



SKRIPSI – TK141581

**STUDI PEMBUATAN NANOKATALIS γ -ALUMINA
DENGAN METODE SOL-GEL**

**Adistinarda Chyntia Nurul Riyadi
NRP. 2314106034**

**Ika Yuniarsih Mustikasari
NRP. 2314106044**

**Dosen Pembimbing I
Prof. Dr. Ir. Achmad Roesyadi, DEA
NIP. 1950 04 28 1979 03 1002**

**Dosen Pembimbing II
Ir. Ignatius Gunardi, MT.
NIP 1955 09 21 1984 03 1001**

**DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA 2017**



FINAL PROJECT – TK141581

**STUDY PREPARATION OF NANOCATALYST
 γ -ALUMINA WITH SOL-GEL METHOD**

**Adistinarda Chyntia Nurul Riyadi
NRP. 2314106034**

**Ika Yuniarsih Mustikasari
NRP. 2314106044**

Academic Advisor I

**Prof. Dr. Ir. Achmad Roesyadi, DEA
NIP. 1950 04 28 1979 03 1002**

Academic Advisor II

**Ir. Ignatius Gunardi, MT.
NIP 1955 09 21 1984 03 1001**

**CHEMICAL ENGINEERING DEPARTMENT
FACULTY OF INDUSTRIAL TECHNOLOGY
SEPULUH NOPEMBER INSTITUTE OF TECHNOLOGY
SURABAYA 2017**

LEMBAR PENGESAHAN

“STUDI PEMBUATAN NANOKATALIS γ -ALUMINA DENGAN METODE SOL-GEL”

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar Sarjana
Teknik pada Program Studi S-1 Departemen Teknik Kimia
Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.

Oleh :

Adistinarda Chyntia Nurul Riyadi

2314106034

Ika Yuniarsih Mustikasari

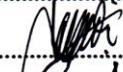
2314106044

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

1. Prof. Dr. Ir. Achmad Roesyadi, DEA


..... (Pembimbing I)

2. Ir. Ignatius Gunardi, MT.


..... (Pembimbing II)

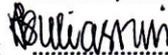
3. Donny Satria Bhuna, ST, MSc, Adv


..... (Penguji I)

4. Prof. Dr. Ir. Arief Widjaja, M.Eng


..... (Penguji II)

5. Dr. Ir. Sri Rachmania Juliastuti, M.Eng


..... (Penguji III)

SURABAYA
JANUARI 2017

STUDI PEMBUATAN NANOKATALIS γ -ALUMINA DENGAN METODE SOL-GEL

Nama/NRP : Adistinarda Chyntia N. R. (2314106034)
Ika Yuniarsih Mustikasari (2314106044)
Jurusan : Teknik Kimia FTI-ITS
Pembimbing : Prof. Dr. Ir. Achmad Roesyadi, DEA
Ir. Ignatius Gunardi, MT

ABSTRAK

Perkembangan industri di Indonesia berlangsung sangat pesat seiring kemajuan ilmu pengetahuan dan teknologi. Salah satunya adalah dalam pengembangan katalis. Untuk memaksimalkan efektifitas katalis berbagai teknologi telah dilakukan dalam rekayasa katalis, salah satunya adalah pembuatan nanokatalis. Alumina terutama γ -Alumina banyak digunakan sebagai katalis dan *support* katalis karena memiliki luas permukaan yang besar. Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pembuatan nanokatalis γ -Al₂O₃ dengan metode sol-gel, mempelajari pengaruh suhu pemanasan dan waktu pengadukan terhadap ukuran produk nanokatalis γ -Al₂O₃, serta mengetahui daya adsorpsi nanokatalis γ -Al₂O₃ pada larutan metilen biru. Nanokatalis γ -Al₂O₃ yang dihasilkan kemudian dilakukan karakterisasi XRD untuk mengetahui kristalinitas dan ukuran kristal, karakterisasi BET untuk mengetahui luas permukaan, analisa PSA untuk mengetahui ukuran partikel serta analisa spektrofotometer untuk daya serap pada larutan metilen biru. Dari penelitian ini dapat diambil kesimpulan yaitu dengan menggunakan metode sol-gel berhasil didapatkan ukuran nanokatalis γ -Al₂O₃. Ukuran nanokatalis terkecil dihasilkan pada suhu operasi 100⁰C dengan waktu pengadukan selama 4 jam dengan diameter kristal sebesar 16,674 nm dimana ukuran partikelnya 58,77 nm dan luas permukaannya sebesar 182,010 m²/g. Produk nanokatalis γ -Al₂O₃ memiliki daya serap yang diuji dengan analisa spektrofotometri terhadap larutan metilen biru dengan waktu adsorpsi selama 30 menit didapatkan daya serap tertinggi yakni 39,659% pada variabel 70⁰C 5 jam. Hasil nanokatalis γ -Al₂O₃ tertinggi pada saat 70⁰C 4 jam sebesar 1,337 gr (18,713%). Sedangkan hasil produk nanokatalis γ -Al₂O₃ terendah pada saat 80⁰C 4 jam sebesar 0,506 gr (7,088%).

Kata Kunci: Sol-Gel, nanokatalis, γ -Al₂O

STUDY PREPARATION OF NANOCATALYST γ -ALUMINA WITH SOL-GEL METHOD

Name : Adistinarda Chyntia N. R. (2314106034)
Ika Yuniarsih Mustikasari (2314106044)
Department : Teknik Kimia FTI-ITS
Academic Advisor : Prof. Dr. Ir. Achmad Roesyadi, DEA
Ir. Ignatius Gunardi, MT

ABSTRACT

Industrial development in Indonesia took place very rapidly as advances in science and technology. One of this impact is the development of catalysts. To maximize the effectiveness of the catalyst, there are many variety of engineering technology catalyst had been done, one of them is synthesis of nanocatalyst γ -Al₂O₃ is widely used as catalysts and catalyst supports, in addition to having a large surface area. This research aims to study the manufacture nanocatalyst γ -Al₂O₃ by sol-gel method, studied the effect of heating temperature and stirring time to measure nanocatalyst γ -Al₂O₃ products, as well as knowing the adsorption capacity of nanocatalyst γ -Al₂O₃ the methylene blue solution. The resulting of γ -Alumina was analyzed characterized by XRD to determine the crystallinity, characterized by BET to determine surface area, analyzed by a PSA to determine crystal size and analyzed by a spectrophotometer for methylene blue adsorption capacity. From this research it can be concluded that by using sol-gel method was successfully obtained the size nanocatalyst γ -Al₂O₃. The size of the nanocatalyst produced at operating temperature 100⁰C with a stirring for 4 hours, resulting in the smallest crystal size which 16.674 nm with 58.77 nm particle size and surface area of 182.010 m²/g. Nanocatalyst γ -Al₂O₃ product has been tested by absorption spectrophotometry analysis of the methylene blue solution with adsorption time for 30 minutes earned the highest absorption capacity which is 39.659% on variable 70⁰C 5 hours. The results of product nanocatalyst γ -Al₂O₃ is the highest when 70⁰C 4 hours at about 1,337 grams (18.713%). Whereas, the product of nanocatalyst γ -Al₂O₃ lowest at 4 hours 80⁰C of 0.506 g (7.088%).

Key Word: Sol-Gel, nano-catalyst, γ -Alumina

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah Subhanahu wa Ta'ala atas karunia dan rahmat-Nya sehingga kami dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **“STUDI PEMBUATAN NANOKATALIS γ -ALUMINA DENGAN METODE SOL-GEL”**. Skripsi ini merupakan syarat kelulusan bagi mahasiswa tahap sarjana di Departemen Teknik Kimia FTI-ITS Surabaya.

Penulis menyadari laporan ini tidak akan selesai tanpa bantuan dari berbagai pihak. Pada kesempatan ini penulis ingin mengucapkan terima kasih kepada :

1. Kedua orang tua kami tercinta yang selalu mendo'akan kami demi kebahagiaan dan kesuksesan anaknya.
2. Juwari Purwo Sutikno, ST, M.Eng, Ph.D selaku Ketua Departemen Program Studi S1 Teknik Kimia FTI-ITS Surabaya.
3. Dr. Lailatul Qadariyah., ST., M.T selaku Koordinator Program Studi S1 Departemen Teknik Kimia FTI-ITS Surabaya.
4. Prof. Dr. Ir. Achmad Roesyadi, DEA., selaku Dosen Pembimbing I dan Kepala Laboratorium Teknik Reaksi Kimia yang telah meluangkan waktu dan memberikan saran untuk membimbing kami selama penyelesaian laporan skripsi.
5. Ir. Ignatius Gunardi, MT., selaku Dosen Pembimbing II, yang telah meluangkan waktu dan saran untuk membimbing kami selama penyelesaian laporan skripsi.
6. Bapak dan Ibu Dosen pengajar serta seluruh karyawan Jurusan Teknik Kimia FTI-ITS.
7. Rekan-rekan mahasiswa Laboratorium Teknik Reaksi Kimia Departemen Teknik Kimia FTI-ITS, mahasiswa Teknik Kimia Lintas Jalur ITS Genap 2014, dan semua pihak yang memberikan dukungan moril dan partisipasinya baik langsung maupun tidak langsung untuk terselenggaranya laporan ini.

Penulis menyadari laporan ini tidak luput dari kekurangan maka penulis mengharap saran dan kritik demi kesempurnaannya sehingga dapat bermanfaat bagi pembaca.

Surabaya, 25 Januari 2017
Penyusun

DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN

ABSTRAK.....	iii
ABSTRACT.....	iv
KATA PENGANTAR.....	v
DAFTAR ISI.....	vi
DAFTAR GAMBAR.....	x
DAFTAR TABEL.....	xi

BAB I PENDAHULUAN

I.1 Latar Belakang.....	1
I.2 Rumusan Masalah.....	4
I.3 Ruang Lingkup Penelitian.....	4
I.4 Tujuan Percobaan.....	4
I.5 Manfaat Penelitian.....	5

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

II.1 Alumina.....	8
II.2 Gamma Alumina (γ -Al ₂ O ₃).....	9
II.3 Nanokatalis.....	10
II.4 Metode - Metode Pembuatan Nanopartikel.....	11
II.5 Metode Sol-Gel.....	19
II.5.1 Tahapan Proses Sol-Gel.....	20
II.5.1.1 Hidrolisis.....	21
II.5.1.2 Pematangan (Ageing).....	21
II.5.1.3 Pengeringan.....	22
II.5.2 Kelebihan dan Kekurangan Proses Sol-Gel.....	22
II.5.3 Faktor – Faktor yang Mempengaruhi Proses Sol-Gel.....	22
II.6 Faktor yang Mempengaruhi Sintesis Nanopartikel.....	24
II.7 Aplikasi Gamma Alumina γ -Al ₂ O ₃	25
II.8 Penelitian Terdahulu.....	28
II.9 Karakterisasi Nanokatalis.....	29
II.10 Spesifikasi Bahan.....	30

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

III.1 Alat dan Bahan.....	32
III.1.1 Alat yang digunakan.....	32
III.1.2 Bahan yang digunakan.....	32
III.2 Variabel yang digunakan.....	33
III.2.1 Variabel Tetap.....	33
III.2.2 Variabel Berubah.....	33
III.3 Parameter yang dianalisa.....	33
III.4 Diagram Alir Penelitian.....	34
III.4.1 Hidrolisis.....	34
III.4.2 Pematangan (Ageing).....	35
III.4.3 Pengeringan.....	35
III.4.4 Analisa.....	35
III.5 Prosedur Penelitian.....	37
III.5.1 Persiapan pembuatan larutan.....	37
III.5.2 Pengadukan.....	37
III.5.3 Pencucian.....	37
III.5.4 Pengeringan.....	37
III.5.5 Kalsinasi.....	37
III.5.6 Karakterisasi sampel.....	38
III.5.6.1 Analisa dengan X-Ray Diffraction (XRD).....	38
III.5.6.2 Analisa dengan Particle Size Analysis (PSA).....	39
III.5.6.3 Analisa dengan Brunaurer Emmett Teller (BET).....	39
III.5.6.4 Analisa dengan Spektrofotometer.....	39
III.6 Gambar Alat.....	40
III.6.1 Peralatan Hidrolisis dan Pematangan.....	40
III.6.2 Peralatan Pengeringan dan Kalsinasi.....	41
III.7 Lokasi Penelitian.....	42

BAB IV PEMBAHASAN

IV.1 Pembuatan nanokatalis γ -Al ₂ O ₃	44
IV.2 Hasil Analisa X-Ray Diffraction (XRD) nanokatalis.....	44

IV.2.1 Hasil Analisa XRD Nanokatalis γ -Al ₂ O ₃	
Pengaruh Waktu Pengadukan	45
IV.2.2 Hasil Analisa XRD Nanokatalis γ -Al ₂ O ₃	
Pengaruh Suhu pada Proses Pemanasan	
IV.3 Hasil Analisa Particle Size Analyzer (PSA)	IV.4
Hasil Analisa BET	
IV.5 Hasil Analisa Daya Serap Produk Nanokatalis γ -Al ₂ O ₃ terhadap Larutan Metilen Biru	
IV.6 Hasil Analisa % Yield	
BAB V KESIMPULAN	
V.1 Kesimpulan	
V.2 Saran	
DAFTAR PUSTAKA	
DAFTAR NOTASI	
APPENDIK	

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Teknologi Sol Gel	18
Gambar 2.2 Tahapan Preparasi dengan Metode Sol-Gel	21
Gambar 3.1 Skema Prosedur Penelitian	34
Gambar 3.2 Diagram Alir Hidrolisis	34
Gambar 3.3 Diagram Alir Proses Pematangan (Ageing).....	35
Gambar 3.4 Diagram Alir Proses Pengeringan.....	36
Gambar 3.5 Diagram Alir Analisa pada Nanokatalis γ -Al ₂ O ₃	36
Gambar 3.6 Rangkaian peralatan Hidrolisis dan Pematangan ...	40
Gambar 3.7 Oven	41
Gambar 3.8 Peralatan Kalsinasi Katalis	42
Gambar 4.1 Hasil Analisa X-Ray Diffraction (XRD) nanokatalis γ - Al ₂ O ₃ pada beberapa variasi waktu pengadukan dengan suhu operasi 70 ⁰ C.....	46
Gambar 4.2 Standar γ -Al ₂ O ₃ Pada US Patent.....	47
Gambar 4.3 Hasil Analisa X-Ray Difrraction (XRD) Nanokatalis γ -Al ₂ O ₃ Pada Beberapa Variasi Suhu dengan Waktu Pengadukan 4 jam	50
Gambar 4.4 Hasil Analisa X-Ray Difrraction (XRD) Nanokatalis γ -Al ₂ O ₃ Pada kondisi optimum dengan suhu 100 ⁰ C dan waktu pengadukan 4 jam dibandingkan dengan katalis komersial γ -Al ₂ O ₃ (grade PA).....	52
Gambar 4.5 Hasil Analisa Particle Size Analyzer.....	53

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Aplikasi Gamma Alumina	26
Tabel 2.2 Penelitian Terdahulu	28
Tabel 4.1 Diameter kristal nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ pada beberapa variasi waktu pengadukan dengan suhu 70°C	48
Tabel 4.2 Diameter kristal nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ pada beberapa variasi suhu pemanasan dengan waktu pengadukan selama 4 jam	51
Tabel 4.3 Perbandingan diameter kristal produk nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan katalis komersial $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$	52
Tabel 4.4 Karakteristik fisik katalis dari analisa BET	54
Tabel 4.5 Hasil Analisa Adsorpsi Metilen Biru oleh nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan waktu 30 menit	55
Tabel 4.6 Kemampuan daya serap produk nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ terhadap larutan metilen biru dengan diameter nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$	
Tabel 4.7 Hasil Analisa Yield Nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$	

BAB I

PENDAHULUAN

I.1 Latar Belakang

Katalis bukanlah merupakan hal yang asing dalam industri kimia. Katalis merupakan suatu zat yang dapat mempercepat dan mengarahkan reaksi kimia supaya menghasilkan produk yang diinginkan. Hampir 90% proses di industri kimia melibatkan katalis sehingga hal ini merupakan salah satu kunci keberhasilan dalam pengembangan dan penyelenggaraan industri kimia, industri perminyakan, dan perlindungan lingkungan. Akan tetapi, belum ada industri di Indonesia yang mengembangkan katalis, sehingga kebutuhan industri kimia Indonesia akan katalis terpaksa harus dipenuhi dengan melakukan impor dari negara lain terutama Amerika, Jepang, dan Eropa (*Setiawan, B.D., 2013*).

