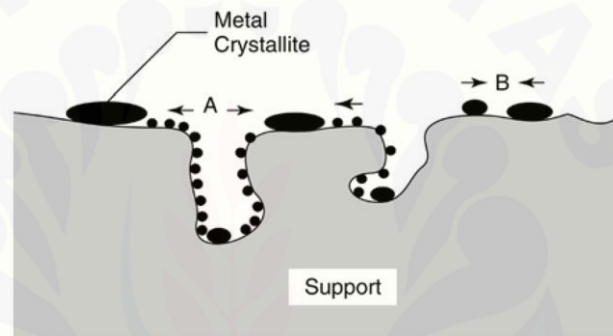
Gambar 2. 2 Diagram Tingkat Energi Reaksi Katalitik (Ibragimov, 2011)

Mekanisme yang terjadi pada katalis heterogen secara garis besar melibatkan proses adsorpsi dan desorpsi. Proses adsorpsi akan membawa molekul reaktan menuju sisi aktif katalis dan membentuk *intermediet* tertentu, kemudian terjadi proses desorpsi atau pelepasan produk menuju lingkungan luar. Adapun tahapan reaksi katalitik dengan katalis heterogen adalah sebagai berikut:

- a. Difusi (transfer massa) reaktan menuju permukaan luar katalis.
 - b. Difusi reaktan dari mulut pori melalui pori-pori katalis dengan segera menuju daerah sekitar permukaan bagian dalam katalis.
 - c. Adsorpsi (fisisorpsi, kemisorpsi) reaktan pada permukaan katalis.
 - d. Reaksi reaktan pada permukaan katalis.
 - e. Desorpsi produk reaksi dari permukaan katalis.
 - f. Difusi produk dari permukaan bagian dalam melalui pori-pori katalis menuju mulut pori pada permukaan luar.
 - g. Difusi (transfer massa) produk dari permukaan luar katalis
- (Augustine, 1996).

2.2 Interaksi Spesies Oksida Mo pada Permukaan Silika

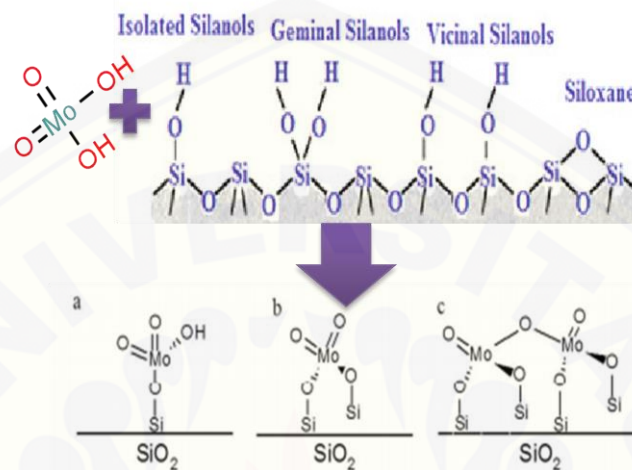
Metal supported catalyst merupakan jenis katalis heterogen yang terdiri dari dua komponen yaitu material pengemban dan logam. Material pengemban ini menyediakan luas permukaan yang tinggi dan menstabilkan dispersi komponen aktif (misalnya logam yang diembankan pada oksida). Fungsi pengemban cukup sederhana yakni 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).



Gambar 2.3 Dispersi logam pada permukaan material pengemban

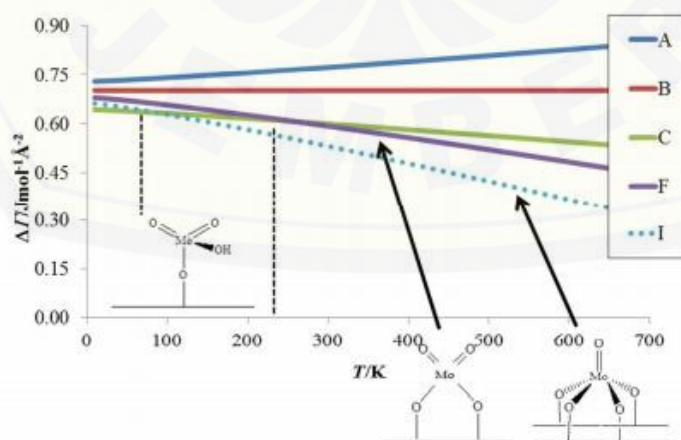
Katalis oksida logam yang disupport pada material pengemban dirancang untuk memaksimalkan jumlah situs aktif. Silika amorf ideal digunakan sebagai pengemban katalis karena ketersediaannya yang melimpah dan harganya yang murah. Karakterisasi struktural pada tingkat molekul suatu spesies oksida Mo terisolasi yang tersebar pada silika adalah penting untuk mengurai mekanisme reaksi katalitik dan berguna untuk merancang katalis berkinerja tinggi. Spesies Molibdenum yang dicangkokkan pada silika telah menarik perhatian karena relevansinya dengan berbagai reaksi katalitik, termasuk dalam reaksi konversi gliserol menjadi 1,3-propanadiol. Karena spesies Mo bereaksi dengan gugus $-OH$ permukaan silika maka sifat kelompok silanol (terisolasi, vinil, dan geminal) berpengaruh terhadap geometri dan stabilitas spesies Mo yang berada pada permukaan silika (Guezmi dkk., 2012). Berikut ini adalah kemungkinan terbesar model spesies Mo-oksida/silika yang didapatkan melalui pendekatan

termodinamika atomistik DFT secara komputasi. Situs aktif telah diusulkan dengan memiliki berbagai struktur, termasuk spesies permukaan dioxo yang terisolasi, spesies mono-okso terisolasi, dan spesies permukaan dimerik yang dapat dilihat pada Gambar 2.4.



Gambar 2. 4 Representasi *cluster* dari (a) spesies monomerik Mo mono-okso; (b) spesies monomerik Mo di-okso; (c) spesies dimerik Mo tetra-okso, semuanya pada silika amorf (Guesmi dkk., 2012)

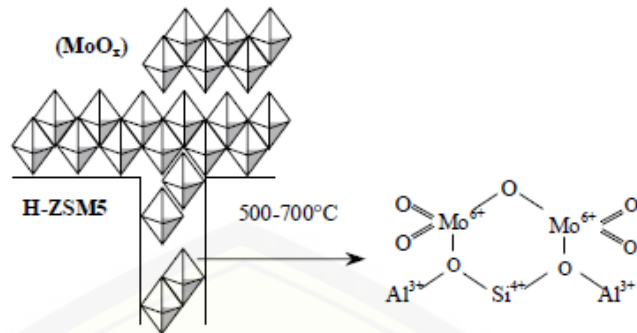
Geometri logam Mo diatas pengemban silika amorf juga tergantung kepada jenis oksida Mo yang dihasilkan pada suhu kalsinasi tertentu. Gambar 2.5 merupakan diagram fase (energi permukaan vs suhu) yang menunjukkan rentang stabilitas geometri oksida Mo yang diembankan pada silika.



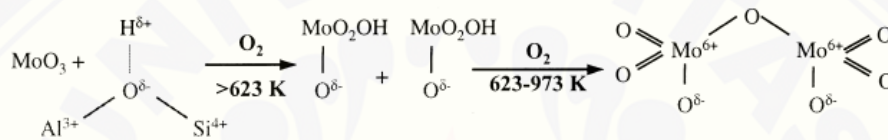
Gambar 2.5 Diagram fase (energi permukaan vs suhu) yang menunjukkan rentang stabilitas geometri oksida Mo yang diembankan pada silika (Guesmi dkk., 2012)

Pada suhu rendah (hingga 80 K) kelompok monokso model C diprediksi menjadi spesies yang dominan. Spesies yang paling stabil pada suhu yang lebih tinggi dari 290 K adalah spesies model F. Biasanya, pusat Mo terikat dengan empat atom oksigen disimetri tetrahedral yang sedikit terdistorsi. Namun, Dalam beberapa kasus, kelompok OH permukaan terdekat membuat jembatan Mo-OH-Si dan membentuk koordinasi Mo menjadi 5. Spesies tetra graft ini dapat terbentuk apabila empat silanol berdekatan tersedia dan berinteraksi dengan spesies Mo, sehingga model I hanya dapat mungkin dalam situasi khusus di mana terdapat ketersediaan gugus silanol permukaan yang tinggi (Guesmi dkk., 2012).

Skema silanasi pada modifikasi spesies Mo pada silika mirip dengan silanasi MoO₃ pada zeolit H-ZM5 yang dilaporkan oleh Ding dkk. (2002). 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. Selain itu terjadi penurunan densitas gugus hidroksil dengan meningkatnya suhu yang mencerminkan bahwa suhu dapat menghilangkan berbagai jenis spesies OH, termasuk silanol pada kerangka Al-OH, dan gugus OH asam vicinal di semua situs asam melalui reaksi dehidroksilasi. 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 terdepolimerisasi pada suhu yang lebih tinggi untuk membentuk monomer dan oligomer kecil MoO_x, yang 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 dkk., 2002).



Gambar 2. 6 Spesies Mo Oksida pada H-ZSM5 (Ding dkk., 2002)



Gambar 2. 7 Pertukaran gugus OH silanol H-ZSM5 dengan MoO₃ (Ding dkk., 2001)

2.3 Metode Impregnasi

Metode impregnasi dibagi menjadi dua yaitu *incipient wetness impregnation* dan *dipping impregnation*. *Incipient wetness impregnation* merupakan tahap impregnasi dengan cara menambahkan larutan garam tetes demi tetes pada permukaan penyangga. Sedangkan *dipping impregnation* adalah mencelupkan atau merendam penyangga ke dalam larutan garam. Metode impregnasi melibatkan tiga langkah sebagai berikut (Perego dan Villa, 1997).

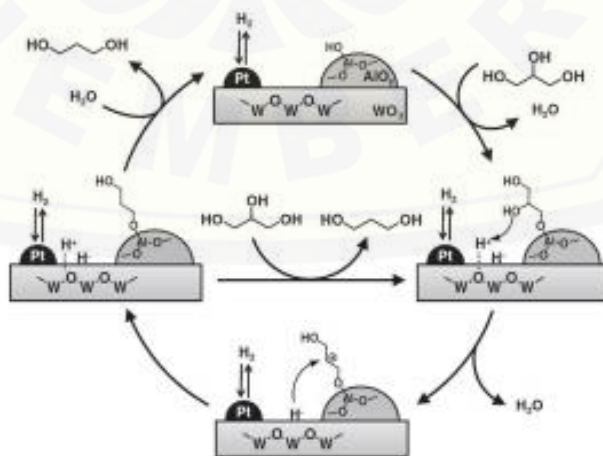
- (1) Menghubungkan dukungan dengan larutan impregnasi
- (2) Mengeringkan dukungan
- (3) Mengaktifkan katalis dengan kalsinasi

Peningkatan karakteristik suatu material dapat dilakukan dengan menambahkan material lain sebagai pendukung. Logam atau suatu senyawa yang akan digunakan sebagai impreg dalam metode impregnasi dibuat terlebih dahulu. Kemudian bahan tersebut ditambahkan ke dalam penyangga. Sehingga akan menimbulkan terjadinya kontak antara pengemban dengan larutan impregnan. Campuran tersebut lalu dikeringkan untuk menghilangkan sisa pelarut dan

diaktivasi melalui proses kalsinasi, reduksi atau reaksi sejenisnya (Perego dan Villa, 1997).

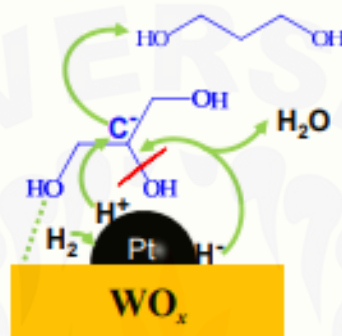
2.4 Interaksi Metal Support Catalyst dengan Gliserol melalui Reaksi Hidrogenolisis

Reaksi Hidrogenolisis adalah salah satu jenis reaksi reduksi melalui disosiasi ikatan C-C dan C-O pada gliserol dan penambahan hidrogen (Kurosaka dkk., 2008). Karena hidrogenolisis gliserol menggunakan hidrogen sebagai salah satu reaktan maka katalis untuk hidrogenolisis harus memiliki kemampuan untuk mengaktifkan hidrogen dan permukaan logam telah diketahui dapat mengaktifkan hidrogen (Kurosaka dkk., 2008). Kaneda et al. mengusulkan mekanisme reaksi hidrogenolisis gliserol menggunakan katalis Pt-W-Al. Gliserol diadsorpsi pada situs asam dari situs Al-OH membentuk suatu spesies alkoksida. Protonasi alkoksida dan dehidrasi berturut-turut menghasilkan karbokation sekunder. Spesies hidrida yang dihasilkan oleh disosiasi heterolitik H_2 pada permukaan Pt, kemudian hidrolisis lebih lanjut dari alkoksida menghasilkan 1,3-propanadiol. Dalam mekanisme ini, situs Al-OH mengontrol adsorpsi gliserol dan menstabilkan zat antara. Kombinasi Pt dan WO_3 memasok proton dan hidrida (Kurosaka dkk., 2008). Sehingga pembentukan 1,3-propanadiol menggunakan *metal support catalyst* terjadi melalui pembentukan zat antara ketika gliserol mengalami dehidrasi di situs asam pengemban dan tahap selanjutnya terjadi reaksi hidrogenasi di situs logam (Suarez dkk., 2015).



Gambar 2. 8 Mekanisme hidrogenolisis gliserol membentuk 1,3-propanadiol pada katalis Pt/Al/WO₃ (Kaneda dkk., 2012)

Disosiasi heterolitik H_2 menjadi ion proton dan ion hidrida tergantung pada dispersi Pt dan pada reduksibilitas dukungan WO_3 . Dispersi Pt dan reduksibilitas m- WO_3 yang tinggi akan menghasilkan pembentukan proton dan hidrida yang lebih banyak melalui disosiasi heterolitik H_2 . Hidrida (H^-) yang telah terbentuk akan menyerang di karbon di posisi 2-alkoksida untuk memutus ikatan C-O dan membentuk karbanion 3-hidroksipropoksida, yang kemudian diserang oleh proton (H^+) untuk membentuk 1,3-PDO (Longjie dkk., 2012).



Gambar 2. 9 Mekanisme pembentukan 1,3-propanadiol dalam hidrogenolisis gliserol melalui disosiasi heterolitik H_2 di situs logam Pt (Longjie dkk., 2012)

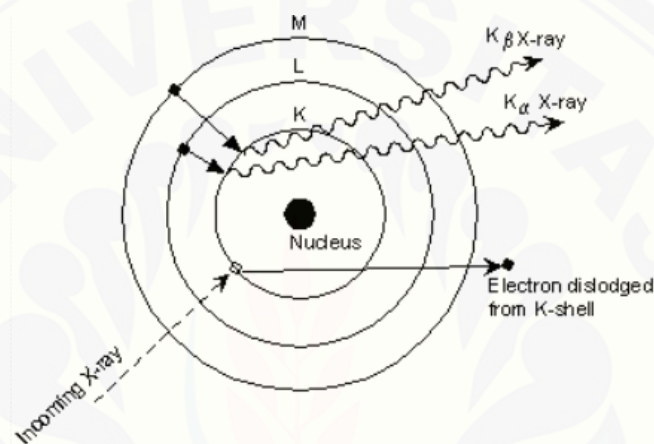
2.5 X-ray Diffraction (XRD)

Pada pembahasan mengenai pembentukan sinar-X, atom dapat diasumsikan berbentuk bola berlapis-lapis. Setiap lapisan menggambarkan lintasan atau orbit sebagai tempat elektron mengelilingi inti. Perbedaan diameter lintasan atom satu dengan atom lainnya membuat jarak antara inti atom dengan elektron pada satu atom dengan atom lainnya berbeda. Sehingga energi yang diperlukan inti atom agar elektron tetap berada pada lintasannya memiliki nilai tertentu sesuai dengan jarak inti atom dengan elektron tersebut. Setiap elektron yang berada pada jarak tertentu memiliki energi yang khas sesuai dengan kedudukannya dari inti atom. Sehingga apabila elektron memiliki energi lebih besar atau lebih kecil dari energi elektron pada orbital tertentu maka elektron tersebut tidak dapat menempati orbital tersebut. Elektron yang memiliki energi lebih besar dari energi orbital tertentu dapat menduduki orbital tersebut dengan cara melepaskan sebagian energinya dalam bentuk radiasi. Radiasi sinar-X dapat

dihasilkan dari transisi elektron dari orbital berenergi tinggi menuju orbital berenergi lebih rendah melalui tahapan sebagai berikut:

- ❖ Sebuah elektron di kulit bagian dalam terpental ke luar karena berkas elektron atau foton dari luar.
- ❖ Kekosongan elektron ini pada tahap selanjutnya digantikan elektron dari kulit yang lebih luar dari kedudukan semula dengan memancarkan radiasi berupa sinar yang disebut sebagai sinar-X.

