



Prosiding Seminar Nasional  
Penelitian, Pendidikan dan Penerapan MIPA  
2 dan 3 Agustus 2004, Hotel Sahid Raya-Yogyakarta

---

ISBN No. : 979-96880-4-3

**Tema :**

**Penelitian, Pendidikan dan  
Penerapan Matematika dan  
Ilmu Pengetahuan Alam**

**Penyelenggara :**

FMIPA-UNY  
Ditjen Dikti Depdiknas  
IMSTEP-JICA

---

**Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Negeri Yogyakarta  
Tahun 2004**



**Prosiding Seminar Nasional  
Penelitian, Pendidikan dan Penerapan MIPA**  
2 dan 3 Agustus 2004, Hotel Sahid Raya-Yogyakarta

---

**Editor :**

**Dr. Heru Kuswanto  
Dr. Ariswan  
Dr. Hari Sutrisno  
Dr. Heru Nurcahyo  
Sahid, MSc**

**Artikel-artikel dalam prosiding telah dipresentasikan dalam Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan dan Penerapan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam pada 2 dan 3 Agustus 2004 di Hotel Sahid Raya Yogyakarta**

***Penyusun Prosiding :***

**Dr. Hari Sutrisno  
Sahid, MSc  
Yusman Wiyanto, Msi  
Yuni Wibowo, SPd**

**Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Negeri Yogyakarta  
Tahun 2004**

## DAFTAR ISI

Halaman Sampul	i
Halaman Editor	ii
Sambutan Ketua Panitia	iv
Sambutan Dekan FMIPA	v
Sambutan Rektor UNY	vi
Daftar Isi	vii

### Makalah Utama

1. Peningkatan Pendidikan Mipa Dalam Master Plan Pendidikan Indonesia 2005-2009 (*Sumarna Surapranata, Badan Penelitian Dan Pengembangan Depdiknas*) .....
2. Lesson Study' And "Lesson Improvement" In Schools In Japan (*Izumi Nishitani, Department Of Mathematics Education, Faculty Of Education, Gunma University, Japan*) .....
3. Trend Penelitian Mipa 2004/2005 (*Muslim, FMIPA, UGM*) .....

### Makalah Sidang Pararel Bidang Kimia dan Pendidikan Kimia

1. Kinetics Made Easy (*M. Utoro Yahya*) ..... 1
2. Penguraian Termal Senyawa Logam Alkali Tanah Klorat Hidrat (*Asep Supriatna*) ..... 7
3. Aktivitas Pd-PdO Teremban Silika ( $\text{SiO}_2$ ) dan Karbon Sebagai Katalis Reaksi Hidrogenasi Nitrobenzena (*Endang W.L, AK Prodjosantoso dan Karim Th*) ..... 16
4. Kajian Penggunaan Naoh Dan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  Pada Pembuatan Silika Gel Dari Abu Sekam Padi (*Nuryono, Narsito, Dan Sutarno*) ..... 25
5. Perbandingan Metode Analisis Spektrofotometri UV Dengan Spektrofotometri UV Derivatif Untuk Penentuan Kandungan Vitamin C Dalam Minuman Instan (*Is Fatimah & Deryanto Aji Sasongko*) ..... 42
6. Konversi Alkohol Menjadi Hidrokarbon Menggunakan Katalis Platina (*M. Pranjoto Utomo*) ..... 55
7. Mengkaji Ulang Studi Kritik Terhadap Daur K Dan Persamaan Keadaan Terpadu (*M. Utoro Yahya*) ..... 64
8. Penggunaan Proses Iring Pada Pencelupan Serat Doyo Dengan Zat Warna Direk (*Tri Haryanto Dan Dwi Suheryanto*) ..... 73
9. Rekayasa Alat Peleburan Kuningan Pada Pembuatan Produk Kerajinan Kuningan (*Tri Haryanto Dan Dwi Suheryanto*) ..... 81
10. Kinerja Elektroda Selektif Ion Lantanum Dengan Ionophore 1,10-Diaza-4,7,13,16-Tetraoxacyclo-Octadecane-N,N'-Diacetic Acid (*Suyanta, Susanto I.R, Buchari, Indra Noviandri*) ..... 93

