

Sintesis dan Karakterisasi Struktur Kristal Katalis $Mg_{1-x}Ni_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$

TaslikahdanIrmirina 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 telah dilakukan sintesis katalis $Mg_{1-x}Ni_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$ ($x= 0; 0,025; 0,05; 0,075; 0,1$ dan $0,15$) dengan metode sol-gel dan dikarakterisasi struktur kristal dengan difraktometer sinar-X (XRD). Difraktogram katalis $Mg_{1-x}Ni_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$ memiliki struktur kristal seperti MgFOH.

Kata Kunci—MgFOH, *Doping*, Difraksi sinar-X

I. PENDAHULUAN

K eberadaan nikel (Ni) di alam sangat melimpah. Ni memiliki sifat keasaman yang relatif tinggi dan dapat digunakan sebagai katalis asam heterogen [7]. MgF_2 juga merupakan katalis heterogen yang memiliki keasaman Lewis [5] dan stabilitas termal yang tinggi[1]. Katalis hasil sintesis dikarakterisasi dengan difraktometer sinar-X(XRD) untuk mengetahui struktur kristal katalis [4].

Sol-gel merupakan metode yang tepat untuk sintesis katalis dan memiliki beberapa keunggulan, yaitu sintesis berlangsung pada suhu rendah dan menghasilkan material dengan luas permukaan yang besar serta aktivitas katalis yang tinggi [5]. *Doping* merupakan salah satu proses preparasi dalam sintesis katalis yang dilakukan dengan cara menambahkan secara berurutan antara *dopant* dan prekursor lain yang digunakan dalam sintesis katalis kemudian dikontakkan dalam jangka waktu yang telah ditentukan yang selanjutnya akan membentuk padatan [1]. Variasi *doping* Ni pada katalis $Mg_{1-x}Ni_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$ dilakukan untuk mengetahui jumlah optimum *doping* logam sebagai padatan katalis.

II. METODOLOGI PENELITIAN

A. Sintesis Katalis $Mg_{1-x}Ni_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$

Sebelum sintesis katalis dilakukan preparasi larutan stok Ni^{2+} . Larutan stok dibuat dari nikel asetat yang dilarutkan dalam metanol.

Tahap awal dari sintesis katalis $Mg_{1-x}Ni_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$ ($x=0; 0,025; 0,05; 0,075; 0,1$ dan $0,15$) adalah pembentukan magnesium metoksida melalui reaksi antara magnesium turning dan metanol sesuai perhitungan stoikiometri. Reaksi dilakukan dalam kondisi refluks pada suhu $65\text{ }^\circ\text{C}$ sampai

terbentuk emulsi putih kemudian ditambahkan larutan Ni^{2+} sesuai perhitungan stoikiometri. Emulsi yang terbentuk kemudian ditambahkan larutan HF 48% sesuai perhitungan stoikiometri sampai terbentuk sol. Sol diaduk terus menerus dengan *magnetic stirrer* pada suhu ruang sampai terbentuk gel. Gel diperam pada suhu ruang sampai terbentuk gel yang stabil. Kemudian gel dikeringkan dengan vakum pada suhu $70\text{ }^\circ\text{C}$ dan dilanjutkan dengan kalsinasi pada suhu $300\text{ }^\circ\text{C}$.

B. Karakterisasi Struktur dengan X-Ray Diffraction

Struktur Kristal dari padatan katalis hasil sintesis dikarakterisasi dengan XRD. Sampel katalis digerus sampai halus dengan mortar agat kemudian diletakkan pada *sample holder* dan diratakan permukaannya. Selanjutnya sampel dikarakterisasi dengan difraktometer. Pengukuran dilakukan dengan sumber sinar radiasi $Cu\ K_\alpha$ ($\lambda = 1,54\text{ \AA}$) pada sudut 2θ antara $20 - 80\text{ }^\circ$ dengan interval $0,05\text{ }^\circ$. Hasil difraktogram yang diperoleh dibandingkan dengan difraktogram standar dari program PCPDFWIN database JCPDS-International Centre for Diffraction Data Tahun 2001 untuk mengetahui apakah katalis yang terbentuk telah murni atau masih terdapat kontaminan lain.