Sudah puluhan tahun seluruh kebutuhan katalis penunjang industri di Indonesia 100 persen diperoleh dari impor. Kemampuan katalis untuk mempercepat reaksi hingga ratus miliaran kali lipat, menjadi tumpuan manusia untuk memenuhi efektivitas waktu. Saat ini, kebutuhan dunia akan katalis mencapai nilai 21 miliar dolar Amerika (*Yulianto, A., 2015*).

Aluminium oksida (alumina) adalah senyawa kimia dari aluminium dan oksigen, dengan rumus kimia Al_2O_3 . Alumina mempunyai sifat sebagai isolator panas dan insulator listrik yang baik dan tahan terhadap temperatur tinggi sehingga sering digunakan sebagai katalis atau padatan pendukung katalis. Aluminium mempunyai sifat keras, relatif stabil pada temperatur tinggi, struktur pori-pori yang besar, dan memiliki titik leleh yang tinggi. Karakteristik ini menyebabkan alumina banyak digunakan sebagai adsorben dan katalis dan dalam bidang industri kimia.

Alumina (Al_2O_3) terdapat dalam 2 bentuk yaitu alumina hidrat dan alumina anhidrat. Alumina anhidrat, Al_2O_3 , terdapat dalam bentuk alumina stabil berupa α -alumina dan alumina metastabil yaitu, gamma alumina (γ - Al_2O_3), delta alumina (δ -

Al_2O_3), theta alumina ($\theta\text{-Al}_2\text{O}_3$), kappa alumina ($\kappa\text{-v}$) dan chi alumina ($\chi\text{-Al}_2\text{O}_3$), sedangkan hidratnya berada dalam bentuk aluminium hidroksida seperti gibbsite, bayerit, boehmite dan diaspore.

Gamma alumina ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) merupakan alumina transisi yang berbentuk padatan amorphous. Gamma alumina banyak digunakan sebagai katalis dan adsorben, misalnya sebagai katalis katalisator substrat di dalam industri otomotif dan petroleum, komposisi struktural untuk pesawat ruang angkasa dan pakaian pelindung dari gesekan dan panas atau abrasi dan thermal. Hal ini dikarenakan katalis gamma alumina memiliki luas permukaan yang besar ($150\text{-}300\text{ m}^2/\text{g}$), volume pori yang besar pula ($3\text{-}12\text{ nm}$). Selain itu $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ stabil dalam proses katalis dan pada suhu tinggi, mudah dibentuk dalam proses pembuatannya dan tidak mahal. Gamma alumina ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) terbentuk melalui pemanasan pada suhu $500\text{-}800^\circ\text{C}$. Pemanasan $\text{Al}(\text{OH})_3$ menyebabkan $\text{Al}(\text{OH})_3$ terdekomposisi menjadi suatu oksida dengan sistem mikropori dan luas permukaan yang besar.

Gamma alumina ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) dalam ukuran nano ($1\text{-}100\text{ nm}$) merupakan terobosan baru untuk memperoleh material dengan sifat yang berbeda dengan material dalam fase *bulk* terutama dari segi peningkatan kekuatan mekanik dan termal serta luas permukaan yang sangat besar. Sintesis nano $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dapat dilakukan dengan beberapa metode, misalnya proses sol-gel, hidrotermal dan pengontrolan presipitasi dari larutan garam alumina, alkoksida, dan serbuk metal.

Nanokatalis saat ini dikembangkan sebagai pengganti katalis dalam mempercepat reaksi kimia karena keunggulannya mengkatalisis suatu reaksi yang lebih cepat dari katalis. Hal ini karena luas permukaannya yang lebih besar pada volume yang sama dibandingkan dengan katalis homogen dan katalis heterogen. Nanokatalis memiliki keuntungan dibandingkan dengan katalis heterogen jika ditinjau dari kemampuannya mengkatalisis reaksi yang jauh lebih cepat. Nanokatalis secara fisik lebih baik daripada katalis homogen maupun katalis

heterogen karena memiliki luas permukaan yang jauh lebih besar. Hal ini berarti nanokatalis mampu mempercepat reaksi kimia lebih cepat daripada katalis biasa (katalis homogen maupun katalis heterogen) karena bidang sentuh kontakannya dengan reaktan jauh lebih besar. Berdasarkan fakta di atas, nanokatalis seharusnya dapat mengarahkan kita untuk memperoleh produk dari reaktan seefisien mungkin di mana dihasilkan produk sebanyak-banyaknya dengan waktu dan energi yang digunakan seminim mungkin (*Suhendra iskandar, 2011*).

Nanokatalis sangat berpotensi untuk digunakan pada reaksi apapun dan di manapun untuk menghasilkan reaksi yang lebih cepat atau reaksi pada suhu yang lebih rendah. Termasuk pada industri minyak, cat, dan kosmetik. Hal ini karena nanokatalis pada prinsipnya sama dengan katalis hanya saja ukuran diameternya yang jauh lebih kecil sehingga luas permukaannya jauh lebih besar untuk volume yang sama. Jadi, katalis-katalis yang biasa digunakan di industri minyak, cat, dan kosmetik, dapat diarahkan untuk disintesis menjadi berskala nano. Tetapi hal ini tentu saja harus memperhatikan aspek-aspek toksiknya dan upaya untuk menemukan sintesis nanokatalis yang murah, mudah, dan efisien (*Suhendra iskandar, 2011*).

Terkait penggunaan nanokatalis di Indonesia, masih minim karena hal ini masih merupakan hal yang baru. Penggunaannya baru sebatas pada reaksi-reaksi pembuatan energi alternatif dan belum diupayakan pada reaksi-reaksi yang merupakan sumber energi utama. Selain itu, metode pembuatan nanokatalis yang saat ini dikembangkan di Indonesia belumlah cukup ekonomis dan efisien jika kita pandang pada aspek bahwa pencapaian produk haruslah mudah, murah, dan efisien (*Suhendra iskandar, 2011*).

Di antara banyaknya metode-metode sintesis, metode sol-gel merupakan metode yang paling baik dan menjanjikan karena menghasilkan partikel-partikel padat dengan kemurnian yang tinggi dan luas permukaan yang besar. Selain itu, keuntungan metode sol-gel adalah memiliki stabilitas termal yang baik,

stabilitas mekanik yang tinggi, daya tahan pelarut yang baik, modifikasi permukaan dapat dilakukan dengan berbagai kemungkinan.

I.2 Rumusan Masalah

Adapun permasalahan dalam penelitian ini dapat dirumuskan sebagai berikut:

1. Bagaimana membuat nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan metode sol-gel?
2. Bagaimana pengaruh suhu pemanasan dan waktu pengadukan terhadap ukuran produk nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$?
3. Bagaimana mengetahui daya serap (adsorpsi) nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ terhadap larutan metilen biru?

I.3 Ruang Lingkup Penelitian

Adapun batasan masalah disini diperlukan agar persoalan lebih terpusat dan terarah. Dalam hal ini, batasan-batasan yang diambil adalah sebagai berikut:

1. Nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dibuat dengan proses sol-gel.
2. Kristalinitas dan ukuran kristal nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dapat diketahui dengan melakukan uji *X-Ray Diffraction (XRD)*.
3. Proses analisis luas permukaan spesifik dengan melakukan uji BET yaitu dengan alat *Surface Area (Gas separation) Analyzer NOVA 1000*.
4. Ukuran partikel nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dapat diketahui dengan melakukan uji *Particles Size Analysis (PSA)*.
5. Daya serap nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ pada larutan metilen biru sebagai uji kemampuan adsorpsi nanokatalis.

I.4 Tujuan Percobaan

Penelitian ini bertujuan untuk:

1. Mempelajari pembuatan nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan metode sol-gel

2. Mempelajari pengaruh suhu pemanasan dan waktu pengadukan terhadap ukuran produk nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$.
3. Mengetahui daya serap nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ terhadap larutan metilen biru

1.5 Manfaat Penelitian

Dari penelitian ini diharapkan dapat :

1. Mendapatkan pengetahuan tentang pembuatan nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dari bahan dasar garam $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ dengan metode sol-gel.
2. Mendapatkan pengetahuan tentang pengaruh suhu pemanasan dan waktu pengadukan terhadap ukuran produk nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$.
3. Mendapatkan pengetahuan untuk memperoleh kondisi optimum pada proses pembuatan nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$.
4. Mendapatkan pengetahuan bahwa nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ juga bisa digunakan sebagai adsorben yakni dengan dilakukan pengujian spektrofotometri terhadap larutan metilen biru.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

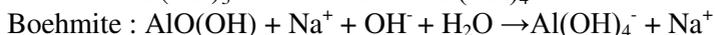
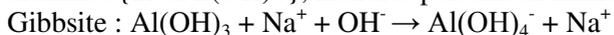
II.1 Alumina

Aluminium oksida adalah sebuah senyawa kimia dari aluminium dan oksigen, dengan rumus kimia Al_2O_3 . Nama mineralnya adalah alumina, dan dalam bidang pertambangan, keramik dan teknik material senyawa ini lebih banyak disebut dengan nama alumina. Aluminium oksida adalah insulator (penghambat) panas dan listrik yang baik. Umumnya Al_2O_3 terdapat dalam bentuk kristalin yang disebut corundum atau α -aluminium oksida. Al_2O_3 dipakai sebagai bahan abrasif dan sebagai komponen dalam alat pemotong, karena sifat kekerasannya.

Aluminium oksida berperan penting dalam ketahanan logam aluminium terhadap perkaratan dengan udara. Logam aluminium sebenarnya amat mudah bereaksi dengan oksigen di udara. Aluminium bereaksi dengan oksigen membentuk aluminium oksida, yang terbentuk sebagai lapisan tipis yang dengan cepat menutupi permukaan aluminium. Lapisan ini melindungi logam aluminium dari oksidasi lebih lanjut. Ketebalan lapisan ini dapat ditingkatkan melalui proses anodisasi. Beberapa alloy (paduan logam), seperti perunggu aluminium, memanfaatkan sifat ini dengan menambahkan aluminium pada alloy untuk meningkatkan ketahanan terhadap korosi. (https://id.wikipedia.org/wiki/Aluminium_oksida).

Di alam, alumina terdapat dalam mineral bauksityang mengandung aluminium dalam bentuk hidroksida, yakni boehmit (γ - $AlO(OH)$) dan gibbsite $Al(OH)_3$, dengan kadar sekitar 30-54%. Sebagai mineral alam, selain aluminium, bauksit juga mengandung berbagai pengotor, misalnya oksida besi, silika, dan mineral lempung. Karena komposisi tersebut, untuk mendapatkan alumina murni, bauksit harus diolah, dan salah satu metode pengolahannya adalah proses Bayer (*Amira International, 2001*).

Dalam proses Bayer, bauksit dilebur dengan cara melarutkan bauksit dalam larutan natrium hidroksida (NaOH) panas, dengan suhu sekitar 175°C. Hal ini dilakukan untuk mengubah oksida aluminium dalam bijih menjadi natrium aluminat {2NaAl(OH)₄}, menurut persamaan kimia:



Dalam proses di atas, komponen lain dari bauksit tidak ikut larut, sehingga pengotor tersebut dapat dipisahkan dengan penyaringan. Campuran kotoran padat disebut lumpur merah. Awalnya, larutan alkali didinginkan, kemudian gas karbon. Dioksida dialirkan ke dalamnya, untuk mendapatkan endapan aluminium hidroksida berdasarkan reaksi :



Untuk mendapatkan alumina, endapan dipanaskan hingga 980°C (kalsinasi), dimana aluminium hidroksida terurai melepaskan air sesuai dengan reaksi :



(International Aluminium Institute, 2000)

II.2 Gamma Alumina(γ -Al₂O₃)

Gamma alumina (γ -Al₂O₃) merupakan alumina transisi yang berbentuk padatan amorphous. Gamma alumina banyak digunakan sebagai katalis dan adsorben, misalnya sebagai katalis katalisator substrat di dalam industri otomotif dan petroleum, komposisi struktural untuk pesawat ruang angkasa dan pakaian pelindung dari gesekan dan panas atau abrasi dan thermal. Hal ini dikarenakan katalis gamma alumina memiliki luas permukaan yang besar (150-300 m²/g), volume pori yang besar pula (3-12 nm). Selain itu γ -Al₂O₃ stabil dalam proses katalis dan pada suhu tinggi, mudah dibentuk dalam proses pembuatannya dan tidak mahal. Gamma alumina (γ -Al₂O₃) terbentuk melalui pemanasan

pada suhu 500-800°C. Pemanasan $\text{Al}(\text{OH})_3$ menyebabkan $\text{Al}(\text{OH})_3$ terdekomposisi menjadi suatu oksida dengan sistem mikropori dan luas permukaan yang besar (*Rilian, M., 2009*).

II.3 Nanokatalis

Nanokatalis didefinisikan sebagai partikulat yang terdispersi atau partikel-partikel padatan dengan ukuran partikel berkisar 1-100 nm. Nanokatalis telah banyak menarik peneliti karena material nanokatalis menunjukkan sifat fisika dan kimia yang berbeda dari *bulk* materialnya, sifat-sifat tersebut seperti kekuatan mekanik, elektronik, magnetik, kestabilan termal, katalitik dan optik (*Anonim, 2011*).

Ada dua hal utama yang membuat nanokatalis berbeda dengan material sejenis dalam ukuran besar (*bulk*) yaitu:

- a. karena ukurannya yang kecil, nanokatalis memiliki nilai perbandingan antara luas permukaan dan volume yang lebih besar jika dibandingkan dengan partikel sejenis dalam ukuran besar. Ini membuat nanokatalis bersifat lebih reaktif. Reaktivitas material ditentukan oleh atom-atom di permukaan, karena hanya atom-atom tersebut yang bersentuhan langsung dengan material lain;
- b. ketika ukuran partikel menuju orde nanometer, hukum fisika yang berlaku lebih didominasi oleh hukum-hukum fisika kuantum. Sifat-sifat tersebut dapat menjadi keunggulan nanokatalis dibandingkan partikel sejenis dalam keadaan *bulk* (*Anonim, 2011*).

Nanokatalis memiliki aktivitas yang lebih baik sebagai katalis karena material nanokatalis memiliki permukaan yang luas dan rasio-rasio atom yang tersebar secara merata pada permukaannya. Sifat ini menguntungkan untuk transfer massa di dalam pori-pori dan juga menyumbangkan antar muka yang besar untuk reaksi-reaksi adsorpsi dan katalitik. Selain itu nanokatalis telah banyak dimanfaatkan sebagai katalis untuk menghasilkan

bahan bakar dan zat kimia serta menangani pencemaran lingkungan (*Anonim, 2011*).

Perkembangan lain dalam bidang alumina yang dewasa ini banyak diteliti adalah pemanfaatan alumina berukuran nano (nanoalumina), seiring dengan perkembangan nanoteknologi. Secara umum nano material adalah material dengan ukuran partikel 1-100 nm, dan karenanya memiliki banyak keunggulan dibanding dengan material berukuran makro. Keunggulan dari nanoalumina antara lain memiliki nilai perbandingan antara luas permukaan dan volume yang lebih besar jika dibandingkan dengan partikel sejenis dalam ukuran besar. Ini membuat nanopartikel lebih reaktif, misalnya untuk digunakan sebagai reaktan untuk menghasilkan produk lain atau sebagai katalis. Nanoaluminajuga banyak digunakan sebagai penggosok yang sangat lembut dan pelapis permukaan (*Van, 2007*).

