



SKRIPSI

**SINTESIS ALUMINA DARI RED MUD  
BINTAN DENGAN VARIASI RASIO  
H<sub>2</sub>O:CTAB**

Dwi Kumala Febrianti  
NRP 1412 100 047

Pembimbing  
Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.

JURUSAN KIMIA  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya  
2016



SCRIPT

# **SYNTHESIS OF ALUMINA FROM BINTAN RED MUD WITH VARIATION OF H<sub>2</sub>O:CTAB RATIO**

Dwi Kumala Febrianti  
NRP 1412 100 047

Supervisor  
Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.

DEPARTMENT OF CHEMISTRY  
Faculty of Mathematics and Natural Sciences  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya  
2016

**SINTESIS ALUMINA DARI RED MUD BINTAN  
DENGAN VARIASI RASIO H<sub>2</sub>O:CTAB**

**SKRIPSI**

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat  
Memperoleh Gelar Sarjana Sains  
pada  
Program Studi S-1 Jurusan Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh:

**DWI KUMALA FEBRIANTI**  
NRP. 1412 100 047

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN  
ALAM  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2016**

## LEMBAR PENGESAHAN

### SINTESIS ALUMINA DARI RED MUD BINTAN DENGAN VARIASI RASIO H<sub>2</sub>O:CTAB

#### SKRIPSI

Disusun Oleh :

**DWI KUMALA FEBRIANTI**  
NRP. 1412 100 047

Surabaya, 23 Juni 2016

Menyetujui,  
Dosen Pembimbing



**Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc**  
NIP. 19710616 199703 1 002

Mengetahui,  
Ketua Jurusan Kimia



**Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc**  
NIP. 19710616 199703 1 002

## SINTESIS ALUMINA DARI RED MUD BINTAN DENGAN VARIASI RASIO H<sub>2</sub>O:CTAB

**Nama** : Dwi Kumala Febrianti  
**NRP** : 1412100047  
**Jurusan** : Kimia FMIPA-ITS  
**Dosen Pembimbing** : Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.

### Abstrak

Sintesis alumina dari *red mud* Bintan sebagai sumber alumina telah dipelajari. Alumina disintesis dengan NaAlO<sub>2</sub> hasil ekstraksi dari *red mud* sebagai prekursor dengan menggunakan setil trimetilamonium bromida (CTAB) sebagai surfaktan. Pada penelitian ini, alumina disintesis dengan variasi rasio H<sub>2</sub>O:CTAB yaitu 600; 800; 1012; 1200 dan 1400 dengan metode sol-gel dan waktu aging selama 3 hari pada suhu kamar. Hasil karakterisasi padatan menggunakan teknik spektroskopi inframerah (FTIR), difraksi sinar-X (XRD) dan SEM-EDX menunjukkan bahwa alumina memiliki struktur amorf dan morfologi yang tidak seragam. Berdasarkan uji keasaman permukaan (adsorpsi piridin) menunjukkan bahwa alumina memiliki sisi asam lewis yang dibuktikan dengan adanya serapan pada bilangan gelombang disekitar 1444 cm<sup>-1</sup> pada uji keasaman menggunakan probe piridin. Berdasarkan penelitian ini, sampel dengan volume air yang lebih besar menghasilkan massa padatan yang lebih besar. Massa padatan alumina untuk AMH-600; AMH-800; AMH-1012; AMH-1200 dan AMH-1400 berturut-turut sebesar 0,1271; 0,1282; 0,1267; 0,1324 dan 0,1352 gram.

*Kata Kunci:* *red mud* Bintan, alumina, CTAB, Sol-gel

# **SYNTHESIS OF ALUMINA FROM BINTAN RED MUD WITH VARIATION OF H<sub>2</sub>O:CTAB RATIO**

**Name** : Dwi Kumala Febrianti  
**NRP** : 1412100047  
**Department** : Chemistry -ITS  
**Supervisor** : Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.

## **Abstract**

Synthesis of alumina from Bintan red mud as a source of alumina has been studied. Alumina was synthesized by using NaAlO<sub>2</sub> from the extraction of red mud as a precursor and cetil trimetilammonium bromida (CTAB) as a surfactant. In this research, alumina was synthesized with ratio molar variations of H<sub>2</sub>O:CTAB 600; 800; 1012; 1200 and 1400 by using sol-gel method with 3 days aging in room temperature. The results of solid characterization by using infrared spectroscopy (FTIR), X-ray diffraction (XRD) and Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray Analysis (SEM-EDX) showed that alumina had an amorphous structure and did not have a uniform morphology. The surface acidity test (pyridine adsorption) showed that alumina had Lewis acid sites proved by their absorption at wave numbers around 1444 cm<sup>-1</sup> on the acidity test using a probe pyridine. Based on this research, the sample with larger volume of water produced a higher mass of alumina. The solid mass of alumina for AMH-600; AMH-800; AMH-1012; AMH-1200 and AMH-1400 were 0,1271; 0,1282; 0,1267; 0,1324 and 0,1352 gram, respectively.