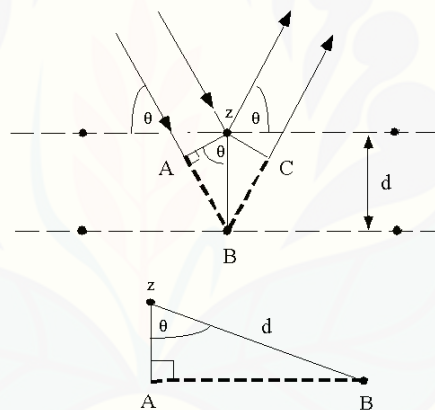
(Setiabudi dkk., 2012).



Gambar 2.10 Pembentukan sinar-X akibat transisi elektron (Setiabudi dkk., 2012)

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 dkk., 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 matematik 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 dkk., 2012). Panjang lintasan berkas cahaya $\lambda_{AB} = 2d\sin\theta$. Peristiwa difraksi interferensi konstruktif seperti Gambar 2.11.



Gambar 2.11 Difraksi sinar-X pada kisis kristal (Sumber: Grant dan Suryanayana, 1998)

Berdasarkan Gambar 2.11 dapat dideskripsikan bahwa sinar datang yang menumbuk pada titik bidang pertama dihamburkan oleh atom z . Sinar datang kedua yang menumbuk bidang berikutnya dihamburkan oleh atom B . Berdasarkan hukum Bragg ($\lambda_{AB} = 2d\sin\theta$), terdapat dua variabel yang dapat divariasikan untuk menghasilkan pola difraksi, yaitu sudut difraksi dan panjang gelombang. Sementara itu nilai d tidak dapat divariasikan karena merupakan rusuk (jarak) penghubung antara bidang kital dan memiliki nilai tetap, kecuali struktur kristal mengalami perubahan. Sehingga metode difraksi dapat dibagi menjadi dua jenis

yakni berdasarkan perubahan panjang gelombang (metode Laue) dan berdasarkan perubahan sudut difraksi (metode Debye-Schreer)

a. Metode Laue

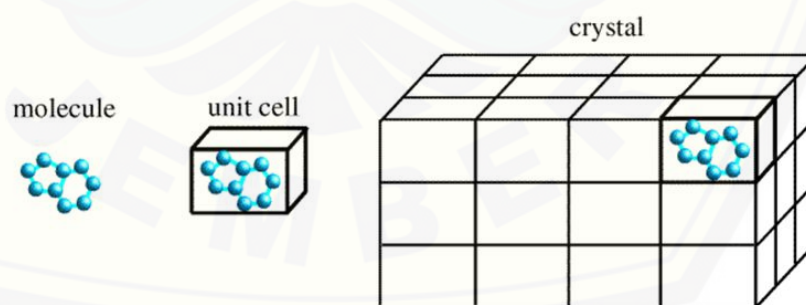
Pada metode Laue panjang gelombang sinar-X dibuat berubah sedangkan sudut difraksi dibuat tetap. Panjang gelombang sinar-X dapat divariasikan dengan cara mengubah-ubah plat logam yang menjadi sasaran sinar-X. Logam yang berbeda akan menghasilkan panjang gelombang yang berbeda.

b. Metode Debye-Schreer (metode serbuk)

Pada metode ini, sudut θ diubah-ubah sedangkan panjang gelombang sinar-X dibuat tetap. Sudut θ dapat divariasikan dengan cara mengubah-ubah arah datangnya berkas sinar-X tanpa mengganti plat logam sumber sinar-X agar dihasilkan panjang gelombang yang tetap. Berdasarkan hukum Bragg, jarak antar geometri/atom dari kisi (*d-spacing*) dapat ditentukan apabila panjang gelombang dari sinar yang membentur diketahui dan dengan mengontrol sudut datang sinar-X yang diarahkan pada material (Setiabudi dkk., 2012).

2.4.1 Struktur Kristal

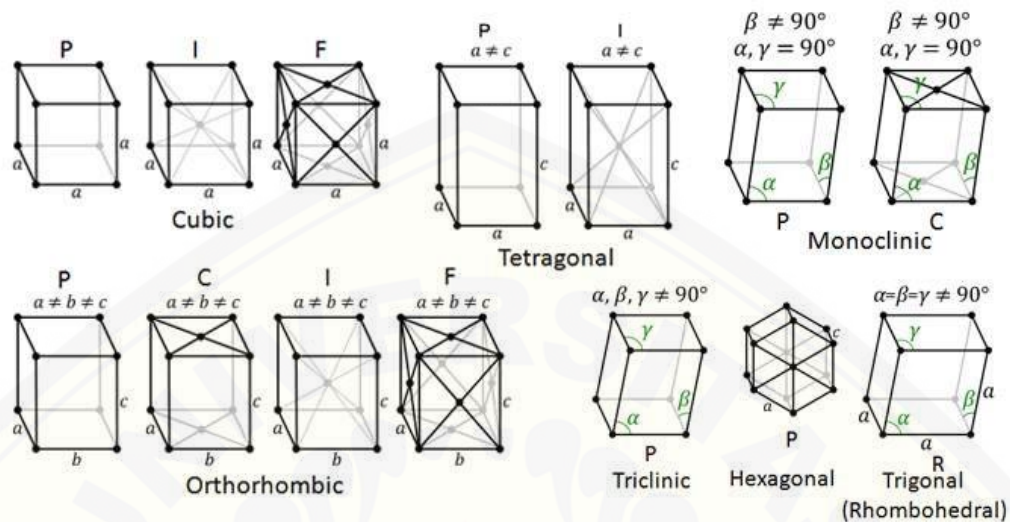
Susunan atom-atom dalam kristal teratur dan berulang dalam ruang tiga dimensi. Keteraturan susunan tersebut disebabkan kondisi geometris yang dipengaruhi oleh ikatan atom (Setiabudi dkk., 2012).



Gambar 2.12 Susunan molekul-molekul membentuk sel satuan kemudian menjadi kristal (Prasetyoko dkk., 2016)

Garis-garis yang menjadi pembatas antara satu sel satuan dengan sel satuan lainnya disebut sebagai kisi kristal. Parameter yang dibutuhkan untuk menjelaskan suatu kisi kristal adalah panjang garis sisi dan sudut antar garis kisi. Terdapat

tujuh sistem kristal dan dari tujuh sistem kristal ini terdapat 14 sistem kisi yang dikenal sebagai kisi Bravais (Bravais lattice) (Prasetyoko dkk., 2016).

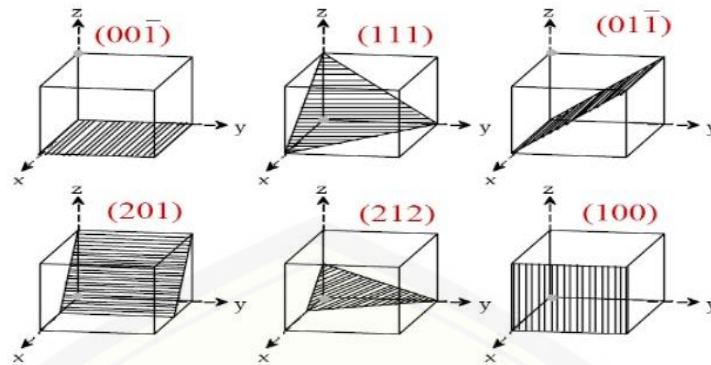


Gambar 2.13 Sistem kisi kristal dan kisi Bravais

Terdapat beberapa kemungkinan jenis kisi berdasarkan sistem kisi kristal Bravais yaitu sel primitif dengan lambang P, sel berpusat badan (*body-centered*) dengan lambang I, sel berpusat muka (*face-centered*) dengan lambang F dan sel berpusat samping (*side-centered*) dengan lambang C. Susunan atom yang berulang pada kisi kristal disebut bidang kristal (Setiabudi dkk., 2012). Bila garis kisi kristal dalam sel unit yang pada arah x, y, dan z secara berurutan disimbolkan a, b, dan c maka bidang-bidang kristal tersebut dapat diwaliki oleh indeks Miller (hkl), dengan:

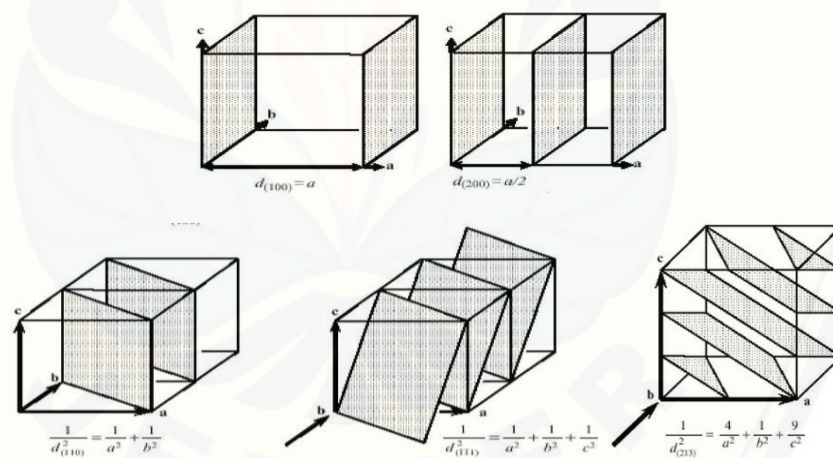
$$h = \frac{1}{a} \quad k = \frac{1}{b} \quad l = \frac{1}{c} \quad (2.1)$$

Angka setiap indeks Miller adalah bilangan bulat dimulai dari nol. Sebagai contoh yaitu sebuah bidang dengan indeks Miller (100) mempresentasikan bahwa bidang kristal memotong sumbu x pada titik a dari pusat koordinat. Bidang (111) adalah bidang yang memotong sumbu x pada jarak a, sumbu y pada jarak b dan sumbu z pada jarak c (Prasetyoko dkk., 2016).



Gambar 2.14 Bidang kisi kristal berbentuk kubus

Jarak antara dua bidang yang saling berdekatan disebut *d-spacing* atau jarak antar bidang. Jarak antar bidang ini digunakan untuk mengetahui ukuran kristal. Jarak antar bidang (*d-spacing*) dapat dihitung dengan cara menentukan nilai indeks miller kemudian nilai yang diperoleh tersebut digunakan dalam rumus masing-masing sistem kristal (kubus, tetrahedral, heksagonal, dll).



Gambar 2.15 Jarak antar bidang kristal kubus

2.4.2 Identifikasi Fasa

Penentuan struktur kristal dengan XRD dapat dilakukan dengan beberapa cara yakni membandingkan difraktogram sampel dengan difraktogram database secara manual atau menggunakan *search and match* dengan software yang tersedia. Penentuan struktur kristal melalui pencocokan pola difraksi sampel dengan standar (yang sudah diketahui fasanya) dapat dilakukan karena pola

difraksi fasa bersifat khas untuk setiap senyawa tertentu. Perbandingan mula-mula didasarkan pada empat puncak dengan intensitas terkuat kemudian diikuti oleh perbandingan tiga puncak terkuat berikutnya. Umumnya, jika keempat puncak difraksi database dan sampel adalah sama, maka hampir dipastikan bahwa sampel yang diukur memiliki fasa yang sama dengan database. Metode perbandingan secara manual kini dapat digantikan dengan program-program Search and Match secara komputasi yang banyak tersedia. Beberapa contoh diantaranya adalah Philips X'pert High Score dari PANalytical dan Match dari Crystal Impact. Berikut adalah langkah dalam melakukan identifikasi fasa secara ringkas:

1. Mengumpulkan data difraktogram dari sampel dengan difraktometer yang sesuai.
2. Mengidentifikasi puncak-puncak difraksi pada posisi 2θ dan intensitasnya.
3. Melakukan pencocokan atau search and Match menggunakan program yang tersedia.

(Setiabudi dkk., 2012).

2.6 Fourier Transform Infra-Red (FTIR)

Spektroskopi infra merah adalah suatu metode penentuan gugus fungsi berdasarkan interaksi molekul dengan radiasi elektromagnetik pada daerah panjang gelombang 0,75-1000 μm atau 13000-10 cm^{-1} . Daerah panjang gelombang infra merah dapat dibagi menjadi tiga macam yang dapat dilihat pada Tabel 2.1 (Sastrohamidjojo, 1991). Energi yang dihasilkan oleh 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. Banyaknya 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. Dalam suatu ikatan, kedua inti atom terikat pada pasangan elektron yang sama. 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).

Tabel 2.1. Pembagian Sinar Berdasarkan Panjang Gelombang

Penandaan	Panjang Gelombang (m)	Frekuensi (Hz)
Sinar-X	10^{-12} - 10^{-8}	10^{20} - 10^{16}
Ultra ungu jauh	10^{-12} - 2×10^{-7}	10^{16} - 10^{15}
Ultra ungu dekat	2×10^{-7} - 4×10^{-7}	10^{15} - $7,5 \times 10^{14}$
Sinar tampak	4×10^{-7} - $7,5 \times 10^{-7}$	$7,5 \times 10^{14}$ - 4×10^{14}
Infra merah dekat	$7,5 \times 10^{-7}$ - $2,5 \times 10^{-6}$	4×10^{14} - $1,2 \times 10^{14}$
Infra merah pertengahan	$2,5 \times 10^{-6}$ - $5,0 \times 10^{-5}$	$1,2 \times 10^{14}$ - 6×10^{12}
Infra merah jauh	$5,0 \times 10^{-5}$ - 1×10^{-3}	6×10^{12} - 10^{11}

Sumber: Sastrohamidjojo, 1991

Vibrasi molekul dibagi menjadi dua yaitu *stretching* (ulur) dan *bending* (tekuk). Vibrasi *stretching* (ulur) adalah vibrasi yang disebabkan karena gerakan ritmis di sepanjang sumbu ikatan sedemikian rupa sehingga jarak interatomik meningkat atau menurun. Vibrasi *bending* (tekuk) dapat terjadi perubahan sudut ikatan antara ikatan atom atau suatu gugus terhadap satu sama lain. hanya getaran yang menghasilkan perubahan ritmis pada momen dipol molekul yang diamati pada IR (Silverstein dkk., 2005). Tidak ada dua senyawa berbeda yang menghasilkan spektrum yang sama. Selain itu, ukuran puncak (pita) spektrum mengindikasikan secara langsung konsentrasi atau jumlah materi yang ada. Proses instrumental FTIR adalah sebagai berikut (Ganzoury et al., 2015):

1. Sumber: Inframerah dipancarkan dari *black-body source*. Sinar ini lewat melalui celah yang mengontrol jumlah energi yang ditujukan ke sampel.
2. Interferometer: Sinar memasuki interferometer, tempat "pengkodean spektral" mengambil. Sinyal interferogram yang dihasilkan kemudian keluar dari interferometer.
3. Sampel: Sinar yang masuk ke kompartemen sampel akan melewati permukaan sampel, dan sampel akan menyerap energi radiasi sinar infra merah secara spesifik tergantung karakteristik sampel.
4. Detektor: Sinar akhirnya lolos ke detektor untuk pengukuran terakhir.

5. Komputer: Sinyal yang diukur didigitalkan dan dikirim ke komputer tempat Fourier transformasi terjadi. Spektrum inframerah terakhir kemudian disajikan berupa kromatogram kepada pengguna untuk interpretasi dan manipulasi lebih lanjut.

