

Pengaruh *Doping* Seng pada $\text{MgF}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$ terhadap Struktur $\text{Mg}_{1-x}\text{Zn}_x\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$

Indri Setia Rahayu dan Irmira K. Murwani

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)

Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111

E-mail: irmira@chem.its.ac.id

Abstrak— Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis katalis $\text{Mg}_{1-x}\text{Zn}_x\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$ dan dikarakterisasi struktur padatan dengan difraksi sinar-X. Difraktogram $\text{MgF}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$ hasil sintesis menunjukkan bahwa katalis $\text{Mg}_{1-x}\text{Zn}_x\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$ memiliki struktur yang sama dengan $\text{MgF}(\text{OH})$. Difraktogram padatan $\text{Mg}_{1-x}\text{Zn}_x\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$ menunjukkan adanya pengaruh *doping* Zn terhadap intensitas puncak dan adanya kapasitas *doping* pada $\text{MgF}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$ yang ditandai dengan munculnya puncak ZnO pada *doping* 0,05 ; 0,075 ; 0,10 dan 0,15 mol Zn.

Kata Kunci— *Doping*; $\text{MgF}(\text{OH})$; Difraksi Sinar-X

I. PENDAHULUAN

Seng mempunyai kelimpahan relatif rendah secara alamiah (dengan keberadaan sebesar 10^{-6} dari kerak bumi), namun telah lama dikenal karena mudah diperoleh bijihnya. Seng terdapat secara luas dengan sumber utamanya berasal dari sphalerite, $(\text{ZnFe})\text{S}$ yang biasanya terdapat bersama gelena, PbS. Zn memiliki sifat keasaman yang relatif tinggi dan dapat digunakan sebagai katalis asam heterogen. Beberapa katalis dari logam Zn sudah mulai dikembangkan [1]. Teknik karakterisasi yang dilakukan terhadap katalis adalah difraksi sinar X (XRD). Dari XRD dapat diketahui sifat-sifat fasa kristal dan ukuran kristal [2].

Metode sol gel adalah salah satu metode sintesis katalis yang baik untuk mengontrol mengontrol area permukaan, volume pori, dan distribusi ukuran pori dari suatu katalis [3]. *Doping* adalah preparasi katalis dengan cara penambahan secara berurutan antara logam dan prekursor yang digunakan dalam sintesis katalis. Dengan cara ini diharapkan dapat meningkatkan sisi aktif dari katalis. Oleh karena itu dilakukan *doping* logam Zn kedalam $\text{MgF}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$ dan dilakukan variasi jumlah logam Zn untuk mengetahui jumlah optimum *doping* logam sebagai padatan katalis.

II. METODOLOGI PENELITIAN

A. Sintesis Katalis $\text{Mg}_{1-x}\text{Zn}_x\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$

Sintesis katalis $\text{Mg}_{1-x}\text{Zn}_x\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$ ($x = 0 ; 0,025 ; 0,050 ; 0,075 ; 0,100$ dan $0,150$ mol) diawali dengan pembuatan $\text{Mg}(\text{OCH}_3)_2$ melalui reaksi antara Mg turning dan metanol kering. Reaksi dilakukan dengan refluks pada suhu 65°C . Kemudian ditambahkan larutan induk Zn yang telah dibuat melalui pelarutan logam $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ dalam metanol sesuai dengan kebutuhan dan diaduk secara merata dengan

magnetik stirrer hingga terbentuk emulsi putih. HF ditambahkan kedalam emulsi putih sambil diaduk hingga terbentuk sol. Sol diaduk terus menerus pada suhu ruang hingga terbentuk gel. Gel di peram pada suhu ruang sampai terbentuk gel sempurna. Kemudian gel dikeringkan dengan vakum dan dilanjutkan dengan kalsinasi pada suhu 300°C . Dilanjutkan dengan dikarakterisasi.

B. Karakterisasi Struktur Kristal dengan Difraksi Sinar-X

Padatan yang diperoleh yaitu $\text{Mg}_{1-x}\text{Zn}_x\text{F}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$ dikarakterisasi struktur kristalnya dengan difraktometer sinar-X. Sebelum dilakukan karakterisasi serbuk ditumbuk halus dengan mortar agat. Tempat sampel juga dibersihkan dari pengotor agar tidak mengganggu pengukuran. Pengukuran dilakukan pada 2θ sebesar $20-80^\circ$ dengan interval $0,05^\circ$. Sumber sinar yang digunakan adalah radiasi Cu K_α dengan panjang gelombang $1,54 \text{ \AA}$. Difraktogram sinar-X yang diperoleh dibandingkan dengan standar dari program PCPDFWIN database JCPDS-International Centre for Diffraction Data Tahun 2001 untuk mengetahui apakah katalis yang terbentuk telah murni atau masih terdapat kontaminan lain.