**Keywords:** *red mud* Bintan, alumina, CTAB, Sol-gel

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT yang selalu melimpahkan rahmat dan karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan tugas akhir ini yang berjudul “**Sintesis alumina dari *red mud* Bintang dengan variasi rasio H<sub>2</sub>O:CTAB**”. Dengan penuh kerendahan hati, penulis menyampaikan terima kasih sebesar-besarnya kepada:

1. Bapak Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc, selaku dosen pembimbing sekaligus Ketua Jurusan Kimia yang telah memberikan pengarahan, bimbingan dan fasilitas selama proses penyusunan naskah tugas akhir ini.
2. Bapak Djoko Hartanto M.Si, selaku kepala laboratorium Kimia Material dan Energi yang telah memberikan fasilitas selama pengerjaan tugas akhir ini.
3. Kedua orang tua, keluarga besar saya dan Arno anggota pratama yang selalu memberi dukungan, doa, serta semangat yang tiada henti.
4. Teman-teman satu kos (widia, chus, nanda, nonok), DPR group (mas dawam, mbak eci, mbak meme, mbak amalia, mbak vita, omita, yurike, upik, juned) sahabat-sahabat saya (ega, nopek, debo), dan teman-teman spectra.

Penulis menyadari bahwa penulisan tugas akhir ini masih jauh dari sempurna, oleh karena itu penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun. Semoga tugas akhir ini dapat memberikan manfaat bagi penulis dan pembaca.

Surabaya, 23 Juni 2016

Penulis

## DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN .....	iv
ABSTRAK.....	v
ABSTRACT.....	vi
KATA PENGANTAR .....	vii
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR GAMBAR.....	xi
DAFTAR TABEL.....	xiv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xv
BAB I. PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Permasalahan .....	4
1.3 Batasan Penelitian .....	4
1.4 Tujuan .....	5
1.5 Manfaat Penelitian .....	5
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA.....	7
2.1 Bauksit .....	7
2.2 Ekstraksi alumina dari Bauksit .....	8
2.3 <i>Red mud</i> .....	10
2.3.1 Komposisi <i>red mud</i> .....	11
2.3.2 Pemanfaatan <i>red mud</i> .....	12
2.4 Teori Asam Basa.....	14

2.4.1 Asam Basa Brønsted .....	14
2.4.2 Asam Basa Lewis.....	14
2.5 Sintesis alumina .....	15
2.6 Metode Sol-Gel.....	19
2.7 Pengaruh penambahan rasio air terhadap sintesis alumina.....	21
2.8 Karakterisasi .....	22
2.8.1 X-ray Fluorescence (XRF) .....	22
2.8.2 Spektroskopi Inframerah (FTIR) .....	24
2.8.3 Uji keasaman permukaan menggunakan Spektroskopi Inframerah (FTIR) .....	27
2.8.4 X-ray Diffraction (XRD) .....	29
2.8.5 Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray Analysis (SEM-EDX).....	32
BAB III. METODOLOGI.....	35
3.1 Alat dan Bahan.....	35
3.1.1 Alat.....	35
3.1.2 Bahan .....	35
3.2 Prosedur Penelitian .....	35
3.2.1 Ekstraksi alumina.....	35
3.2.2 Sintesis alumina .....	36
3.3 Karakterisasi alumina.....	37
3.3.1 X-ray Fluorescence (XRF) .....	37
3.3.2 Spektroskopi Inframerah (FTIR) .....	38

3.3.3 Uji keasaman permukaan menggunakan Spektroskopi Inframerah (FTIR) .....	38
3.3.4 X-ray Diffraction (XRD) .....	38
3.3.5 Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray Analysis (SEM-EDX).....	39
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN .....	41
4.1 Karakterisasi <i>red mud</i> .....	41
4.2 Ekstraksi alumina.....	45
4.2.1 Proses desilikasi dengan penambahan HCl.....	46
4.2.2 Pemisahan Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> dan pengotor lainnya .....	48
4.2.3 Pembentukan Garam alumina NaAlO <sub>2</sub> .....	51
4.3 Sintesis alumina .....	54
4.4. Karakterisasi alumina.....	58
4.4.1 Spektroskopi Inframerah (FTIR) .....	59
4.4.2 X-ray Diffraction (XRD) .....	60
4.4.3 Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray Analysis (SEM-EDX).....	62
4.4.4 Uji Keasaman dengan probe Piridin dan FTIR....	66
BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN.....	69
5.1 Kesimpulan .....	69
5.2 Saran .....	69
DAFTAR PUSTAKA .....	71
LAMPIRAN.....	83

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Bauksit .....	7
Gambar 2.2 Proses Bayer (Roberge, 2000).....	9
Gambar 2.3 <i>Red mud</i> .....	10
Gambar 2.4 Struktur Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	15
Gambar 2.5 Pembagian Transformasi termal pada aluminium hidroksida (Wefers, 1987) .....	16
Gambar 2.6 Proses Pembentukan Sol-Gel (Perego dan Villa, 1997).....	20
Gambar 2.7 Skema laju nukleasi terhadap konsentrasi air (Wang, 1999).....	21
Gambar 2.8 Skema alat XRF (Iswani, 1983).....	23
Gambar 2.9 Spektra XRF <i>red mud</i> dari kepulauan Bintan (Ramdhani, 2015).....	24
Gambar 2.10 Skema Alat FTIR (Sibilia, 1996) .....	25
Gambar 2.11 Spektrofotometer $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (Pan, 2013).....	27
Gambar 2.12 Spektrofotometer adsorpsi piridin $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> pada suhu desorpsi a)100 °C, b)200 °C, c)300 °C dan d)400 °C (Ramli, 2008) .....	28
Gambar 2.13 Sisi asam dan basa Lewis pada permukaan Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (Ramli, 2008).....	29
Gambar 2.14 Difraksi Sinar-X (Skoog dan Leary, 1992). ....	30
Gambar 2.15 Difraktogram $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (Cava, 2007).....	32
Gambar 2.16 Bagian SEM (Prasetyoko, 2014).....	33
Gambar 2.17 Mikrograf SEM alumina .....	34
(Ramdhani, 2015) .....	34
Gambar 4.1 Spektra XRF <i>red mud</i> .....	42