Tabel 2.2 Interpretasi FTIR dari Oksida Molibdenum Pada Permukaan Silika

Bilangan gelombang (cm ⁻¹)	Interpretasi	Referensi
563; 565	Vibrasi ulur simetrik Mo-O-Mo	(Douvas dkk., 2014)
550		(Cortés-Ortiz dkk., 2018)
585		(Bhattacharya dkk., 2015)
611		(Wang dkk., 2015)
621		(Klinbumrung dkk., 2012)
865	Vibrasi ulur asimetrik Mo-O-Mo	(Bhattacharya dkk., 2015)
866		(Dukstiene dan Andrulevicius, 2015)
867		(Khojastehnezhad dkk., 2015); (Yang dkk., 2016)
870		(Farhadi dkk., 2018)
874		(Klinbumrung dkk., 2012)
875-885		(Chiang dan Yeh, 2013);(Wang dkk., 2015)
905	Vibrasi Mo=O terminal	(Vasilopoulou dkk., 2013)
908		(Fang dkk., 2017)
915		(Wang dkk., 2015) (Bhattacharya dkk., 2015)
927		(Dukstiene dan Andrulevicius, 2015)
954; 964	Si-O-Mo	(Kong dkk., 2016)

Tabel 2. 3 Interpretasi FTIR dari Silika

Frekuensi (cm ⁻¹)	Interpretasi	Referensi
468	Vibrasi tekuk Si-O-Si	(X. Li dkk., 2014)
465		(Li dkk., 2012)
470		(Cortés-Ortiz dkk., 2018)
450-460		(Putz dan Putz, 2012)
796	Vibrasi ulur simetrik Si-O-Si	(Li dkk., 2012)
798		(X. Li dkk., 2014)
800		(Liu dkk., 2007)
801		(Cortés-Ortiz dkk., 2018)
802		(Wang dkk., 2015)
1020–1220	Vibrasi ulur asimetrik Si-O-Si	(Liu dkk., 2007)
1090		(Kabiri dkk.,2015); (X. Li dkk., 2014)
1094		(Wang dkk., 2015)
1097		(Izzati dkk., 2013)
1619	Vibrasi tekuk O-H dari Si-OH	(B. Le Li dkk., 2014)
1620-1640		(Putz dan Putz, 2012)
1636; 1639		(Antsiferova dkk., 2013)
3000-3500	Vibrasi ulur O-H dari Si-OH	(Cortés-Ortiz dkk., 2018)
3440		(Tran dkk., 2013)
3448		(Triyono dkk., 2015)
3450		(Putz dan Putz, 2012)
3432-3438		(B. Le Li dkk., 2014);(X. Li dkk., 2014)

BAB 3. METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini meliputi preparasi dan karakterisasi katalis Mo/SiO₂. Kegiatan preparasi katalis Mo/SiO₂ dilaksanakan di Laboratorium Kimia Anorganik FMIPA Universitas Jember. Karakterisasi XRD dan FTIR dilakukan di Laboratorium Kimia FMIPA Institut Teknologi Sepuluh November. Penelitian ini dilaksanakan pada bulan November 2018 hingga Mei 2019.

3.2 Alat dan Bahan

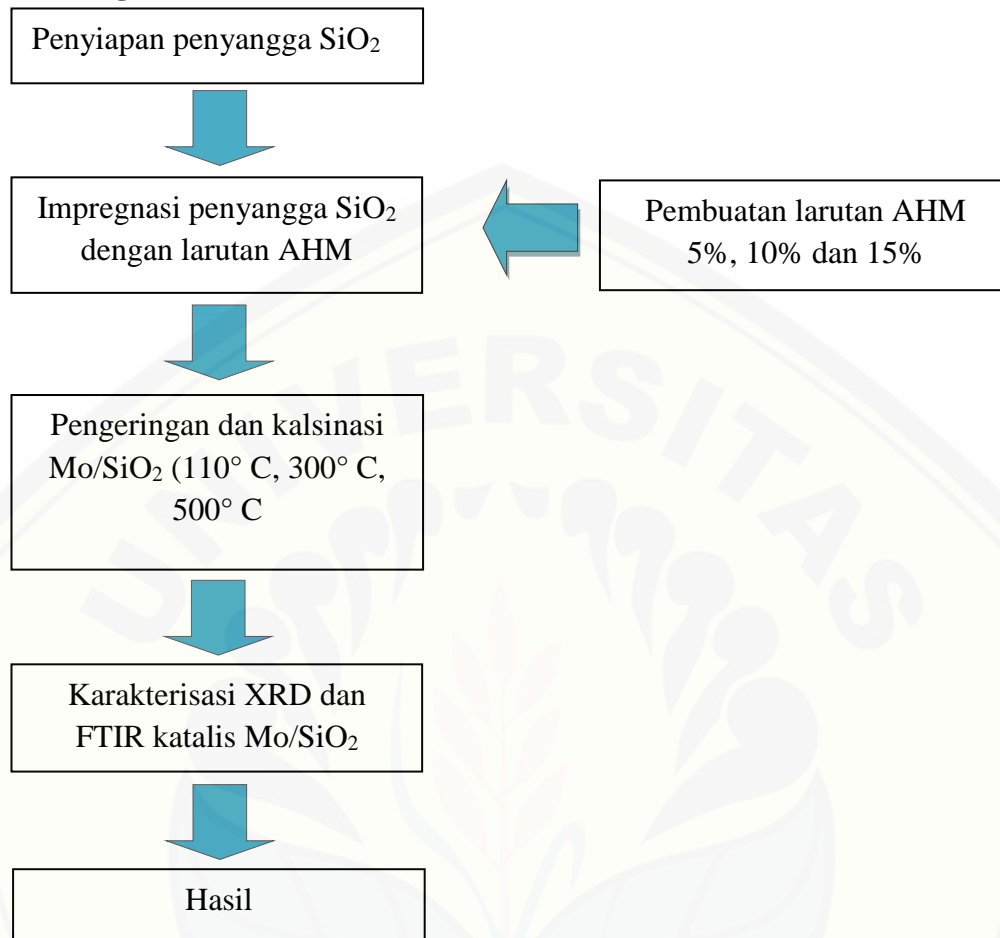
3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi spatula, pipet volume 10 mL, *ball* pipet, *furnace*, desikator, *hot plate* hp-3000, mortar dan alu, oven, neraca analitik (*Ohaus Analytical Plus*), botol semprot, kaca arloji, batang pengaduk gelas, pengaduk magnetik, *beaker glass* 100 mL, gelas ukur 50 mL dan loyang. Sedangkan instrumen yang digunakan untuk karakterisasi katalis yaitu *X-Ray Diffraction* (XRD) Merck Philips Tipe XPert MPD dan *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR) Merck Shimadzu.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Akuades, Heksaamonium heptamolibdat tetrahidrat (AHM) ((NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O) KGaA Made in Germany dan Silika 70-230 mesh merck KGaA Made in Germany.

3.3 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Pembuatan Berbagai Larutan

a. Pembuatan larutan AHM 5%, 10% dan 15% (berdasarkan berat SiO₂)

Larutan dibuat berdasarkan persentase Mo terhadap 3g silika merk. Larutan AHM 5%, 10% dan 15% dibuat dengan cara melarutkan 0,276; 0,552 dan 0,828 gram serbuk AHM secara berurutan dengan 30 mL akuades pada masing-masing serbuk sambil diaduk menggunakan batang pengaduk (Heracleous dkk., 2003).

3.4.2 Preparasi Silika (SiO₂)

Silika dikeringkan dengan oven pada temperatur 110° C selama 1 jam. Pengeringan penyangga bertujuan untuk menghilangkan kelembapan pori

penyangga dari molekul air sehingga dapat mempercepat difusi larutan ke dalam pori. Silika didinginkan ke dalam desikator selama 30 menit dan ditimbang 3 gram hingga massanya konstan.

3.4.3 Impregnasi Penyangga SiO₂ dengan Larutan AHM Variasi Konsentrasi 5%, 10%, 15%

Silika sebanyak 3 gram dimasukkan ke dalam masing-masing larutan AHM 5%, 10%, 15% yang telah dibuat sebelumnya dan diaduk dengan pengaduk magnet selama 12 jam pada suhu ruang. Setelah 12 jam impregnasi, campuran dipanaskan di dalam oven 110°C selama 3,5 jam untuk menguapkan pelarutnya.

3.4.4 Kalsinasi

Masing-masing 1 gram sampel katalis Mo/SiO₂ dikalsinasi pada suhu 110°C, 300°C, 500°C ke dalam *furnace* selama 5 jam.

Tabel 3. 1 Sampel yang dikalsinasi pada penelitian

Suhu Kalsinasi	5%Mo/SiO ₂	10%Mo/SiO ₂	15%Mo/SiO ₂
110° C	✓	✓	✓
300° C	✓	✓	✓
500° C	✓	✓	✓

3.4.5 Karakterisasi XRD (*X-Ray Diffraction*)

Serbuk katalis Mo/SiO₂ sebanyak 0,5 gram disiapkan lalu diletakkan pada permukaan sampel *holder* secara merata. Material dianalisis menggunakan sumber Cu-K α ($\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$) dan pada range sudut 2θ antara 5°-90° (Wang dkk., 2015).

3.4.6 Karakterisasi FTIR (*Fourier Transform Infra Red*)

Untuk mengetahui interaksi Mo dengan silika pada katalis Mo/SiO₂ dilakukan analisis FTIR dengan melihat absorbansinya pada bilangan gelombang tertentu yang dibandingkan dengan spektra FTIR silika merck. Serbuk Mo/SiO₂ dicampurkan dengan KBr pada perbandingan 1:100. Campuran cuplikan dan KBr dihaluskan dengan mortar alu dan dipress membentuk lapisan tipis (Miao, dkk., 2010). Campuran cuplikan dan KBr diletakkan ke dalam *sample holder* dan

dimasukkan pada alat FTIR untuk dianalisis pada daerah bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1} .

Spektrum FTIR dari semua sampel perlu dinormalisasi terlebih dahulu untuk meminimalkan kesalahan yang disajikan spektra FTIR karena perbedaan ketebalan sampel atau massa campuran sampel/KBr, kondisi instrumen yang berbeda seperti penyalarsan dan tingkat daya laser (Division, 2016). Normalisasi pada penelitian ini dilakukan dengan cara menyamakan tinggi puncak vibrasi Si-O-Si dari sampel dengan tinggi puncak vibrasi Si-O-Si silika merk karena Si-O-Si pada kerangka silika tidak berubah ketika dimodifikasi dengan spesies Mo. Data kemudian diolah menggunakan software Origin Pro.2018 untuk menghasilkan spektrum FTIR sampel.

Tabel 3. 2 Sampel yang dikarakterisasi pada hasil penelitian

Sampel	Suhu Kalsinasi	Karakterisasi	
		XRD	FTIR
5%Mo/SiO ₂	110° C	✓	✓
10%Mo/SiO ₂		✓	✓
15%Mo/SiO ₂		✓	✓
5%Mo/SiO ₂	300° C	✓	✓
10%Mo/SiO ₂		✓	✓
15%Mo/SiO ₂		✓	✓
5%Mo/SiO ₂	500° C	✓	✓
10%Mo/SiO ₂		✓	✓
15%Mo/SiO ₂		✓	✓

BAB 5. PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian mengenai sintesis dan karakterisasi katalis Mo/SiO₂ menggunakan XRD dan FTIR diperoleh kesimpulan sebagai berikut:

1. Semua sampel menghasilkan puncak pita baru milik vibrasi Mo-O-Si, Mo=O, dan Mo-O-Mo yang mengkonfirmasi keberhasilan penyatuan molibdenum pada silika. Peningkatan suhu kalsinasi dan konsentrasi setiap sampel mempengaruhi persentase intensitas gugus -OH yang tersisa pada sampel. Secara umum persentase intensitas gugus -OH (silanol) dari silika merk mengalami penurunan dari 100% hingga mencapai persentase terendah pada 31,6% yang mengkonfirmasi pengurangan gugus -OH (silanol) karena bereaksi dengan spesies Mo.
2. Peningkatan konsentrasi sampel Mo/SiO₂ di bawah suhu kalsinasi 500°C hanya menghasilkan puncak silika amorf. Peningkatan konsentrasi hingga 10%Mo/SiO₂ dan 15%Mo/SiO₂ pada suhu kalsinasi 500°C telah menghasilkan puncak yang bersesuaian dengan kristal ortorombik α -MoO₃.

5.2 Saran

Berdasarkan mekanisme reaksi gliserol dengan katalis Mo/SiO₂ maka Mo/SiO₂ termasuk ke dalam *bifungsional catalyst* karena silika dan Mo memiliki peran dalam reaksi katalitik dengan gliserol. Kehadiran puncak Mo-O-Mo pada FTIR tidak diharapkan karena manandakan bahwa spesies Mo terkluster membentuk dimer atau oligomer yang lebih panjang dan hal ini dapat menghalangi interaksi situs asam brosted dari silanol dengan gliserol. Pada penelitian yang akan datang perlu dilakukan penggantian prekursor Molibdenum menggunakan senyawa monomer karena pada penelitian ini penggunaan garam AHM telah menghasilkan puncak Mo-O-Mo berdasarkan karakterisasi FTIR.

Daftar Pustaka

- Antsiferova, Y., N. Sotnikova, dan E. Parfenyuk. 2013. Different effects of the Immunomodulatory Drug GMDP Immobilized onto Aminopropyl Modified and Unmodified Mesoporous Silica Nanoparticles upon Peritoneal Macrophages of Women with Endometriosis. *BioMed Research International*.
- Augustine, R. L. 1996. *Heterogeneous Catalysis for the Synthetic Chemist*. New Jersey: Marcel Dekker Inc.
- Bhattacharya, S., D. Dinda, dan S. K. Saha. 2015. Role of Trap States on Storage Capacity in a Graphene/MoO₃ 2D Electrode Material. *Journal of Physics*. Vol. 48.
- Chiang, T. H. dan H. C. Yeh. 2013. The Synthesis of α -MoO₃ by Ethylene Glycol. *Journal Materials*. 6(10):4609–4625.
- Chithambararaj, A., D. B. Mathi, N. R. Yogamalar, dan A. C. Bose. 2015. Structural Evolution And Phase Transition Of [NH₄]₆Mo₇O₂₄.4H₂O To 2D Layered MoO_{3-x}. *Materials Research Express*. 2(5):1–10.
- Chong, M. N. dan B. Jin. 2011. Synthesis and Reactivity In Inorganic, Metal-Organic, and Nano-Metal Chemistry Sol-Gel Synthesis Of Inorganic Mesostructured Composite Photocatalyst For Water Purification: An Insight Into The Synthesis Fundamentals, Reaction, And Binding Mechanisms. *Journal Materials*. 37–41.
- Cortés-Ortiz, W. G., A. Baena-Novoa, dan C. A. Guerrero-Fajardo. 2018. Structuring-Agent Role in Physical and Chemical Properties of Mo/SiO₂ Catalysts by Sol-Gel Method. *Journal of Science and Technology*. 89(1–3):416-425.
- Dachriyanus. 2004. *Analisis Struktur Senyawa Organik Secara Spektroskopi*. Padang: LPTIK Universitas Andalas.
- 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.
- Division, I. 2016. Search Strategies for IR Spectra: Normalization and Euclidean Distance Vs First Derivative Algorithm. *Journal Bio-Rad Laboratories*.