11.	Senyawa $[Ti_8O_{12}(H_2O)_{24}]Cl_8 \cdot HCl \cdot 7H_2O$ Dan $TiOCl_2$ Sebagai Sumber Titanium Pada Sintesis Material Mesopori-Mesostruktur Ti-MCM-41 (Hari Sutrisno, Suharto Dan Retno Arianingrum) .....	103
12.	Uji Aktivitas Antioksidan Ekstrak Kunyit ( <i>Curcuma Domestica</i> , Val) (Nurfina Aznam) .....	111
13.	Pemanfaatan Teknik Biosintesis Hibrid Untuk Modifikasi Struktur Antibiotik Makrolid (Retno Arianingrum) .....	118
14.	Pengaruh Lama Pemanasan Terhadap Komposisi Pigmen, Kandungan $\beta$ -Karoten, Lutein Dan Vitamin A Daun Katu ( <i>Sauropus Androgynus</i> (L) Merr.) Muda Dan Tua (Octavianus Kitang Yulinata, Hartati Soetjipto & Leenawaty Limantara) .....	126
15.	Studi dan Karakterisasi Transformasi Oksidasi Produk Isomerisasi Eugenol Dengan Metoda Spektroskopi Infra Merah (Busroni) .....	141
16.	Penentuan Karakter Spektra Infra Merah L- $\delta$ - Aspartil -N-(2,2,4,4-Tetra Metil -3-Tiatanil)-D- Alaninamina Hidrat (2:5) Dan L-Aspartil-L-Fenilalanin Metil Ester (Irma Kartika Kusumaningrum) .....	150
17.	Implementasi Pendekatan Kontekstual Pembelajaran Kimia Dalam Kurikulum SMA 2004 (Sri Rahayu Dan Prayitno) .....	158
18.	Limbah 2-Etil Heksanol Sebagai Bahan Produksi Dioktil Ftalat Dan Analisisnya Menggunakan Kromatografi Gas Dwiarso Rubiyanto & Fatimah) .....	169
19.	Pembuatan Nata Dari Limbah Buah-Buahan Sebagai Alternatif Pengembangan Keanekaragaman Makanan (Eddy Sulistyowati, Das Salirawati Dan Retno Arianingrum) .....	179
20.	Analisis Asam Lemak Omega Pada Ikan Kembung ( <i>Rastrelliger Neglectus</i> ) Dengan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa (Sri Handayani & Poni Pujiati Cahyandaru) .....	189
21.	Kandungan Klorofil, Feofitin Dan Feoforbid Sawi Jabung ( <i>Brassica Juncea</i> (L.) Czern. & Coss.) Selama Proses Pengolahan Dan Penyimpanan Sayur Asin (Heriyanto, Sri Hartini Dan Leenawaty Limantara) .....	196
22.	Pengaruh Penyimpanan Daun Terhadap Kandungan Vitamin A Daun Dan Gelatin Cincau Perdu ( <i>Melastoma Polyanthum</i> B.) (Meliana Kusmadewi, Susanti Pudji Hastuti Dan Leenawaty Limantara) .....	213
23.	Isolasi Dan Identifikasi Senyawa Flavonoid Dalam Ekstrak Etil Asetat Daun <i>Eupatorium Odoratum</i> (Purwati, Sabirin Matsjeh Dan Retno Dwi Soelistyowati) .....	224
24.	Komposisi Pigmen Selaput Kecambah Beberapa Varietas Kacang Hijau ( <i>Vigna Radiata</i> L. Wilczek) (Puji Rahayu, Fonali Lahagu Dan Leenawaty Limantara) .....	234
25.	Identifikasi Karoten Selama Pematangan Tomat Buah ( <i>Lycopersicum Esculentum</i> Mill) Varietas Arthaloka (Soviani, Hartati Sutjipto Dan Leenawaty Limantara) .....	244
26.	Pengaruh Derajat Keasaman Dan Lama Perebusan Kacang Panjang Terhadap Ketersediaan Hayati Fe (Metode <i>In-Vitro</i> ) (Leny Yuanita) ...	257

	27.	Kajian Keanekaragaman Struktur Molekul Dan Bioaktivitas Oligoresveratrol Pada Beberapa Spesies Tumbuhan Genus <i>Hopea</i> (Dipterocarpaceae) ( <i>Sri Atun</i> ) .....	267
111	28.	Kajian Pembelajaran Bahasa Inggris Dalam Kimia ( <i>Indyah Sulistyarty</i> ) .....	275
118	29.	Implementasi Daur Belajar Enam Fase Pada "Asam-Basa Bronsted Lowry" (Kuliah Kimia Dasar II) ( <i>Fariati</i> ) .....	282
	30.	Pendekatan Konstruktivisme Pada Praktikum Kimia Analisis Dasar ( <i>Irma Kartika Kusumaningrum &amp; Yudhi Utomo</i> ) .....	288
126	31.	Penggunaan Metode Matriks Dengan Visualisasi Media Komik Pada Pembelajaran Perhitungan <i>Entalpi</i> Reaksi Untuk Meningkatkan Motivasi dan Prestasi Belajar Siswa Dengan Memperhatikan Pengetahuan Awal ( <i>Saptono Nugrohadi</i> ) .....	301
141	32.	Peningkatan Kemampuan Psikomotorik Melalui Pemberian Lembar Kerja Mahasiswa (LKM) pada Pokok Bahasan Titrasi Potensiometri dan Titrasi Konduktometri ( <i>Widarti, H.R., dan Budiasih, E.</i> ) .....	326
150	33.	Hand On Activity Sebagai Improvisasi Pembelajaran Kontekstual Ipa Untuk Peningkatan <i>Life Skill</i> Pebelajar ( <i>Mohamad Amin</i> ) .....	336
158	34.	Sebuah Tinjauan Terhadap Landasan Teoretis Pembelajaran Kimia Dalam Kbk ( <i>Sukisman Purtadi Dan Rr. Lis Permanasari</i> ) .....	346
169	35.	Penerapan Metode Matriks Dalam Perhitungan Perubahan Entalpi Reaksi ( $\Delta H_r$ ) ( <i>Das Salirawati</i> ) .....	356
79	36.	Pembelajaran Konsep <i>Sistem Koloid</i> Dan <i>Pencemaran Lingkungan</i> Di Kelas II SMA Melalui Pengembangan <i>Life Skills</i> ( <i>Heru Pratomo Al., Das Salirawati dan Sukarja</i> ) .....	365
89	37.	Peran Ilmu Kimia Dalam Perkembangan Industri Parfum Dan <i>Fragrance</i> Di Dunia ( <i>Dyah Purwaningsih Dan Indyah S. A</i> ) .....	373
16	38.	Peningkatan Pembelajaran Kimia Fisika IV Dengan Menerapkan Evaluasi Berbasis Kinerja Pada Mahasiswa Jurusan Pendidikan Kimia FMIPA UNY ( <i>Isana SYL &amp; Endang WLFX</i> ) .....	381
	39.	Pembelajaran Kooperatif Topik Senyawa Hidro Karbon Pada Program Piloting UPI Di SMA ( <i>Retno Dwi Suyanti</i> ) .....	399
3	40.	Pengembangan Model Pembelajaran Interaktif Berbasis Komputer Sebagai Wahana Untuk Meningkatkan Keterampilan Proses Sains Siswa SLTP ( <i>Kartimi</i> ) .....	410
	41.	Upaya Meningkatkan Penguasaan Konsep Melalui Kegiatan Laboratorium Sebagai Wahana Pendidikan Siswa SLTP ( <i>Nancy Susianna</i> ) .....	420
	42.	Pembelajaran Kooperatif Topik Redoks Pada Program Piloting Upi Di SMA ( <i>Nancy Susianna</i> ) .....	428

