

# Sintesis dan Difraktogram $Mg_{1-x}Cu_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$ ( $x = 0; 0,025; 0,05; 0,075; 0,1$ dan $0,15$ )

Irsalina Rizki Rachma dan Irminda K. Murwani  
Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)  
Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111  
E-mail: irmina@chem.its.ac.id

**Abstrak**-Pada penelitian ini dilakukan sintesis katalis  $Mg_{1-x}Cu_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$  ( $x = 0; 0,025; 0,05; 0,075; 0,1; 0,15$ ) melalui metode sol-gel. Struktur padatan dikarakterisasi dengan difraksi sinar-X. Difraktogram hasil sintesis menunjukkan bahwa katalis  $Mg_{1-x}Cu_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$  memiliki struktur amorf.

**Kata Kunci**- $MgF_{0,66}(OH)_{1,34}$ ;  $Mg_{1-x}Cu_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$ .

## I. PENDAHULUAN

**T**embaga (Cu) merupakan salah satu logam transisi yang keberadaannya di alam sangat melimpah dan sudah banyak dimanfaatkan dalam dunia industri dan sains. Tembaga memiliki sifat keasaman Lewis yang relatif tinggi dan dapat digunakan sebagai katalis asam heterogen. Beberapa katalis dari logam Cu sudah mulai dikembangkan.  $MgF_{2-x}(OH)_x$  merupakan katalis asam heterogen yang memiliki stabilitas termal yang tinggi dan memiliki keasaman yang sedang [4]. Karakterisasi X-Ray Diffraction (XRD) dimaksudkan untuk mengidentifikasi struktur kristal dari suatu padatan [1].

Metode sol-gel merupakan metode sintesis material yang pada prosesnya melibatkan larutan sebagai medianya [2]. Metode ini memiliki kelebihan yaitu dapat memperbesar luas permukaan [3]. *Doping* adalah preparasi katalis dengan cara penambahan secara berurutan antara logam dan prekursor yang digunakan dalam sintesis katalis. Dengan cara ini diharapkan dapat meningkatkan sisi aktif dari katalis. Oleh karena itu dilakukan *doping* Cu ke dalam  $MgF_{0,66}(OH)_{1,34}$  dan dilakukan variasi mol Cu untuk mengetahui mol optimum *doping* logam sebagai padatan katalis.

## II. METODOLOGI PENELITIAN

### A. Sintesis Serbuk $MgF_{0,66}(OH)_{1,34}$ dan $Mg_{1-x}Cu_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$

Sintesis katalis  $MgF_{0,66}(OH)_{1,34}$  dibuat sesuai dengan metode yang dilakukan oleh Wuttke dkk. [4], yaitu dengan cara *Mg turning* direaksikan dengan

metanol. Selanjutnya ditambahkan larutan HF 48% kemudian diaduk dengan bantuan *magnetic stirrer* hingga terbentuk sol yang homogen. Sol tersebut diaduk terus menerus hingga terbentuk gel. Kemudian gel diperam sampai terbentuk gel stabil. Selanjutnya gel stabil dikeringkan dengan cara vakum dan dilakukan kalsinasi pada suhu 300 °C.

Seperti pada sintesis katalis  $MgF_{0,66}(OH)_{1,34}$ . Sintesis katalis  $Mg_{1-x}Cu_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$  dimulai dengan prekursor  $Mg(OCH_3)_2$ . Kemudian, ditambahkan larutan  $Cu^{2+}$ . Tahapan selanjutnya, sama dengan sintesis  $MgF_{0,66}(OH)_{1,34}$  hingga didapatkan serbuk yang siap dikarakterisasi.

### B. Karakterisasi Struktur Katalis dengan X-Ray Diffraction

Serbuk yang diperoleh kemudian dikarakterisasi strukturnya dengan difraktometer sinar-X. Pengukuran dilakukan pada  $2\theta$  sebesar 20-80° dengan interval 0,05° sumber sinar yang digunakan adalah radiasi sinar  $CuK_\alpha$  dengan panjang gelombang 1,54 Å. Difraktogram yang diperoleh dibandingkan dengan standar dari program PCPDFWIN database JCPDS-International Centre for Diffraction Data Tahun 2001.

## III. HASIL DAN DISKUSI

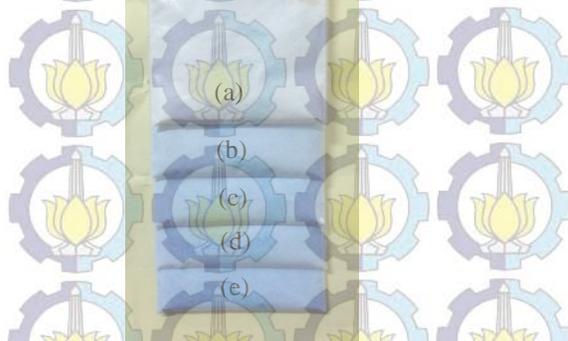
### A. Hasil Sintesis $MgF_{0,66}(OH)_{1,34}$ dan $Mg_{1-x}Cu_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$

Sintesis katalis  $MgF_{0,66}(OH)_{1,34}$  dalam penelitian ini dilakukan dengan metode sol-gel. Menurut Perego dan Villa (1997), metode sol-gel memiliki kelebihan yaitu tingkat homogenitas tinggi, memiliki luas permukaan yang besar. Metode sintesis ini diadopsi dari penelitian yang telah dilakukan oleh Wuttke dkk. [4].