III. HASIL DAN DISKUSI

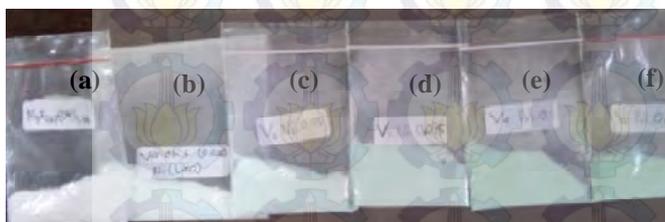
A. Hasil Sintesis Katalis $Mg_{1-x}Ni_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$

Metode yang digunakan pada sintesis katalis $Mg_{1-x}Ni_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$ adalah metode sol-gel yang diadopsi dari penelitian yang telah dilakukan oleh Prescott dkk. [5] dan dimodifikasi dengan reaksi fluorolisis antara prekursor logam alkoksida dan HF 48% [10].

Prekursor yang digunakan pada penelitian ini adalah logam alkoksida (magnesium metoksida) yang berasal dari reaksi antara magnesium turning dan metanol. Setelah terbentuk magnesium metoksida, dilakukan penambahan larutan Ni^{2+} sesuai kebutuhan dan HF. Penambahan larutan HF bertujuan agar terbentuk sol. Sol yang terbentuk diaduk terus menerus dengan *magnetic stirrer* hingga terbentuk gel.

Selanjutnya dilakukan proses pemeraman pada suhu ruang supaya terjadi reaksi pembentukan jaringan gel yang

lebih sempurna. Setelah proses pemeraman dihasilkan dua fasa, yaitu fasa cair dan fasa gel padat. Selanjutnya dilakukan proses pengeringan dengan vakum pada suhu 70 °C untuk mengilangkan air dan metanol yang terdapat dalam fasa cair hingga diperoleh gel kering yang kemudian dikalsinasi pada suhu 300 °C. Pengamatan visual gel kering hasil sintesis disajikan pada Gambar 1.

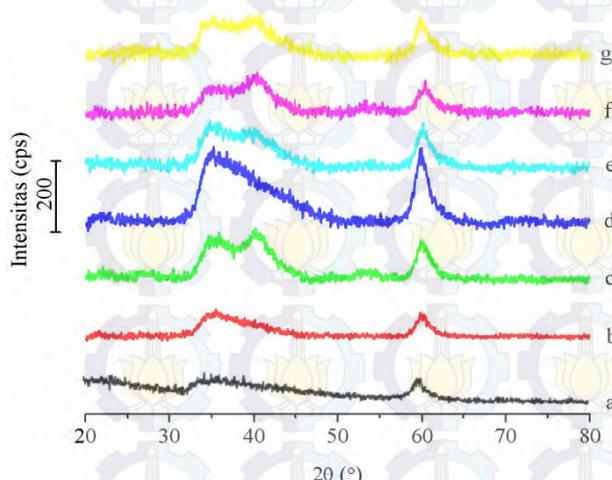


Gambar 1 Gel kering hasil sintesis katalis $Mg_{1-x}Ni_xF_{0,66}OH_{1,34}$ a) $x=0$; b) $x=0,025$; c) $x=0,050$; d) $x=0,075$; e) $x=0,1$ dan f) $x=0,15$

Variasi konsentrasi larutan Ni^{2+} menyebabkan adanya perbedaan warna pada gel kering, semakin besar konsentrasi *dopant* Ni yang ditambahkan semakin pekat warna hijau yang dihasilkan.

B. Hasil Karakterisasi Struktur Kristal Padatan Katalis dengan XRD

Karakterisasi padatan katalis dengan XRD berfungsi untuk mengetahui struktur kristal katalis. Difraktogram katalis $Mg_{1-x}Ni_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$ hasil sintesis dicocokkan dengan difraktogram $MgF_{0,5}(OH)_{1,5}$ pada penelitian yang telah dilakukan oleh Scholz dkk. [6] dan standar *database* JCPDS-ICDP dengan program PCPDFWIN. *Database* yang digunakan sebagai standar adalah *database* MgF_2 (70-2269), MgO (87-0651) dan NiO (78-0643). Adapun difraktogram hasil karakterisasi struktur kristal katalis $Mg_{1-x}Ni_xF_{0,66}OH_{1,34}$ hasil sintesis dengan instrumen XRD disajikan pada Gambar 2.