## AKTIVITAS Pd-PdO TEREMBAN SILIKA (SiO<sub>2</sub>) DAN KARBON SEBAGAI KATALIS REAKSI HIDROGENASI NITROBENZENA

Endang W Laksono, AK Prodjosantoso dan Karim Th  
Jurusan Pendidikan Kimia, FMIPA, UNY  
[ewxlaksono@yahoo.com](mailto:ewxlaksono@yahoo.com)

### ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk membandingkan aktivitas katalitik Pd-PdO yang diembankan pada silika (SiO<sub>2</sub>), dan karbon (C) sebagai katalis dalam reaksi hidrogenasi nitrobenzena. Aktivitas katalitik ditentukan dengan mengkarakterisasi hasil reaksi menggunakan metode kromatografi gas.

Preparasi katalis dilakukan menggunakan prekursor ammonium bisoksalatopaladat(II) (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub> [Pd(C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)]·H<sub>2</sub>O). Metode pengembanan yang dipilih adalah impregnasi basah, menggunakan 4 % palladium . Kalsinasi dilakukan selama 2 jam pada suhu 700 °C dibawah aliran gas nitrogen sedangkan reduksi menggunakan gas hidrogen dilakukan pada suhu 400 °C selama 2 jam juga. Karakterisasi dilakukan secara spektrofotometri Infra-merah dan difraksi sinar X.

Hasil penelitian memperlihatkan bahwa Pd-PdO teremban karbon mempunyai aktivitas katalitik lebih besar dari pada yang teremban pada silika. Selektifitas 100% untuk Pd-PdO teremban karbon tercapai setelah 1,5 jam, sedangkan untuk Pd-PdO teremban silika tercapai setelah 2,5 jam; bila digunakan untuk reaksi hidrogenasi nitrobenzena

**Kata Kunci :** Katalis hidrogenasi, Pd-PdO/SiO<sub>2</sub> , Pd-PdO/C, Aktivitas Katalis

### PENDAHULUAN

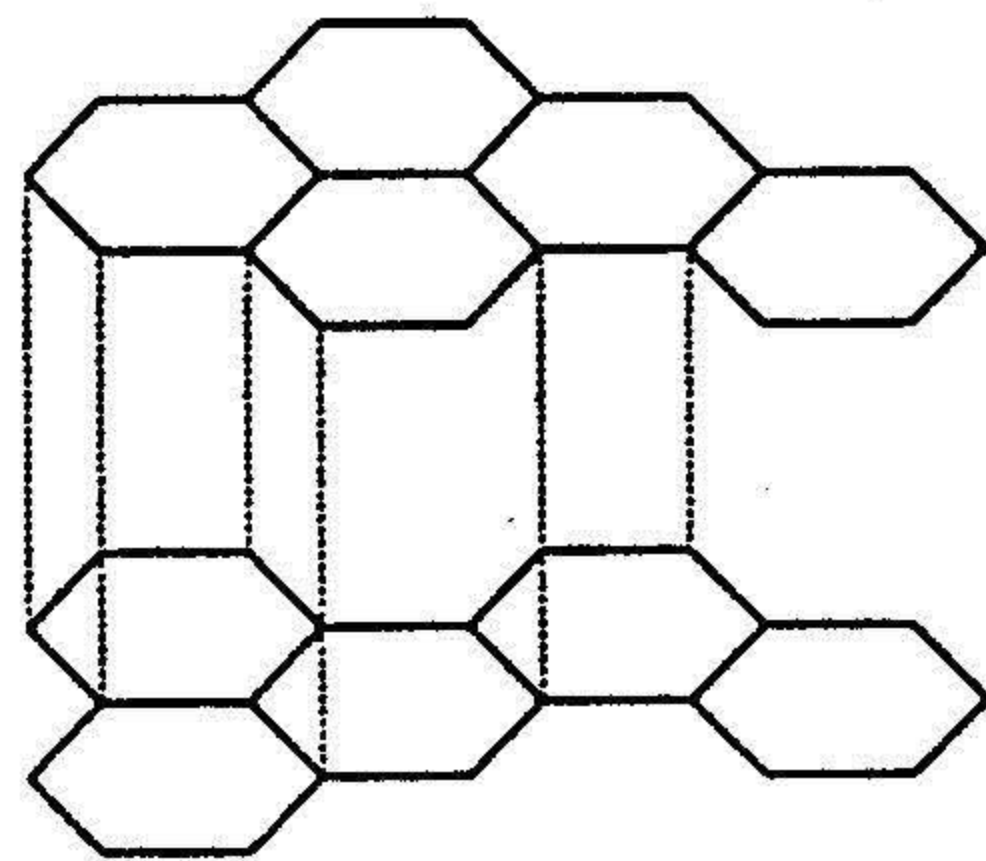
Paladium serta oksidanya telah dikenal luas dapat mengkatalis reaksi hidrogenasi senyawa tak jenuh, seperti alkena dan alkuna, serta senyawa nitro dengan mudah pada temperatur ruang (Hartley, 1991: 58). Selain itu senyawa organologam dengan inti logam paladium merupakan bahan yang ideal untuk prekursor katalis dalam bentuk senyawa organologam-klorida (Blokhin *et al*, 1995:1241; Ivanov-Emin *et al*; 1974:1026) seperti misalnya K<sub>2</sub>[PdCl<sub>6</sub>]. Senyawa K<sub>2</sub>[PdCl<sub>6</sub>] ini mudah untuk disintesis. Namun jika senyawa ini digunakan sebagai prekursor katalis maka ion klorida akan menempel dan menutupi permukaan logam paladium dan atau paladium oksida sehingga menurunkan aktivitas katalisnya (Paulis, Peyard, & Montes, 2001: 199).