II.4 Metode-Metode Pembuatan Nanopartikel

Banyak metode yang telah dikembangkan untuk preparasi material nanopartikel, seperti metode pemanasan sederhana dalam larutan polimer. Secara sederhana prinsip kerja dari metode ini adalah mencampurkan logam nitrat dalam air dengan larutan polimer dengan berat molekul tinggi yang disertai dengan pemanasan (*Anonim, 2011*).

1. Metode sintesis koloid

Metode sintesis koloid, prinsip kerja dari metode ini adalah membuat suatu larutan koloid yang kemudian ditambahkan surfaktan, yang akan mendeaktivasi pertumbuhan partikel koloid dan melindungi permukaan koloid (*Soderlind, 2008*).

2. Metode Pemanasan sederhana

Metode ini termasuk metode yang sangat sederhana dalam membuat partikel berukuran beberapa puluh nanometer hingga beberapa ratus nanometer. Umumnya, sintesis nanopartikel membutuhkan waktu yang sangat lama, beberapa jam

hingga puluhan jam. Metode pemanasan dalam larutan polimer hanya berlangsung beberapa puluh menit dan tidak diperlukan peralatan yang terlalu mahal.

Secara sederhana, prinsip kerja metode ini adalah mencampurkan larutan logam nitrat di dalam air dengan larutan polimer dengan berat molekul tinggi (*high molecular weight polymer, HMWP*). Kedua larutan dicampur dan diaduk secara merata disertai pemanasan sehingga kandungan air hampir habis dan diperoleh larutan kental polimer. Di dalam larutan tersebut diperkirakan ion-ion logam menempel secara merata pada rantai polimer. Larutan polimer kemudian ditempatkan dalam krusibel alumina dan dipanaskan pada suhu diatas suhu dekomposisi polimer. Suhu pemanasan dinaikkan secara perlahan-lahan. Keberadaan polimer menghindari pertemuan antar partikel yang terbentuk melalui proses nukleasi sehingga tidak terjadi aglomerasi. Ketika polimer telah terdekomposisi kita dapatkan partikel-partikel yang hampir terpisah satu dengan yang lain (*Wahyudi, A., 2014*).

3. Metode kopresipitasi

Merupakan teknik pendekatan bottom up (cara merangkai atom atau molekul dan menggabungkannya melalui reaksi kimia untuk membentuk nano struktur). Metode presipitasi dilakukan dengan cara zat aktif dilarutkan ke dalam pelarut, lalu ditambahkan larutan yang bukan pelarut (*anti-solvent*), hal ini menyebabkan larutan menjadi jenuh dan terjadi nukleasi yang cepat sehingga membentuk.

Kelebihan metode ini adalah sederhana dan biaya rendah. Kelebihan metode ini adalah nano partikel yang terbentuk harus distabilisasi untuk

mencegah timbulnya kristal berukuran mikro. Metode presipitasi dilakukan dengan mengendalikan kelarutan bahan didalam larutan melalui perubahan pH, suhu, atau pelarut. Endapan yang dihasilkan dari kondisi sangat jenuh memiliki banyak partikel berukuran kecil. Kelebihan metode ini adalah dapat menghasilkan partikel lebih kecil dari 100nm dan pemakaian energi sangat rendah (Wahyudi, A., 2014).

Metode kopresipitasi merupakan salah satu metode sintesis senyawa anorganik yang didasarkan pada pengendapan lebih dari satu substansi secara bersama-sama ketika melewati titik jenuhnya. Kopresipitasi merupakan metode yang menjanjikan karena prosesnya menggunakan suhu rendah dan mudah untuk mengontrol ukuran partikel sehingga waktu yang dibutuhkan relatif lebih singkat. Beberapa zat yang paling umum digunakan sebagai zat pengendap dalam kopresipitasi adalah hidroksida, karbonat, sulfat dan oksalat.

Produk dari metode ini diharapkan memiliki ukuran partikel yang lebih kecil dan lebih homogen daripada metoda *solid state* dan ukuran partikel yang lebih besar dari pada metoda sol-gel (Fernandez, B.R., 2011).

Bila suatu endapan memisah dari dalam suatu larutan, endapan itu tidak selalu sempurna murninya, kemungkinan mengandung berbagai jumlah zat pengotor, bergantung pada sifat endapan dan kondisi pengendapan. Kontaminasi endapan oleh zat-zat yang secara normal larut dalam cairan induk dinamakan *kopresipitasi*. Kita harus membedakan dua jenis kopresipitasi yang penting. Yang pertama adalah yang berkaitan dengan adsorpsi pada permukaan partikel yang terkena larutan, dan yang kedua adalah yang sehubungan dengan oklusi zat asing sewaktu

proses pertumbuhan kristal dari partikel-partikel primer.

Mengenai adsorpsi permukaan (adsorpsi adalah suatu proses yang terjadi ketika suatu fluida, cairan maupun gas, terikat kepada suatu padatan atau cairan (adsorben) dan akhirnya membentuk suatu lapisan tipis (adsorbat) pada permukaannya), umumnya akan paling besar pada endapan yang mirip gelatin dan paling sedikit pada endapan dengan sifat makrokristalin yang menonjol. Endapan dengan kisi-kisi ionik nampak mengikuti aturan adsorpsi *Paneth-Fajans-Hahn*, yang menyatakan bahwa ion yang membentuk garam yang paling sedikit larut. Maka pada sulfat yang sedikit larut, ion kalsium lebih utama diadsorpsi ketimbang ion magnesium, karena kalsium sulfat kurang larut ketimbang magnesium sulfat. Juga perak ionida mengadsorpsi perak asetat jauh lebih kuat dibanding perak nitrat pada kondisi-kondisi yang sebanding, karena kelarutan perak asetat lebih rendah. Deformabilitas (mudahnya diubah bentuknya) ion-ion yang diadsorpsi dan disosiasi elektrolit dari senyawaan yang diadsorpsi juga mempunyai pengaruh yang sangat besar, semakin kecil disosiasi senyawa maka semakin besar teradsorpsinya (*Fernandez, B.R., 2011*).

Jenis kopresipitasi yang kedua terjadi sewaktu endapan dibangun dari partikel-partikel primernya. Partikel primer ini akan mengalami adsorpsi permukaan sampai tingkat tertentu dan sewaktu partikel-partikel ini saling bergabung, zat pengotor itu akan hilang sebagian jika terbentuk kristal-kristal tunggal yang besar dan prosesnya berlangsung lambat, atau jika saling bergabung itu cepat mungkin dihasilkan kristal-kristal besar yang tersusun dari kristal-kristal kecil yang terikat lemah, dan sebagian

zat pengotor mungkin terbawa masuk kebalik dinding kristal besar. Jika zat pengotor ini isomorf atau membentuk larutan-padat dengan endapan, jumlah kopresipitasi kemungkinan akan sangat banyak, karena tidak akan ada kecenderungan untuk menyisahkan zat pengotor sewaktu proses pematangan.

Pascapresipitasi (post-presipitasi) adalah pengendapan yang terjadi di atas permukaan endapan pertama sesudah terbentuk. Ini terjadi pada zat-zat yang sedikit larut, yang membentuk larutan lewat-jenuh, zat-zat ini umumnya mempunyai satu ion yang sama dengan salah satu ion endapan primer (endapan pertama). Maka pada pengendapan kalsium sebagai oksalat dengan adanya magnesium, magnesium oksalat berangsur-angsur memisah dari larutan dan mengendap diatas kalsium oksalat, makin lama endapan dibiarkan bersentuhan dengan larutan itu, maka makin besar sesatan yang ditimbulkan oleh penyebab ini.

Pascapresipitasi berbeda dari kopresipitasi dalam segi:

- a. Kontaminasi bertambah dengan bertambah lamanya endapan dibiarkan bersentuhan dengan cairan induk pada pascapresipitasi, tetapi biasanya berkurang pada kopresipitasi.
- b. Pada pascapresipitasi, kontaminasi akan bertambah dengan semakin cepatnya larutan diaduk, baik dengan cara-cara mekanis ataupun termal. Pada kopresipitasi keadaannya umumnya adalah kebalikan.
- c. Banyaknya kontaminasi pada pascapresipitasi dapat jauh lebih besar dari pada kopresipitasi.

(*Fernandez, B.R., 2011*)

Kemurnian endapan

Setelah proses pengendapan masalah berikut adalah bagaimana cara mendapatkan endapan semurni mungkin untuk mendapatkan hasil analisis seteliti mungkin. Ikut sertanya pengotor pada endapan dapat dibedakan menjadi:

a. Pengendapan bersama (ko-presipitasi)

Pada proses pengotoran ini, zat pengotor mengendap bersama-sama endapan yang diinginkan. Bentuk atau macam pengendapan bersama ini dapat dibedakan:

1. Adsorpsi permukaan; zat pengotor teradsorpsi atau terserap pada permukaan endapan, peristiwa ini dapat terjadi pada endapan berbentuk jel, karena mempunyai luas permukaan cukup besar. Contoh ikut mengendapnya NaCl pada endapan AgCl.
2. Inklusi isomorf; zat pengotor masuk kedalam kisi hablur endapan, dan membentuk hablur campuran.
3. Inklusi tak isomorf; zat pengotor larut dalam endapan dan membentuk lapisan endapan. Contoh : pengotoran barium sulfat oleh barium nitrat.
4. Oklusi; zat pengotor terkurung dalam hablur endapan

(*Fernandez, B.R., 2011*)

Hal ini disebabkan karena hablur berongga dan ruang ini terisi dengan pelarut yang mengandung zat pengotor. Oklusi ini dapat terjadi karena serapan pada permukaan hablur yang sedang tumbuh. Misalnya jika hendak mengendapkan tembaga dengan sulfida, sedangkan dalam larutan terdapat sejumlah ion

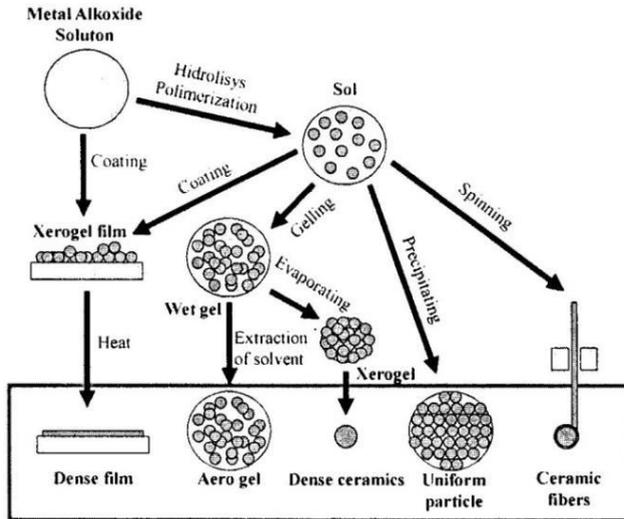
seng, meskipun seng sulfida tidak akan mengendap dalam suasana asam, namun pada endapan tembaga sulfida dapat ditemukan senyawa seng sulfida(Fernandez, B.R., 2011).

b. Pengendapan susulan (post-presipitasi)

Proses ini berupa pengendapan zat pengotor setelah selesainya pengendapan zat yang diinginkan atau terjadinya endapan kedua pada permukaan endapan pertama. Berbeda dengan pengendapan bersama, dimana endapan dan pengotor mengendap bersama-sama. Pada proses ini senyawa yang diinginkan mengendap dulu, baru zat pengotor menyusul mengendap. Makin lama endapan dibiarkan dalam induk larutannya, makin meningkat jumlah zat pengotor menyusul mengendap(Fernandez, B.R., 2011).

4. Metode sol-gel

Proses sol-gel merupakan proses yang banyak digunakan untuk membuat keramik dan material gelas. Pada umumnya sol-gel melibatkan transisi sistem dari sebuah liquid “sol” menjadi solid “gel”. Melalui proses sol-gel, maka produksi keramik atau material gelas dalam berbagai jenis dan bentuk dapat dilakukan. *Ultra-fine or spherical shaped poeder, thin film coating, ceramic fibers, microporous inorganic membranes, monolithic ceramics and glasses, extremely porous aerogel materials* merupakan contoh variasi dari proses sol-gel.



Gambar 2.1 Teknologi Sol-Gel

Dengan pengeringan dan perlakuan panas, gel akan menjadi keramik yang padat. Jika cairan dalam gel yang basah hilang dalam kondisi superkritis, porositas yang tinggi dan material dengan densitas rendah akan didapatkan. Jika viskositas sol diatur menjadi sesuai dengan yang diinginkan, ceramic fiber bisa didapatkan dari sol tersebut. Ultra-fine dan uniform ceramic powder dibentuk melalui proses presipitasi, spray pyrolysis, atau teknik emulsi(Wahyudi, A., 2014).

Proses pembentukan γ - Al_2O_3 pada metode Sol-Gel meliputi beberapa tahap, yakni :

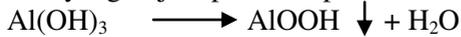
Tahap pertama

Pembentukan aluminum hydroxide yang terjadi saat penambahan NH_4OH pada larutan precursor. Tahap ini digambarkan dengan reaksi sebagai berikut:



Tahap kedua

Tahapan ini terjadi pada proses pemanasan dan pengadukan. Dimana terjadi pembentukan boehmite (AlOOH). Reaksi yang terjadi pada tahap ini adalah:



Tahap ketiga

Boehmite yang dihasilkan pada tahap dua dikeringkan dan dilakukan proses kalsinasi pada temperature 600°C selama 6 jam dengan pengaliran udara. Pada tahap inilah terjadi pembentukan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ melalui reaksi berikut :



(*Rahmanpour, 2012*).

II.5 Metode Sol-Gel

Metode sol-gel merupakan salah satu metode yang paling sukses dalam mempreparasi material oksida logam berukuran nano. Sol adalah suspensi koloid yang fasa terdispersinya berbentuk padat dan fasa pendispersinya berbentuk cairan. Suspensi dari partikel padat atau molekul-molekul koloid dalam larutan, dibuat dengan metal alkoksi dan dihidrolisis dengan air, menghasilkan partikel padatan metal hidroksida dalam larutan, dan reaksinya adalah reaksi hidrolisis(*Djayasinga, R. 2015*).

Gel (*gelation*) adalah jaringan partikel atau molekul, baik padatan dan cairan, dimana polimer yang terjadi di dalam larutan digunakan sebagai tempat pertumbuhan zat anorganik. Pertumbuhan anorganik terjadi di gel point, dimana energi ikat lebih rendah. Reaksinya adalah reaksi kondensasi, baik alkohol atau air, yang menghasilkan *oxygen bridge* (jembatan oksigen) untuk mendapatkan metal oksida.

Metode sintesis menggunakan sol-gel untuk material berbasis oksida berbeda-beda bergantung prekursor dan bentuk produk akhir, baik itu berupa powder, film, aerogel, atau serat. Struktur

dan sifat fisik gel sangat bergantung pada beberapa hal, diantaranya:

- a. Pemilihan bahan baku material
- b. Laju hidrolisis dan kondensasi
- c. Modifikasi kimiawi dari sistem sol-gel.

Metode sol gel cocok untuk preparasi thin film dan material berbentuk powder. Tujuan preparasi ini agar suatu material keramik dapat memiliki fungsional khusus (elektrik, optik, magnetik, dll). Metode sol gel memiliki keuntungan antara lain:

- a. Mudah dalam kontrol komposisi (kehomogenan komposisi kimia baik)
- b. Temperatur proses rendah
- c. Biaya murah.

(*Djayasinga, R. 2015*)

Metode sol-gel dikenal sebagai salah satu metode sintesis nanopartikel yang cukup sederhana dan mudah. Metode ini merupakan salah satu “*wet method*” atau metode basah karena pada prosesnya melibatkan larutan sebagai medianya. Pada metode sol-gel, sesuai dengan namanya larutan mengalami perubahan fase menjadi sol (koloid yang mempunyai padatan tersuspensi dalam larutannya) dan kemudian menjadi gel (koloid tetapi mempunyai fraksi solid yang lebih besar daripada sol).