Gambar 4.2 Difraktogram XRD <i>red mud</i> .....	44
Gambar 4.3 Spektra FTIR <i>red mud</i> .....	45
Gambar 4.4 Preparasi <i>red mud</i> a) sebelum dikeringkan b) setelah pengeringan dan pengayakan .....	45
Gambar 4.5 <i>red mud</i> a) setelah penambahan HCl dan pengadukan selama 2 jam b) filtrat penyaringan pertama c) residu penyaringan pertama .....	46
Gambar 4.6 Mikrograf SEM RSD-1 .....	47
Gambar 4.7 a) setelah penambahan NaOH b) filtrat penyaringan kedua c) residu penyaringan kedua...	49
Gambar 4.8 Mikrograf SEM RSD-2 .....	50
Gambar 4.9 a) setelah penetralan dengan HCl b) filtrat penyaringan ketiga c) Garam alumina.....	51
Gambar 4.10 Mikrograf SEM GM-Al .....	52
Gambar 4.11 Persebaran Unsur GM-Al.....	53
Gambar 4.12 alumina setelah pengadukan a) AMH-600 b) AMH-800 c) AMH-1012 d) AMH-1200 e) AMH-1400 .....	55
Gambar 4.13 Mekanisme pembentukan pori alumina menggunakan surfaktan CTAB .....	56
Gambar 4.14 Pengaruh rasio mol H <sub>2</sub> O:CTAB terhadap massa akhir padatan hasil sintesis alumina; (dimana x = 600; 800; 1012; 1200; 1400) .....	57
Gambar 4.15 Spektra Inframerah a) <i>red mud</i> b)alumina sebelum kalsinasi c)AMH-600 d) AMH-800 e)AMH-1012 f)AMH-1200 g)AMH-1400 .....	59
Gambar 4.16 Difraktogram XRD a) <i>red mud</i> b)AMH-600 c) AMH-800 d)AMH-1012 e)AMH-1200 f)AMH-1400 .....	61

Gambar 4.17 Mikrograf SEM AMH-1200 .....	63
Gambar 4.18 Mikrograf SEM AMH-1400 .....	64
Gambar 4.19 Persebaran Unsur AMH-1200.....	65
Gambar 4.20 FTIR Piridin Spektra FTIR adsorpsi piridin a)AMH-600 b) AMH-800 c)AMH-1012.....	67
d)AMH-1200 e)AMH-1400.....	67

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Komposisi <i>red mud</i> (Liang, 2014) .....	11
Tabel 2.2 Komposisi senyawa <i>red mud</i> dari Bintan, kepulauan Riau (Ramdani, 2015) .....	12
Tabel 2.3 Sintesis $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> dari Sumber alumina yang Berbeda-beda .....	18
Tabel 3.1 Komposisi Sintesis alumina .....	37
Tabel 4.1 Data hasil XRF Komposisi <i>red mud</i> dari Bintan ..	43
Tabel 4.2 Data EDX RSD-1 .....	48
Tabel 4.3 Data EDX RSD-2 .....	51
Tabel 4.4 Data EDX GM-Al .....	54
Tabel 4.5 Data EDX AMH-1200 .....	65

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

*Red mud* adalah limbah buangan yang berasal dari pengolahan bauksit untuk produksi alumina. Secara global, terdapat sekitar 70 juta ton *red mud* yang dihasilkan setiap tahunnya di seluruh dunia. Hal ini dikarenakan dari 1 ton pengolahan bauksit akan menghasilkan sekitar 0,8 – 1,5 ton *red mud*. Sebagai limbah padatan, *red mud* akan ditemukan dalam bentuk lumpur basah atau kering yang ditampung dalam sebuah kolam. *Red mud* diketahui memiliki sifat basa yang kuat dengan pH sekitar 10-13 (Menzies dkk, 2004). Oleh karena itu, *red mud* memiliki dampak yang sangat berbahaya jika dibiarkan begitu saja karena dapat mencemari lingkungan.

Dalam beberapa tahun terakhir ini, berbagai usaha telah dilakukan untuk memanfaatkan *red mud* baik sebagai sumber utama atau sebagai sumber sekunder dalam menghasilkan suatu produk. Beberapa penelitian yang telah dilakukan untuk memanfaatkan *red mud* yakni sebagai adsorben (Pradhan dkk, 1999), pengembangan zat pewarna dan cat (Pera dkk, 1997), bahan dasar pembuatan keramik (Pontikes dkk, 2007), sebagai bahan dalam pembuatan katalis atau pendukung katalis (Kumar dkk, 2006), dan bahan dasar pembuatan batu bata (Liu dkk, 2009). Penelitian *red mud* sebagai bahan dasar untuk pembuatan material alumina jarang ditemui, padahal *red mud* diketahui memiliki kadar  $Al_2O_3$  yang tinggi yakni sekitar 25-30% tergantung pada sumber bauksit dan jenis pengolahannya.