- Douvas, A. M., M. Vasilopoulou, D. G. Georgiadou, A. Soultati, D. Davazoglou, N. Vourdas, K. P. Giannakopoulos, A. G. Kontos, S. Kennou, dan P. Argitis. 2014. Sol-Gel Synthesized, Low-Temperature Processed, Reduced Molybdenum Peroxides for Organic Optoelectronics Applications. *Journal of Materials Chemistry C*. 2(31):6290–6300.
- Dukstiene, N. dan M. Andrulėvicius. 2015. Characterization of electrochemically Deposited Thin Mo–O–C–Se Film Layers. *Material Science-Poland*. 28(1).
- Fang, N., Y. M. Ji, C. Y. Li, Y. Y. Wu, C. G. Ma, H. L. Liu, dan M. X. Li. 2017. Synthesis and Adsorption Properties of $[\text{Cu}(\text{I})_2(\text{H}_2\text{O})]\text{H}_2[\text{Cu}(\text{I})_2(\text{P}_2\text{Mo}_5\text{O}_{23})] \cdot 4\text{H}_2\text{O}/\text{Fe}_3\text{O}_4$ Nanocomposites. *RSC Advances*. 7(41):25325–25333.
- Farhadi, S., M. Hakimi, dan M. Maleki. 2018. 12-Molybdophosphoric Acid Anchored on Aminopropylsilanized Magnetic Graphene Oxide Nanosheets : a Novel Magnetically Recoverable Soli. *RSC Advances*. 8(13):6768–6780.
- Fessenden, R. J. dan J. S. Fessenden. 1986. *Kimia Organik*. Edisi Ketiga. California: Wadsworth Inc.
- Ganzoury, M. A., N. K. Allam, T. Nicolet, dan C. All. 2015. Introduction to Fourier Transform Infrared Spectrometry. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. 50:1–8.
- Ghani, Muhammad Hisyam Nuri Abdul. 2018. Optimasi Temperatur dan Waktu Modifikasi Dalam Sintesis Silika Gel dari Abu Terbang Batu Bara Termodifikasi Etanolamina. *Skripsi*. Jember: Universitas Jember.
- Grant, N.M. dan Surnayanayana, C. 1998. *X-Ray Diffraction: A Partical Approach*. New York: Plenum Press.
- 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.
- Hair, M. L. 1975. *Glass Surfaces: Proceedings of The Fourth Rolla Ceramic Materials Conference on Glass Surfaces Hydroxyl Groups on Silica Surface*. USA: North-Holland Publishing Company.
- Handoko, P. & Setyawan. 2003. Aktivitas Katalis Cr-Zeolit dalam Reaksi Konversi Katalitik Fenol dan Metil Isobutil Keto. *Jurnal Ilmu Dasar*. Vol. 4 No.2: 70-76. IPB.
- Heracleous, E., A. F. Lee, I. A. Vasalos, dan A. A. Lemonidou. 2003. Surface Properties and Reactivity of Al_2O_3 Supported MoO_3 Catalysts in Ethane Oxidative Dehydrogenation. *Catalysis Letters*. 88(1–2):47–53.

- Izzati, H. N., F. Nisak, dan Munasir. 2013. Sintesis dan karakterisasi kekristalan nanosilika berbasis pasir bancar. *Jurnal Inovasi Fisika Indonesia*. 02(03):4–7.
- Kabiri, S., D. N. H. Tran, S. Azari, dan D. Losic. 2015. Graphene-Diatom Silica Aerogels For Efficient Removal Of Mercury Ions From Water. *ACS Applied Materials and Interfaces*. 7(22):11815–11823.
- Kalampounias, A. G. 2011. IR and Raman Spectroscopic Studies of Sol–Gel Derived Alkaline-Earth. *Indian Academy of Sciences*. 34(2):299–303.
- Karge, H. G. dan J. Weitkamp. 2002. *Molecular Sieves Science and Technology: Post Synthesis Modification I*. Berlin Heiderberg: Springer verlag.
- Kaur, B. dan S. N. Bhattacharya. 2011. Automotive dyes and pigments. Woodhead Publishing Limited. *Handbook of textile and industrial dyeing*.
- Kayani, Zohra Nazir, Farhat Saleemi, Iffat Batool. 2015. Effect of Calcination Temperature on The Properties of ZnO Nanoparticles. *Journal Applied Physics*.
- Kemdeo, S. M. 2012. MoO_3/SiO_2-ZrO_2 Catalyst: Effect of Calcination Temperature on Physico-Chemical Properties and Activities in Nitration of Toluene. *Journal of the Mexican Chemical Society*. 7(2):92–104.
- Khojastehnezhad, A., F. Moeinpou, dan M. Vafaei. 2015. Molybdenum Oxide Supported on Silica (MoO_3/SiO_2): an Efficient and Reusable Catalyst for the Synthesis of 1,8-dioxodecahydroacridines under Solvent-Free Conditions. *Journal of the Mexican Chemical Society*. 59(1):29–35.
- Klinbumrung, A., T. Thongtem, dan S. Thongtem. 2012. Characterization of Orthorhombic α - MoO_3 Microplates Produced by a Microwave Plasma Process. *Journal of Nanomaterials*.
- Knözinger, H. dan K. Kochloefl. 2000. *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*. 1:2–110.
- Kong, L., J. Li, Z. Zhao, Q. Liu, Q. Sun, J. Liu, dan Y. Wei. 2016. Oxidative Dehydrogenation of Ethane to Ethylene Over Mo-Incorporated Mesoporous SBA-16 Catalysts: the Effect of MoOx Dispersion. *Applied Catalysis A: General*. 510:84–97.
- Kurosaka, Tadahiro, Hideyuki Maruyama, Ikuya Naribayashi, and Yoshiyuki Sasaki. 2008. Production of 1,3-propanediol by Hydrogenolysis of Gliserol Catalyzed by Pt/ WO_3/ZrO_2 . *Catalysis Communications*. 9: 1360-1363.

- Lee, C.S., M.K. Auroa, W.M.A. W.Daud, P. Cognet, Y. Peres-Lucchese, P.L. Fabre, O. Reynes, dan L. Latipe. 2015. A review Conversion of Bioglycerol into 1,3-propanediol via Biological Method. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. 42:235-244.
- Li, B. Le, M. Zhang, H. C. Hu, X. Du, dan Z. H. Zhang. 2014. Nano-CoFe₂O₄ Supported Molybdenum as an Efficient and Magnetically Recoverable Catalyst for a One-Pot, Four-Component Synthesis of Functionalized pyrroles. *New Journal of Chemistry*. 38(6):2435–2442.
- Li, X., C. Han, W. Zhu, W. Ma, Y. Luo, Y. Zhou, J. Yu, dan K. Wei. 2014. Cr(VI) Removal from Aqueous by Adsorption on Amine-Functionalized Mesoporous Silica Prepared from Silica Fume. *Hindawi Publishing Corporation Journal of Chemistry*.
- Li, Y., B. P. Zhang, C. H. Zhao, dan J. X. Zhao. 2012. Structure Transition, Formation, and Optical Absorption Property Study of Ag/SiO₂ Nanofilm by Sol-Gel Method. *Journal of Materials Research*. 27(24):3141–3146.
- Lisovskyy, I. P., V. G. Litovchenko, D. O. Mazunov, S. Kaschieva, J. Koprinarova, dan S. N. Dmitriev. 2005. Infrared Spectroscopy Study of Si-SiO₂ Structures Irradiated With High-Energy Electrons Transmittance. *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials*. 7(1):325–328.
- Liu, Y., X. Ma, S. Wang, dan J. Gong. 2007. 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.
- Longjie, L. I. U., Z. Yanhua, W. Aiqin, dan Z. Tao. 2012. Mesoporous WO₃ Supported Pt Catalyst For Hydrogenolysis Of Glycerol to 1,3-Propanediol. *Chinese Journal of Catalysis*. 33(7–8):1257–1261.
- Mahajan, S. S., S. H. Mujawar, P. S. Shinde, A. I. Inamdar, dan P. S. Patil. 2008. Concentration Dependent Structural, Optical And Electrochromic Properties Of MoO₃ Thin Films. *International Journal of Electrochemical Science*. 3:953–960.
- Miao, Yongxia., Guanzong Lu, Xiaohui Liu, Yanglong Guo, Yanqin Wang dan Yun Guo. 2009. The Molybdenum Species of MoO₃/SiO₂ and Their Catalytic Activities for the Epoxidation of Propylene With Cumene Hydroperoxide. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*. Vol. 16: 45-50.

- Nagul, EA. 2015. The Molybdenum Blue Reaction For The Determination Of Orthophosphate Revisited: Opening The Black Box. *Analytica Chimica Acta*. 60-82.
- Nakagawa, Yoshinao, Yasunori Shinmi, Shuichi Koso and Tomishige Keiichi. 2010. Direct Hydrogenolysis Glycol into 1,3-propanediol over Rhenium-modified Iridium Catalyst. *Journal of Catalysis*. 272: 191-194.
- Pagliaro, R. Ciriminna, H. Kimura, M. Rossi and C. D. Pina, Angew. 2008. The Future of Glycerol: New Usages for a Versatile Raw material. *Chem. Int.* Vol.46:4434-4440.
- Patil, Lalchand A., Dinesh N Suryawanshi, Idris G Pathan, Dhanashri G Patil. 2013. Effect Of Variation Of Precursor Concentration On Structural, Microstructural, Optical And Gas Sensing Properties Of Nanocrystalline TiO₂ Thin Films Prepared By Spray Pyrolysis Techniques. *Indian Academy of Sciences*. Vol. 36: 1153–1160.
- Perego, C., Villa, P. (1997). Catalyst Preparation Methods. *Elsevier Science: Catalysis Today*. 34:281-305.
- Prasetyoko, D., H. Fansuri, Y. Lailun Ni'mah, dan A. Fadlan. 2016. *Karakterisasi Padatan*. Edisi 1. Yogyakarta: Deepublish.
- Putz, A. M. dan M. V. Putz. 2012. Spectral Inverse Quantum (Spectral-IQ) Method for Modeling Mesoporous Systems: Application on Silica Films by FTIR. *International Journal of Molecular Sciences*. 13(12):15925–15941.
- Saghafi, M., S. Heshmati-manesh, A. Ataie, dan A. A. Khodadadi. 2012. Synthesis of Nanocrystalline Molybdenum by Hydrogen Reduction of Mechanically Activated MoO₃. *Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 30:128–132.
- Sastrohamidjojo, H. 1991. *Organik Stereokimia, Karbohidrat, Lemak dan Protein*. Yogyakarta: Gadjah Mada Universitu Press.
- 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 Monoalcohols Over Supported Mo and W Catalysts. *ACS Sustainable Chemistry and Engineering*. 4(10):5752–5760.
- Tran, T. N., T. V. A. Pham, M. L. P. Le, T. P. T. Nguyen, dan V. M. Tran. 2013. Synthesis of Amorphous Silica and Sulfonic Acid Functionalized Silica Used

- as Reinforced Phase for Polymer Electrolyte Membrane. *Advances in Natural Sciences: Nanoscience and Nanotechnology*. 4(4):045007.
- Trisunaryati, W., E. Triwahyuni, dan S. Sugiono. 2005. Preparasi, Modifikasi Dan Karakterisasi Katalis Ni-Mo/Zeolit Alam dan Mo-Ni/Zeolit Alam. *Teknoin*. 10(4):269–282.
- Triyono, T., H. M. Khoiri, W. Trisunaryanti, dan K. Dewi. 2015. Synthesis of $\text{NH}_2/\text{MCM-41}$ Catalysts Using Silica of Sidoarjo Mud and Their Characterization for Palm Oil Transesterification. *IOSR Journal of Applied Chemistry*. 8(8):50–56.
- Vasilopoulou, M., I. Kostis, A. M. Douvas, D. G. Georgiadou, A. Soultati, G. Papadimitropoulos, N. A. Stathopoulos, S. S. Savaidis, P. Argitis, dan D. Davazoglou. 2013. Vapor-Deposited Hydrogenated And Oxygen-Deficient Molybdenum Oxide Thin Films For Application In Organic Optoelectronics. *Surface and Coatings Technology*. 230:202–207.
- Wang, B., G. Ding, Y. Shang, J. Lv, H. Wang, E. Wang, Z. Li, X. Ma, S. Qin, dan Q. Sun. 2012. Applied Catalysis a : General Effects of MoO_3 Loading and Calcination Temperature on the Activity of the Sulphur-Resistant Methanation Catalyst $\text{MoO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$. *Applied Catalysis A, General*. 431–432:144–150.
- Wang, S., Y. Zhang, T. Chen, dan G. Wang. 2015. Preparation and Catalytic Property of $\text{MoO}_3/\text{SiO}_2$ for Disproportionation of Methyl Phenyl Carbonate to Diphenyl Carbonate. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*. 398:32–37.
- Wongkrua, P., T. Thongtem, dan S. Thongtem. 2013. Synthesis of h- and α - MoO_3 by Refluxing and Calcination Combination: Phase And Morphology Transformation, Photocatalysis, And Photosensitization. *Journal of Nanomaterials*.
- Widiyandari, H., V. Gunawan, S. A. Widyanto, dan A. Purwanto. 2017. Synthesis of Titanium Dioxide (TiO_2) Fine Particle by Flame Spray Pyrolysis (FSP) Method using Liquid Petroleum Gas (LPG) as Fuel. *Reaktor*. 17(4):226–229.
- Yang, L., F. Teng, J. Xu, Y. Yang, Y. Kan, dan W. Gu. 2016. $\text{Na}_{0.5}\text{Ce}_{0.5}\text{MoO}_4$ as a New Light Absorption Material to Efficiently Degrade RHB under Visible Light Irradiation. *RSC Advances*. 6(58):52646–52655.

Lampiran 3. 1. Perhitungan preparasi bahan3.1.1. Perhitungan massa AHM yang dibutuhkan dalam impregnasi Mo pada SiO₂

%Mo	Silika (g)	Mo (g)
5%	3	0,15
10%	3	0,30
15%	3	0,45

3.1.2. Massa AHM yang dibutuhkan untuk membuat 5%Mo/SiO₂ (b/b)

$$\text{Massa AHM (5\%)} = \frac{(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}}{7 \text{ Mo}} \times w (\text{Mo})$$

$$\text{Massa AHM (5\%)} = \frac{1235,86 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}{7 \times 95,94 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} \times 0,15 \text{g}$$

$$\text{Massa AHM (5\%)} = \frac{1235,86}{671,58} \times 0,15 \text{g}$$

$$\text{Massa AHM (5\%)} = 0,276 \text{ g}$$

3.1.3. Massa AHM yang dibutuhkan untuk membuat 10%Mo/SiO₂ (b/b)

$$\text{Massa AHM (10\%)} = \frac{(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}}{7 \text{ Mo}} \times w (\text{Mo})$$

$$\text{Massa AHM (10\%)} = \frac{1235,86 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}{7 \times 95,94 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} \times 0,30 \text{g}$$

$$\text{Massa AHM (10\%)} = \frac{1235,86}{671,58} \times 0,30 \text{ g}$$

$$\text{Massa AHM (10\%)} = 0,552 \text{ g}$$

3.1.4. Massa AHM yang dibutuhkan untuk membuat 15 %Mo/SiO₂ (b/b)

$$\text{Massa AHM (5\%)} = \frac{(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}}{7 \text{ Mo}} \times w (\text{Mo})$$

$$\text{Massa AHM (5\%)} = \frac{1235,86 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}{7 \times 95,94 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} \times 0,45 \text{ g}$$

$$\text{Massa AHM (5\%)} = \frac{1235,86}{671,58} \times 0,45 \text{ g}$$

$$\text{Massa AHM (5\%)} = 0,828 \text{ g}$$

Lampiran 4. 1. Perhitungan persentase gugus –OH silanol katalis Mo/SiO₂

Suhu Kalsinasi	Sampel	Tinggi puncak gugus –OH (cm)	Persentase –OH (%)
-	Silika merck	9,8	100
110° C	5% Mo/SiO ₂	3,57	36,4
	10% Mo/SiO ₂	3,69	37,7
	15% Mo/SiO ₂	4,07	41,5
300° C	5% Mo/SiO ₂	3,65	37,2
	10% Mo/SiO ₂	4,05	41,3
	15% Mo/SiO ₂	4,75	48,5
500° C	5% Mo/SiO ₂	4	40,1
	10% Mo/SiO ₂	3,23	32,9
	15% Mo/SiO ₂	3,1	31,6

Perhitungan persentase gugus –OH di bilangan gelombang ~3449cm⁻¹ berdasarkan literatur Ghani (2018):

- a. Persentase gugus –OH pada 5% Mo/SiO₂ (110° C)

$$\% \text{Gugus – OH} = \frac{\text{tinggi-OH sampel}}{\text{tinggi-OH silika merck}} \times 100\%$$

$$\% \text{Gugus – OH} = \frac{3,57 \text{ cm}}{9,8 \text{ cm}} \times 100\% = 42,9\%$$

- b. Persentase gugus –OH pada 10% Mo/SiO₂ (110° C)

$$\% \text{Gugus – OH} = \frac{\text{tinggi-OH sampel}}{\text{tinggi-OH silika merck}} \times 100\%$$

$$\% \text{Gugus – OH} = \frac{3,69 \text{ cm}}{9,8 \text{ cm}} \times 100\% = 48,5\%$$