Salah satu cara untuk meningkatkan aktivitas katalis yang berintikan paladium adalah menggunakan senyawa paladium bebas klorida. Penghilangan klorida dari permukaan logam paladium dan atau paladium oksida ternyata tidak mudah dilakukan karena membutuhkan suatu proses tambahan. Cara yang paling mudah dilakukan untuk mendapatkan katalis paladium bebas klorida adalah digunakannya suatu prekursor senyawa paladium bebas klorida (Prodjosantoso, 1996 : *Thesis*).

Senyawa kompleks ammonium bioksalatopalladat(II)  $((\text{NH}_4)_2[\text{Pd}(\text{C}_2\text{O}_4)_2])$  merupakan senyawa kompleks organologam bebas klorida yang sederhana dan relatif mudah disintesis. Senyawa ini dapat terurai dalam pemanasan pada temperatur relatif rendah menghasilkan logam paladium dan atau paladium oksida, sehingga memenuhi syarat untuk digunakan sebagai prekursor katalis bebas klorida (Blokhin, Solov'ev, Blokhina, Yakimov, & Kirik, 1995 : 1241). Namun peneliti tersebut tidak meneliti aplikasi penggunaan prekursor tersebut dalam katalis sistem logam-teremban. Hal tersebut mendorong peneliti untuk melakukan penelitian uji katalis terhadap hasil preparasi.

Aktivitas katalis juga dapat ditingkatkan dengan cara memperluas permukaan katalis. Pendistribusian partikel katalis Pd pada permukaan pengemban seperti karbon dan silika dapat memenuhi kebutuhan tersebut. Katalis dibuat dengan cara menempelkan komponen logam aktif ke dalam suatu bahan pengemban berpori menggunakan metode impregnasi. Komponen logam aktif diharapkan dapat terdispersi secara merata ke seluruh permukaan dan pori-pori bahan pengemban. Metode ini banyak digunakan dalam pembuatan katalis karena ditinjau dari proses pembuatannya sangat sederhana, mudah dilakukan, murah, serta komponen aktif logam katalis didistribusikan secara merata ke seluruh pori-pori bahan pengemban sehingga terbentuk suatu sistem dispersi yang baik dan homogen (Campbell, 1988).

Karbon (C) yang digunakan sebagai pengemban adalah arang aktif yang mempunyai pori yang terbuka lebar. Struktur dasar arang aktif dapat dilihat pada gambar 1. Pada gambar terlihat bahwa arang tersusun oleh plat- plat datar yang