III. HASIL DAN DISKUSI

A. Padatan $\text{MgF}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$

Sintesis katalis $\text{MgF}_{0,66}(\text{OH})_{1,34}$ diadopsi dari penelitian yang telah dilakukan oleh Wuttke (2008) dalam sintesis $\text{MgF}(\text{OH})$ [4]. Katalis ini disintesis dengan metode sol-gel. Keuntungan yang diperoleh melalui sintesis dengan metode ini menurut Perego dan Villa (1997) adalah padatan hasil sintesis memiliki tingkat homogenitas yang lebih tinggi, volume pori dan luas permukaan yang besar, serta distribusi ukuran pori yang merata [5].

Murthy dkk. (2004) menggunakan alkohol dan dietil eter sebagai pelarut. Pada penelitian ini dipilih pelarut alkohol yaitu metanol dan tidak dipilih dietil eter karena dietil eter memiliki titik didih yang lebih rendah (35°C) dibandingkan dengan metanol ($64,5^\circ\text{C}$) [6]. Prekursor yang digunakan pada penelitian ini adalah magnesium metoksida sebagai sumber kation Mg^{2+} . magnesium metoksida diperoleh dari reaksi antara Mg Turning dan metanol sebagai pelarut, *gelating agent* dan juga sebagai sumber metoksi. Dari reaksi tersebut dihasilkan emulsi putih.

Selanjutnya dilakukan penambahan HF sambil diaduk. Pengadukan dilakukan pada suhu ruang sampai terbentuk gel.

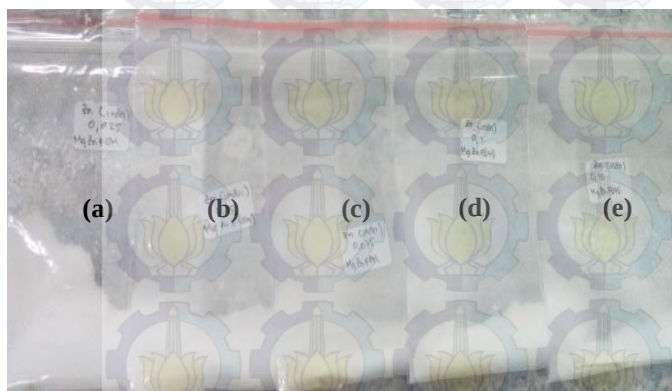
Proses selanjutnya adalah pemeraman (*aging*). Proses ini dilakukan agar terbentuk gel dengan jaringan yang lebih rapat dari sebelumnya. Kemudian dilakukan proses pemisahan gel dari pelarutnya dengan alat vakum hingga terbentuk gel kering (*xerogel*). Selanjutnya dikalsinasi pada suhu 300°C. Proses kalsinasi ini menghasilkan serbuk padatan putih.

Padatan hasil sintesis kemudian dikarakterisasi struktur kristalnya dengan *X-ray Diffraction* (XRD).

B. Padatan $Mg_{1-x}Zn_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$

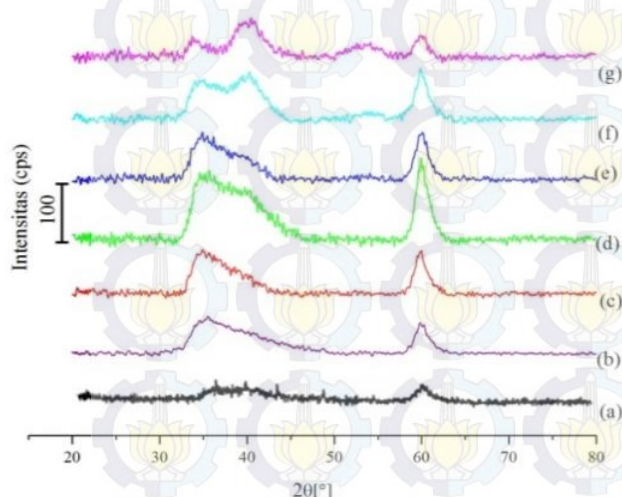
Pada penelitian ini dilakukan sintesis katalis doping $Mg_{1-x}Zn_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$. Menurut Li (2005) doping dapat mempengaruhi keasaman dari katalis [7]. Sintesis katalis $Mg_{1-x}Zn_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$ yang merupakan modifikasi metode dari penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Wuttke pada tahun 2008. Sintesis $Mg_{1-x}Zn_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$ analog dengan sintesis $MgF_{0,66}(OH)_{1,34}$ tetapi ditambahkan seng asetat setelah terbentuk $Mg(OCH_3)_2$.