- c. Persentase gugus –OH pada 15% Mo/SiO₂ (110° C)

$$\% \text{Gugus – OH} = \frac{\text{tinggi-OH sampel}}{\text{tinggi-OH silika merck}} \times 100\%$$

$$\% \text{Gugus – OH} = \frac{4,07 \text{ cm}}{9,8 \text{ cm}} \times 100\% = 59,8\%$$

- d. Persentase gugus –OH pada 5% Mo/SiO₂ (300° C)

$$\% \text{Gugus – OH} = \frac{\text{tinggi-OH sampel}}{\text{tinggi-OH silika merck}} \times 100\%$$

$$\% \text{Gugus – OH} = \frac{3,65 \text{ cm}}{9,8 \text{ cm}} \times 100\% = 46,6\%$$

- e. Persentase gugus –OH pada 10% Mo/SiO₂ (300° C)

$$\% \text{Gugus - OH} = \frac{\text{tinggi-OH sampel}}{\text{tinggi-OH silika merck}} \times 100\%$$

$$\% \text{Gugus - OH} = \frac{4,05 \text{ cm}}{9,8 \text{ cm}} \times 100\% = 52,2\%$$

f. Persentase gugus -OH pada 15%Mo/SiO₂ (300° C)

$$\% \text{Gugus - OH} = \frac{\text{tinggi-OH sampel}}{\text{tinggi-OH silika merck}} \times 100\%$$

$$\% \text{Gugus - OH} = \frac{4,75 \text{ cm}}{9,8 \text{ cm}} \times 100\% = 58\%$$

g. Persentase gugus -OH pada 5%Mo/SiO₂ (500° C)

$$\% \text{Gugus - OH} = \frac{\text{tinggi-OH sampel}}{\text{tinggi-OH silika merck}} \times 100\%$$

$$\% \text{Gugus - OH} = \frac{4 \text{ cm}}{9,8 \text{ cm}} \times 100\% = 46,1\%$$

h. Persentase gugus -OH pada 10%Mo/SiO₂ (500° C)

$$\% \text{Gugus - OH} = \frac{\text{tinggi-OH sampel}}{\text{tinggi-OH silika merck}} \times 100\%$$

$$\% \text{Gugus - OH} = \frac{3,23 \text{ cm}}{9,8 \text{ cm}} \times 100\% = 40,3\%$$

i. Persentase gugus -OH pada 15%Mo/SiO₂ (500° C)

$$\% \text{Gugus - OH} = \frac{\text{tinggi-OH sampel}}{\text{tinggi-OH silika merck}} \times 100\%$$

$$\% \text{Gugus - OH} = \frac{3,1 \text{ cm}}{9,8 \text{ cm}} \times 100\% = 36\%$$

Lampiran 4. 2. Normalisasi spektrum FTIR dan perhitungan jumlah gugus –OH silanol Mo/SiO₂

4.2.1. 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 silika merk.

Suhu Kalsinasi	Sampel	Tinggi puncak Si-O-Si (cm)	Konstanta normalisasi	Tinggi puncak Si-O-Si (cm) ternormalisasi
-	Silika merk	7,6	1	7,6
110° C	5% Mo/SiO ₂	3,57	0,76	7,6
	10% Mo/SiO ₂	3,69	0,86	7,6
	15% Mo/SiO ₂	4,07	0,97	7,6
300° C	5% Mo/SiO ₂	3,65	0,76	7,6
	10% Mo/SiO ₂	4,05	0,75	7,6
	15% Mo/SiO ₂	4,75	0,72	7,6
500° C	5% Mo/SiO ₂	4	0,77	7,6
	10% Mo/SiO ₂	3,23	0,73	7,6
	15% Mo/SiO ₂	3,1	0,95	7,6

Berikut ini perhitungan konstanta normalisasi sampel:

a. 5% Mo/SiO₂ (110°C)

$$10 \text{ x cm} = 7,6 \text{ cm}$$

$$x = \frac{7,6 \text{ cm}}{10 \text{ cm}} = 0,76$$

b. 10% Mo/SiO₂ (110°C)

$$8,8 \text{ x cm} = 7,6 \text{ cm}$$

$$x = \frac{7,6 \text{ cm}}{8,8 \text{ cm}} = 0,86$$

c. 15% Mo/SiO₂ (110°C)

$$7,8 \text{ x cm} = 7,6 \text{ cm}$$

$$x = \frac{7,6 \text{ cm}}{7,8 \text{ cm}} = 0,97$$

d. 5% Mo/SiO₂ (300°C)

$$10 \text{ x cm} = 7,6 \text{ cm}$$

$$x = \frac{7,6 \text{ cm}}{10 \text{ cm}} = 0,76$$

e. 10% Mo/SiO₂ (300°C)

$$10,2 \text{ x cm} = 7,6 \text{ cm}$$

$$x = \frac{7,6 \text{ cm}}{10,2 \text{ cm}} = 0,75$$

f. 15% Mo/SiO₂ (300°C)

$$10,5 \text{ x cm} = 7,6 \text{ cm}$$

$$x = \frac{7,6 \text{ cm}}{10,5 \text{ cm}} = 0,72$$

g. 5% Mo/SiO₂ (500°C)

$$9,9 \text{ x cm} = 7,6 \text{ cm}$$

$$x = \frac{7,6 \text{ cm}}{9,9 \text{ cm}} = 0,77$$

h. 10% Mo/SiO₂ (500°C)

$$10,4 \text{ x cm} = 7,6 \text{ cm}$$

$$x = \frac{7,6 \text{ cm}}{10,4 \text{ cm}} = 0,73$$

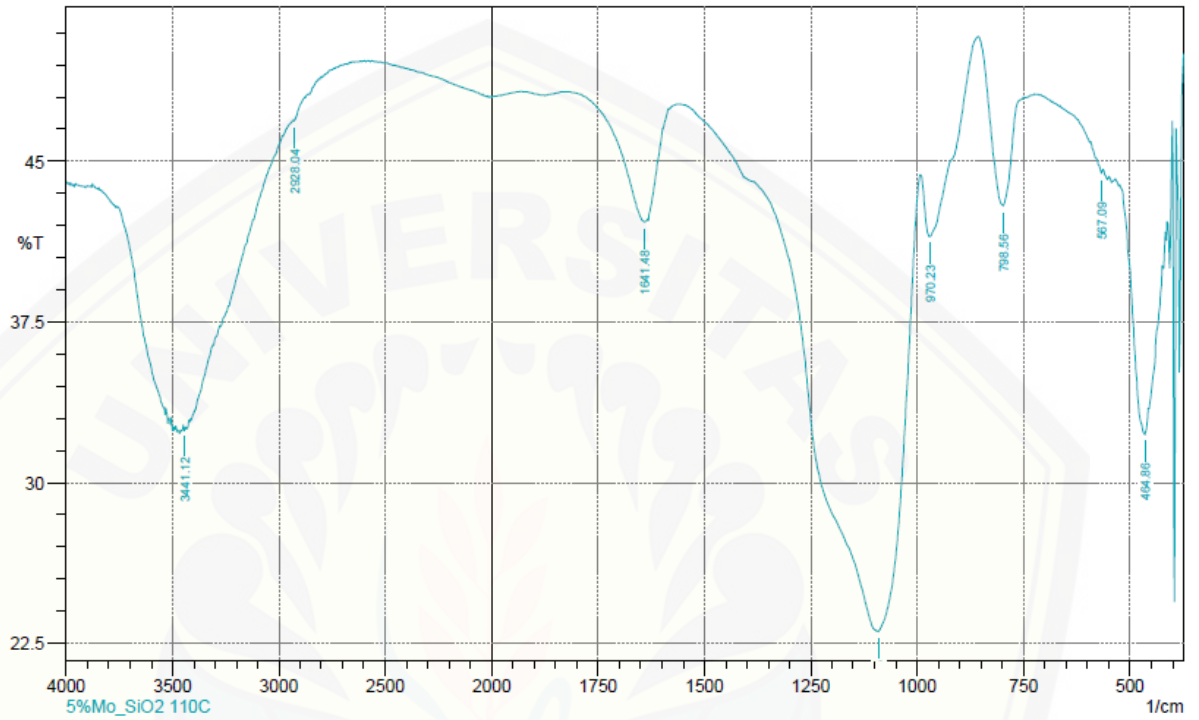
i. 15% Mo/SiO₂ (500°C)

$$8 \text{ x cm} = 7,6 \text{ cm}$$

$$x = \frac{7,6 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,95$$

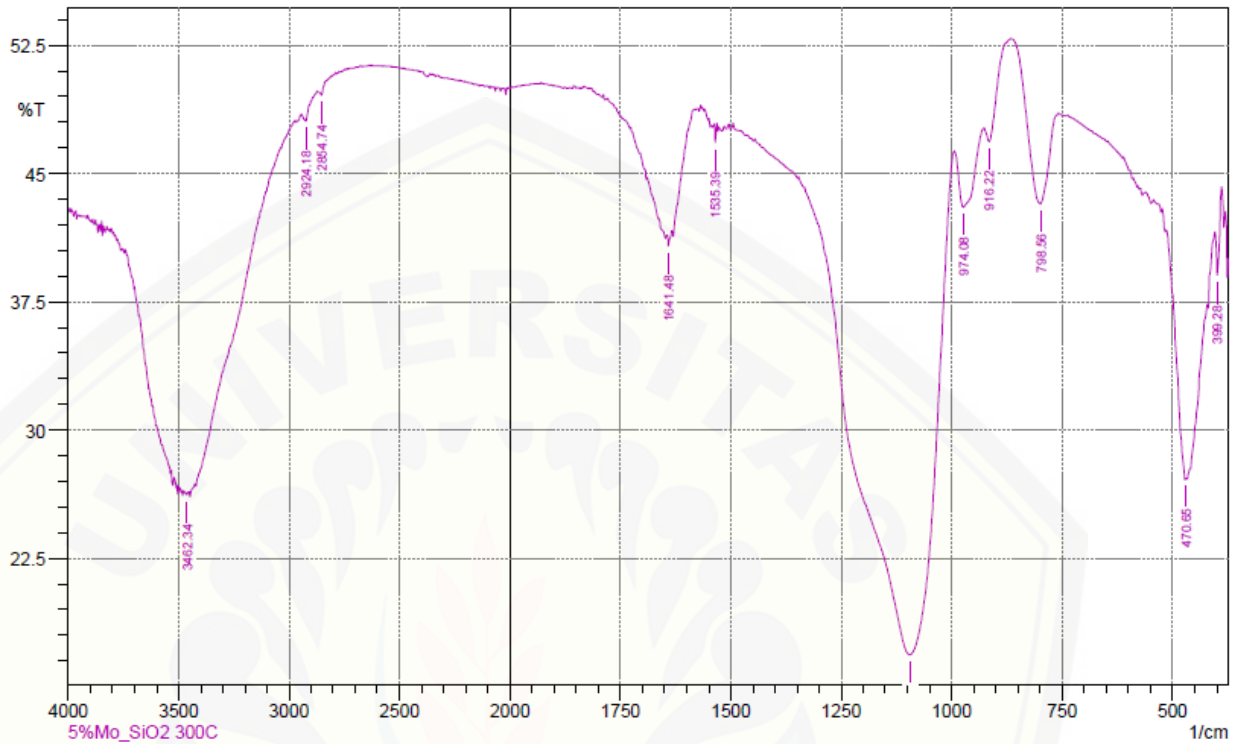
Lampiran 4. 3. Spektrum FTIR Sampel Katalis Mo/SiO₂

a. Katalis 5%Mo/SiO₂ Kalsinasi 110° C



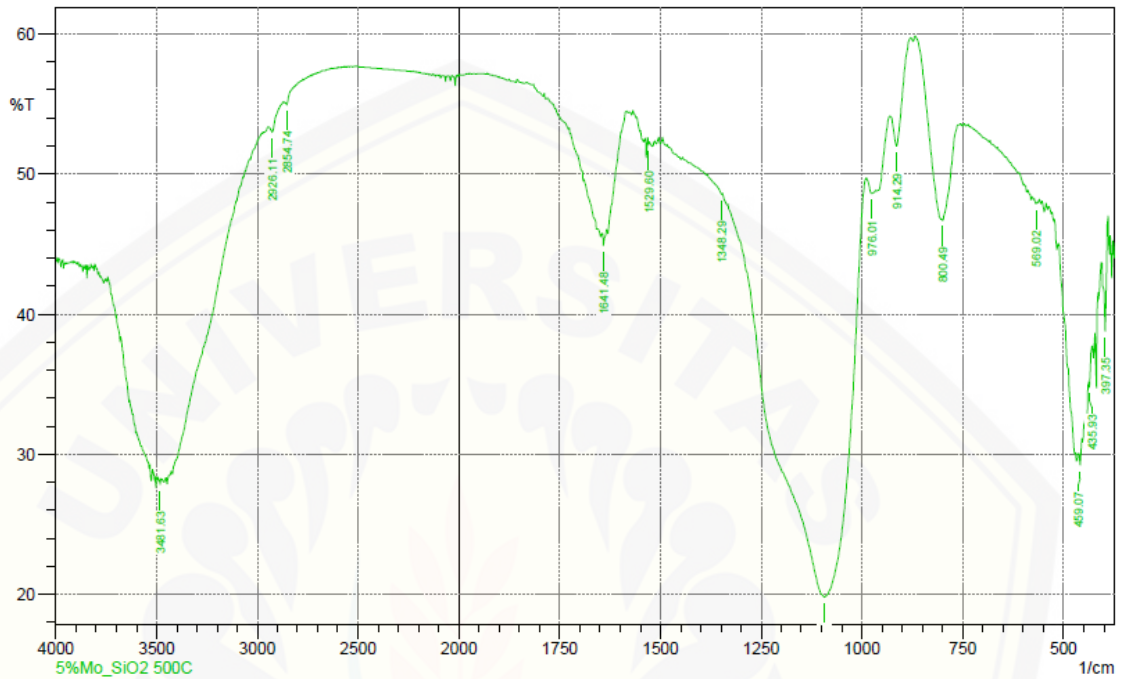
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	464.86	32.257	9.404	522.73	424.35	42.878	5.725
2	567.09	44.426	0.369	592.17	563.23	10.017	0.058
3	798.56	42.93	6.369	856.42	748.41	36.116	3.015
4	970.23	41.49	3.878	991.44	856.42	46.484	2.8
5	1091.75	23.048	21.27	1404.22	993.37	200.95	55.631
6	1641.48	42.164	0.452	1788.07	1633.76	52.634	-0.687
7	2928.04	46.873	0.11	2931.9	2875.96	18.1	-0.007
8	3441.12	32.513	0.071	3443.05	3439.19	1.881	0.002

b. Katalis 5%Mo/SiO₂ Kalsinasi 300° C



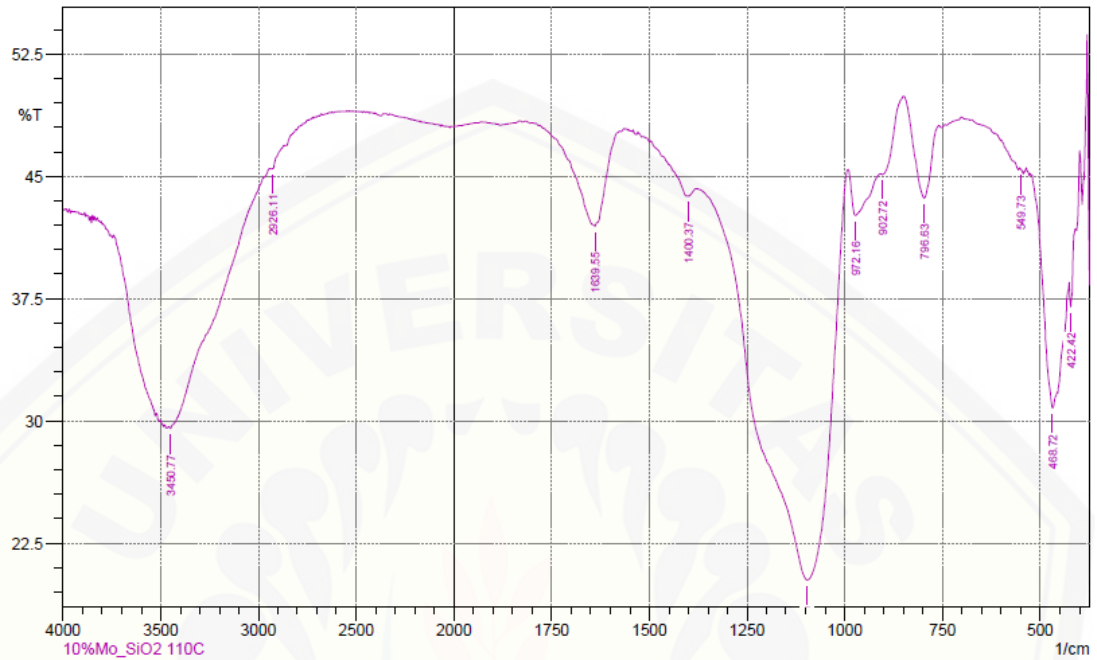
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	399.28	39.022	3.572	405.06	389.63	5.961	0.29
2	470.65	27.14	12.485	513.08	422.42	44.361	7.668
3	798.56	43.244	6.917	866.07	758.05	35.007	3.105
4	916.22	46.874	1.626	925.86	866.07	18.001	0.106
5	974.08	43.043	3.661	993.37	925.86	23.484	1.338
6	1093.67	16.881	28.99	1346.36	995.3	193.343	73.405
7	1535.39	46.795	1.133	1537.32	1531.53	1.876	0.028
8	1641.48	40.741	0.759	1645.33	1633.76	4.453	0.037
9	2854.74	49.58	0.43	2866.32	2833.52	9.894	0.052
10	2924.18	48.068	0.758	2943.47	2872.1	22.165	0.137
11	3462.34	26.206	0.127	3466.2	3458.48	4.477	0.006