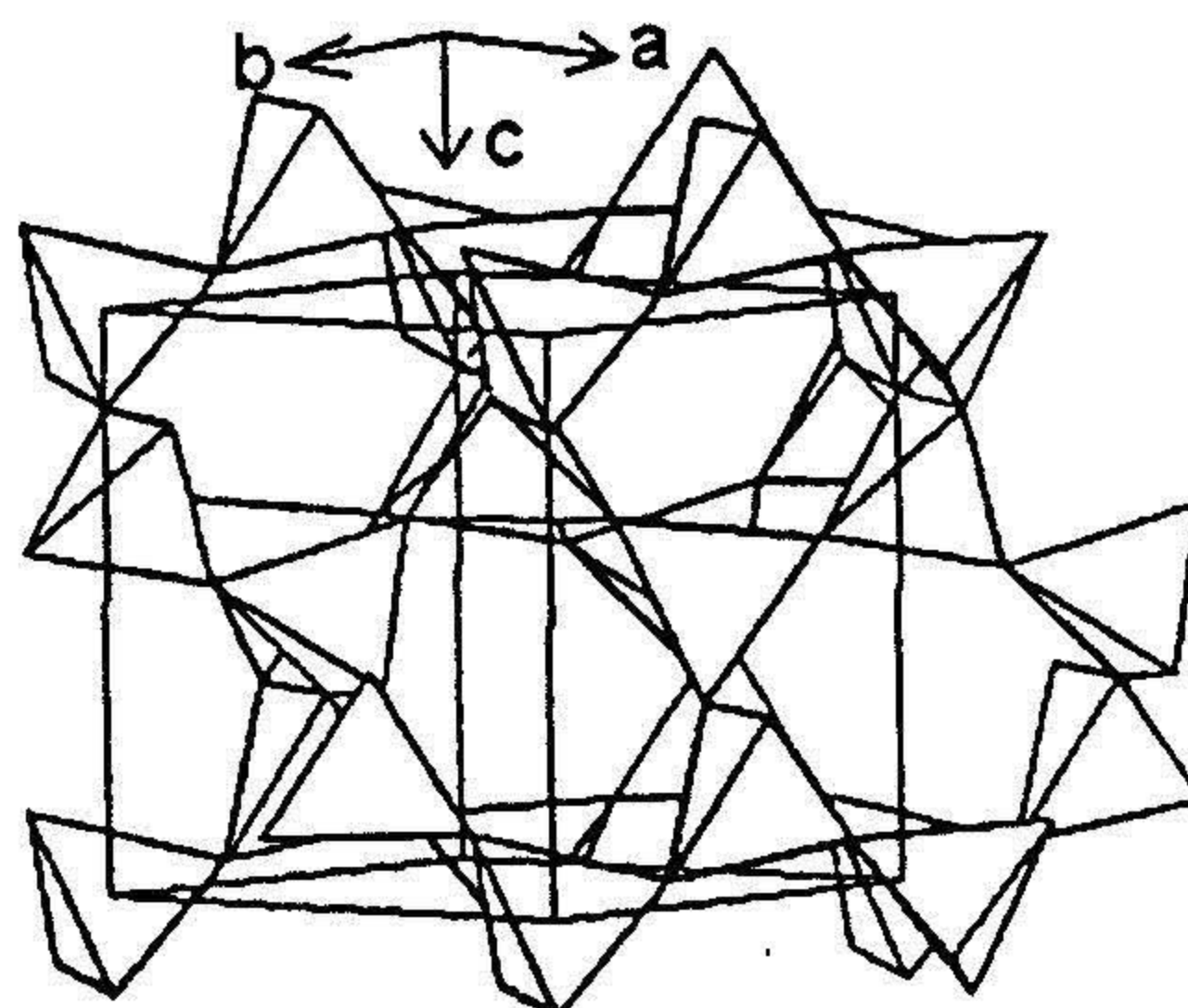


Gambar 1. Struktur Arang

atom karbonnya tersusun dalam kisi heksagon. Setiap atom karbon terikat secara kovalen dengan atom karbon lainnya, sehingga atom karbon akan dikelilingi oleh mepat atom karbon lainnya. Plat- plat ini bertumpuk membentuk kristal dengan pori antara  $4 - 6 \text{ \AA}$  dan luas permukaan sekitar  $100 \text{ m}^2/\text{gram}$ , sehingga dapat berfungsi sebagai pengemban.

Sedangkan silika merupakan senyawa berstruktur polimerik tiga dimensi dengan jaringan ikatan kovalen Si-O membentuk suatu molekul raksasa. Jaringan tersebut mengandung spesies "penghubung" tetrahedral  $\text{SiO}_4$ , dengan setiap atom Si diikat oleh 4 atom

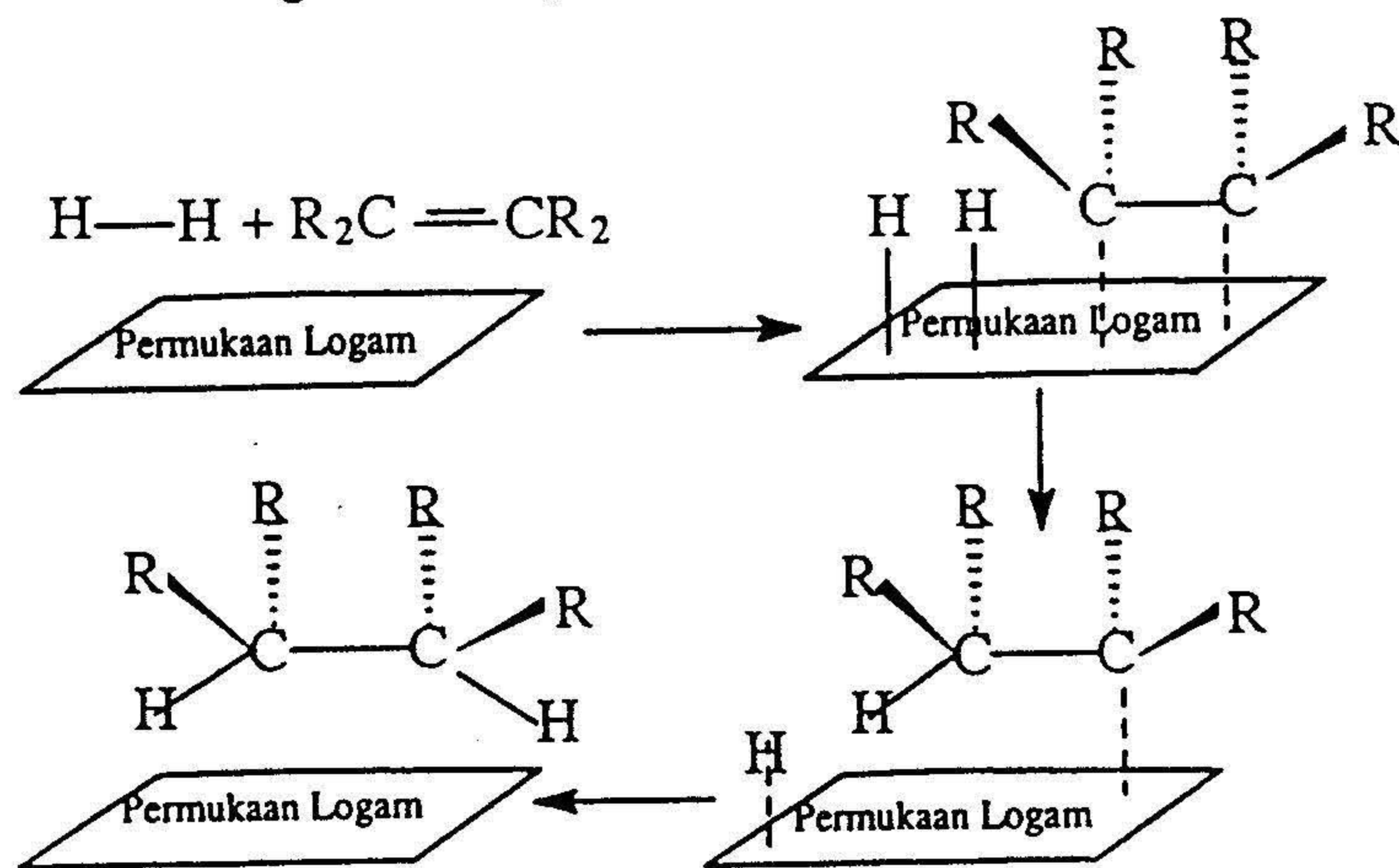
C dan setiap atom O diikat oleh atom Si, seperti gambar 2. Dengan demikian maka struktur silika tersebut memungkinkan terdapatnya pori-pori yang dapat berfungsi sebagai pengemban suatu katalis.