Gambar 2 Difraktogram katalis hasil sintesis : a) $MgF_{0,5}(OH)_{1,5}$ (Scholz dkk., 2011); b) $MgF_{0,66}(OH)_{1,34}$; c) $Mg_{0,975}Ni_{0,025}F_{0,66}(OH)_{1,34}$; d) $Mg_{0,95}Ni_{0,05}F_{0,66}(OH)_{1,34}$; e) $Mg_{0,925}Ni_{0,075}F_{0,66}(OH)_{1,34}$; f) $Mg_{0,9}Ni_{0,1}F_{0,66}(OH)_{1,34}$; g) $Mg_{0,85}Ni_{0,15}F_{0,66}(OH)_{1,34}$

Difraktogram katalis $Mg_{1-x}Ni_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$ hasil sintesis memiliki puncak lebar yang mengindikasikan bahwa katalis $Mg_{1-x}Ni_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$ bersifat amorf. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilaporkan oleh Scholz dkk. [6] bahwa puncak lebar pada difraktogram merupakan indikasi ketidakteraturan struktur kristal dalam sampel. Difraktogram katalis hasil sintesis tanpa *doping* maupun dengan *doping* Ni memiliki gundukan pada 2θ 35° dan puncak pada 2θ 60° yang sesuai dengan *database* standar $MgF_{0,5}(OH)_{1,5}$. Katalis hasil sintesis dengan konsentrasi *dopant* Ni sebesar 0,025; 0,075; 0,1 dan 0,15 mol menunjukkan adanya gundukan pada 2θ 43,381° yang merujuk pada *database* standar pada PDF No. 78-0643.

IV. KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat diambil kesimpulan bahwa $Mg_{1-x}Ni_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$ ($x=0$; 0,025; 0,050; 0,075; 0,1 dan 0,15) telah berhasil disintesis dengan metode sol-gel. Data difraktogram menunjukkan bahwa katalis $Mg_{1-x}Ni_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$ hasil sintesis sesuai dengan difraktogram $MgF_{0,5}(OH)_{1,5}$ pada penelitian yang telah dilakukan oleh Scholz dkk. [6].

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] Campanati M., Fornasari G. dan Vaccari A. (2003). "Fundamentals in the Preparation of Heterogeneous Catalysts". *Catalysis Today*. Vol. 77, hal. 299-314

[2] Kemnitz E., Zhu Y. dan Adamczyk B. (2002). "Enhanced Lewis Acidity by Aliovalent Cation Doping in Metal Fluorides". *Journal of Fluorine Chemistry*. Vol. 114, hal. 163-170.

[3] Murwani I. K., Scheurell K. dan Kemnitz E. (2008). "Liquid Phase Oxidation of Ethylbenzene on Pure and Metal Doped HS-AlF₃". *Catalysis Communications*. Vol. 10, hal. 227-231.

[4] Prasetyoko, Didik; Hamzah Fansuri; Yatim Lailun Ni'mah dan Arif Fadlan. (2016). "Karakterisasi Padatan". Deepublish. Yogyakarta

[5] Prescott, Hillary A.; Zhi-Jian Li; Erhard Kemnitz; Jens Deutsch dan Heiner Lieske. (2005). "New Magnesium Oxide Fluorides with Hydroxy Groups as Catalysts for Michael Additions". *J. Mater. Chem*. Vol. 15, hal. 4616-4628

[6] Scholz, Gudrun; Christoph Stosiek; Michael Feist dan Erhard Kemnitz. (2012). "Magnesium Hydroxide Fluorides-New Materials with Adjustable Composition and Properties". Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KgaA, Weinheim. *Eur. J. Inorg. Chem*. Hal. 2337-2340

- [7] Shriver, D.F. And P.W. Atkins. (1999). *Inorganic Chemistry*, Oxford University Press, New York