Alumina memiliki banyak keunggulan diantaranya memiliki keseragaman penghubung (*channel*), konduktivitas termal yang baik, keasaman lewis yang tinggi dan luas

permukaan yang besar. Hal ini menyebabkan alumina sering digunakan dalam berbagai aplikasi seperti katalis, keramik, pendukung katalis, material pembatas panas dan penguat untuk material komposit (Xia dkk, 2003). Banyak usaha telah dikembangkan dalam preparasi alumina melalui metode yang berbeda-beda seperti *evaporation-induced self-assembly* (EISA) (Kuemmel dkk, 2005), *spray pyrolysis* (Kim dkk, 2010), hidrolisis dua kali kation-anion (Bai dkk, 2005 dan Lesain dkk, 2009), sol-gel (Aguado dkk, 2010 dan Pan dkk, 2013), micro-emulsion *templating* (Zhang dkk, 2004) dan metode pengendapan dengan etanol anhidrat (Huang dkk, 2010 dan Yuan dkk, 2011). Selain penggunaan metode yang beragam, beberapa jenis *template* juga digunakan pada sintesis alumina seperti *template* lunak (surfaktan kation atau anion dan surfaktan non-ionik) (Rodriguez dkk, 2009; Khalil, 2008 dan Grant dkk, 2011), *template* keras (Wu dkk, 2010) dan larutan ionik (Park dkk, 2007).

Diantara beberapa metode yang telah disebutkan di atas, metode sol-gel adalah metode yang mudah dilakukan, endapan berupa bubuk yang diperoleh secara alami. Keuntungan lain dari metode sol-gel adalah homogenitas yang baik dan murni dari bahan mentah serta suhu preparasi yang rendah sehingga dapat menghemat energi (Yao dkk, 2001). Mekasuwadumrong dkk (2008) berhasil mensintesis Ni- $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> menggunakan metode sol-gel yang dilanjutkan dengan kalsinasi pada suhu 800 °C dan 1150 °C untuk mendapatkan  $\alpha$ -alumina. Selanjutnya Hu dkk (2014) mensintesis Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> amorf film tipis menggunakan Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>.9H<sub>2</sub>O sebagai prekursor dan metode sol-gel dengan metode *annealing* yang berbeda digunakan untuk mendapatkan film tipis Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Sintesis alumina menggunakan kaolin sebagai sumber alumina telah dilaporkan oleh Pan dkk (2013), dimana mesopori  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> berhasil disintesis menggunakan metode sol gel. Hasil yang diperoleh memiliki luas permukaan spesifik

253,4 m<sup>2</sup>/g, volume pori sekitar 1,487 cm<sup>3</sup>/g dan diameter pori rata-rata 12,9 nm.

Pada tahun 2015, Ramdhani telah berhasil mensintesis alumina mesopori menggunakan prekursor NaAlO<sub>2</sub> gel yang diekstraksi dari *red mud*. *Red mud* dari Bintan kepulauan Riau, Indonesia memiliki kadar alumina yang tinggi sebesar 28,87% sehingga dapat dimanfaatkan sebagai sumber alumina untuk sintesis alumina. Pada penelitian tersebut digunakan CTAB sebagai *template* untuk membentuk pori. Khalil (2008) melaporkan bahwa penambahan CTAB untuk sintesis alumina berfungsi sebagai agen pengarah struktur mesopori yang akan menghasilkan alumina dengan struktur amorf. Dari penelitian tersebut didapatkan luas permukaan dan volume pori terbesar pada rasio CTAB/GM-Al 1,57 (AMC-1) yaitu sebesar 241 m<sup>2</sup>/g dan 0,107 cm<sup>3</sup>/g. Luas permukaan, porositas dan ukuran partikel material alumina bergantung pada pH, suhu, waktu *aging*, dan rasio komposisi (air:surfaktan:prekursor) (Liu, 2006).

Pengaruh rasio air jarang ditemukan dan menarik untuk diteliti. Menurut beberapa penelitian, jumlah air berperan dalam ukuran partikel atau kristal material, luas permukaan spesifik dan ukuran pori dari suatu material yang disintesis dari metode sol-gel. Adi (2012) mensintesis nanopartikel TiO<sub>2</sub> menggunakan metode sol gel dengan variasi rasio air/prekursor yang hasilnya berpengaruh terhadap ukuran kristalit dari nanopartikel TiO<sub>2</sub>. Kristalinitas dari nanopartikel TiO<sub>2</sub> semakin rendah (amorf) seiring dengan penambahan rasio air. Penelitian yang dilakukan oleh Turah (2009) membuktikan bahwa jumlah air yang digunakan sebagai reaktan akan menentukan derajat hidrolisis dan kondensasi sehingga akan berpengaruh pada karakter dari padatan silika gel yang disintesis menggunakan TEOS dengan metode sol-gel. Sementara itu, penelitian yang dilakukan oleh Angel (2012) membuktikan bahwa volume air dan kecepatan penambahan air pada sintesis Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub> dapat berpengaruh

pada luas permukaan padatan. Menurut Ramli (2008), Pembentuk sisi asam dari permukaan alumina berasal dari gugus hidroksi yang lepas ketika material dipanaskan pada suhu tinggi. Gugus hidroksi ini diperoleh dari air sebagai reaktan pada saat sintesis (Ramli, 2008). Hingga saat ini belum ada penelitian tentang pengaruh rasio air terhadap pembentukan alumina.

Berdasarkan paparan diatas, maka pada penelitian ini dilakukan sintesis alumina menggunakan *red mud* dari Bintang Kepulauan Riau sebagai sumber alumina dengan metode sol-gel dan variasi rasio molaritas H<sub>2</sub>O:CTAB. Diharapkan penelitian ini mampu menghasilkan material alumina dengan sisi asam permukaan yang besar dan luas permukaan yang tinggi.

## 1.2 Permasalahan

Permasalahan yang timbul dalam penelitian ini adalah bagaimana pengaruh variasi rasio H<sub>2</sub>O:CTAB terhadap pembentukan alumina dari *red mud* Bintang dengan metode sol-gel.