Gambar 2. Struktur Pori Silika

Reaksi hidrogenasi bersifat eksoterm, tetapi reaksi ini tidak berjalan spontan karena butuh energi aktivasi yang besar. Pemanasan yang diberikan tidak dapat mensuplai energi yang cukup untuk membawa molekul ke keadaan transisi, sehingga diperlukan suatu katalis untuk memperlancar reaksi.

Reaksi katalitik hidrogenasi terjadi karena permukaan logam akan mengadsorbsi hidrogen, kemudian ikatan sigma  $H_2$  terputuskan dan membentuk ikatan logam-hidrogen.



Gambar 3. Proses Reaksi Hidrogenasi Menggunakan Katalis Logam

Gambar 3 merupakan simulasi reaksi hidrogenasi alkuna. Alkuna teradsorbsi pada permukaan logam, yang ikatan  $\pi$  nya berinteraksi dengan orbital kosong dari molekul alkuna tersebut. Kemudian molekul alkuna akan bergerak di atas permukaan logam untuk kemudian dapat berinteraksi dengan hidrogen untuk menghasilkan produk hidrogenasi. Efek keseluruhan katalis tersebut adalah menyediakan suatu permukaan supaya reaksi dapat terjadi dengan melemahkan ikatan-ikatan hidrogen dan alkuna. Akibatnya ialah penurunan energi



aktivasi reaksi tersebut. Jadi, suatu katalis tidak mengubah energi pereaksi dan produk.  $\Delta H$  reaksi tidak diubah oleh kerja katalitik, hanya energi aktivasi yang berubah.

Penelitian ini bertujuan untuk membandingkan aktivitas katalitik Pd-PdO yang diembankan pada Silika ( $\text{SiO}_2$ ), dan karbon (C) sebagai katalis pada reaksi hidrogenasi nitrobenzen. Aktivitas katalitik ditentukan dengan cara mengkarakte-risasi hasil reaksi menggunakan metode kromatografi gas. Aktivitas katalitik dinyatakan sebagai perbandingan banyaknya senyawa yang dihasilkan dengan pereaksi, sedangkan selektifitas merupakan perbandingan antara banyaknya senyawa yang diharapkan dengan semua senyawa yang dihasilkan pada reaksi tersebut.

## METODE PENELITIAN

Preparasi katalis dilakukan menggunakan senyawa prekursor ammonium bisoksalatopaladat(II) ( $(\text{NH}_4)_2 [\text{Pd}(\text{C}_2\text{O}_4)] \cdot \text{H}_2\text{O}$ ). Metode pengembanan yang dipilih adalah impregnasi basah, menggunakan 4 % palladium. Hasil preparasi dikalsinasi selama 2 jam pada suhu  $700^\circ\text{C}$  dibawah aliran gas nitrogen untuk mendekomposisi senyawa  $(\text{NH}_4)_2[\text{Pd}(\text{C}_2\text{O}_4)] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  menjadi Pd dan PdO. Sedangkan reduksi dibawah aliran gas hidrogen dilakukan pada suhu  $400^\circ\text{C}$  selama 2 jam. Perlakuan ini bertujuan untuk mereduksi senyawa PdO menjadi Pd.

Karakterisasi katalis hasil preparasi dilakukan menggunakan difraksi sinar X *Shimadzu* XRD-6000 dengan sumber radiasi Cu. Pola difraksi hasil karakterisasi senyawa prekursor maupun katalis Pd-PdO dibandingkan dengan JCPDS Pd dan PdO. Sedangkan karakterisasi dengan spektroskopi infra-merah *Shimadzu* - FTIR 8100 dilakukan dengan metode pelet KBr. Karakterisasi ini digunakan untuk mengetahui gugus fungsi katalis, katalis teremban sebelum maupun setelah kalsinasi.