Prekursor yang biasa digunakan umumnya logam-logam anorganik atau senyawa logam organik yang dikelilingi oleh ligan yang reaktif seperti logam alkoksida ($M(OR)_z$), dimana R menunjukkan gugus alkil (C_nH_{2n+1}). Logam alkoksida banyak digunakan karena sifatnya yang mudah bereaksi dengan air(*Djayasinga, R. 2015*).

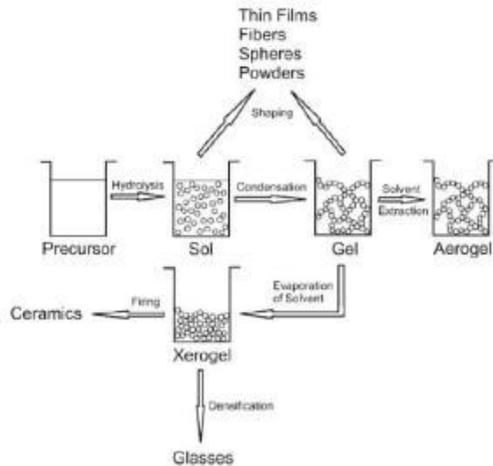
II.5.1 Tahapan Proses Sol Gel

Metoda sol gel sendiri meliputi hidrolisis, kondensasi, pematangan, dan pengeringan. Proses tersebut akan dibahas satu persatu pada subbab berikut.

II.5.1.1 Hidrolisis

Pada tahap pertama logam prekursor (alkoksida) dilarutkan dalam alkohol dan terhidrolisis dengan penambahan air pada kondisi asam, netral atau basa menghasilkan sol koloid. Hidrolisis menggantikan ligan (-OR) dengan gugus hidroksil (-OH) dengan reaksi sebagai berikut:

Faktor yang sangat berpengaruh terhadap proses hidrolisis adalah rasio air/prekursor dan jenis katalis hidrolisis yang digunakan. Peningkatan rasio pelarut/prekursor akan meningkatkan reaksi hidrolisis yang mengakibatkan reaksi berlangsung cepat sehingga waktu gelasi lebih cepat. Katalis yang digunakan pada proses hidrolisis adalah jenis katalis asam atau katalis basa, namun proses hidrolisis juga dapat berlangsung tanpa menggunakan katalis. Dengan adanya katalis maka proses hidrolisis akan berlangsung lebih cepat dan konversi menjadi lebih tinggi. (Fernandez, B.R., 2011).



Gambar 2.2 Tahapan Preparasi dengan Metode Sol-Gel

II.5.1.2 Pematangan (Ageing)

Setelah reaksi hidrolisis dan kondensasi, dilanjutkan dengan proses pematangan gel yang terbentuk. Proses ini lebih

dikenal dengan proses *ageing*. Pada proses pematangan ini, terjadi reaksi pembentukan jaringan gel yang lebih kaku, kuat, dan menyusut didalam larutan(Fernandez, B.R., 2011).

II.5.1.3 Pengerinan

Tahapan terakhir adalah proses penguapan larutan dan cairan yang tidak diinginkan untuk mendapatkan struktur sol gel yang memiliki luas permukaan yang tinggi(Fernandez, B.R., 2011).

II.5.2 Kelebihan dan Kekurangan Proses Sol Gel

Kelebihan metode sol gel dibandingkan dengan metode konvensional, antara lain:

- a. Kehomogenan yang lebih baik
- b. Kemurnian yang tinggi
- c. Suhu relatif rendah
- d. Tidak terjadi reaksi dengan senyawa sisa
- e. Kehilangan bahan akibat penguapan dapat diperkecil
- f. Mengurangi pencemaran udara

Kekurangan metoda sol-gel, antara lain:

- a. Bahan mentah mahal
- b. Penyusutan yang besar selama proses pengeringan
- c. Sisa hidroksil dan karbon
- d. Menggunakan pelarut organik yang bebrbahaya bagi kesehatan
- e. Memerlukan waktu pemrosesan yang lama

(Fernandez, B.R., 2011)

II.5.3 Faktor-faktor yang Mempengaruhi Proses Sol Gel

Dalam proses sol-gel, ada beberapa faktor yang berpengaruh dalam menghasilkan produk yang diinginkan, yaitu:

- a. Senyawa
Senyawa logam yang digunakan sebagai bahan awal pada reaksi hidrolisis dan kondensasi disebut prekursor. Persyaratan umum dari prekursor yang digunakan adalah harus dapat larut dalam media reaksi dan harus cukup

reaktif dalam pembentukan gel. Perbedaan senyawa alkoksida yang digunakan sebagai prekursor dalam proses sol-gel akan memberikan perbedaan yang jelas pada densitas, ukuran pori dan luas permukaan gel.

b. Katalis

Penggunaan katalis menyebabkan reaksi hidrolisis menjadi lebih cepat dan sempurna. Katalis yang umum digunakan dalam reaksi pembentukan gel adalah asam-asam anorganik, seperti: HCl, HNO₃ dan H₂SO₄. Disamping itu, asam-asam organik juga dapat digunakan sebagai katalis, seperti: asam asetat atau pembentukan gel dan sifat fisik gel. Namun demikian, katalis tidak diperlukan dalam reaksi kondensasi.

c. Pelarut

Pada tahap awal pelarut digunakan untuk menghomogenkan campuran bahan dasar dan air karena sifat kepolarannya berbeda. Pelarut berfungsi untuk menghalangi pemisahan fasa cair-cair pada waktu reaksi hidrolisis dan mengontrol konsentrasi logam. Pelarut yang umum digunakan dalam reaksi pembentukan gel adalah alkohol. Hal ini disebabkan karena alkohol mempunyai tekanan uap yang lebih tinggi pada temperatur kamar.

d. Temperatur

Temperatur dalam proses sol-gel akan mempengaruhi kecepatan pembentukan gel. Proses sol-gel yang telah dilakukan pada temperatur yang lebih tinggi dari temperatur kamar menyebabkan laju hidrolisis akan menjadi cepat dan juga menyebabkan gel cepat terbentuk

(Fernandez, B.R., 2011).

II.6 Faktor yang Mempengaruhi Sintesis Nanopartikel

Nanokatalis yang telah dibuat perlu dilakukan pengujian apakah struktur katalis tersebut sudah sesuai dengan struktur yang diinginkan atau desain apa tidak. Pengujian nanokatalis ini biasa disebut karakterisasi (characterization). Bagian yang paling penting dalam karakterisasi nanokatalis adalah pemilihan metode karakterisasi nanokatalis yang tepat (Wayan, M.I., 2011).

Halus dan kecilnya nanokatalis yang terbentuk dipengaruhi sedikitnya oleh 3 faktor:

1. Suhu pemanasan pada proses pembuatan nanokatalis

Menurut *US Patent 2009/010418 AI* range suhu terbaik antara 80-130° C. Bila suhu lebih rendah dari 80° C, tingkat pertumbuhan kristal menjadi lambat dan aluminium hidroksida seperti gibbsite terbentuk sebagai pengotor dalam kontras. Jika dipanaskan pada suhu lebih tinggi dari 130 ° C, kristal boehmite tumbuh terlalu banyak. Sehingga kemungkinan terjadi aglomerasi membentuk kristal memungkinkan terjadi.

2. Media kontinu yang digunakan
3. Waktu yang digunakan.

Menurut *US Patent 2009/010418 AI* range selama 1-48 jam. Jika waktu reaksi dilakukan selama kurang dari 1 jam, itu tidak cukup untuk membentuk kristal boehmite. Sebaliknya, ketika waktu pemanasan dilakukan selama lebih dari 48 jam, reaksi boehmit memburuk dan tidak efisien.

Ketiga hal inilah yang perlu dikontrol dan divariasikan pada proses pembuatan nanokatalis. Semakin tinggi suhu yang digunakan pada proses pembuatan nanokatalis, maka akan semakin baik interaksi bahan dasar nanokatalis dengan media kontinu yang digunakan. Namun, dengan bertambahnya suhu reaksi, ini berarti dibutuhkan energi yang lebih besar dan peralatan yang lebih mampu menahan panas yang tinggi lagi sehingga biayanya pun akan semakin besar (Iskandar, S., 2010).

Waktu perendaman dalam pembuatan nanokatalis adalah faktor yang sangat menentukan kualitas nanokatalis yang akan dibuat. Perendaman memiliki waktu optimum dimana kualitas nanokatalis yang dihasilkan semakin tinggi (Iskandar, S., 2010).

Karakterisasi katalis yang sering dilakukan adalah menentukan luas permukaan dan kristalinitasnya. Metode yang sering digunakan sebagai alternatif dalam menentukan ukuran partikel nano adalah metode Scherrer. Ukuran kristalin ditentukan berdasarkan pelebaran puncak difraksi sinar-X yang muncul. Metode ini sebenarnya memprediksi ukuran kristalin dalam material, bukan ukuran partikel. Jika satu partikel mengandung sejumlah kristallites yang kecil-kecil maka informasi yang diberikan metode Scherrer adalah ukuran kristalin tersebut, bukan ukuran partikel. Untuk partikel berukuran nanometer, biasanya satu partikel hanya mengandung satu kristallites. Dengan demikian, ukuran kristalinitas yang diprediksi dengan metode Scherrer juga merupakan ukuran partikel. Ukuran grain sendiri (ukuran partikel yang tampak dari luar) dapat diamati dengan SEM (Iskandar, S., 2010).

Berdasarkan metode Scherrer, makin kecil ukuran kristal, maka makin lebar puncak difraksi yang dihasilkan. Kristal yang berukuran besar dengan satu orientasi menghasilkan puncak difraksi mendekati sebuah garis vertikal. Kristallites yang sangat kecil menghasilkan puncak difraksi yang sangat lebar. Lebar puncak difraksi tersebut memberikan informasi tentang ukuran kristallites. Hubungan antara ukuran kristallites dengan lebar puncak difraksi dapat diaproksimasi dengan persamaan Scherrer, $D \approx K\lambda / B \cos \theta$ dengan D adalah diameter (ukuran kristallites), λ adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan, θ adalah sudut Bragg, B adalah FWHM satu puncak yang dipilih, dan K adalah konstanta material yang nilainya kurang dari satu. Nilai yang umumnya dipakai untuk K adalah 0,9 (Iskandar, S., 2010)

II.7 Aplikasi Gamma alumina ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$)

Gamma alumina telah banyak digunakan pada industri kimia. Beberapa aplikasi *gamma alumina* ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) dalam industri adalah sebagai berikut:

Tabel 2.1 Aplikasi *Gamma Alumina* ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$)

Industri	Unit	Kegunaan
Pupuk	<i>Steam Reformer</i>	Sebagai penyangga katalis nikel pada unit reformer industri pupuk (<i>Retno Harfani, 2009</i>)
Pengolahan minyak bumi	<i>Hydrotreating</i>	Sebagai penyangga katalis Ni/Mo pada unit <i>hydrotreating</i> untuk menghilangkan pengotor-pengotor yang masih terdapat pada minyak bumi, seperti senyawa sulfur, nitrogen, dan logam. (<i>Ivan Aditirta, 2008</i>)
<i>Biofuel</i>	<i>Transesterifikasi</i>	Pembuatan biofuel dari minyak kelapa sawit melalui proses hydrocracking dengan katalis Ni-Mg/ $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (<i>Anindita Pramesti, 2014</i>)
<i>Biodiesel</i>	<i>Transesterifikasi</i>	Pembuatan biodiesel dari minyak kelapa sawit RBD dengan menggunakan katalis berpromotor ganda berpenyangga $\gamma\text{-Alumina}$ ($\text{CaO/MgO/ } \gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) dalam reaktor fluidized

		bed (<i>Niar Kurnia, 2014</i>)
Degradasi Gliserol	<i>Sonikasi</i>	Penambahan katalis γ - Al_2O_3 pada proses sonikasi untuk degradasi gliserol agar mendapatkan yield <i>Allyl Alcohol dan acrolein</i> tinggi (<i>Ryan Rizaldi Baril dkk, 2014</i>)

Pada proses di atas dapat digambarkan secara spesifik keterlibatan atau fungsi γ - Al_2O_3 dalam reaksi-reaksi yang telah disebutkan di atas. Berikut adalah contoh reaksinya pada pabrik pupuk:

- Proses primary reformer : $\text{CH}_4 + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{CO} + 3\text{H}_2$
($\text{Ni}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) $\text{CO} \longrightarrow \text{CO}_2 + \text{H}_2$
- Proses secondary reformer : $\text{CH}_4 + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{CO} + 3\text{H}_2$
($\text{Ni}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) $\text{CO} \longrightarrow \text{CO}_2 + \text{H}_2$
 $2\text{H}_2 + \text{O}_2 \longrightarrow 2\text{H}_2\text{O}$
- Proses CO shift Conversion: $\text{CO} + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{CO}_2$
($\text{Fe}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$)
- Proses methanasi : $\text{CO} + 3\text{H}_2 \longrightarrow \text{CH}_4 + \text{H}_2\text{O}$
($\text{Ni}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) $\text{CO}_2 + 4\text{H}_2 \longrightarrow \text{CH}_4 + 2\text{H}_2\text{O}$
- Proses sintesa amoniak : $\text{N}_2 + \text{H}_2 \longrightarrow \text{NH}_3$
($\text{Fe}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$)
(*Petrokimia Gresik*)

II.8 Penelitian Terdahulu

Tabel 2.2 Penelitian Terdahulu

Topik Penelitian	Hasil	Pustaka
Economical Synthesis Of Al_2O_3 Nanopowder Using Precipitation Methode	Dihasilkan nano α - Al_2O_3 dengan ukuran kristal 30-95 nm dengan precursor $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan metode presipitasi	Materials Letter, 63 (2009) 2274-2276, SA Hassanzadeh-Tabrizi, and E. Taheri Nassaj.
Synthesis Nanocrystalline γ - Al_2O_3 By Sol-Gel And Precipitation Methods For Methanol Dehydration To Dymethyl Ether	Dengan metode presipitasi dihasilkan γ - Al_2O_3 dengan ukuran kristal 26.5 nm	Journal Of Natural Gas Chemistry 20(2001) 128-134, Zahra Hosseini, Majid Taghizadeh, and Fereydoon Yaripour.
Preparation Of Ultrafine Spherical AlOOH And Al_2O_3 Powders By Aqueous Precipitation Method With Mixed Surfactans	Dihasilkan AlOOH dengan ukuran kristal 0.36-0.4 nm serta γ - Al_2O_3 dengan ukuran kristal 0.4-0.5 nm, precursor yang digunakan adalah $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$	Powder Technology 229 (2012) 7-16, Jian Kong, Bingxuan Chao, Teng Wang
New Method for Synthesis Nano Size γ - Al_2O_3 Catalyst for Dehydration of Methanol to Dimethyl Ether	Dihasilkan γ - Al_2O_3 dengan ukuran Kristal 1 – 2nm dengan menggunakan metode precipitation under	Internationa Journal of Chemical Engineering and Application, Omid Rahmanpour, Ahmad Shariati, and Mohammad Reza

	ultrasonic vibration mixing	Khosravi Nikou.
--	-----------------------------	-----------------

II.9 Karakterisasi Nanokatalis

Disamping itu, terdapat beberapa teknik untuk mengkarakterisasi nanokatalis berdasarkan sifat intrinsik katalis itu sendiri, yaitu sebagai berikut.

1. Pengujian BET (*Brunauer, Emmet, dan Teller*)

BET merupakan singkatan dari nama-nama ilmuwan yang menemukan teori luas permukaan pada suatu material. Mereka adalah *Brunauer, Emmet, dan Teller*. BET digunakan untuk karakterisasi permukaan suatu material yang meliputi *surface area* (SA, m²g), diameter pori (D) dan volume pori (V_{pr}, cc/gr).