## 1.3 Batasan Penelitian

Pada penelitian ini, sintesis alumina dilakukan dengan metode sol-gel pada suhu ruang menggunakan *red mud* dari Bintang Kepulauan Riau sebagai sumber alumina. Variasi yang digunakan yaitu konsentrasi setil trimetilammonium bromida (CTAB) tetap terhadap penambahan H<sub>2</sub>O pada proses sintesis. Padatan hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan spektroskopi Inframerah (FTIR), *X-ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray Analysis* (SEM-EDX), Uji Keasaman (FTIR Piridin) dan Uji keasaman permukaan (adsorpsi piridin).

#### **1.4 Tujuan**

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh variasi rasio  $H_2O:CTAB$  terhadap pembentukan alumina dan keasaman permukaan pada padatan alumina yang disintesis dari *red mud* .

#### **1.5 Manfaat Penelitian**

Manfaat dari penelitian ini adalah untuk memberikan informasi ilmiah mengenai sintesis alumina menggunakan limbah *red mud* dari Bintan Kepulauan Riau sebagai sumber alumina yang dilakukan menggunakan metode sol-gel pada suhu kamar serta pengaruh variasi rasio molaritas  $H_2O:CTAB$  terhadap pembentukan alumina dan diharapkan alumina memiliki keasaman dan karakteristik yang baik.

*“Halaman sengaja dikosongkan”*

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Bauksit

Bauksit (bahasa Inggris: *bauxite*) adalah biji utama aluminium yang terdiri dari *hydrous* aluminium oksida dan aluminium hidroksida yaitu berupa mineral boehmit ( $\text{Al}_2\text{O}_3\text{H}_2\text{O}$ ), mineral gipsit ( $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ), dan diaspore  $\alpha\text{-AlO}(\text{OH})$ , bersama-sama dengan oksida besi goethite dan bijih besi, mineral tanah liat kaolinit dan sejumlah kecil anatase  $\text{TiO}_2$  (Bardossy, 1982). Secara umum bauksit mengandung  $\text{Al}_2\text{O}_3$  sebanyak 45 – 65%,  $\text{SiO}_2$  1 – 12%,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  2 – 25%,  $\text{TiO}_2 > 3\%$ , dan  $\text{H}_2\text{O}$  14 – 36%.



Gambar 2.1 Bauksit

Bauksit pertama kali ditemukan pada tahun 1821 oleh geolog bernama Pierre Berthier pemberian nama sama dengan nama desa Les Baux di selatan Perancis (Berthier, 1821). Di Indonesia Bauksit pertama kali ditemukan pada tahun 1924 di Kijang, pulau Bintan, provinsi Kepulauan Riau.

Bijih bauksit (Gambar 2.1) terjadi di daerah tropika dan subtropika sehingga memungkinkan pelapukan yang sangat kuat. Bauksit terbentuk dari batuan sedimen yang mempunyai kadar aluminium nisbi tinggi, kadar besi rendah dan kadar kuarsa ( $\text{SiO}_2$ ) bebasnya sedikit atau bahkan tidak

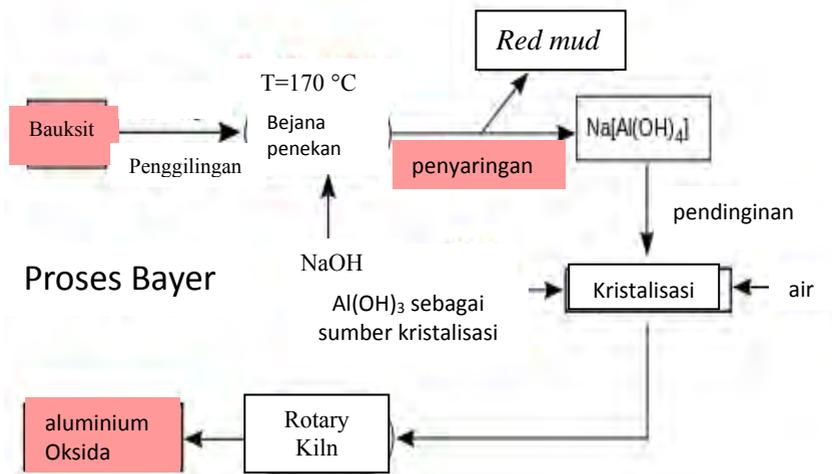
mengandung sama sekali. Batuan tersebut (misalnya sienit dan nefelin yang berasal dari batuan beku, batu lempung, lempung dan serpih. Batuan-batuan tersebut akan mengalami proses lateritisasi, yang kemudian oleh proses dehidrasi akan mengeras menjadi bauksit (US Geological Survei, 2015).

Bijih bauksit tersedia dalam bentuk aluminium oksida dan hidroksida dengan kisaran kadar antara 30 dan 65 persen (diukur sebagai aluminium oksida). Saat ini perkiraan cadangan dunia yang diketahui adalah sekitar 30 miliar ton dengan cadangan yang belum terbukti diperkirakan jauh lebih tinggi lagi. Cadangan Bauksit ditambang di banyak negara di antaranya Australia, Brazil, Cina, Ghana, Yunani, Guinea, Guyana, Hongaria, India, Indonesia, Jamaika, Sierra Leone, Suriname, Venezuela dan Vietnam. Sementara itu, di Indonesia bauksit ditemukan di Pulau Bintan dan sekitarnya, Pulau Bangka dan Kalimantan Barat. Sampai saat ini penambangan bauksit di Pulau Bintan satu-satunya yang terbesar di Indonesia. (Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Mineral dan Batubara, 2005).