c. Katalis 5%Mo/SiO₂ Kalsinasi 500° C



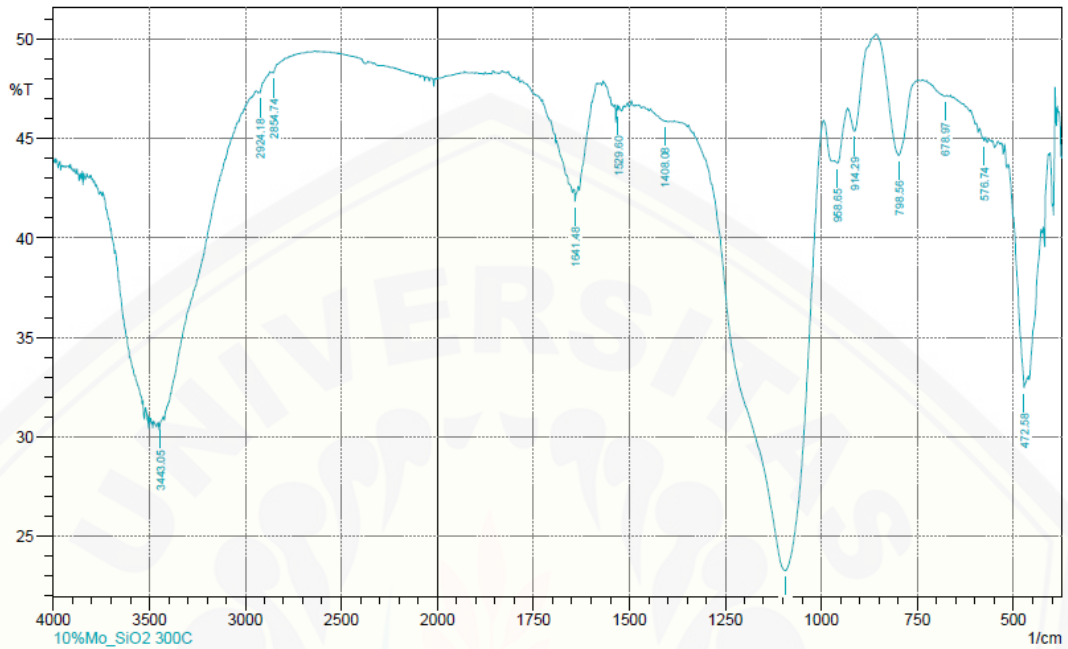
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	397.35	38.743	6.795	406.99	389.63	6.456	0.49
2	435.93	34.726	1.089	437.86	430.14	3.383	0.032
3	459.07	29.191	1.39	462.93	455.22	4.05	0.079
4	569.02	47.857	0.236	572.88	565.16	2.461	0.008
5	800.49	46.693	9.352	868	756.12	31.858	4.211
6	914.29	51.971	4.004	931.65	879.57	13.436	0.658
7	976.01	48.608	0.574	989.52	966.37	7.183	0.064
8	1093.67	19.809	29.48	1344.43	991.44	180.293	71.106
9	1348.29	48.524	0.141	1383.01	1346.36	11.281	0.013
10	1529.6	52.088	0.366	1531.53	1527.67	1.087	0.006
11	1641.48	44.854	0.982	1645.33	1633.76	3.958	0.042
12	2854.74	54.924	0.463	2866.32	2823.88	10.859	0.047
13	2926.11	52.966	0.844	2945.4	2872.1	19.622	0.134
14	3481.63	27.815	0.413	3485.49	3477.77	4.261	0.023

d. Katalis 10%Mo/SiO₂ Kalsinasi 110° C



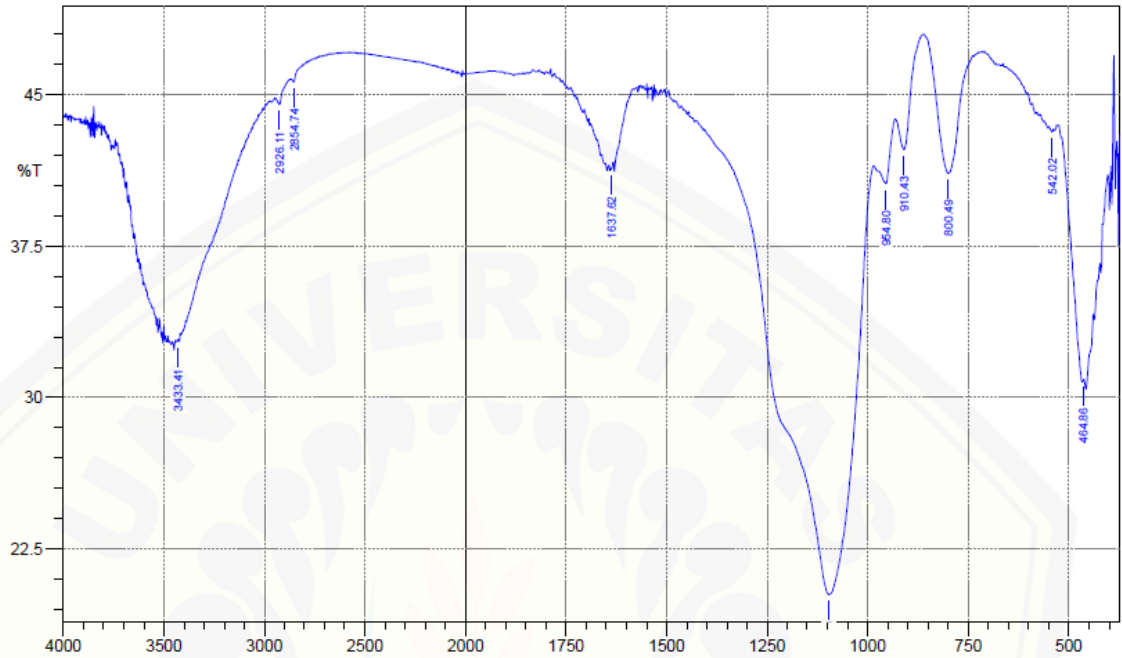
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	422.42	36.984	2.354	426.28	410.85	6.274	0.197
2	468.72	30.792	10.184	524.66	428.21	42.58	5.569
3	549.73	45.411	0.048	551.66	547.8	1.322	0.001
4	796.63	43.67	5.158	850.64	759.98	30.237	2.145
5	902.72	45.106	0.651	910.43	850.64	19.539	0.188
6	972.16	42.587	2.749	991.44	910.43	29.068	1.183
7	1095.6	20.241	24.841	1379.15	993.37	197.04	62.552
8	1400.37	43.765	0.074	1402.3	1381.08	7.57	0.009
9	1639.55	41.948	0.406	1643.41	1575.89	23.521	-0.023
10	2926.11	45.463	0.049	2928.04	2868.24	19.997	-0.076
11	3450.77	29.515	0.165	3456.55	3441.12	8.156	0.019

e. Katalis 10%Mo/SiO₂ Kalsinasi 300° C



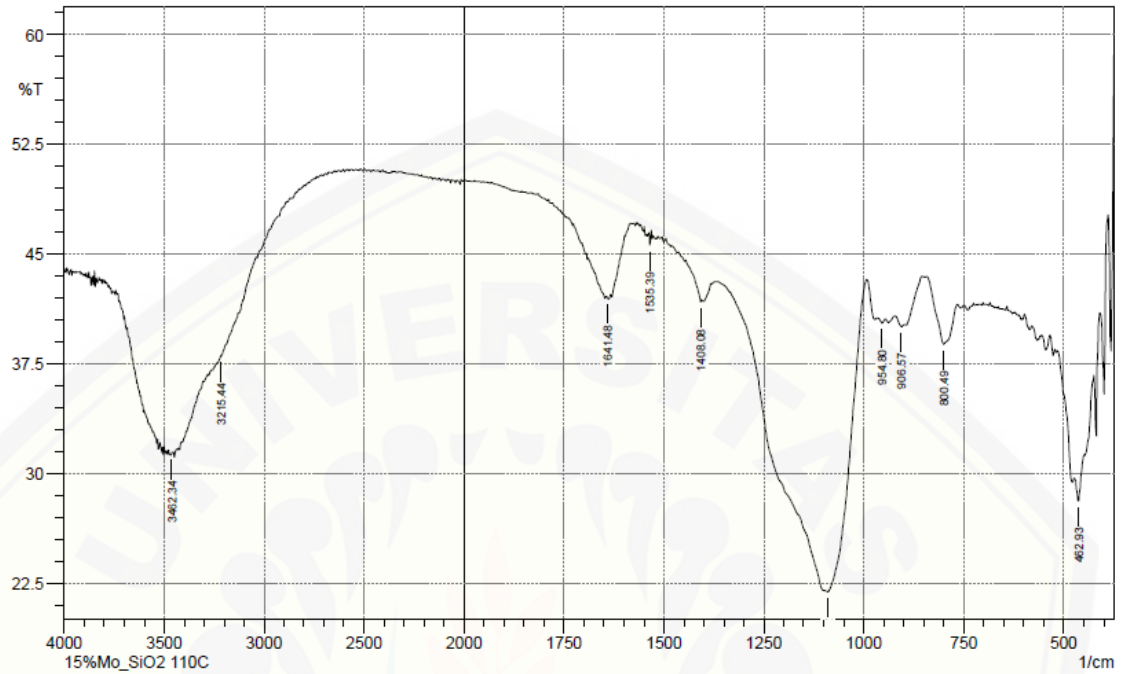
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	472.58	32.448	2.224	513.08	464.86	20.595	0.304
2	576.74	44.868	0.196	578.66	572.88	2.009	0.006
3	678.97	47.131	0.13	709.83	673.18	11.914	0.041
4	798.56	44.151	4.863	856.42	748.41	35.602	2.217
5	914.29	45.366	2.01	931.65	856.42	24.044	0.299
6	958.65	43.773	0.694	966.37	931.65	12.085	0.105
7	1093.67	23.266	22.46	1332.86	995.3	163.174	48.085
8	1408.08	45.858	0.071	1444.73	1406.15	12.963	0.026
9	1529.6	46.428	0.25	1531.53	1527.67	1.281	0.004
10	1641.48	41.846	0.647	1645.33	1633.76	4.327	0.028
11	2854.74	48.307	0.099	2860.53	2808.45	16.294	-0.011
12	2924.18	47.315	0.091	2928.04	2872.1	17.889	-0.023
13	3443.05	30.632	0.081	3444.98	3425.69	9.856	0.005

f. Katalis 10%Mo/SiO₂ Kalsinasi 500° C



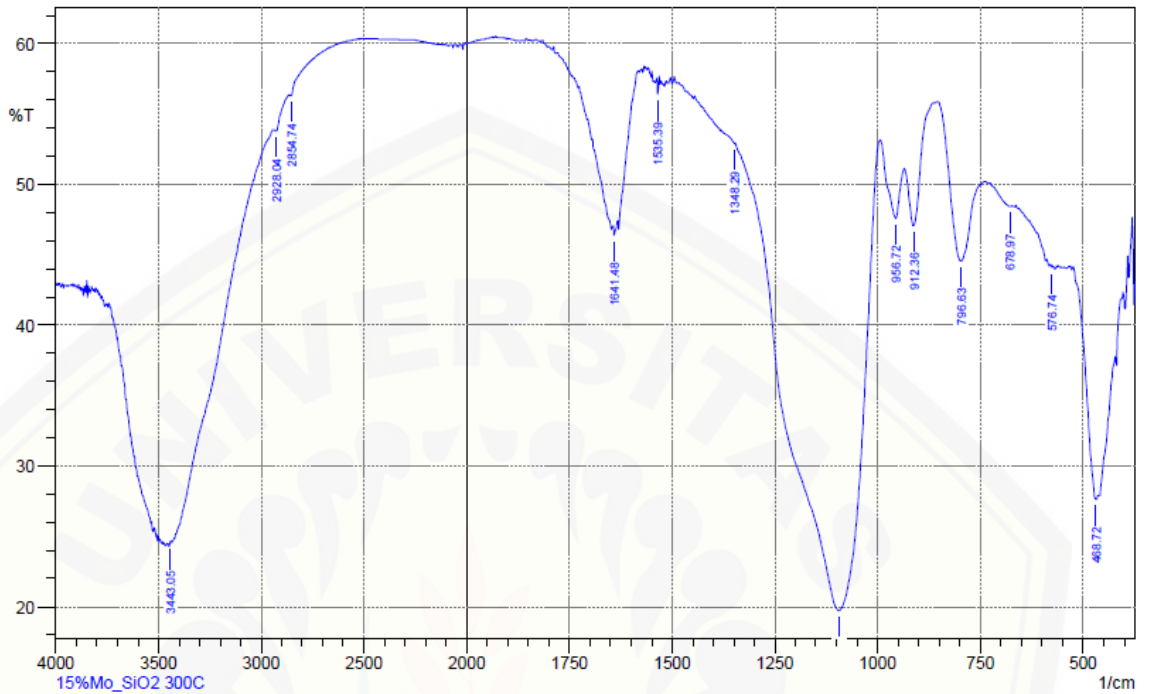
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	464.86	30.809	0.488	524.66	462.93	26.913	0.209
2	542.02	43.152	0.164	549.73	538.16	4.213	0.011
3	800.49	41.103	6.344	860.28	738.76	42.832	3.471
4	910.43	42.277	2.74	931.65	860.28	24.776	0.588
5	954.8	40.576	2.204	985.66	931.65	20.579	0.564
6	1095.6	20.244	21.532	1381.08	985.66	203.836	54.939
7	1637.62	41.28	0.117	1639.55	1631.83	2.952	0.003
8	2854.74	45.6	0.316	2868.24	2806.52	20.774	0.025
9	2926.11	44.504	0.566	2945.4	2872.1	25.331	0.118
10	3433.41	32.744	0.129	3441.12	3425.69	7.468	0.012