2. Pengujian XRD (*X-Ray Diffraction*)

Teknik *X-Ray Diffraction* (XRD) berperan penting dalam proses analisis padatan Kristal maupun amorf. Teknik *X-Ray Diffraction* (XRD) adalah metode karakterisasi lapisan yang digunakan untuk analisis struktur kristal, karena setiap unsure atau senyawa memiliki pola tertentu. Pada analisis ini pola difraksi unsur diketahui, maka unsure tersebut dapat ditentukan. Metode difraksi sinar-x merupakan metode analisis kualitatif yang sangat penting karena kristalinitas dari material pola difraksi serbuk yang karakteristik, oleh karena itu metode ini disebut juga metode sidik jari serbuk (*powder fingerprint method*). Penyebab utama yang menghasilkan bentuk pola-pola difraksi serbuk tersebut, yaitu: (a) ukuran dan bentuk dari setiap selnya, (b) nomor atom dan posisi atom-atom di dalam sel (*Roesyadi, A., 2016*).

3. Pengujian PSA (*Particle Size Analysis*)

Particle Size Analyzer (PSA) digunakan untuk mengetahui ukuran partikel dan berat molekul. Syarat utama pengujian PSA dilaboratorium analisa Nanotech

Indonesia adalah sampel yang dapat terdispersi dalam suatu media cair (*Nanotech Indonesia*, 2013).

4. Spektrofotometer

Metode analisa menggunakan spektrofotometer disebut spektrofotometri. Spektrofotometri merupakan suatu metoda analisa yang didasarkan pada pengukuran serapan sinar monokromatis oleh suatu lajur larutan berwarna pada panjang gelombang spesifik dengan menggunakan monokromator prisma atau kisi difraksi dengan detektor fototube. Dalam analisis secara spektrofotometri terdapat tiga daerah panjang gelombang elektromagnetik yang digunakan, yaitu daerah UV (200 – 380 nm), daerah visible (380 – 700 nm), daerah inframerah (700 – 3000 nm) (*Underwood*, 2001)).

II.10 Spesifikasi Bahan

- a. Nama: Aluminum Nitrate Nonahydrate

Sifat fisik

Rumus molekul : $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$

Massa molekul : 375.1338 gr/mol

Warna : Tidak berwarna

Titik didih : 135°C

Titik lebur : 73°C

Sifat kimia

- Mudah larut dalam air, larut dalam air panas
(*MSDS*)

- b. Nama : Amonium Hidroksida

Sifat fisik

Rumus molekul : NH_4OH di H_2O

Massa molekul : 35,05 gr/mol

Warna : Tidak berwarna

Titik didih : $37,3^{\circ}\text{C}$

Titik lebur : $-57,5^{\circ}\text{C}$

Sifat kimia

- Sifatnya serupa dengan basa alkali
 - Menghasilkan garam dan air bila bereaksi dengan asam kuat (reaksi netralisasi)
- (Perry, 1999)

c. Nama : Asam klorida

Sifat fisik

Rumus molekul : HCl
Massa molekul : 36,5 gr/mol
Warna : Tidak berwarna
Titik didih : -85°C
Titik Beku : -114°C

Sifat kimia

- Larut dalam air
 - Larut dalam alkohol
 - Larut dalam eter
 - Melarutkan magnesium hidroksida
- (Perry, 1995)

d. Nama : Etanol

Sifat fisik

Rumus molekul : $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$
Massa molekul : 46,07 gr/mol
Warna : Tidak berwarna
Titik didih : $78,4^{\circ}\text{C}$
Titik lebur : -112°C

Sifat kimia

- Merupakan cairan tidak berwarna
 - Dapat larut dalam air dan eter
- (Perry, 1999)

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Dalam pembuatan nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dari garam $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ dengan metode sol-gel diperlukan persiapan sebagai berikut :

III.1 Alat dan Bahan

III.1.1 Alat yang digunakan

1. Breaker Glass
2. Corong Buchner
3. Corong Glass
4. Erlenmeyer
5. Gelas Ukur
6. Hot Plate
7. Kertas Saring
8. Magnetic Stirrer
9. Neraca Analitik
10. Peralatan Kalsinasi
11. pH Meter
12. Pipet Tetes
13. Pompa Vakum
14. Spatula
15. Thermometer

III.1.2 Bahan yang Digunakan

1. $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$
2. NH_4OH
3. HCl
4. Aquadest
5. Ethanol 96%
6. Metilen Biru

III.2 Variabel yang Digunakan

III.2.1 Variabel Tetap

1. HCl 0,5 M
2. NH₄OH 0,5 M
3. Putaran Pengaduk = 108,7 rpm
4. Volume larutan precursor = 100 ml
5. Suhu pengeringan = 75⁰C
6. Lama waktu pengeringan = 24 jam
7. Suhu kalsinasi = 600⁰C
8. Waktu kalsinasi = 6 jam
9. Tekanan = 1 atm
10. Waktu adsorpsi Metilen biru = 30 menit

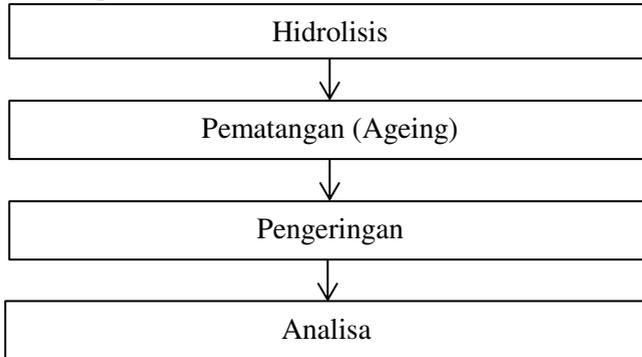
III.2.2 Variabel Berubah

1. Waktu proses pembuatan = 3 ; 4 ; 5 dan 6 jam
2. Suhu proses pembuatan = 60 ; 70 ; 80 ; 90 dan 100⁰C

III.3 Parameter yang dianalisa

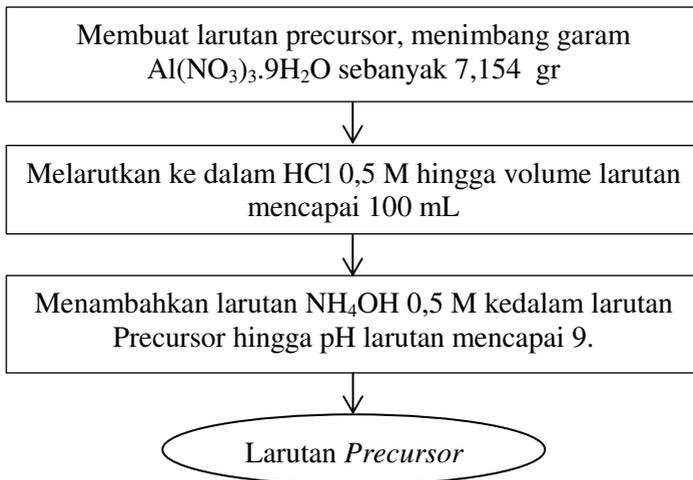
1. Kristalinitas dan ukuran kristal dengan uji XRD
2. Ukuran partikel dengan uji PSA
3. Luas permukaan dengan uji BET
4. Adsorpsi dengan uji Spektrofotometri UV-Vis

III.4 Diagram Alir Penelitian



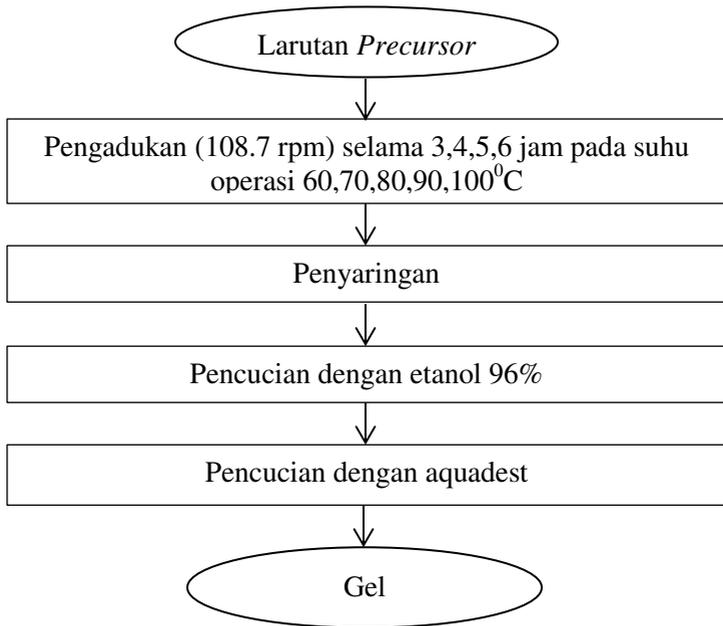
Gambar 3.1 Skema Prosedur Penelitian

III.4.1 Hidrolisis



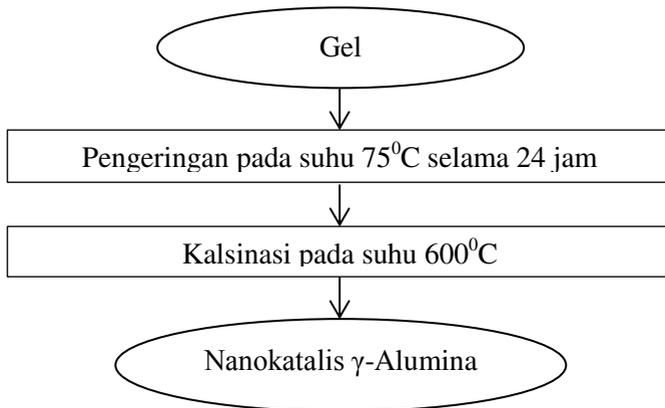
Gambar 3.2 Diagram Alir Hidrolisis

III.4.2 Pematangan (Ageing)



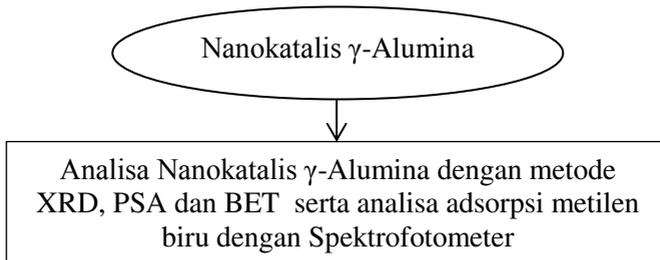
Gambar 3.3 Diagram Alir Proses Pematangan (Ageing)

III.4.3 Pengeringan



Gambar 3.4 Diagram Alir Proses Pengeringan

III.4.4 Analisa



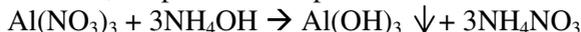
Gambar 3.5 Diagram Alir Analisa pada Nanokatalis γ -Alumina

III.5 Prosedur Penelitian

III.5.1 Persiapan pembuatan larutan

Pada penelitian ini larutan menggunakan garam $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ dengan pelarut HCl 0.5 M. Mentitrasi dengan larutan NH_4OH hingga pH 9.

Pembentukan Aluminium hydroxide yang terjadi pada saat penambahan NH_4OH pada larutan precursor.



III.5.2 Pengadukan

Setelah membuat larutan dilakukan pengadukan dengan menggunakan magnetic stirrer. Presipitat diaduk (108.7 rpm) selama 3,4,5,6 jam pada suhu 60, 70, 80, 90, 100°C.

Pada saat proses pemanasan dan pengadukan terjadi pembentukan boehmite (AlOOH).



III.5.3 Pencucian

Setelah pengadukan dilakukan pencucian. Presipitat disaring dan dicuci dengan ethanol 96% dan kemudian pencucian dengan aquadest.

III.5.4 Pengeringan

Setelah dicuci dan disaring presipitat dikeringkan pada suhu 75°C selama 24 jam.

III.5.5 Kalsinasi

Padatan presipitat yang sudah dikeringkan dilakukan kalsinasi selama 6 jam pada suhu 600°C dengan udara.

Boehmite yang dihasilkan pada saat kalsinasi terjadi pembentukan γ -Alumina melalui reaksi berikut :



III.5.6 Karakterisasi sampel

Sampel nanokatalis γ -Alumina dikarakterisasi menggunakan metode XRD untuk mengetahui kristalinitasnya dan ukuran kristalnya, metode PSA untuk mengetahui ukuran partikel, metode BET untuk mengetahui luas permukaan spesifik dan daya adsorpsi di analisa dengan spektrofotometer.

III.5.6.1 Analisa dengan *X-Ray Diffraction (XRD)*

Karakterisasi katalis yang dilakukan untuk mengetahui kristalinitasnya adalah dengan analisa *X-Ray Diffraction (XRD)*. Metode yang digunakan sebagai alternatif dalam menentukan ukuran partikel nano adalah metode Scherrer. Ukuran kristalin ditentukan berdasarkan pelebaran puncak difraksi sinar-X yang muncul. Difraksi sinar-X atau *X-ray diffraction (XRD)* adalah suatu metode analisa yang digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel. Profil XRD juga dapat memberikan data kualitatif dan semi kuantitatif pada padatan atau sampel. Difraksi sinar X ini digunakan untuk beberapa hal, diantaranya:

- Pengukuran jarak rata-rata antara lapisan atau baris atom
- Penentuan kristal tunggal
- Penentuan struktur kristal dari material yang tidak diketahui
- Mengukur bentuk, ukuran, dan tegangan dalam dari kristal kecil

Difraksi sinar-X terjadi karena pada hamburan elastis foton-foton sinar-X oleh atom dalam sebuah kisi periodik. Hamburan monokromatis sinar-X dalam fasa tersebut memberikan interferensi yang konstruktif. Penggunaan difraksi sinar-X untuk mempelajari kisi kristal adalah berdasarkan persamaan Bragg berikut ini.

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \theta ; n = 1, 2, \dots$$

dengan λ adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan, d adalah jarak antara dua bidang kisi, θ adalah sudut antara sinar

datang dengan bidang normal, dan n adalah bilangan bulat yang disebut sebagai orde pembiasan.

III.5.6.2 Analisa dengan *Particle Size Analysis (PSA)*

Alat Particle Size Analysis (PSA) digunakan untuk mengetahui ukuran partikel dan berat molekul. Syarat pengujian PSA di laboratorium analisa adalah sampel dapat didispersikan dalam suatu media cair.

III.5.6.3 Analisa dengan *Brunauer Emmett Teller (BET)*

Karakterisasi katalis yang digunakan untuk menentukan luas permukaan dan diameter pori partikel adalah analisa *Brunauer Emmett Teller (BET)*. Dengan alat ini, luas permukaan nanokatalis γ -Alumina dapat langsung diketahui. Sebelum dimasukkan ke dalam alat, sampel nanokatalis γ -Alumina harus ditimbang terlebih dahulu untuk mengetahui massanya sehingga nantinya dapat diketahui luas permukaannya setiap 1 gram nanokatalis γ -Alumina.

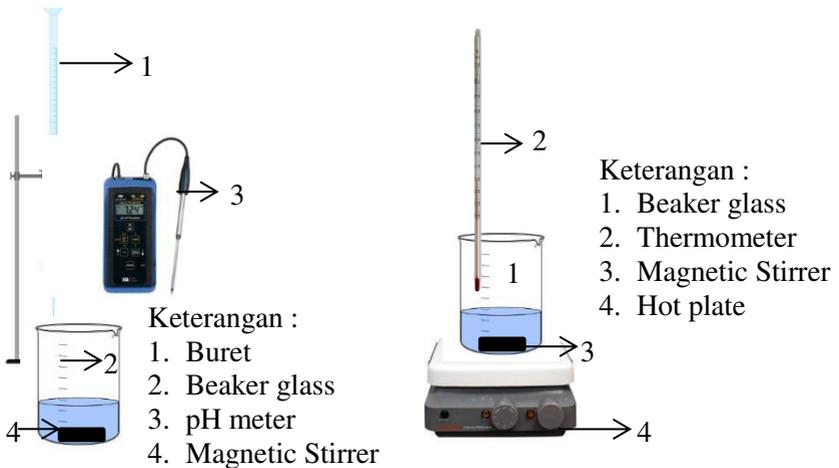
III.5.6.4 Analisa dengan Spektrofotometer

Spektrofotometri merupakan suatu metode analisa yang didasarkan pada pengukuran serapan sinar monokromatis oleh suatu lajur larutan berwarna pada panjang gelombang spesifik dengan menggunakan monokromator prisma atau kisi difraksi dengan detector Fototube. Pengukuran konsentrasi methylene blue dengan spektroskopi UV-Vis dilakukan pada panjang gelombang 654 nm. Analisis ini dilakukan untuk mengetahui konsentrasi dari metilen biru sebelum dan sesudah adsorpsi sehingga dapat diketahui seberapa besar berat metilen biru yang dapat diadsorp oleh nanokatalis γ -Alumina.