## **2.2 Ekstraksi alumina dari Bauksit**

Aluminium adalah salah satu bahan dengan produksi tahunan dunia mencapai sekitar 45 juta ton pada tahun 2011 dan diperkirakan hampir 50 juta ton pada tahun 2014 (US Geological Survei, 2015). Logam aluminium tidak dihasilkan secara alami meskipun peringkat unsur aluminium berada di bawah oksigen dan silikon dalam hal jumlah keberadaannya di kerak bumi. Aluminium merupakan satu unsur dari banyak batuan, mineral dan bijih mineral yang harus diekstrak dan diubah menjadi logam melalui kombinasi proses kimia dan elektrolitik. Bahan pembentuk logam aluminium secara normal adalah aluminium oksida (alumina) meskipun teknik produksi yang menggunakan aluminium klorida juga telah dikembangkan dan digunakan pada skala yang sangat kecil.

Lebih dari 95 persen dari alumina yang diproduksi secara global berasal dari bauksit yang dihasilkan melalui proses Bayer. Sisanya diproduksi secara sangat terbatas dengan menggunakan proses lainnya misalnya proses VAMI dan jalur proses sinter yang dilakukan di Rusia dan China. Bauksit dan nepheline syenite adalah sumber bahan baku utama namun kegiatan-kegiatan eksperimen sedang dilanjutkan dengan menggunakan kaolin dan liat dengan kandungan alumina yang tinggi. Pada dasarnya ekstraksi alumina dari bauksit dalam skala industri menggunakan proses alkalin. Ada dua metode ekstraksi alumina dari bauksit yang masih dipakai pada industri dewasa ini yaitu proses Le Chatelier dan proses Bayer (Roberge, 2000).



Gambar 2.2 Proses Bayer (Roberge, 2000)

#### a. Proses Le Chatelier

Proses Le Chatelier dan proses Bayer memiliki prinsip yang sama yang membedakan kedua proses ini adalah pada Proses Le Chatelier pelarut yang digunakan adalah

$\text{Na}_2\text{CO}_3$  dan kadar Silikon yang ditolerir adalah 6-14% sedangkan pada proses Bayer kadar Silikon yang ditolerir < 6 % (Habashi, 1995).

#### b. Proses Bayer

Pada proses Bayer, metode yang digunakan adalah dengan melarutkan komponen tertentu secara selektif seperti oksida kedalam larutan NaOH. Bauksit dipanaskan pada kondisi suhu dan tekanan tinggi dalam suasana soda kaustik untuk membentuk larutan natrium alumina yang menyisakan residu tak larut. natrium alumina yang terbentuk kemudian disaring dan kristal-kristal aluminium hidroksida dipacu untuk terpresipitasi. aluminium hidroksida terkadang dijual sebagai produk setengah jadi atau terkalsinasi membentuk aluminium oksida (alumina). Mekanisme proses bayer terdapat pada Gambar 2.2 (Roberge, 2000).

### 2.3 Red mud



Gambar 2.3 Red mud

Bahan sisa atau residu yang dihasilkan selama proses pembuatan alumina disebut sebagai lumpur merah (*red mud*) (Gambar 2.3) bila ekstraksi bauksit menggunakan proses Bayer. Sementara itu, jika melalui teknik/proses berbeda yang menggunakan bahan-bahan mengandung alumina maka akan

menghasilkan residu yang dinamakan “*Bellite*” atau lumpur putih (*White Mud*).

### 2.3.1 Komposisi Red mud

Komposisi utama residu bauksit terdiri dari oksida besi, titanium oksida, silikon oksida dan alumina tak larut bersama-sama dengan berbagai oksida lain yang bervariasi sesuai dengan negara asal bauksit. Senyawa besi di bauksit dengan konsentrasi tinggi memberikan karakteristik warna merah pada produk sampingannya, dan dikenal dengan istilah “lumpur merah” (*red mud*). Komposisi *red mud* secara umum terdapat pada Tabel 2.1

Tabel 2.1 Komposisi *red mud* (Liang, 2014)

Komposisi	Berat (%)
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	20-45
$\text{Al}_2\text{O}_3$	10-22
$\text{SiO}_2$	5-30
$\text{Na}_2\text{O}$	2-8
$\text{CaO}$	0-14
$\text{TiO}_2$	4-20

Berbagai komponen lainnya juga terdapat dalam jumlah yang sangat kecil didalam bauksit, khususnya oksida-oksida logam seperti arsenik, berilium, kadmium, kromium, tembaga, galium, timah, mangan, merkuri, nikel, kalium, thorium, uranium, vanadium, seng dan berbagai unsur logam tanah jarang atau rare-earth. Sebagian dari unsur-unsur tersebut tetap tidak terlarut sehingga terbuang bersama dengan residu bauksit, sementara sebagian lainnya terlarut didalam proses Bayer, baik yang menumpuk didalam Bayer liquor, maupun terpresipitasi bersama-sama dengan aluminium

hidroksida. Tergantung kepada suhu yang digunakan didalam proses ekstraksi maka beberapa unsur pada residu bauksit dapat meningkat konsentrasinya dan beberapa unsur lainnya justru menurun. Unsur-unsur non-logam yang mungkin dihasilkan dalam residu bauksit adalah fosfor dan sulfur.

Ramdani (2015) telah menganalisa komposisi *red mud* dari kepulauan Bintan yang terdapat pada Tabel 2.2. Sedangkan menurut Nath dkk (2014), komposisi dari *red mud* berbeda-beda tergantung dari tempat pengambilan sampel *red mud* tersebut.