Aktivitas katalis pada reaksi hidrogenasi diuji dengan cara menggunakan katalis tersebut pada reaksi hidrogenasi senyawa nitrobenzena, dengan rasio katalis dan pereaksi 0,01 b/v. Nitrobenzena yang digunakan adalah 5% dalam isopropil alcohol. Reaksi dilakukan dalam reaktor yang dialiri gas hidrogen dengan kecepatan alir 12 ml / menit dengan pengadukan kontinyu selama variasi waktu tertentu. Hasil reaksi dianalisis dengan kromatografi gas *Shimatzu* GC-14B.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### 1. Karakterisasi Katalis Pd-PdO teremban dengan XRD

Spektra karakterisasi katalis Pd-PdO hasil preparasi impregnasi dengan silika dan karbon secara difraksi sinar X telah diringkas seperti dalam tabel 1.

Tabel 1. Harga  $d$  dari Katalis Hasil Impregnasi

Pd-PdO/C			Pd-PdO/SiO <sub>2</sub>		
$2\theta^{\circ}$	$d$ (Å)	%	$2\theta^{\circ}$	$d$ (Å)	(%)
28,51	3,12	97	28,57	3,12	21
30,83	2,89	20	30,88	2,89	16
35,66	2,51	20	35,78	2,50	6
38,02	2,36	24	37,94	2,36	6
39,94	2,25	88	40,06	2,25	23
41,00	2,20	12	40,80	2,20	12
42,59	2,12	33	42,58	2,12	6
43,31	2,09	21	43,01	2,10	7

Sedangkan informasi hasil karakterisasi katalis terembankan pada silika dan karbon yang diaktifkan dengan cara mereduksi dalam gas hidrogen, dirangkum dalam tabel 2.

Tabel 2. Harga  $d$  dari Katalis teremban tanpa reduksi

Pd-PdO/C			Pd-PdO/SiO <sub>2</sub>		
$2\theta^{\circ}$	$d$ (Å)	%	$2\theta^{\circ}$	$d$ (Å)	(%)
--	--	--	21,54	4,19	11
--	--	--	21,92	4,05	9
35,86	2,50	20	35,94	2,49	23
39,90	2,25	100	39,99	2,25	100
46,45	1,95	40	46,52	1,95	34
60,58	1,52	5	60,63	1,52	5
67,93	1,37	19	67,48	1,38	4
--	--	--	68,48	1,36	6
72,59	1,30	4	72,61	1,30	5

Pola difraksi sinar-X untuk katalis hasil impregnasi menunjukkan bahwa prekursor telah terdispersi pada pengemban silika. Hal tersebut didasari munculnya puncak dari senyawa kristalin  $(\text{NH}_4)_2[\text{Pd}(\text{C}_2\text{O}_4)_2]$  diantara puncak-puncak dari senyawa amorf silika. Puncak silika terdeteksi khas pada  $2\theta$  sekitar  $22^\circ$ , dengan terdapat *hump* pada jarak  $\sim 4\text{\AA}$  yang menunjukkan silika non-kristalin (Herdianita, N.R dkk, 1999 : 41).

Katalis teremban silika dan karbon yang tereduksi terdominasi oleh bentuk logamnya, yaitu Pd (111), Pd (200), dan Pd (220) pada kedudukan  $2\theta$  di sekitar:  $39^\circ$ ;  $46^\circ$ ; dan  $67^\circ$ , sesuai dengan kartu JCPDS no. 37-0643, dan terbentuk sedikit spesi PdO (200) dan PdO (210) pada kedudukan  $2\theta$  :  $60^\circ$  dan  $68^\circ$ , sesuai dengan penelitian Waser dkk.

## 2. Karakterisasi Katalis Pd-PdO teremban dengan FTIR

Katalis Pd-PdO teremban dipreparasi dengan menggunakan impregnasi basah melalui perendaman dengan bahan pengemban dalam larutan prekursor  $(\text{NH}_4)_2[\text{Pd}(\text{C}_2\text{O}_4)_2]$ . Hasil impregnasi berupa kristal warna kuning. Secara ringkas informasi spektrum IR oleh tiap gugus fungsi diperlihatkan pada Tabel 3.

Tabel 3. Informasi Spektrum IR Katalis Hasil Impregnasi dan Kalsinasi

Vibrasi	Bilangan gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )			
	Hasil impregnasi		Hasil kalsinasi	
	Pd-PdO/C	Pd-PdO/SiO <sub>2</sub>	Pd-PdO/C	Pd-PdO/SiO <sub>2</sub>
—O—H	3449	3448, 1545	3430	
—C=O	843; 1638	1626	843; 1630	
Si—O—Si	--	1099, 972, 797	--	
-C-O	1213;1283	--	1229; 1333	

Spektrum IR untuk katalis terimpregnasi maupun tereduksi, baik yang teremban silika maupun karbon tidak menunjukkan perbedaan yang berarti seperti terlihat pada tabel 3 di atas.

Hasil karakterisasi menggunakan IR diidentifikasi secara kualitatif dengan membandingkannya dengan pola IR dan difraksi sinar-X dari pengemban. Penggunaan IR untuk karakterisasi sangat terbatas dan tidak dapat memberikan informasi detail, terutama untuk ikatan logam-ligan. Hal tersebut berkait dengan keterbatasan alat, dimana hanya dapat merekam spektrum pada kisaran bilangan gelombang  $400\text{ cm}^{-1}$  sampai  $4000\text{ cm}^{-1}$ , sedangkan informasi tentang struktur dan ikatan yang berupa vibrasi logam-ligan terjadi pada kisaran bilangan gelombang antara  $200\text{ cm}^{-1}$  sampai  $800\text{ cm}^{-1}$ .