III.6 Gambar Alat

III.6.1 Peralatan Hidrolisis dan Pematangan

Peralatan presipitasi pada percobaan ini berupa beaker glass 500 ml dan untuk titrasi digunakan buret 100 ml yang dirangkai diatas beaker glass larutan prekursor. Beaker glass sebagai tempat larutan prekursor yang diletakkan diatas diatas hot plate dan dilengkapi magnetik stirrer dan thermometer untuk membaca suhu operasi.



a. Penambahan NH_4OH
pada Larutan Prekursor

b. Pematangan (Ageing)

Gambar 3.6 Rangkaian Peralatan Hidrolisis Dan Pematangan

III.6.2 Peralatan Pengeringan dan Kalsinasi

a. Oven

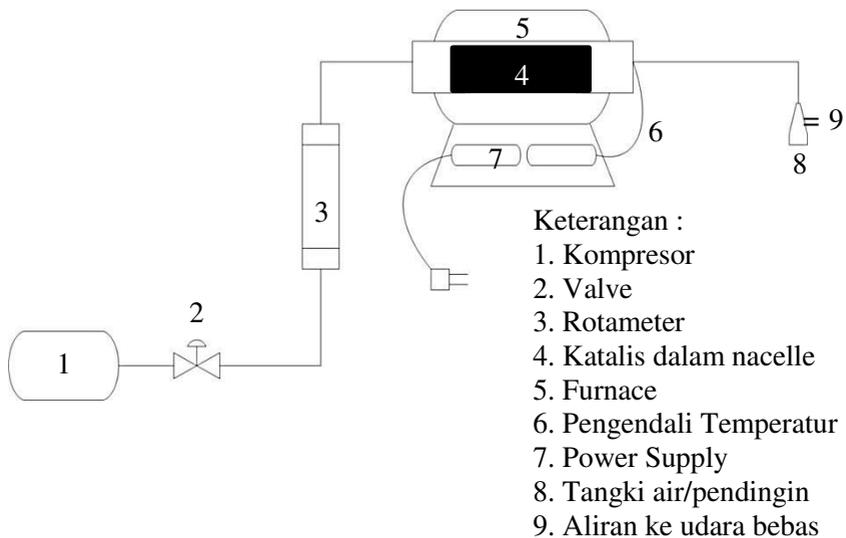
Oven adalah suatu peralatan yang berfungsi untuk memanaskan ataupun mengeringkan. Terdapat keterangan temperatur sesuai pengaturan suhu yang diinginkan.



Gambar 3.7 Oven

b. Peralatan kalsinasi

Peralatan kalsinasi yang digunakan pada penelitian ini berupa *tubular furnace* dengan merk Lim Elektro Therm Jerman. *Tubular furnace* ini memiliki panjang 80 cm dengan diameter 10 cm. *Tubular furnace* dilengkapi dengan temperatur control untuk mengatur temperatur operasi kalsinasi. Untuk tempat penampung katalis dalam furnace digunakan *nacelle* dari bahan *quartz*. *Nacelle* yang digunakan berdiameter $\frac{1}{2}$ inch dengan panjang 10 cm. Peralatan kalsinasi ini dilengkapi dengan kompresor udara untuk mensuplai udara pada reaktor kalsinasi.



Gambar 3.8 Peralatan Kalsinasi

III.7 Lokasi Penelitian

Lokasi penelitian skripsi ini bertempat di Departemen Teknik Kimia FTI – ITS Laboratorium Teknik Reaksi Kimia.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB IV HASIL PEMBAHASAN

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pembuatan nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan metode sol-gel, pengaruh suhu pemanasan terhadap luas permukaan nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan pengaruh waktu adsorpsi terhadap daya serap nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ pada larutan metilen biru. Variabel penelitian ini antara lain Variasi temperatur pemanasan dan waktu pemanasan.

Dari hasil variabel yang didapat kemudian dilakukan analisa XRD untuk mengetahui kristalinitas dari nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. BET untuk mengetahui luas permukaan, volume pori dan diameter pori. PSA untuk mengetahui pola struktur kristal. Serta spektrofotometer untuk mengetahui daya serap nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ pada larutan metilen biru.

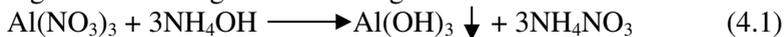
IV.1 Pembuatan Nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$

Pada penelitian ini, pembuatan nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dilakukan dengan metode sol-gel. Dimana digunakan $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ sebagai precursor dengan agen penitrasi NH_4OH dan pelarut yang digunakan pada proses sol-gel adalah larutan HCl 0.5 M dan aquadest. Dilakukan variasi temperature pemanasan dan waktu pengadukan, dimana diharapkan dengan beberapa variasi kondisi diatas dapat dipelajari kondisi optimum untuk menghasilkan nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$.

Proses pembentukan nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ pada proses ini meliputi beberapa tahap, yakni (Rahmanpour, 2012) :

Tahap pertama

Pembentukan aluminum hydroxide yang terjadi saat penambahan NH_4OH pada larutan precursor. Tahap ini digambarkan dengan reaksi sebagai berikut:



Tahap kedua

Tahapan ini terjadi pada proses pemanasan dan pengadukan. Dimana terjadipembentukan boehmite (AlOOH). Reaksi yang terjadi pada tahap ini adalah:



Tahap ketiga

Boehmite yang dihasilkan pada tahap dua dikeringkan dan dilakukan proses kalsinasi pada temperature 600 °C selama 6 jam dengan pengaliran udara. Pada tahap inilah terjadi pembentukan γ -Al₂O₃ melalui reaksi berikut :



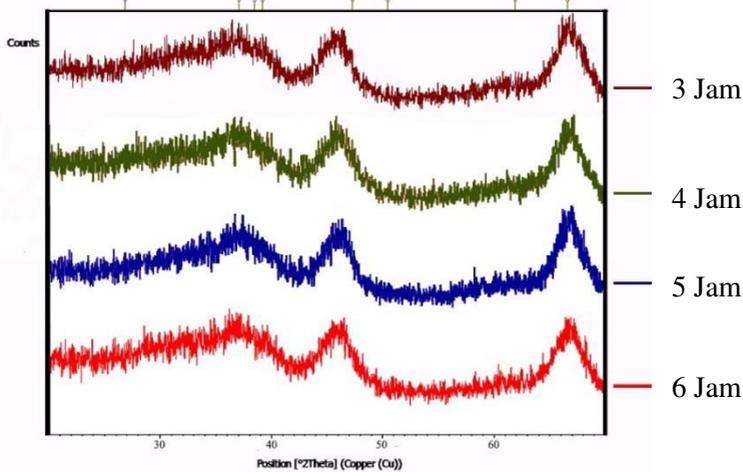
Nanokatalis γ -Al₂O₃ yang terbentuk selanjutnya akan disesuaikan dengan standar γ -Al₂O₃ yang telah ditetapkan. Hal ini dapat diketahui dengan melakukan analisa sampel dengan X-Ray Diffraction (XRD). Dimana pola peak yang didapatkan harus sesuai dengan pola peak standar γ -Al₂O₃. Standar yang telah ditetapkan ditunjukkan pada **Gambar 4.1**.

IV.2 Hasil Analisa X-Ray Diffraction (XRD) Nanokatalis γ -Al₂O₃

IV.2.1 Hasil Analisa (XRD) Nanokatalis γ -Al₂O₃ Pengaruh Waktu Pengadukan

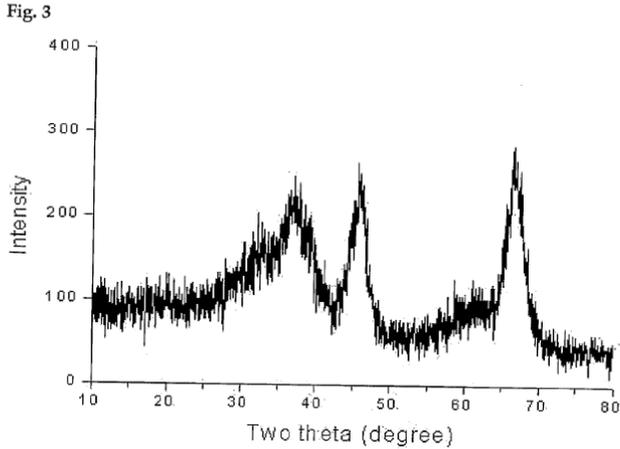
Analisa X-Ray Diffraction (XRD) digunakan untuk mengetahui kristalinitas dan ukuran kristal partikel yang dihasilkan. Waktu pengadukan pada proses presipitasi merupakan suatu variabel penting yang mempengaruhi ukuran partikel γ -Al₂O₃ yang akan dihasilkan. Pada penelitian ini akan dipelajari pengaruh waktu pengadukan terhadap ukuran partikel yang dihasilkan untuk mencari kondisi operasi yang optimum. Dimana akan digunakan beberapa waktu pengadukan yakni 3, 4, 5, dan 6 jam. Sedangkan untuk konsentrasi precursor dan suhu pemanasan dipertahankan konstan berturut-turut 0,2 M dan 70 °C dan pelarut yang digunakan adalah HCl 0.5.

Produk nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ pada tahapan ini selanjutnya dilakukan analisa *X-Ray Diffraction* untuk mengetahui kristalinitas dan ukuran kristal partikel yang dihasilkan. Hasil XRD pada berbagai waktu pengadukan ditunjukkan pada **Gambar 4.1** berikut.



Gambar 4.1 Hasil Analisa X-Ray Difraksi (XRD) nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ pada beberapa variasi waktu pengadukan

Dari difraktogram yang ditunjukkan pada **Gambar 4.1** terlihat bahwa pada semua waktu pengadukan secara kualitatif terbentuk partikel $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ hal ini ditandai dengan munculnya peak $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, yakni pada $2\theta = 38^\circ$, $2\theta = 46^\circ$, dan $2\theta = 67^\circ$ pada difraktogram. Pola tersebut (**Gambar 4.1**) sesuai dengan data *US Patent 2009/010418 Al γ -Al $_2$ O $_3$* yang ditunjukkan pada **Gambar 4.2**.



Gambar 4.2 Standar $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ Pada US Patent, US 2009/010418A1

Menurut **Gambar. 4.2** dari pola XRD dari $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang dipembuatkan oleh proses kalsinasi boehmite pada suhu $600\text{ }^\circ\text{C}$ selama 6 jam, tercatat bahwa puncak muncul di 2θ yaitu pada 38° , 45° , 67° , yang khas dengan pola $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (*US Patent, US 2009/010418 AI*).

Untuk mengetahui pengaruh waktu pengadukan terhadap partikel nano $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang dihasilkan, selanjutnya dihitung ukuran kristal nano $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang dihasilkan. Dari difraktogram XRD beberapa variable diatas (*Gambar 4.2*), ukurankristal dihitung dengan menggunakan formula Scherrer :

$$D = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta} \quad (4.4)$$

Dimana D merupakan diameter kristal, κ adalah *shape factor* dengan nilai 0.9-1.4 (umumnya digunakan ~ 0.9), λ adalah panjang gelombang X-ray (0.15406 nm), θ adalah sudut bragg (radian), dan β adalah FWHM (Full Width Half Maximum) satu puncak

tertinggi (radian). Hasil perhitungan diameter kristal dengan formulascherrer untuk beberapa variasi konsentrasi suhu disajikan oleh **Tabel 4.1**.

Tabel 4.1 Diameter kristal nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ pada beberapa variasi waktu pengadukan dengan suhu 70°C

Pelarut	Konsentrasi Precursor (M)	Waktu Pengadukan (Jam)	K	λ (nm)	β (rad)	θ (rad)	$\cos \theta$	D (nm)
HCl 0,5 M	0,2	3	0,9	0,15406	0,007	0,582	0,835	23,687
		4	0,9	0,15406	0,010	0,585	0,834	16,679
		5	0,9	0,15406	0,002	0,585	0,834	71,219
		6	0,9	0,15406	0,009	0,346	0,941	17,248

Hasil penelitian yang kami lakukan pada **Tabel 4.1** menunjukkan bahwa hasil penelitian kami dari pengaruh waktu pengadukan telah diperoleh ukuran diameter nanopartikel. Hasil diameter terbaik ditunjukkan pada suhu 70°C dengan waktu pengadukan selama 4 jam dengan diameter produk nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang dihasilkan sebesar 16,679 nm. Hal ini sesuai dengan literatur *US Patent 2009/010418 AI*.

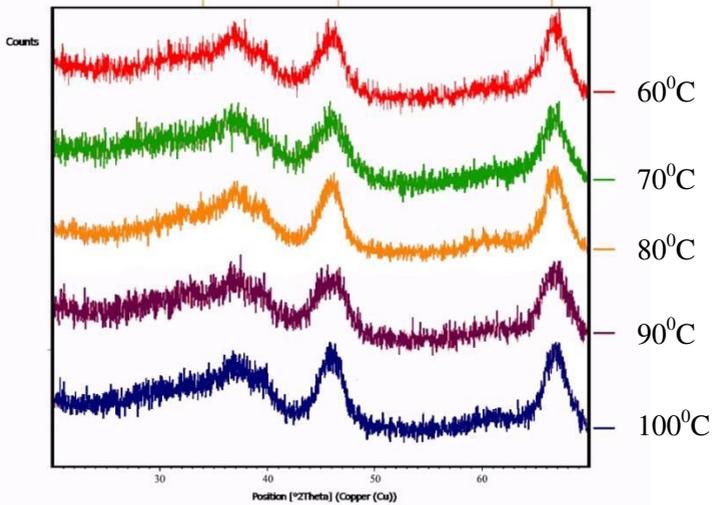
Menurut *US Patent 2009/010418 AI* diameter nanopartikel berada pada range 3-100 nm. Sedangkan waktu pengadukan terbaik terjadi pada range selama 1-48 jam. Jika waktu reaksi dilakukan selama kurang dari 1 jam, itu tidak cukup untuk membentuk kristal boehmite. Sebaliknya, ketika waktu pemanasan dilakukan selama lebih dari 48 jam, reaksi boehmit memburuk dan tidak efisien.

Terjadi penyimpangan pada variabel waktu pengadukan yakni terbentuknya ukuran diameter nanokatalis yang naik turun. Hal ini belum dapat disimpulkan terjadi pengaruh waktu pengadukan dalam pembuatan produk nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Perlu

adanya parameter yang ditetapkan sebelum melakukan tahapan pemanasan agar dapat terlihat pengaruh waktu pengadukan terhadap hasil diameter produk nonakatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$.

IV.2.2 Hasil Analisa XRD Nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ Pengaruh Suhu pada Proses Pemanasan

Suhu pada proses sol-gel merupakan komponen penting yang berpengaruh dalam proses pembentukan nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Pada penelitian ini dipelajari mengenai pengaruh suhu pada proses sol-gel terhadap ukuran kristal $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang dihasilkan. Setelah didapatkan waktu terbaik, penelitian dilanjutkan pada variasi beberapa suhu operasi pemanasan yakni 60, 70, 80, 90, dan 100 °C. Hal ini menjadi penting karena akan dicari kondisi suhu operasi optimum untuk menghasilkan nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan ukuran terkecil. Pada tahapan ini untuk mengetahui pengaruh suhu pemanasan parameter terkait jenis pelarut, konsentrasi precursor dan waktu pengadukan dipertahankan konstan yakni berturut-turut HCl 0.5 M, 0,2 M dan 4 jam. Pada **Gambar 4.3** menunjukkan hasil analisa XRD nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan variasi suhu pemanasan.