Tabel 2.2 Komposisi senyawa *red mud* dari Bintan,kepulauan Riau (Ramdani, 2015)

Komposisi	Berat (%)
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	44,659
$\text{Al}_2\text{O}_3$	28,870
$\text{SiO}_2$	20,209
$\text{TiO}_2$	3,026
$\text{ZrO}_2$	1,294
$\text{NiO}$	0,617
$\text{P}_2\text{O}_5$	0,508
$\text{K}_2\text{O}$	0,368
$\text{CaO}$	0,279
$\text{Cr}_2\text{O}_3$	0,101
$\text{V}_2\text{O}_5$	0,070
LOI	20,59

### 2.3.2 Pemanfaatan *red mud*

Diperkirakan bahwa sekitar 35% - 40% per ton bauksit berakhir sebagai limbah melalui proses Bayer. Selain

itu, sekitar 70 juta ton residu bauksit atau *red mud* diproduksi tiap tahunnya di seluruh dunia dan tidak dimanfaatkan. Metode pembuangan *red mud* di banyak negara dinilai tidak aman dan sangat berbahaya untuk ekosistem (John, 1991). *red mud* memiliki sifat alkalinitas yang tinggi dan memiliki nilai pH berkisar 10-14 (Grafe, 2011). Rembesan dari *red mud* pH tinggi ke permukaan dan air tanah dapat merugikan dan memperburuk pasokan air minum bagi manusia, ternak dan tanaman (Nevin, 2000). Bahkan pada Oktober 2010 residu bauksit yang belum diproses dengan tepat yang mencemari air di bendungan besar Ajka, Hungaria menyebabkan hilangnya nyawa penduduk (Szépvölgyi, 2011).

Banyak peneliti yang telah memanfaatkan aplikasi dari *red mud* yaitu ; pendukung semen (Grafe, 2011), ekstraksi bubuk besi (Cablik, 2007), stabilisator tanah liat (Sushil dan Batra, 2008), katalis aluminium (Kalkam, 2006) dan konstruksi kelas bata (Liu dkk, 2009). Aplikasi yang paling mencolok menurut Arhin (2013) adalah penggunaannya dalam industri bangunan seperti batu bata. Pada 1986-1995, penelitian bangunan di Jamaika, melakukan penelitian untuk mengurangi efek dari efek samping pembuangan *red mud* ke lingkungan. Penelitian itu berhasil untuk menstabilkan *red mud* yang diproses melalui proses Bayer dan menghasilkan batu bata dengan kekuatan ikatan yang luar biasa (Karaman, 2006).

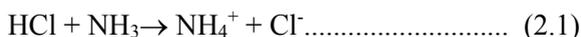
Komposisi *red mud* memiliki kandungan unsur Fe dan Al tinggi yang memiliki sifat koagulasi baik sehingga bisa digunakan sebagai koagulan dalam industri pengolahan air (Orešcanin, 2001). Selain itu juga dapat digunakan sebagai adsorben pada logam polutan logam besi. *red mud* mentah memiliki kapasitas adsorpsi 123 mg/g sedangkan *red mud* yang telah diaktifkan dengan asam (10g *red mud* dengan 200ml HCl 20%) memiliki kapasitas adsorpsi 380mg/g (Cengeloglu, 2006).

## 2.4 Teori Asam Basa

Teori asam-basa menjelaskan tentang definisi suatu sifat senyawa asam dan basa yang memiliki banyak pengertian tersendiri mengenai konsep asam-basa yang ada dan tidak dapat dikatakan bahwa teori tersebut tidak benar. Semua definisi asam-basa yang pernah dikemukakan dapat saling melengkapi satu sama lain (Huheey, 1983).

### 2.4.1 Asam Basa Brønsted

Teori asam basa menurut Brønsted, asam adalah spesi yang dapat mendonor proton ( $H^+$ ) dan basa adalah spesi yang sapat menerima proton ( $H^+$ ). Berdasarkan hal tersebut, reaksi asam dan basa melibatkan adanya transfer proton. Molekul atau spesi dapat berperan sebagai asam atau basa sesuai dengan kemampuan spesi tersebut untuk dapat melepas atau menerima proton (Manku, 1989). Molekul setelah asam Brønsted yang kehilangan proton disebut basa konjugat dan molekul ketika basa menerima proton disebut asam konjugat. Contoh reaksi sebagai berikut:



Pada persamaan reaksi 2.1 HCl berperan sebagai asam saat bereaksi dengan amonia sehingga molekul HCl adalah asam Brønsted dan  $NH_4^+$  adalah asam konjugatnya. Teori asam basa menurut Brønsted ini memiliki kelemahan yaitu hanya dapat memperlihatkan sifat asam atau basa suatu molekul yang hanya memiliki proton yang terlibat dalam reaksi (Susetyo, 1987).

### 2.4.2 Asam Basa Lewis

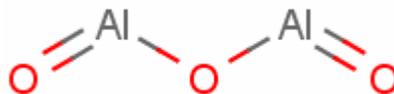
Teori asam basa Lewis yang dikemukakan oleh Gilbert N. Lewis tahun 1923 menjelaskan asam lewis adalah spesi yang tidak memiliki kelompok elektron sehingga dapat

menerima pasangan elektron yang memungkinkan membentuk ikatan koordinasi. Sebaliknya basa adalah spesi yang memiliki pasangan elektron sehingga dapat memberikan elektronnya agar terbentuk ikatan koordinasi. Definisi tersebut mengacu pada reaksi yang menggunakan medium air. Interaksi asam basa Lewis banyak dijumpai pada fenomena sederhana seperti kompleksasi dan ekstraksi ion logam, adsorpsi dan pemutusan padatan ionik dalam keadaan padat pada reaksi dan lain-lain (Jensen, 1980).

