

Pengaruh Variasi mol OH terhadap Struktur Katalis $MgF_{2-x}(OH)_x$

Husnul Khotimah dan Irmira 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 $MgF_{2-x}(OH)_x$ ($x = 0; 0,5; 1; 1,34$ dan 2) melalui metode sol-gel dan dikarakterisasi struktur padatan dengan difraksi sinar-X. Difraktogram $MgF_{2-x}(OH)_x$ hasil sintesis menunjukkan bahwa katalis memiliki struktur amorf. Jumlah OH yang semakin banyak pada katalis $MgF_{2-x}(OH)_x$ menghasilkan difraktogram yang semakin mirip dengan MgF_2 .

Kata Kunci—Katalis $MgF_{2-x}(OH)_x$; metode sol-gel; difraksi sinar-X

I. PENDAHULUAN

Katalis didefinisikan sebagai senyawa yang dapat mempercepat laju reaksi kimia dan terlibat dalam reaksi tetapi bukan sebagai reaktan maupun produk [1]. Katalis dapat mempercepat laju reaksi dengan cara memberikan jalur reaksi alternatif dengan energi aktivasi yang lebih rendah [2]. Selain bertujuan untuk mempercepat reaksi, katalis juga bertujuan untuk meningkatkan efisiensi reaksi, meningkatkan selektivitas terhadap produk yang diinginkan sehingga dapat meningkatkan *yield*/hasil reaksi [3]. Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) dimaksudkan untuk mengidentifikasi fasa bulk suatu padatan dan untuk menentukan sifat kristal atau kristalinitas dari suatu padatan. XRD menjadi teknik yang cukup handal dan mendasar untuk mengevaluasi sifat-sifat fasa kristal dan ukuran kristal [4].

Metode sol-gel merupakan metode yang tepat untuk sintesis katalis dan memiliki beberapa keunggulan yaitu distribusi pori yang merata dan homogenitas yang tinggi. Sintesis dengan metode sol-gel dapat dilakukan pada suhu kamar dan menghasilkan material dengan luas permukaan yang besar [5]. Pada penelitian ini dilakukan sintesis turunan MgF_2 yang memiliki asam Brønsted yaitu dengan memodifikasi MgF_2 menjadi $MgF_{2-x}(OH)_x$. Adapun OH yang digunakan untuk mengganti sebagian F dilakukan dengan variasi jumlah OH pada katalis yaitu $0 \leq x \leq 2$ dan diamati pengaruh jumlah OH terhadap struktur dan luas permukaan katalis.

II. METODOLOGI PENELITIAN

A. Sintesis $MgF_{2-x}(OH)_x$

Sintesis katalis $MgF_{2-x}(OH)_x$ ($x = 0; 0,5; 1; 1,34$ dan 2) dilakukan sesuai dengan metode yang dilakukan oleh

Wuttke dkk. [8]. Sintesis diawali dengan mereaksikan sejumlah Mg *turning* dengan metanol kering dan direfluks pada suhu $65\text{ }^\circ\text{C}$ sampai terbentuk emulsi putih. Sejumlah stoikiometri HF 48% ditambahkan ke dalam emulsi putih tersebut sambil dilakukan pengadukan sampai terbentuk sol. Sol diaduk sampai homogen hingga terbentuk gel. Gel yang telah terbentuk diperam hingga terbentuk gel stabil kemudian dilakukan pengeringan dengan vakum, dilanjutkan dengan kalsinasi $300\text{ }^\circ\text{C}$.

B. Karakterisasi Struktur dengan X-Ray Diffraction

Katalis hasil sintesis dikarakterisasi struktur kristalnya dengan difraktometer sinar-X. Sebelum dilakukan karakterisasi, sampel digerus sampai halus kemudian diletakkan pada sampel *holder*, dipadatkan dan diratakan permukaannya. Pengukuran dilakukan pada 2θ antara $20\text{--}80^\circ$ dengan inkremen sebesar $0,05^\circ$. Sumber sinar yang digunakan untuk pengukuran adalah radiasi sinar CuK_α dengan panjang gelombang $1,54\text{ \AA}$. Difraktogram yang diperoleh kemudian dicocokkan dengan standar program PCPDFWIN dari *database JCPDS-International Centre for Diffraction Data Tahun 2001*.