Tahapan pertama adalah pembentukan logam alkoksida, dalam penelitian ini logam alkoksida yang dimaksud adalah  $Mg(OCH_3)_2$ . Kemudian pada logam alkoksida tadi ditambahkan larutan HF 48%. Kemudian diaduk dengan *magnetic*

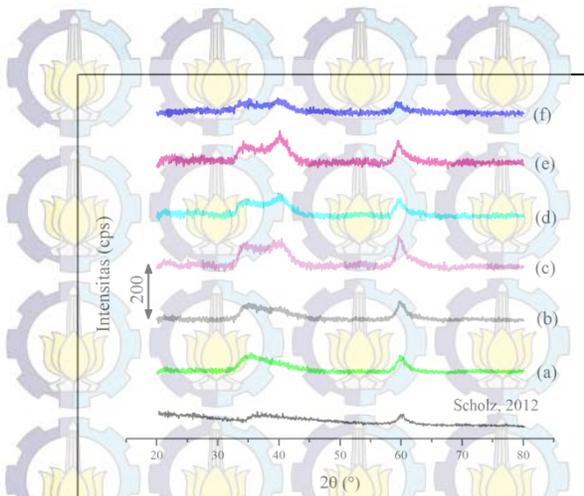
*stirrer* hingga terbentuk sol, diaduk hingga terbentuk gel. Gel yang terbentuk kemudian diperam hingga didapatkan gel stabil. Selanjutnya, gel stabil dikeringkan hingga diperoleh padatan putih.

Pada penelitian ini dilakukan sintesis katalis *doping* Cu kedalam  $MgF_{0,66}(OH)_{1,34}$ . Menurut Murthy dkk. (2015) suatu katalis dapat ditingkatkan aktivitasnya dengan metode *doping*. Sintesis katalis  $Mg_{1-x}Cu_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$  sama dengan sintesis katalis  $MgF_{0,66}(OH)_{1,34}$ . Bedanya yaitu sebelum ditambahkan larutan HF, ditambahkan larutan  $Cu^{2+}$ . Kemudian tahapan selanjutnya sesuai dengan sintesis  $MgF_{0,66}(OH)_{1,34}$ . Pengamatan secara visual dapat dilihat pada Gambar 1 yang menunjukkan adanya perbedaan warna. Semakin besar variasi *doping* logam yang dimasukkan, maka intensitas warna pada padatan semakin kuat.



Gambar 1 Serbuk katalis pada variasi *doping* Cu: (a) 0,025; (b) 0,05; (c) 0,075; (d) 0,1 dan (e) 0,15

Padatan hasil sintesis kemudian dikarakterisasi strukturnya dengan *X-ray Diffraction* (XRD). Difraktogram yang diperoleh untuk semua sampel (Gambar 2 (a-f)) memiliki puncak yang hampir mirip dengan difraktogram  $MgF_{0,5}(OH)_{1,5}$  yang diamati oleh Scholz (2012). Selain itu, difraktogram yang diperoleh dicocokkan juga dengan database  $MgF_2$  (PDF 70-2269),  $MgO$  (PDF 87-0651) dan  $CuO$  (PDF 80-1916). Hasil pencocokan tersebut menunjukkan bahwa tidak muncul puncak dari  $MgF_2$  maupun  $MgO$ . Penambahan Cu menyebabkan muncul dua gundukan pada daerah antara  $2\theta = 35-40^\circ$ . Kemunculan dua gundukan tersebut merupakan indikasi *doping* Cu telah terjadi dalam sampel.



Gambar 2 Difraktogram hasil sintesis katalis  $Mg_{1-x}Cu_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$  dengan (a)  $x=0$ ; (b)  $x=0,025$ ; (c)  $x=0,05$ ; (d)  $x=0,075$ ; (e)  $x=0,1$ ; (f)  $x=0,15$

#### IV. KESIMPULAN

Katalis  $Mg_{1-x}Cu_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$  ( $x= 0; 0,025; 0,05; 0,075; 0,1$  dan  $0,15$ ) telah berhasil disintesis dengan metode sol-gel. Data difraktogram menunjukkan bahwa hasil sintesis katalis sesuai dengan difraktogram penelitian dari Scholz (2012) yang memiliki struktur amorf. Difraktogram  $Mg_{1-x}Cu_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$  ( $x= 0,025; 0,05; 0,075; 0,1$  dan  $0,15$ ) menunjukkan adanya pengaruh *doping* Cu terhadap pergeseran puncak  $2\theta$ .

#### UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih yang sebesar-besarnya disampaikan kepada tim penelitian katalis, Laboratorium Kimia Material dan Energi dan Jurusan Kimia FMIPA ITS, serta semua pihak yang turut membantu.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] Cullity, B.D. (1956). "Elements of X Ray Diffraction". Addison-Wesley Publishing Company, Inc., United State of America.
- [2] Purwanto, A. (2008). "Synthesis Nanopartikel dengan Metode Sol-Gel". Jakarta Press: Jakarta.
- [3] Septiana W. (2007). "Sintesa Nanokristal Mesopori  $TiO_2$  dengan Metoda Sol-Gel". Surabaya.
- [4] Wuttke S., Coman S. M., Scholz G., Kirmse H., Vimont A., Daturi M., Schroeder S. L. M. and Kemnitz E. (2008). "Novel Sol-Gel Synthesis of acidic  $MgF_{2-x}(OH)_x$  materials". *European Journal Chemistry*. 11488-11499.

- [5] Scholz G., Stosiek C., Feist M., Kemnitz E. (2012). "Magnesium Hydroxide Fluorides – New Materials with Adjustable Composition and Properties". Department of Chemistry. *European Journal Inorganic*. 2337-2340.