Pengamatan secara visual setelah di kalsinasi dapat dilihat pada Gambar 1 yang menunjukkan padatan berwarna putih.



Gambar 1 Padatan Katalis $Mg_{1-x}Zn_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$ dengan x: (a) 0,025, (b) 0,05, (c) 0,075, (d) 0,1, (e) 0,15 mol.

Padatan katalis ini kemudian dikarakterisasi struktur kristalnya dengan *X-ray Diffraction* (XRD).



Gambar 2 Difraktogram Katalis $Mg_{1-x}Zn_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$ dengan x: (a) $MgF(OH)$ (Scholz, 2012), (b) 0, (c) 0,025, (d) 0,05, (e) 0,075, (f) 0,1, (g) 0,15 mol.

Hasil karakterisasi katalis $Mg_{1-x}Zn_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$ ($x = 0,025 ; 0,050 ; 0,075 ; 0,100 ; 0,150$) dengan difraksi sinar-X menunjukkan struktur dan fasa dari $Mg_{1-x}Zn_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$. Difraktogram yang diperoleh dicocokkan dengan penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Scholz (2012) [8]. Seluruh hasil difraktogram padatan dapat dilihat pada Gambar 2.

Hasil pencocokan masing-masing difraktogram dari $Mg_{1-x}Zn_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$ ($x = 0; 0,025 ; 0,050 ; 0,075 ; 0,100 ; 0,150$) menunjukkan bahwa difraktogram sampel sama dengan difraktogram dari $MgF(OH)$ yaitu pada 2θ 34,32° dan 60,26°. Selain dicocokkan dengan hasil penelitian sebelumnya, seluruh difraktogram juga dicocokkan dengan database ZnO dari database JCPDS-*International Centre of diffraction* tahun 2001 dengan program PCPDFWIN yang bertujuan untuk mengetahui adanya puncak lain selain puncak $MgF_{0,66}(OH)_{1,34}$. Puncak ZnO sesuai dengan standar PDF 75-0576. Hasil pencocokan menunjukkan adanya puncak dari ZnO mulai muncul dengan 2θ 40,43 pada doping Zn 0,05 mol.

KESIMPULAN

Padatan $Mg_{1-x}Zn_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$ ($x = 0; 0,025; 0,05; 0,075; 0,1$ dan $0,15$) telah berhasil disintesis dengan metode sol-gel. Difraktogram padatan katalis $Mg_{1-x}Zn_xF_{0,66}(OH)_{1,34}$ ($x = 0; 0,025; 0,05; 0,075; 0,1$ dan $0,15$) telah memunculkan puncak untuk $MgF_{0,66}(OH)_{1,34}$ dan menunjukkan adanya pengaruh doping logam Zn terhadap intensitas puncak, selain itu pada doping 0,05 mol Zn mulai terbentuk seng oksida (ZnO) karena kemungkinan besar telah melampaui kapasitas doping $MgF_{0,66}(OH)_{1,34}$.

UCAPAN TERIMA KASIH

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

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Cotton., Wilkinson. (1989). "Kimia Anorganik Dasar". Jakarta : UI-Press.
- [2] G. Leofanti, G. Tozzola, M. Padovan, G. Petrini, S. Bordiga, and A. Zecchina, "Catalyst characterization: applications," *Catalysis Today*, vol. 34, no. 3–4, pp. 329–352, Feb. 1997.
- [3] Sakka, S. (2013). "Sol-Gel Process and Applications". *Handbook of Advanced Ceramics*, hal. 883
- [4] Wuttke, S., Simona C., Gudrun., Kirmse, Alexandre, V., Maro, Daturi., Kemnitz. (2008). "Novel Sol- Gel Synthesis of Acidic $MgF_{2-x}(OH)_x$ Materials". Hal. 11488-11499.
- [5] C. Perego and P. Villa, "Catalyst preparation methods," *Catalysis Today*, vol. 34, no. 3–4, pp. 281–305, Feb. 1997.
- [6] Murthy K. J., Groß U., Rüdiger S., Ünveren E. dan Kemnitz E. (2004b). "Mixed Metal Fluorides as Doped Lewis Acidic Catalyst Systems: a Comparative Study Involving Novel High Surface Area Metal Fluorides". *Journal of Fluorine Chemistry*. Vol. 125, hal. 937–949.
- [7] Li, Z., (2005), "Novel Solid Base Catalysts for Michael Additions; Synthesis, Characterization and Application,

Disertasi". Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät I, Humboldt-Universität zu Berlin, Berlin.

- [8] Scholz G., Stosiek C., Feist M., Kemnitz E., (2012). "Magnesium Hydroxide Fluoride – New Material with Adjustable Composition and Properties". *Europe Journal Inorganic Chemistry* Vol. 2012, hal. 2337-2340