Gambar 4.3 Hasil Analisa X-Ray Diffraksi (XRD) Nanokatalis γ Al_2O_3 Pada Beberapa Variasi Suhu dengan Waktu Pengadukan Selama 5 jam.

Untuk mengetahui pengaruh suhu pemanasan terhadap ukuran nanokatalis γ - Al_2O_3 yang dihasilkan, selanjutnya dihitung ukuran kristal nano γ - Al_2O_3 yang dihasilkan. Dari difraktogram XRD beberapa variable diatas (**Gambar 4.3**) sesuai dengan (**Gambar 4.2**), ukuran kristal dihitung dengan menggunakan formula Scherrer pada pers 4.4 didapatkan hasil yang ditunjukkan pada **Table 4.2**

Tabel 4.2 Diameter kristal nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ pada beberapa variasi suhu pemanasan dengan waktu pengadukan selama 4 jam

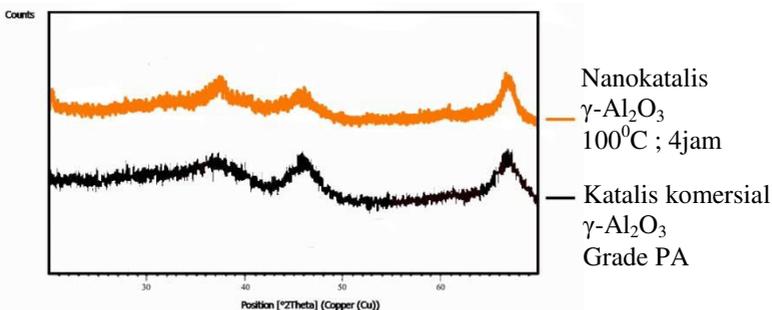
Pelarut	Konsentrasi Precursor (M)	T °C	K	λ (nm)	β (rad)	θ (rad)	$\cos \theta$	D (nm)
HCl 0,5 M	0,2	60	0,9	0,15406	0,007	0,580	0,836	23,751
		70	0,9	0,15406	0,010	0,585	0,834	16,679
		80	0,9	0,15406	0,006	0,586	0,833	28,504
		90	0,9	0,15406	0,003	0,592	0,830	63,385
		100	0,9	0,15406	0,010	0,584	0,834	16,674

Hasil penelitian yang kami lakukan pada **Tabel 4.2** menunjukkan bahwa hasil penelitian kami dari pengaruh suhu pemanasan telah diperoleh ukuran diameter nanopartikel. Diameter terbaik ditunjukkan pada suhu 100°C dengan waktu pengadukan selama 4 jam dengan diameter produk nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang dihasilkan sebesar 16,674nm. Hal ini sesuai dengan literatur *US Patent 2009/010418 AI*.

Menurut *US Patent 2009/010418 AI* range suhu terbaik antara $80\text{-}130^\circ\text{C}$ Bila suhu lebih rendah dari 80°C , tingkat pertumbuhan kristal menjadi lambat dan aluminiumhidroksida seperti gibbsite terbentuk sebagai pengotor dalam kontras. Jika dipanaskan pada suhu lebih tinggi dari 130°C , kristal boehmite tumbuh terlalu banyak. Sehingga kemungkinan terjadi aglomerasi membentuk kristal memungkinkan terjadi.

Terjadi penyimpangan pada variabel suhu pemanasan yakni terbentuknya ukuran diameter nanokatalis yang naik turun. Hal ini belum dapat disimpulkan terjadi pengaruh suhu pemanasan dalam pembuatan produk nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Perlu adanya parameter yang ditetapkan sebelum melakukan tahapan pemanasan agar dapat terlihat pengaruh suhu pemanasan terhadap hasil diameter produk nonaokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$.

Didasarkan pada diameter yang diperoleh pada analisa XRD ini didapatkan kesimpulan bahwa kondisi optimum pada pembuatan nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ adalah pada suhu operasi 100°C dan waktu pengadukan selama 4 jam. Berikut adalah hasil analisa XRD dari produk nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan katalis komersial $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dari grade PA sebagai pembandingan.



Gambar 4.4 Hasil Analisa X-Ray Difraksi (XRD) Nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ Pada kondisi optimum dengan suhu 100°C dan waktu pengadukan 4 jam dibandingkan dengan katalis komersial $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (Drade PA)

Selanjutnya dihitung ukuran kristal nano $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang dengan menggunakan formula Scherrer (4.4) maka didapatkan hasil yang ditunjukkan pada tabel berikut :

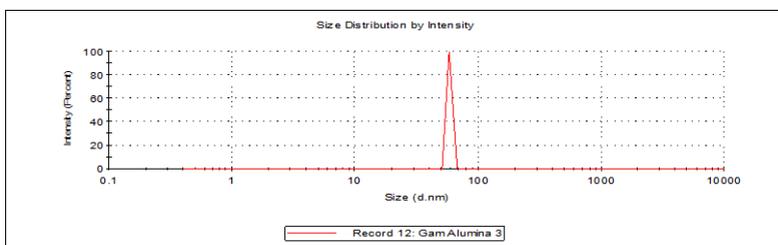
Tabel 4.3 Perbandingan diameter kristal produk nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan katalis komersial $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (Merck Ltd grade PA)

Katalis	κ	λ (nm)	β (rad)	θ (rad)	$\cos \theta$	D (nm)
Nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 100°C ; 4jam	0,9	0,15406	0,010	0,584	0,834	16,674
katalis komersial $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (Grade PA)	0,9	0,15406	0,00175	0,177	0,98434	80,391

Dari perbandingan yang ditunjukkan oleh **Tabel 4.3** produk nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ memiliki ukuran diameter kristal lebih kecil dibandingkan katalis komersial $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (Grade PA).

IV.3 Hasil Analisa Particle Size Analyzer (PSA)

Produk nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ terbaik dengan ukuran diameter 16,674 nm, selanjutnya dilakukan analisa Particle Size Analyzer (PSA) yang digunakan untuk mengetahui ukuran partikel dari nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Hasil analisa PSA ditunjukkan pada **Gambar 4.5**



Gambar 4.5 Hasil Analisa Particle Size Analyzer (PSA)

Hasil analisa Particle Size Analyzer (PSA) didapatkan diameter partikel nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ sebesar 58,77 nm dengan PDI sebesar 0,642 dan Attenuator sebesar 10. Hal ini sesuai dikarenakan range maksimum dari PDI sebesar 1 dan attenuator sebesar 12. (*Size Distribution Report Malvern*)

IV.4 Hasil Analisa BET

Selain ukuran kristalkatalis, dilakukan pula karakterisasi parameter fisik katalis terkait luas permukaannya dengan uji BET. Karakterisasi BET menjelaskan fenomena adsorpsi molekul gas di permukaan zat padat (melekatnya molekul gas dipermukaan zat padat). Kuantitas molekul gas yang diadsorpsi sangat bergantung pada luas permukaan yang dimiliki zat padat tersebut. Dengan demikian, secara tidak langsung ini dapat

dipergunakan untuk menentukan luas permukaan zat padat. Untuk material berpori, luas permukaan spesifik ditentukan oleh porositas zat padat. Dengan demikian metode BET juga dapat digunakan untuk menentukan porositas zat padat. Hasil analisa BET ditampilkakan pada Tabel 4.4 berikut :

Tabel 4.4 Karakteristik fisik katalis dari analisa BET

Katalis	Luas permukaan spesifik (m ² /g)
Nanokatalis γ -Al ₂ O ₃ 100 ⁰ C ; 4jam	182,010
katalis komersial γ -Al ₂ O ₃ (Merck Ltd grade PA)	133.420

Dari perbandingan yang ditunjukkan oleh **Tabel 4.4** produk nanokatalis γ -Al₂O₃ memiliki luas permukaan spesifik yang lebih besar dibandingkan katalis komersial γ -Al₂O₃ (Merck Ltd grade PA). Hal ini terjadi karena dengan asumsi zat padat berupa partikel-partikel maka luas permukaan untuk zat padat dengan massa tertentu makin besar, jika ukuran partikel makin kecil. Dengan mendefinisikan luas permukaan spesifik sebagai perbandingan luas total permukaan zat padat terhadap massanya maka luas permukaan spesifik makin besar jika ukuran partikel makin kecil (*Abdullah, 2009*).

IV.5 Hasil Analisa Daya Serap Produk Nanokatalis γ -Al₂O₃ terhadap Larutan Metilen biru

Selain sebagai support katalis, nanokatalis γ -Al₂O₃ juga digunakan sebagai adsorben. Penyerapan metilen biru menggunakan nanokatalis γ -Al₂O₃ pada ukuran nano terbaik menggunakan alat spektrofotometer UV-Vis. Nanokatalis γ -Al₂O₃ ditimbang sebanyak 0,1 gram. Selanjutnya diinteraksikan dengan larutan metilen biru 20 ppm sebanyak 100 ml. Proses interaksi dilakukan dengan pengadukan selama 30 menit. Pada proses interaksi ini terjadi peristiwa adsorpsi antara adsorben berupa nanokatalis γ -Al₂O₃ dengan adsorbat berupa larutan metilen biru.

Selama proses adsorpsi, larutan metilen biru banyak yang masuk ke pori nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ akibat peristiwa adsorpsi yang terjadi. Larutan metilen biru sisa adsorpsi tersebut kemudian di analisa menggunakan Spektrofotometer UV-Vis pada gelombang 654 nm. Hasil analisa menggunakan Spektrofotometer yaitu nilai adsorbansi (A). Nilai adsorbansi yang diperoleh, dijadikan data untuk menghitung banyaknya metilen biru yang terserap oleh produk nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang mempunyai daya serap yang tinggi berarti memiliki luas permukaan yang lebih besar (*Jankowska, 1991*).

Berikut hasil adsorpsi metilen biru dengan menggunakan nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang merepresentasikan daya serap pada nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang dihasilkan seperti yang ditunjukkan pada **Tabel 4.5** berikut.

Tabel 4.5 Hasil Analisa Adsorpsi Metilen Biru oleh nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan waktu interaksi 30 menit

Waktu Pengadukan (Jam)	T (°C)	A	Waktu	C Akhir (ppm)	Terserap		Metilen biru Terserap (%)	D (nm)
			Adsorpsi Menit		ppm	gram		
4	60	1,156	30	11,75	8,25	0,00083	41,25	23,665
	70	1,1		11,60	8,4	0,00084	42,00	16,679
	80	1,202		13,20	6,8	0,00068	34,00	28,504
	90	1,209		13,30	6,7	0,00067	33,50	63,385
	100	0,919		11,50	8,5	0,00085	42,50	16,674
3	70	1,181		12,80	7,2	0,00072	36,00	23,687
5	70	1,291		14,00	6,7	0,00067	30,00	71,219
6	70	1,145		11,70	8,3	0,00083	41,50	17,248

Ditinjau dari kemampuan daya adsorpsi produk nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ terhadap larutan metilen biru dengan diameter nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ditunjukkan pada **Tabel 4.6** sebagai berikut.

Tabel 4.6 Kemampuan daya serap produk nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ terhadap larutan metilen biru dengan diameter nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$

D (nm)	Metilen Biru Terserap (%)
16,674	42,50
16,679	42,00
17,248	41,50
23,665	41,25
23,687	36,00
28,504	34,00
63,385	33,50
71,219	30,00

Dari hasil analisa penyerapan metilen biru oleh nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dapat disimpulkan bahwa waktu adsorpsi selama 30 menit pada nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan variabel suhu 100°C dengan waktu 4 jam didapatkan daya serap tertinggi yakni 42,5%. Hal ini membuktikan bahwa nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dapat berperan sebagai adsorben. Pengaruh suhu pemanasan pada pembuatan nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dapat meningkatkan kemampuan penyerapan katalis.

IV.6 Hasil Analisa %Yield

Analisa yield Nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dihitung untuk mengetahui berapa produk nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang dapat dihasilkan. Perhitungan secara teoritis, dari $\frac{7,1426 \text{ gr nanokatalis } \gamma\text{-Al}_2\text{O}_3}{\text{gr Al(NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}}$ bahan dasar garam $\text{Al(NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ mampu menghasilkan produk nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ sebanyak $\frac{1,9067 \text{ gr nanokatalis } \gamma\text{-Al}_2\text{O}_3}{\text{gr Al(NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}}$. Hasil perhitungan yield secara penelitian ditunjukkan pada **Tabel 4.7**.

Tabel 4.7 Hasil Analisa Yield Nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$

Waktu Pengadukan	T	Produk	D	Yield $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (gr $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ /gr $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$)
Jam	$^\circ\text{C}$	(gr)	(nm)	(%)
4	60	0,865	23,665	12,110
	70	1,051	16,679	14,715
	80	0,506	28,504	7,084
	90	0,72	63,385	10,080
	100	0,811	16,674	11,354
3	70	1,117	23,687	15,639
5	70	0,897	71,219	12,558
6	70	1,337	17,248	18,719

Hasil nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ tertinggi pada saat 70°C 6 jam sebesar $1,337 \frac{\text{gr nanokatalis } \gamma\text{-Al}_2\text{O}_3}{\text{gr Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}}$. Sedangkan hasil produk Nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ terendah pada saat 80°C 4 jam sebesar $0,506 \frac{\text{gr nanokatalis } \gamma\text{-Al}_2\text{O}_3}{\text{gr Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}}$. Hasil tersebut menunjukkan terjadinya kehilangan produk antara $0,5697\text{-}1,4007 \frac{\text{gr nanokatalis } \gamma\text{-Al}_2\text{O}_3}{\text{gr Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}}$. Hal ini dipengaruhi oleh beberapa faktor yaitu: pengaruh waktu pemanasan dan kehilangan produk pada saat pencucian.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

V.1 Kesimpulan

1. Hasil penelitian ini berhasil didapatkan diameter ukuran nano dengan menggunakan metode sol-gel.
2. Diameter produk nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ terkecil pada suhu pemanasan 100°C dengan waktu pengadukan selama 4 jam. Berdasarkan diameter terkecil tersebut didapatkan *surface area* sebesar $182,010 \text{ m}^2/\text{g}$ dengan melakukan analisa BET. Hal ini sesuai dengan literatur *US Patent 2009/010418 Al*.
3. Pada analisa PSA yang dilakukan merupakan variabel terbaik dari penelitian kami yaitu 100°C dengan waktu pengadukan selama 4 jam. Hasil analisa *Particle Size Analyzer* (PSA) didapatkan diameter partikel nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ sebesar $58,77 \text{ nm}$. (*Size Distribution Report Malvern*)
4. Penyerapan metilen biru oleh nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ terbaik dengan waktu adsorpsi selama 30 menit pada nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan variabel suhu 100°C dengan waktu 4 jam didapatkan daya serap tertinggi yakni $42,5\%$.
5. Yield nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ tertinggi pada saat 70°C 6 jam sebesar $1,337 \frac{\text{gr nanokatalis } \gamma\text{-Al}_2\text{O}_3}{\text{gr Al(NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}}$. Sedangkan hasil produk nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ terendah pada saat 80°C 4 jam sebesar $0,506 \frac{\text{gr nanokatalis } \gamma\text{-Al}_2\text{O}_3}{\text{gr Al(NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}}$. Hasil tersebut menunjukkan terjadinya kehilangan produk antara $0,5697\text{-}1,4007 \frac{\text{gr nanokatalis } \gamma\text{-Al}_2\text{O}_3}{\text{gr Al(NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}}$.

V.2 Saran

1. Uji katalitik tidak dilakukan karena jumlah produk nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ tidak memenuhi jumlah yang memadai untuk digunakan dalam proses uji katalitik

seperti dalam proses hydrocracking minyak nabati menjadi biofuel. Dimana dalam jurnal Rismawati Rasyid persen berat katalis yang dibutuhkan sebanyak 5% dari volume minyak. Sehingga untuk mendapatkan produk nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ lebih banyak harus memperbesar berat bahan $\text{Al}_2(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ yang digunakan.