Profil GC hasil reaksi hidrogenasi katalitik oleh katalis hasil preparasi menunjukkan kecenderungan kenaikan produk untuk setiap kenaikan waktu. Tidak terlihat suatu perbedaan yang signifikan hasil reaksi antara katalis yang diaktivasi dengan proses reduksi maupun tidak. Sebagai perbandingan dilakukan uji aktivitas silika sebagai katalis reaksi hidrogenasi nitrobenzena, dengan waktu 3 jam. Ternyata hasil hidrogenasi benar-benar disebabkan oleh katalis hasil preparasi baik dalam bentuk oksida paladium maupun logamnya. Konsentrasi hasil reaksi adalah sebanding dengan persen area yang terdeteksi pada GC yang disajikan dalam bentuk tabel yang dapat dilihat secara terinci dalam tabel 5.

Tabel 5. Tabel 5. Konsentrasi Hasil Reaksi Hidrogenasi Tiap Waktu

Waktu reaksi (jam)	Hasil (% area)		Aktivitas		Selektivitas	
	Katalis teremban pada					
	SiO <sub>2</sub>	C	SiO <sub>2</sub>	C	SiO <sub>2</sub>	C
0,5	0	0,25	0	7,68	0	0
1	5,3	1,17	5,7	35,46	0	0
1,5	--	2,32	--	69,80	--	100
2	99,2	4,47	91,4	100	6,12	100
2,5	100	--	100	--	100	--

Tabel 5. memperlihatkan bahwa reaksi hidrogenasi berlangsung sempurna setelah 2 jam untuk yang menggunakan katalis terembankan pada karbon. Sedangkan untuk reaksi hidrogenasi menggunakan pengemban silika konversi berjalan sempurna setelah 2,5 jam. Sedangkan selektifitas yang merupakan ukuran keefektifan suatu katalis dicapai oleh Pd-PdO teremban karbon pada waktu reaksi 1,5 jam. Waktu ini jauh lebih cepat dibandingkan katalis yang diembankan pada silika.

Pengembanan katalis Pd-PdO pada karbon ternyata lebih menguntungkan dibandingkan dengan pengembanan pada silika. Karbon mempunyai struktur amorf, sehingga bila dibandingkan dengan silika maka luas permukaan karbon untuk volume yang sama akan lebih besar. Karena luas permukaan karbon lebih besar daripada silika, maka kemungkinan jumlah Pd-PdO yang teremban pada karbon akan lebih besar dibandingkan dengan silika, dan ini berarti situs aktif yang teremban pada karbon lebih besar dibandingkan pada silika. Selain itu struktur silika yang kristalin akan menyebabkan terjadinya kekakuan dari ikatan antara Pd-PdO dengan silika akibatnya ikatan antara situs aktif dan gas hidrogen mungkin akan mengalami hambatan akibat terbentuknya tegangan muka yang tinggi. Sehingga diperlukan energi yang lebih tinggi untuk mengikat hidrogen pada permukaan.

## KESIMPULAN

Hasil penelitian memperlihatkan bahwa Pd-PdO teremban karbon mempunyai aktivitas katalitik untuk reaksi hidrogenasi nitrobenzena lebih besar dari pada yang teremban pada silika. Sedangkan selektifitas 100% untuk Pd-PdO teremban karbon tercapai setelah 1,5 jam dan untuk Pd-PdO teremban Silika tercapai setelah 2,5 jam.

## DAFTAR PUSTAKA

- Blokhin, A.I., Solov'ev L. A., Blokhina M.L., Yakimov I.S., and Kirik S.D. (1995). Preparation, Structure, and thermal Properties of  $\text{Na}_2[\text{Pd}(\text{C}_2\text{O}_4)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ . *Russian Journal of Inorganic Chemistry*. 40:1241.
- Cotton, F.A. and Wilkinson, G. (1999). *Advanced Inorganic Chemistry 6<sup>th</sup> ed.* New York : John Wiley & Sons.
- Finar, I.L. (2002). *Chemistry Vol. I : The Fundamental Principles. Sixth. Edition.* London.
- Fujita, F., Martell, A.E., dan Nakamoto, K. (1962). Infrared Spectra of Metal Chelate Compounds. VI. A Normal Coordinate Treatment of Oxalato Metal Complexes. *The Journal Chemical Physics*. 36 : 324.
- Hartley, F.R. (1991). *Chemistry of the Platinum Group Metals.* Amsterdam: Elsevier.
- Ian M. Campbell. (1988). *Catalyst at Surfaces.* London : Chapman and Hall.
- Ivanov-Emin, B.N. et. al. (1974). Preparation and Physicochemical Properties of Sodium Tetrahydroxopalladate(II). *Russian Journal of Inorganic Chemistry*. 19:1026.
- Kukushikin, Y.N., Antonov, P.G. and Dubonos, K.I. (1976). Hydrolysis of Platinum-Tin-Halide Complexes. *Russian Journal of Inorganic Chemistry*. 21: 1348.
- Paulis, M., Peyrard, H., dan Montes, M., (2001). Influence of Chlorine on the Activity and Stability of Pt/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Catalysts in the Complete Oxidation of Toluene. *Journal of Catalysts*. 199. 30-40.
- Prodjosantoso, A.K. (1996). The Structure and Properties of Oxalate Materials : Precursor for Catalyst. *Thesis.* University of Sidney.
- Tanielyan, A.K. and Augustine, R.L. 1994. Acetoxylation of Toluene Catalyzed by Supported Pd-Sn Catalysis. *Journal of Molecular Catalysis*. 87:311-328.
- Waser, J., Levy, Henry, A., dan Peterson, S.W. (1953). The Stucture of PdO. *Jurnal of Cryst*, 6 : 661.