III. HASIL DAN DISKUSI

A. Hasil Sintesis Katalis $MgF_{2-x}(OH)_x$

Sintesis katalis $MgF_{2-x}(OH)_x$ dalam penelitian ini dilakukan dengan metode sol-gel. Metode sol-gel dipilih karena menghasilkan material dengan homogenitas yang tinggi, volume pori dan luas permukaan yang besar serta distribusi ukuran pori yang merata [5]. Selain itu, metode sol-gel juga dapat dilakukan pada suhu ruang [6]. Menurut Wuttke dkk. [8], sintesis dengan metode sol-gel pada umumnya meliputi dua tahap yaitu hidrolisis logam alkoksida, biasanya dalam pelarut alkohol atau air dan tahap berikutnya adalah reaksi polimerisasi kondensasi. Pada sintesis MgF_2 dengan metode sol-gel terdapat sedikit perbedaan pada tahap polimerisasi yang digantikan dengan reaksi fluorolisis karena logam alkoksida direaksikan dengan larutan HF [8].

Proses sintesis pada penelitian ini diawali dengan pembuatan logam alkoksida. Pembuatan logam alkoksida dilakukan melalui reaksi antara magnesium *turning* dengan metanol dalam kondisi refluks.

Proses selanjutnya dari sintesis katalis pada penelitian ini adalah proses pembentukan sol. Prekursor magnesium metoksida yang telah disintesis selanjutnya ditambah dengan larutan HF. Penambahan HF dalam

$Mg(OCH_3)_2$ akan membentuk sol [8]. Sol yang terbentuk diaduk secara terus menerus dengan batuan *magnetic stirrer* sehingga terbentuk gel.

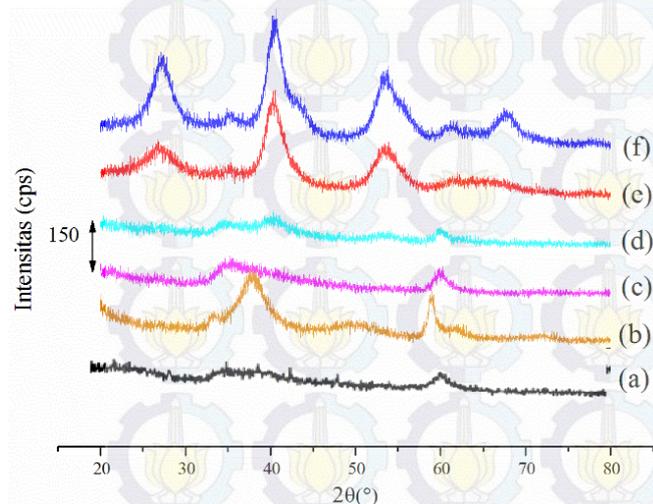
Gel yang terbentuk kemudian diperam (*aging*) agar terbentuk gel stabil. Kemudian dilakukan penguapan pelarut vakum pada suhu $70\text{ }^\circ\text{C}$ sehingga didapatkan padatan putih yang sudah kering. Padatan ini selanjutnya digerus dan dikalsinasi pada suhu $300\text{ }^\circ\text{C}$. pengamatan visual padatan hasil sintesis dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1 Padatan katalis hasil sintesis (a) MgF_2 , (b) $MgF_{1,5}(OH)_{0,5}$ (c) $MgFOH$ (d) $MgF_{0,66}(OH)_{1,34}$ (e) $Mg(OH)_2$

B. Hasil Karakterisasi Struktur dengan X-Ray Diffraction

Padatan hasil kalsinasi dikarakterisasi struktur kristalnya dengan *X-Ray Diffraction* (XRD). Hasil dari karakterisasi ini seperti ditampilkan pada Gambar 2. Hasil ini kemudian dicocokkan dengan dengan data standar program PCPDFWIN dari *database JCPDS-International Centre for Diffraction Data* Tahun 2001 juga dengan data hasil penelitian sebelumnya yaitu penelitian dari Telleria [10] dan Scholz [11].



Gambar 2 Difraktogram Katalis: (a) $MgFOH$ (Scholz, 2012) (b) $Mg(OH)_2$ (c) $MgF_{0,66}(OH)_{1,34}$ (d) $MgFOH$ (e) $MgF_{1,5}(OH)_{0,5}$ (f) MgF_2 .