DAFTAR PUSTAKA

- Anonim. 2016. "[https://id.wikipedia.org/ wiki/ Aluminium _oksida](https://id.wikipedia.org/wiki/Aluminium_oksida)".
- Baril, R.R., Khosiin, K., dan Sumarno. 2014. "Degradasi Gliserol dengan Teknologi Sonokimia".
- Djayasinga, R. 2015. "Pembuatan dan Karakterisasi Nanokatalis Ni (1-x)Cu_xFe₂O₄ serta Uji Aktivitas Pada Konversi (CO₂ + H₂)".
- Fernandez, B.R. 2011. "Sintesis Nanopartikel".
- Harfani, R. 2009. "Sintesis Katalis Padatan Gamma Alumina Terfosfat (γ -Al₂O₃/PO₄) dan digunakan untuk Sintesis Senyawa Metil Eter Asam Lemak dari Limbah Produksi Margarin".
- International Aluminium Institute, 2000. "Life Cycle Assement of Aluminium: Inventoru Data For The Worldwide Primary Aluminium Industry.
- Iskandar, S. 2010. "[http://suhendraiskandar.blogspot.co.id /2010/11/nanokatalis-sebagai-pengganti-katalis.html](http://suhendraiskandar.blogspot.co.id/2010/11/nanokatalis-sebagai-pengganti-katalis.html)".
- Nanotech Indonesia. 2013. "<http://center.nano.or.id/jasa-analisa-pengujian-sampel-dengan-metode-psa-partikel-size-analyzer/>". Di upload pada Mei 16, 2013.
- Madiya, I.W. 2011. "Nanosains: Sintesis, Karakterisasi dan Aplikasinya".
- Perry,R. & Chilton, C. H. 1997. *Perry's Chemical Engineer's Hand Book*. 7th edition.McGraw-Hill International Book. New York
- Petrokimia Gresik, 2014. "Katalis Pabrik Amoniak Petrokimia Gresik."
- Rahmanpour, O., Shariati, A., and Nikou, M.R.K. 2012. "*New Method for Syntesis Nano Size γ -Al₂O₃ Catalyst for Dehydration of Methanol to Dimethyl Ether*". International Journal of Chemical Engineering and Application Vol.3, pp. 125-128.
- Roesyadi, A. 2016. "Metode Preparasi Katalis".

- Setiawan, B.D. 2013.”<https://www.itb.ac.id/news/4140.xhtml>”.
- Underwood, A.L dan R.A day, J.R. 2001. “Analisis Kimia Kuantitatif”. Erlangga. Jakarta.
- US Patent, 2009. “Method of Preparing Boehmite and Gamma-Alumina with High Surface”.
- Wahyudi, A. 2014. “Studi Preparasi Nanokatalis γ -Al₂O₃ dengan Metode Presipitasi serta Penggunaannya dalam Proses Produksi Dietil Eter”.
- Wayan, M.I. 2011. “Nanosains: Sintesis, Karakterisasi dan Aplikasinya”.
- Wicaksono, D.R. 2011. “Sintesis Biodiesel dari *Crude Palm Oil* dengan Katalis Alumina Hasil Recovery Limbah Padat Lumpur PDAM Intan Banjar”.
- Yulianto, A. 2015. “<http://www.republika.co.id/berita/ekonomi/korporasi/15/03/02/nkkt88-indonesia-tak-perlu-import-katalis>”.
- www.MSDS.com

DAFTAR NOTASI

Simbol	Keterangan	Satuan
γ	Gamma	Radiasi Sinar
α	Alpha	Radiasi Sinar
Atm	Atmosfer	Tekanan
$^{\circ}\text{C}$	Celcius	Suhu
gr	Gram	Massa
M	Molaritas	Kosentrasi
ml	mililiter	Volume
ppm	Part Per Million	Kelarutan
rpm	Round Per Minute	Kecepatan

APPENDIKS

1. Perhitungan kebutuhan garam $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ dalam 100 ml

$$\text{BM Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O} = 375,13 \text{ gr/gmol}$$

$$\text{Konsentrasi larutan prekursor} = 0,2 \text{ M}$$

Kebutuhan garam $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$

$$M = \frac{\text{gr}}{\text{BM}} \times \frac{1000}{V}$$

$$0,2 = \frac{\text{gr}}{375,13} \times \frac{1000}{100}$$

$$\text{gr} = 7,1426 \text{ gr}$$

Jadi kebutuhan garam $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 7,1426 gr

2. Perhitungan pengenceran HCl 0,5 M

$$\text{Volume} = 100 \text{ mL}$$

$$\text{BM HCl} = 36,46 \text{ g/mol}$$

$$\text{Konsentrasi} = 32\%$$

$$\rho \text{ HCl} = 1,19 \text{ g/ml}$$

$$M = \frac{\rho \text{ HCl} \times 10 \times \text{konsentrasi HCl}}{\text{BM HCl}}$$

$$M = \frac{1,19 \times 10 \times 32\%}{36,46}$$

$$M_2 = 10,444$$

Kebutuhan 10,444 M

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$0,5 \cdot 100 = 10,444 \cdot V_2$$

$$V_2 = 4,8 \text{ mL}$$

Mengambil 4,8 ml HCl dan menambahkan aquades hingga mencapai 100 mL.

3. Perhitungan pengenceran NH_4OH

$$\rho \text{ NH}_4\text{OH} = 0,9$$

$$\% \text{ NH}_4\text{OH} = 25$$

$$\text{BM NH}_4\text{OH} = 35 \text{ gr/gmol}$$

Volume larutan NH_4OH =

$$\begin{aligned} M &= \frac{\rho \times 10 \times \%}{BM} \\ &= \frac{0,9 \times 10 \times 25}{35} \\ &= 6,429 \end{aligned}$$

Pengenceran NH_4OH 0,5 M

$$\begin{aligned} M_1 \cdot V_1 &= M_2 \cdot V_2 \\ 0,5 \times 500 &= 6,429 \times V_2 \\ V_2 &= 38,88 \text{ ml} \end{aligned}$$

Jadi kebutuhan NH_4OH 6,429 M sebanyak 38,88 ml kemudian ditambahkan aquades hingga 500 ml

4. Perhitungan Yield Secara Teoritis

Reaksi 1



$$\text{BM Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O} = 375,13 \text{ gr/gmol}$$

$$\text{Massa Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O} = 7,1426 \text{ gr}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O} &= \frac{7,1426 \text{ gr}}{375,13 \text{ gr/gmol}} \\ &= 0,0187 \text{ gmol} \end{aligned}$$

$$\text{Mol Al}(\text{NO}_3)_3 = \frac{1 \text{ gmol Al}(\text{NO}_3)_3}{1 \text{ gmol Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}} \times 0,0187 \text{ mol}$$

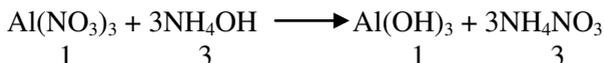
$$\begin{aligned} \text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O} & \\ &= 0,01904 \text{ gmol Al}(\text{NO}_3)_3 \end{aligned}$$

$$\text{BM Al}(\text{NO}_3)_3 = 212,98 \text{ gr/gmol}$$

$$\text{Massa Al}(\text{NO}_3)_3 \text{ yang terbentuk} = 0,01904 \text{ gmol}$$

$$\begin{aligned} \text{Al}(\text{NO}_3)_3 \times \frac{212,98 \text{ gr}}{1 \text{ gmol}} \\ = 4,0551 \text{ gr} \end{aligned}$$

Reaksi 2



$$\text{Mol Al}(\text{OH})_3 = \frac{1 \text{ gmol Al}(\text{OH})_3}{1 \text{ gmol Al}(\text{NO}_3)_3} \times 0,01904 \text{ gmol}$$

$$\text{Al}(\text{NO}_3)_3$$

$$\begin{aligned}
 &= 0,01904 \text{ gmol} \\
 \text{BM Al(OH)}_3 &= 75,98 \text{ gr/gmol} \\
 \text{Massa Al(OH)}_3 &= 0,01904 \text{ gmol Al(OH)}_3 \times \frac{75,98 \text{ gr}}{\text{gmol}} \\
 &= 1,4467 \text{ gr} \\
 \text{Al(OH)}_3 &\longrightarrow \text{AlOOH} + \text{H}_2\text{O} \\
 \text{gmol AlOOH} &= \frac{1 \text{ gmol AlOOH}}{1 \text{ Al(OH)}_3} \times 0,01904 \text{ gmol Al(OH)}_3
 \end{aligned}$$

Reaksi 3

$$\begin{aligned}
 \text{AlOOH} &\longrightarrow \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{H}_2\text{O} \\
 \text{gmol Al}_2\text{O}_3 &= \frac{1 \text{ gmol Al}_2\text{O}_3}{1 \text{ gmol AlOOH}} \times 0,01904 \text{ gmol Al(OH)}_3 \\
 &= 0,01904 \text{ gmol} \\
 \text{BM Al}_2\text{O}_3 &= 101,96 \text{ gmol} \\
 \text{Massa Al}_2\text{O}_3 &= 0,01904 \text{ gmol Al}_2\text{O}_3 \times \frac{101,96 \text{ gr}}{1 \text{ gmol}} \\
 &= 1,9413 \text{ gr}
 \end{aligned}$$

5. Perhitungan hasil XRD

Perhitungan hasil XRD menggunakan Persamaan Debye Scherrer

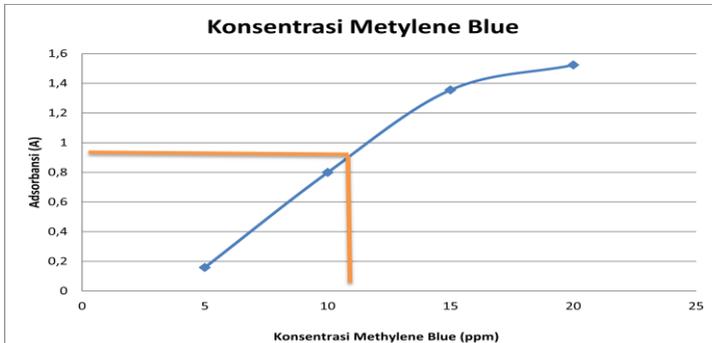
$$\text{Dimana } \lambda = 0,15406 \text{ nm}$$

Perhitungan pada suhu 100°C 4 jam

$$\begin{aligned}
 D_{\text{hkl}} &= \frac{0,9 \lambda}{\frac{B \cos \theta}{0,9 \times 0,15406}} \\
 &= \frac{0,012 \times 0,830}{1} \\
 &= 13,652 \text{ nm}
 \end{aligned}$$

Didapatkan diameter sebesar 13,652 nm. Dilakukan perhitungan yang sama untuk variabel berikutnya.

6. Perhitungan daya serap produk nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ terhadap metylene blue



Uji nano katalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan menggunakan alat spektrofotometri UV-Vis.

Perhitungan % adsorpsi produk nanokatalis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ pada suhu 100°C 4 jam

$A = 0,919$

Menentukan konsentrasi methylene blue (ppm) dengan menggunakan grafik diatas dengan A sebesar 0,919 sebesar 11,5 ppm.

Maka,

Daya penyerapannya = $20 \text{ ppm} - 11,5 \text{ ppm}$
 $= 8,5 \text{ ppm}$

Dimana,

$1 \text{ mg/mL} = 1000 \text{ ppm}$

Sehingga,

$$\begin{aligned} \% \text{ adsorpsi} &= \frac{C_{awal} - C_{akhir}}{C_{awal}} \times 100 \\ &= \frac{20 - 11,5}{20} \times 100 \\ &= 42,5\% \end{aligned}$$

Bila dinyatakan dalam gram

$$7 \text{ ppm} \times \frac{1 \text{ mg/ml}}{1000 \text{ ppm}} \times \frac{1 \text{ gr}}{1000 \text{ mg}} \times 100 \text{ ml} = 0,0007 \text{ gr}$$

Jadi metilen blue yang dapat diserap oleh nanokatalis $\gamma\text{-Alumina}$ sebesar 0,0007 gr (35%)

7. Perhitungan yield dari produk $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$

Perhitungan yields pada suhu 100°C 4 jam

$$\begin{aligned}\text{Yield} &= \frac{\text{Produk nanokatalis } \gamma\text{-Al}_2\text{O}_3}{\text{Bahan dasar garam } \text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}} \times 100 \\ &= \frac{0,811}{7,1426} \times 100 \\ &= 11,354\%\end{aligned}$$

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BIOGRAFI PENULIS



Penulis yang bernama lengkap Adistinarda Chyntia Nurul Riyadi lahir di Surabaya, 6 September 1993 merupakan anak pertama dari tiga bersaudara. Penulis telah menempuh pendidikan formal dimulai dari SD Negeri Gading II Surabaya, SMP Negeri 9 Surabaya, SMA Negeri 4 Surabaya. Setelah lulus dari SMA Negeri 4 Surabaya, penulis mengikuti ujian masuk D3 ITS dan diterima di Prodi D3 Teknik Kimia FTI-ITS dan lulus pada tahun 2014 dengan memilih PT. Semen Indonesia sebagai tempat untuk pelaksanaan kerja praktek. Setelah itu penulis melanjutkan studi Pendidikan Ahli Pemrograman Sistem Informasi ITS dan S1 Teknik Kimia ITS melalui program Lintas Jalur. Pada prodi ini penulis mengambil PT. Semen Indonesia Plant Tuban sebagai tempat untuk pelaksanaan kerja praktek. Pada Jurusan Teknik Kimia, penulis mengambil Laboratorium Teknik Reaksi Kimia (TRK) sebagai tempat belajar untuk menyelesaikan tugas akhir. Saat ini penulis telah menyelesaikan tugas Pra-desain pabrik dengan judul “Pra Desain Pabrik Karaginan dari Rumput Laut *Eucheuma Cottonii* dengan Proses Ekstraksi” dan skripsi dengan judul “Studi Pembuatan Nanokatalis γ -Alumina dengan Metode Sol-Gel” yang menjadikan penulis mendapatkan gelar sebagai Sarjana Teknik.

Penulis: acnradisti@gmail.com

BIOGRAFI PENULIS



Penulis yang bernama lengkap Ika Yuniarsih Mustikasari lahir di Surabaya, 5 Februari 1993 merupakan anak tunggal. Penulis telah menempuh pendidikan formal dimulai dari SD Negeri Asemrowo 1/133 Surabaya, SMP Negeri 5 Surabaya, SMA Negeri 7 Surabaya. Setelah lulus dari SMA Negeri 7 Surabaya, penulis mengikuti ujian masuk D3 ITS dan diterima di Prodi D3 Teknik Kimia FTI-ITS dan lulus pada tahun 2014 dengan memilih PT. Semen Indonesia sebagai tempat untuk pelaksanaan kerja praktek. Setelah itu penulis melanjutkan studi S1 Teknik Kimia ITS melalui program Lintas Jalur. Pada prodi ini penulis mengambil PT. Gresik Gases Indonesia dan PT. Gresik Power Indonesia yang dinaungi dalam *The Linde Group* sebagai tempat untuk pelaksanaan kerja praktek. Pada Jurusan Teknik Kimia, penulis mengambil Laboratorium Teknik Reaksi Kimia (TRK) sebagai tempat belajar untuk menyelesaikan tugas akhir. Saat ini penulis telah menyelesaikan tugas Pra-desain pabrik dengan judul “Pra Desain Pabrik Karaginan dari Rumput Laut *Eucheuma Cottonii* dengan Proses Ekstraksi” dan skripsi dengan judul “ Studi Pembuatan Nanokatalis γ -Alumina dengan Metode Sol-Gel” yang menjadikan penulis mendapatkan gelar sebagai Sarjana Teknik.

Penulis: ikayuniarsihm@gmail.com