g. Katalis 15%Mo/SiO₂ Kalsinasi 110° C



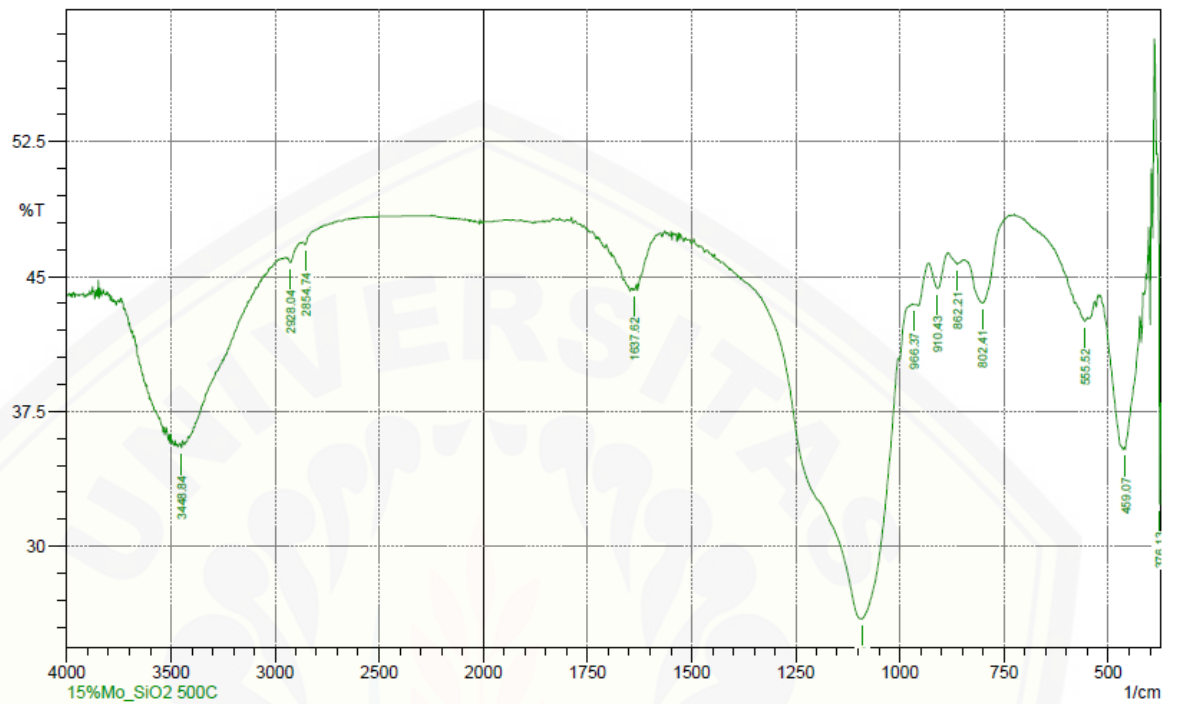
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	462.93	28.126	2.295	474.5	449.43	13.314	0.373
2	800.49	38.828	3.553	840.99	767.69	28.772	1.494
3	906.57	40.039	0.333	922	898.86	9.139	0.04
4	954.8	40.289	0.301	964.44	947.08	6.826	0.029
5	1089.82	21.899	21.309	1369.5	993.37	188.934	51.734
6	1408.08	41.692	0.339	1444.73	1406.15	14.027	-0.03
7	1535.39	45.595	0.935	1537.32	1531.53	1.949	0.028
8	1641.48	41.958	0.087	1643.41	1639.55	1.453	0.002
9	3215.44	38.005	0.114	3217.37	3130.57	35.11	0.107
10	3462.34	31.313	0.058	3464.27	3458.48	2.913	0.001

h. Katalis 15%Mo/SiO₂ Kalsinasi 300° C

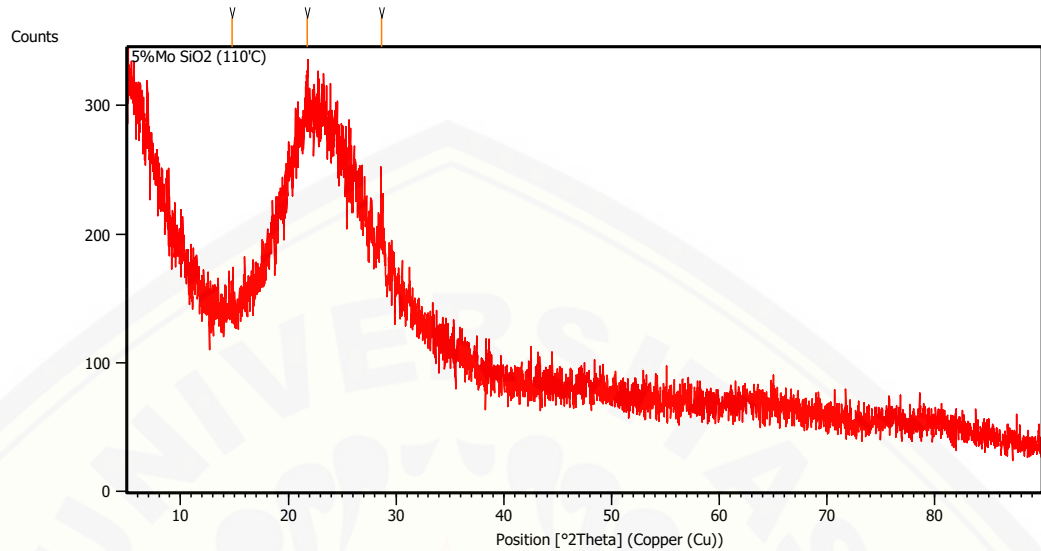


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	468.72	27.623	1.317	522.73	464.86	26.332	0.364
2	576.74	44.1	0.162	578.66	574.81	1.369	0.003
3	678.97	48.438	0.215	725.26	673.18	16.094	0.089
4	796.63	44.562	8.43	854.49	740.69	35.281	3.869
5	912.36	47.072	5.554	935.51	864.14	20.668	1.221
6	956.72	47.581	4.28	993.37	935.51	17.532	1.159
7	1093.67	19.737	33.559	1379.15	995.3	178.995	74.577
8	1348.29	52.883	0.083	1381.08	1346.36	9.462	-0.002
9	1535.39	56.356	1.282	1537.32	1531.53	1.413	0.03
10	1641.48	46.361	0.747	1643.41	1631.83	3.807	0.036
11	2854.74	56.283	0.244	2864.39	2671.5	45.044	-0.58
12	2928.04	53.782	0.47	2939.61	2864.39	19.492	0.02
13	3443.05	24.509	0.093	3444.98	3439.19	3.526	0.003

i. Katalis 15%Mo/SiO₂ Kalsinasi 500° C



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	376.13	32.327	8.504	387.7	374.2	4.595	0.204
2	459.07	35.357	7.844	516.94	424.35	38.129	4.489
3	555.52	42.507	0.382	578.66	549.73	10.628	0.063
4	802.41	43.54	3.353	844.85	736.83	36.748	1.47
5	862.21	45.7	0.393	885.36	844.85	13.689	0.074
6	910.43	44.35	1.659	931.65	885.36	15.975	0.376
7	966.37	43.45	0.006	970.23	964.44	2.095	0
8	1091.75	25.957	15.473	1379.15	1004.95	173.528	34.676
9	1637.62	44.25	0.141	1639.55	1631.83	2.723	0.007
10	2854.74	46.777	0.292	2868.24	2812.31	18.252	0.031
11	2928.04	45.77	0.415	2939.61	2877.89	20.634	0.081
12	3448.84	35.446	0.363	3454.62	3444.98	4.324	0.02

Lampiran 4. 4. Hasil Karakterisasi XRD Katalis Mo/SiO₂a. Katalis 5%Mo/SiO₂ Kalsinasi 110° C**Peak List:**

Pos. [$^{\circ}$ 2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}$ 2Th.]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
14.7953	8.75	0.4684	5.98762	27.27
21.7640	27.64	0.8029	4.08363	86.09
28.6873	32.10	0.4015	3.11192	100.00

Document History:

Insert Measurement:

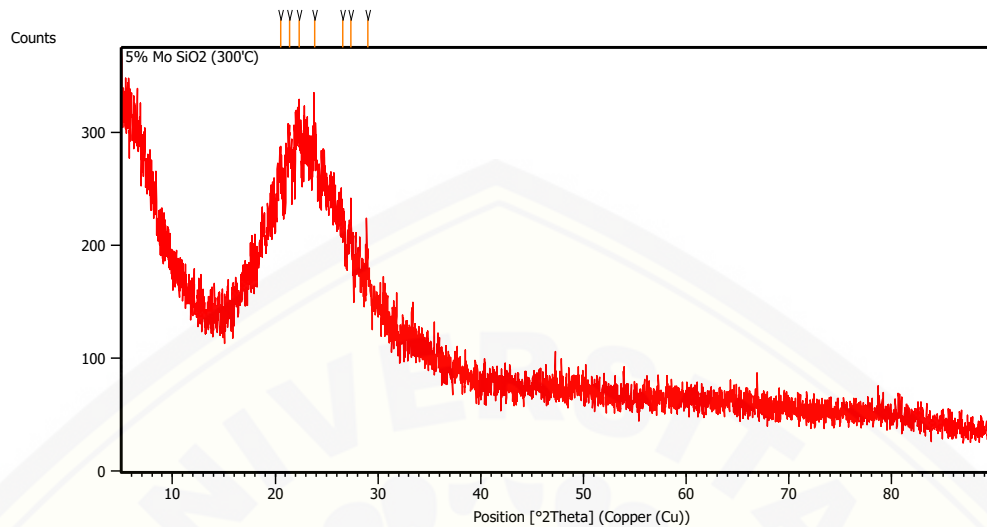
- File name = 5%Mo SiO₂ (110°C).rd
- Modification time = "12/4/2018 4:03:40 PM"
- Modification editor = "Teknik Material"

Interpolate Step Size:

- Derived = "Yes"
- Step Size = "0.01"
- Modification time = "12/4/2018 4:03:40 PM"
- Modification editor = "PANalytical"

Search Peaks:

- Minimum significance = "1"
- Minimum tip width = "0.02"
- Maximum tip width = "1"
- Peak base width = "2"
- Method = "Minimum 2nd derivative"
- Modification time = "11/24/2017 8:15:40 AM"
- Modification editor = "Teknik Material"

b. Katalis 5%Mo/SiO₂ Kalsinasi 300° C**Peak List:** (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
20.5066	65.62	0.4015	4.33111	58.07
21.4104	93.97	0.4015	4.15027	83.17
22.3481	112.99	0.4015	3.97822	100.00
23.8053	107.44	0.3346	3.73788	95.09
26.5774	56.09	0.6022	3.35397	49.64
27.3739	58.60	0.2676	3.25817	51.86
29.0173	31.66	0.4015	3.07727	28.02

Document History: (Bookmark 5)

Insert Measurement:

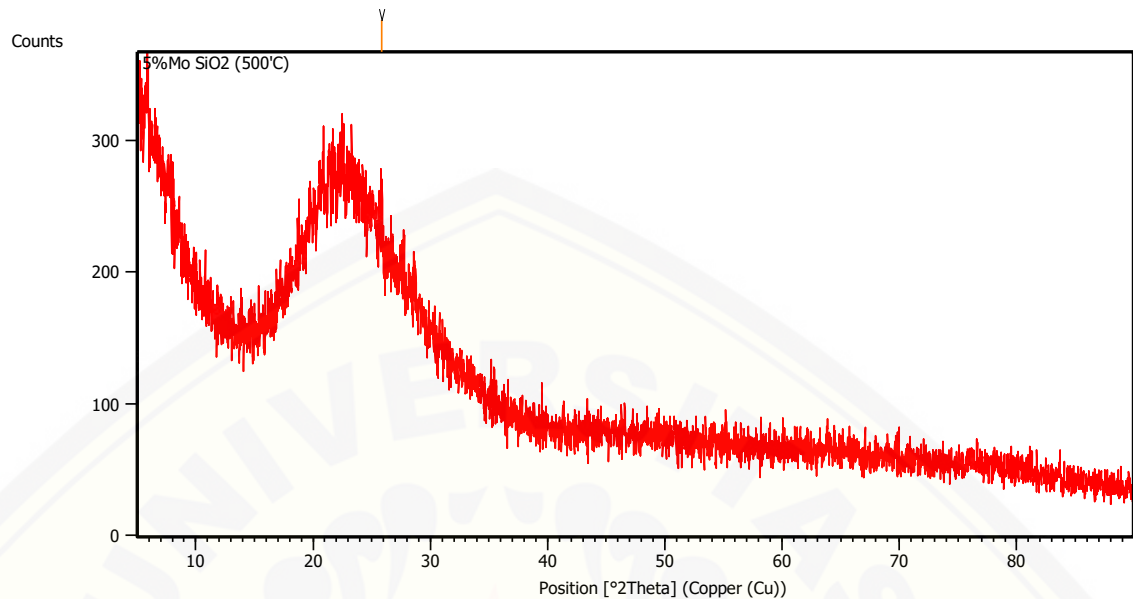
- File name = 5% Mo SiO2 (300'C).rd
- Modification time = "12/4/2018 4:03:06 PM"
- Modification editor = "Teknik Material"

Interpolate Step Size:

- Derived = "Yes"
- Step Size = "0.01"
- Modification time = "12/4/2018 4:03:06 PM"
- Modification editor = "PANalytical"

Search Peaks:

- Minimum significance = "1"
- Minimum tip width = "0.02"
- Maximum tip width = "1"
- Peak base width = "2"
- Method = "Minimum 2nd derivative"
- Modification time = "11/24/2017 8:15:40 AM"
- Modification editor = "Teknik Material"

c. Katalis 5%Mo/SiO₂ Kalsinasi 500° C**Peak List:** (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.8688	35.72	0.2448	3.44137	100.00

Document History: (Bookmark 5)

Insert Measurement:

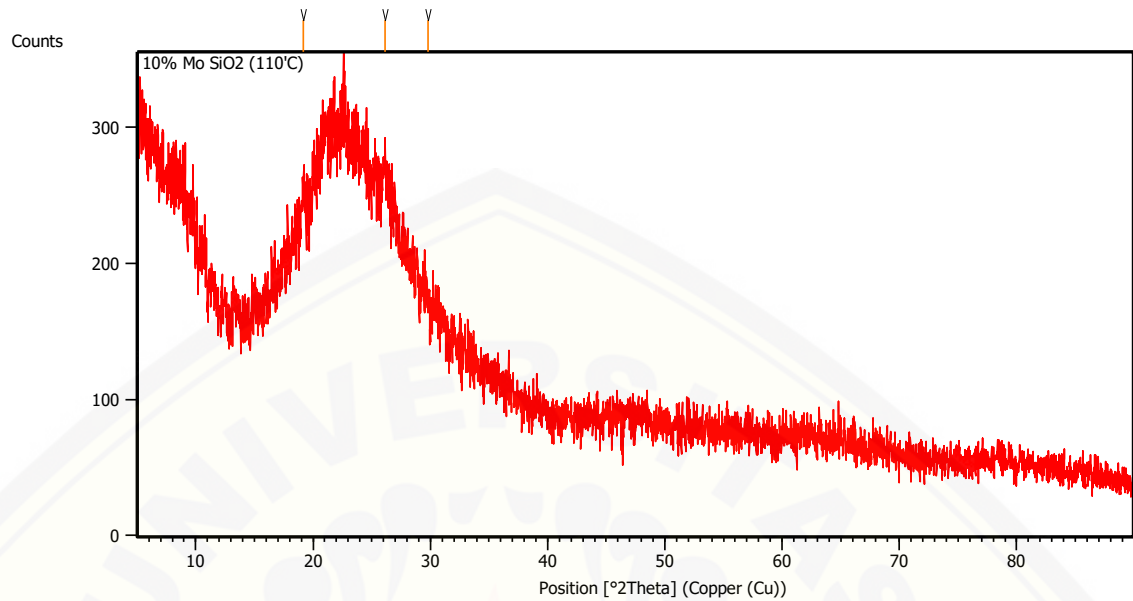
- File name = 5%Mo SiO2 (500°C).rd
- Modification time = "12/4/2018 4:04:15 PM"
- Modification editor = "Teknik Material"

Interpolate Step Size:

- Derived = "Yes"
- Step Size = "0.01"
- Modification time = "12/4/2018 4:04:15 PM"
- Modification editor = "PANalytical"

Search Peaks:

- Minimum significance = "1"
- Minimum tip width = "0.02"
- Maximum tip width = "1"
- Peak base width = "2"
- Method = "Minimum 2nd derivative"
- Modification time = "11/24/2017 8:15:40 AM"
- Modification editor = "Teknik Material"

d. Katalis 10%Mo/SiO₂ Kalsinasi 110° C

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
19.1688	20.89	0.3346	4.63025	74.89
26.1662	27.90	0.4015	3.40573	100.00
29.7757	4.16	0.5353	3.00060	14.93

Document History: (Bookmark 5)

Insert Measurement:

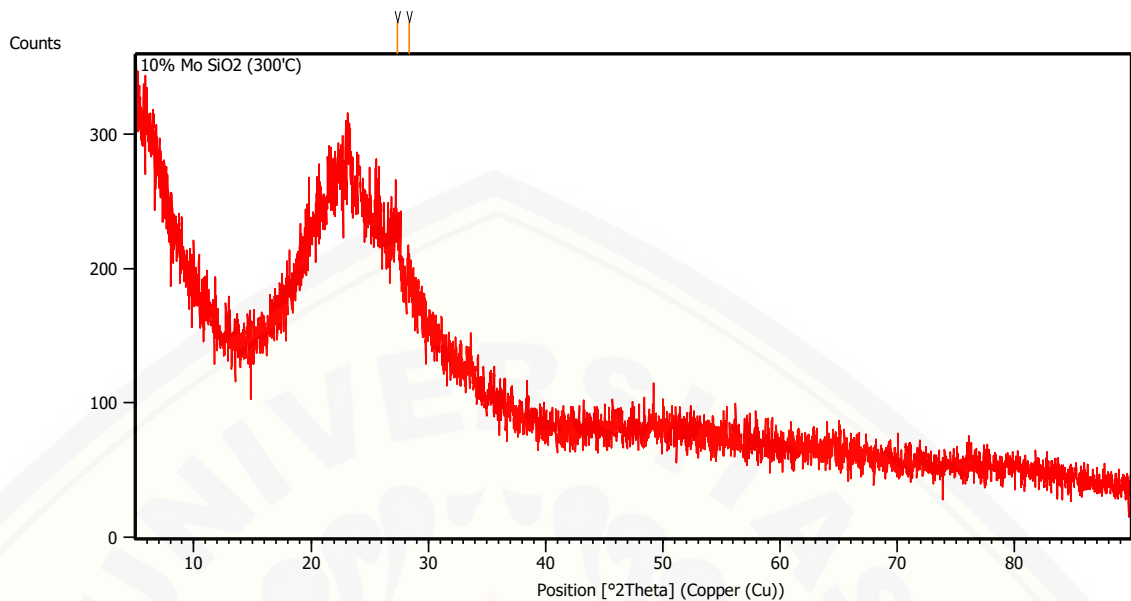
- File name = 10% Mo SiO₂ (110°C).rd
- Modification time = "12/4/2018 4:04:46 PM"
- Modification editor = "Teknik Material"

Interpolate Step Size:

- Derived = "Yes"
- Step Size = "0.01"
- Modification time = "12/4/2018 4:04:46 PM"
- Modification editor = "PANalytical"

Search Peaks:

- Minimum significance = "1"
- Minimum tip width = "0.02"
- Maximum tip width = "1"
- Peak base width = "2"
- Method = "Minimum 2nd derivative"
- Modification time = "11/24/2017 8:15:40 AM"
- Modification editor = "Teknik Material"

e. Katalis 10%Mo/SiO₂ Kalsinasi 300° C**Peak List:** (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
27.3371	35.45	0.5353	3.26247	100.00
28.3498	8.95	0.4684	3.14819	25.25

Document History: (Bookmark 5)

Insert Measurement:

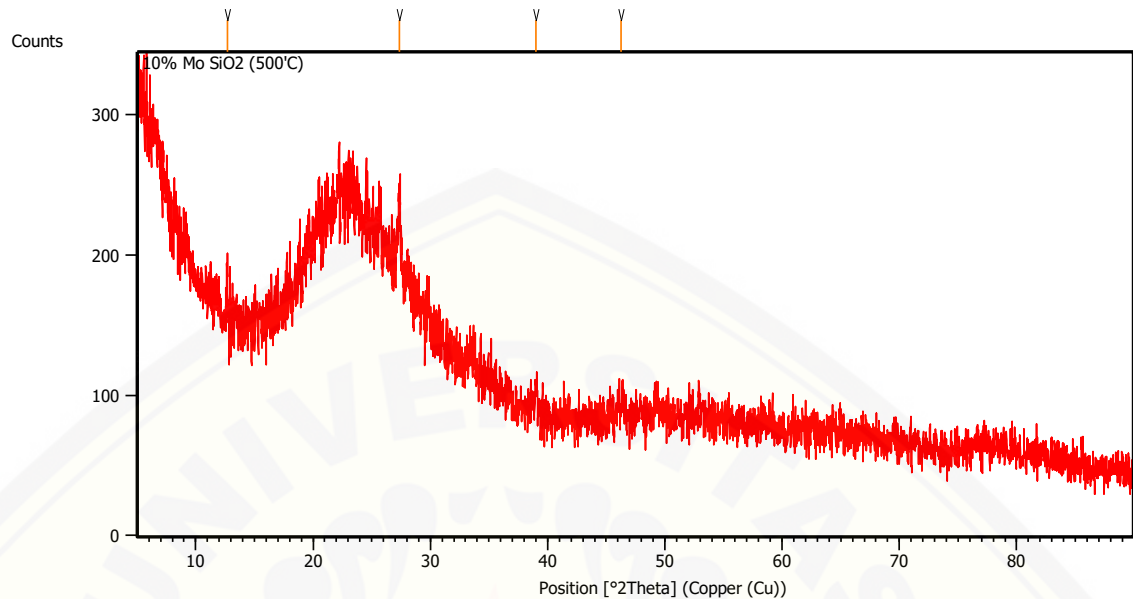
- File name = 10% Mo SiO₂ (300°C).rd
- Modification time = "12/4/2018 4:05:18 PM"
- Modification editor = "Teknik Material"

Interpolate Step Size:

- Derived = "Yes"
- Step Size = "0.01"
- Modification time = "12/4/2018 4:05:18 PM"
- Modification editor = "PANalytical"

Search Peaks:

- Minimum significance = "1"
- Minimum tip width = "0.02"
- Maximum tip width = "1"
- Peak base width = "2"
- Method = "Minimum 2nd derivative"
- Modification time = "11/24/2017 8:15:40 AM"
- Modification editor = "Teknik Material"

f. Katalis 10% Mo/SiO₂ Kalsinasi 500° C**Peak List:** (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
12.6727	32.64	0.1338	6.98533	60.55
27.3717	53.91	0.1673	3.25842	100.00
38.9946	12.02	0.8029	2.30984	22.30
46.2497	9.33	0.5353	1.96299	17.31

Document History: (Bookmark 5)

Insert Measurement:

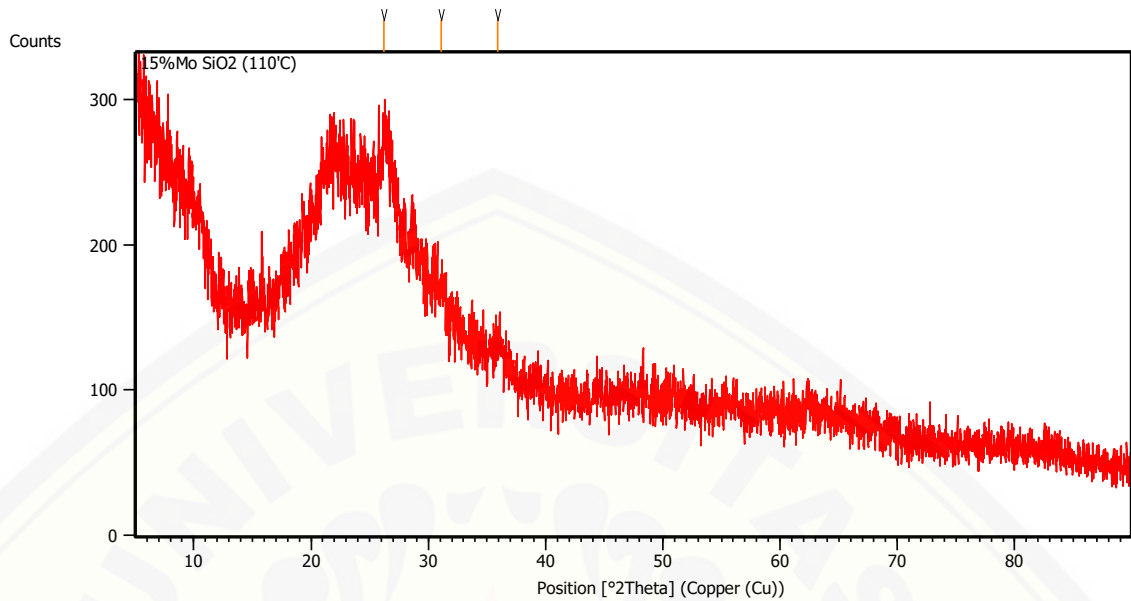
- File name = 10% Mo SiO₂ (500°C).rd
- Modification time = "12/4/2018 4:05:49 PM"
- Modification editor = "Teknik Material"

Interpolate Step Size:

- Derived = "Yes"
- Step Size = "0.01"
- Modification time = "12/4/2018 4:05:49 PM"
- Modification editor = "PANalytical"

Search Peaks:

- Minimum significance = "1"
- Minimum tip width = "0.02"
- Maximum tip width = "1"
- Peak base width = "2"
- Method = "Minimum 2nd derivative"
- Modification time = "11/24/2017 8:15:40 AM"

g. Katalis 15%Mo/SiO₂ Kalsinasi 110° C**Peak List:** (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
26.2290	49.13	0.4015	3.39773	100.00
31.1318	18.53	0.4684	2.87292	37.72
35.8946	14.98	0.8029	2.50189	30.49

Document History: (Bookmark 5)

Insert Measurement:

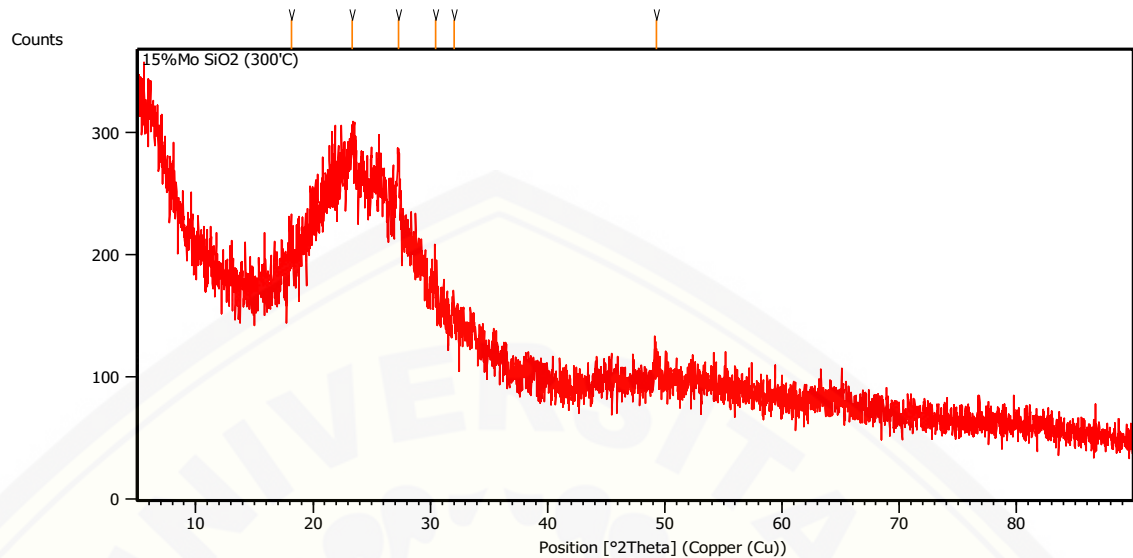
- File name = 15%Mo SiO2 (110°C).rd
- Modification time = "12/4/2018 4:06:24 PM"
- Modification editor = "Teknik Material"

Interpolate Step Size:

- Derived = "Yes"
- Step Size = "0.01"
- Modification time = "12/4/2018 4:06:24 PM"
- Modification editor = "PANalytical"

Search Peaks:

- Minimum significance = "1"
- Minimum tip width = "0.02"
- Maximum tip width = "1"
- Peak base width = "2"
- Method = "Minimum 2nd derivative"
- Modification time = "11/24/2017 8:15:40 AM"
- Modification editor = "Teknik Material"

h. Katalis 15%Mo/SiO₂ Kalsinasi 300° C**Peak List:** (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
18.1835	11.35	0.4015	4.87886	22.04
23.3434	31.78	0.4015	3.81079	61.71
27.2738	51.50	0.2007	3.26990	100.00
30.4184	11.35	0.4684	2.93865	22.04
32.0228	12.23	0.2007	2.79498	23.75
49.3025	13.76	0.4015	1.84835	26.72

Document History: (Bookmark 5)

Insert Measurement:

- File name = 15%Mo SiO2 (300°C).rd
- Modification time = "12/4/2018 4:06:54 PM"
- Modification editor = "Teknik Material"

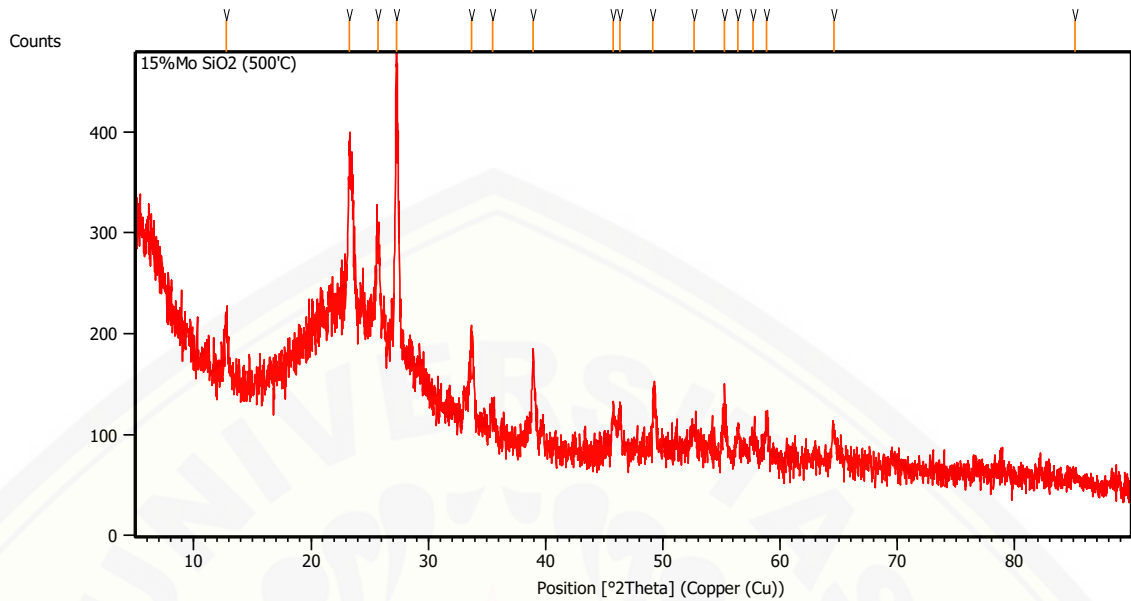
Interpolate Step Size:

- Derived = "Yes"
- Step Size = "0.01"
- Modification time = "12/4/2018 4:06:54 PM"
- Modification editor = "PANalytical"

Search Peaks:

- Minimum significance = "1"
- Minimum tip width = "0.02"
- Maximum tip width = "1"
- Peak base width = "2"
- Method = "Minimum 2nd derivative"
- Modification time = "11/24/2017 8:15:40 AM"
- Modification editor = "Teknik Material"

i. Katalis 15%Mo/SiO₂ Kalsinasi 500° C



Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
12.7582	51.57	0.2676	6.93870	18.26
23.2870	171.59	0.2007	3.81990	60.74
25.7255	104.51	0.2676	3.46307	37.00
27.2987	282.49	0.1171	3.26697	100.00
33.6766	89.37	0.2007	2.66142	31.64
35.4967	24.88	0.2676	2.52902	8.81
38.9587	88.18	0.1338	2.31188	31.21
45.7453	38.79	0.2007	1.98345	13.73
46.3430	36.20	0.2007	1.95926	12.81
49.1716	56.72	0.1338	1.85297	20.08
52.6230	18.26	0.4015	1.73928	6.46
55.2396	40.43	0.3346	1.66293	14.31
56.4109	30.24	0.2676	1.63115	10.71
57.7107	21.31	0.4015	1.59747	7.55
58.8250	38.33	0.2676	1.56984	13.57
64.5597	29.50	0.2007	1.44355	10.44
85.1115	8.21	0.9368	1.13992	2.91