Pada Gambar 2 dapat terlihat bahwa difraktogram sampel memiliki puncak lebar yang merupakan indikasi sampel bersifat amorf. Sampel MgF_2 memiliki puncak pada 2θ $27, 40, 53$ dan 67° sesuai dengan hasil penelitian yang telah dilakukan oleh Telleria [10] yang menyatakan bahwa puncak MgF_2 terdapat pada $2\theta = 27, 40, 53^\circ$. Sampel $MgF_{1,5}(OH)_{0,5}$ juga memiliki puncak karakteristik MgF_2 dengan intensitas puncak yang lebih rendah dari dan MgF_2 tidak terdapat puncak pada 2θ 67° .

Jika dicocokkan dengan standar MgF_2 , sampel $MgFOH$ memiliki puncak pada 2θ 40° yang merupakan puncak dari MgF_2 . Selain itu, sampel $MgFOH$ dan $MgF_{0,66}(OH)_{1,34}$ yang telah disintesis memiliki difraktogram yang mirip dengan sampel $MgFOH$ yang telah disintesis oleh Scholz [11].

Hasil pencocokan difraktogram sampel $Mg(OH)_2$ dengan difraktogram standar $Mg(OH)_2$ yang terdapat dalam *database JCPDS PDF No. 44-1482* menunjukkan kecocokan pada 2θ $33, 37$ dan 59° . Hasil ini menunjukkan bahwa sampel $Mg(OH)_2$ memiliki struktur kristal yang sesuai dengan standar yaitu struktur *brucite*.

IV. KESIMPULAN

Padatan $MgF_{2-x}(OH)_x$ ($x = 0 ; 0,5 ; 1 ; 1,34$ dan 2) telah berhasil disintesis dengan metode sol-gel. Difraktogram $MgF_{2-x}(OH)_x$ hasil sintesis menunjukkan bahwa katalis memiliki struktur amorf. Jumlah OH yang semakin banyak pada katalis $MgF_{2-x}(OH)_x$ menghasilkan difraktogram yang semakin mirip dengan MgF_2 .

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] Augustine R. L. "Heterogeneous Catalysis for the Synthetic Chemist". Marcel Dekker Inc., New York. 1996.
- [2] Atkins P. W. "Physical Chemistry, 4th edition". W. H. Freeman, New York. 1990.
- [3] Rutjes F. P. J. T., Feringa B. L., Kapteijn F., Meijer E. W. dan Reek J. N. H. "Future Perspective in Catalysis". In Netherlands. 2009.
- [4] G. Leofanti, G. Tozzola, M. Padovan, G. Petrini, S. Bordiga, and A. Zecchina, "Catalyst characterization: applications," *Catalysis Today*, vol. 34, no. 3-4, pp. 329-352. 1997.
- [5] Abu-Jdayil B. "Rheological Characteristics of Nickel-Alumina Sol-Gel Catalyst". *Fuel Processing Technology* 102, 85-89. 2012.
- [6] C. Peregó and P. Villa, "Catalyst preparation methods," *Catalysis Today*, vol. 34, no. 3-4, pp. 281-305. 1997.
- [7] Wojciechowska, A., Czajka, B., Pietrowski, M., Zieliński, M. "MgF₂ as A Non-Conventional Catalytic Support, Surface and Structure Characterization", *Catalysis Letters*. 66. 147-153. 2000.
- [8] Wuttke, S., Coman S.M., Kröhnert J., Jentoft F.C., dan Kemnitz E. "Sol-Gel Prepared Nanoscopic Metal Fluorides-A New Class of Tunable Acid-base Catalysts". *Catalysis Today*. 152, 2-10. 2010.
- [9] Candu N., Wuttke S., Kemnitz E., Coman S. M. dan Parvulescu V. I. "Friedel-Crafts Alkylations on Nanoscopic Inorganic Fluorides". *Applied Catalysis A: General*. 391, 169-174. 2011.

- [10] Telleria I, Agirrezabal, Hemmann F., Jäger C., Arias P.L., dan Kemnitz E. "Functionalized Partially Hydroxylated MgF_2 as Catalysts for the Dehydration of d-xylose to Furfural". *Journal of Catalysis*. 305, 81-91. 2013.
- [11] Scholz, G., Stosiek C., Feist M., dan Kemnitz E. "Magnesium Hydroxide Fluorides-New Materials with Adjustable Composition and Properties". *Eur. J. Inorg. Chem*, 2337-2340. 2012.