Meskipun katalis asam Lewis yang bebas logam lebih berperan, seperti katalis silikon hipervalen, katalis karbokation dan katalis kation fosfonium) akan tetapi masih banyak digunakan juga jenis asam Lewis kuat yang menggunakan logam sebagai komposisinya atau kompleks dengan ligan lemah. Diantara yang paling sederhana dan sering digunakan adalah Al dan B trihalida, serta halida dengan kation lain seperti  $\text{FeCl}_3$ ,  $\text{ZnCl}_2$ ,  $\text{TiCl}_4$ ,  $\text{SbF}_5$ ,  $\text{SnCl}_4$ ,  $\text{BiCl}_3$  dan masih banyak yang lain (Elsevier, 2014).

Suatu katalis yang akan digunakan bergantung dari keasamannya, termasuk Lewis dan Brønsted karena dari keasaman dapat diketahui kekuatan asam permukaan katalis. Sifat permukaan katalis tergantung dari metode sintesis katalis. Metode sol gel merupakan metode yang mudah untuk dilakukan dan diperoleh homogenitas yang tinggi. Oleh karena itu, pada penelitian ini dipilih metode sol gel untuk sintesis katalis.

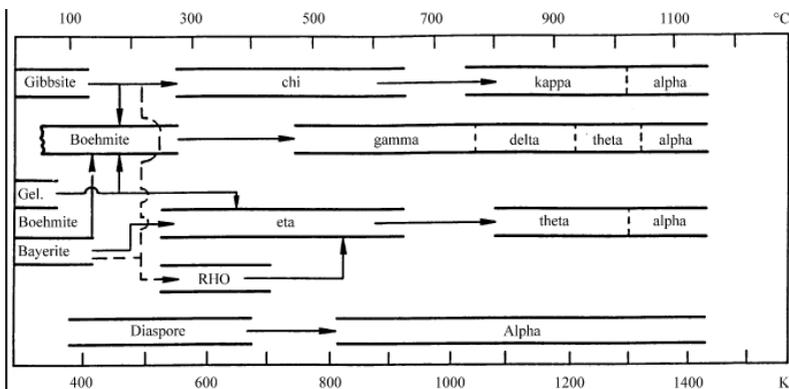
## 2.5 Sintesis alumina



Gambar 2.4 Struktur  $\text{Al}_2\text{O}_3$

Struktur alumina secara umum terdapat pada Gambar 2.4. dimana Alumina terbentuk dari ikatan unsur Aluminium dan Oksigen. Hingga saat ini terdapat tujuh jenis fase alumina yang telah berhasil disintesis dan diidentifikasi. Pada beberapa laporan hasil penelitian yang telah dipublikasikan oleh para peneliti bahwa  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  dan  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  merupakan fase alumina yang sering disintesis dan dijadikan sebagai material alumina.

Blonski dan Garofalin (1993) mengatakan bahwa  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  lebih mudah diperoleh dibandingkan  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Hal ini dikarenakan energi permukaan yang dimiliki  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  lebih kecil sehingga akan lebih stabil dibandingkan  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ .



Gambar 2.5 Pembagian Transformasi termal pada aluminium hidroksida (Wefers, 1987)

Material alumina telah diketahui sebagai material cerdas untuk aplikasi katalis dan pendukung katalis. Hal tersebut tidak lepas dari karakteristik asam-basa, sifat mekanik yang baik dan sifat fisikokimia permukaan yang bersesuaian (Jiang dkk, 2012).

Pada dasarnya, sintesis  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dipengaruhi oleh dua parameter utama dalam mendapatkan struktur amorf dan mesopori yakni pH tertentu dan suhu kalsinasi (Liu dkk, 2010). Dari beberapa fase alumina yang telah diidentifikasi,  $\gamma$ -

$\text{Al}_2\text{O}_3$  paling sering digunakan sebagai katalis dan proses adsorpsi.  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  memiliki luas permukaan di atas  $250 \text{ m}^2/\text{g}$  dan volume pori kurang dari  $0,50 \text{ cm}^3/\text{g}$ .  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  konvensional biasanya dibuat dengan mengendalikan proses pengendapan, pengeringan dan kalsinasi (Zhang dan Pinnavaia, 2002). Oleh karena itu, kinerja dari  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  tergantung pada sifat komposisi utamanya. Menurut Santos dkk (2000),  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  hanya dapat diperoleh ketika bahan yang digunakan memiliki fase awal *boehmite*. Hal ini sesuai dengan diagram pembagian transformasi termal aluminium hidroksida (Gambar 2.5) yang diusulkan oleh Wefers (1987), dimana untuk memperoleh  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ , *boehmite* dikalsinasi pada suhu  $700 \text{ }^\circ\text{C}$ .

Penggunaan agen pengarah struktur telah banyak dilaporkan seperti templat anionik, kationik atau non-ionik. Okada dkk (1995) mensintesis mesopori  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  menggunakan *leaching* selektif tanpa silika dari kalsinasi kaolin dalam larutan KOH.  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  memperlihatkan distribusi ukuran pori yang tidak beraturan, luas permukaan  $270 \text{ m}^2/\text{g}$  dan volume pori total sebesar  $0,84 \text{ ml/g}$ .

Penambahan surfaktan secara langsung pada metode sol-gel telah digunakan secara luas untuk membuat material alumina. Hidrolisis cepat dan kondensasi perkursor aluminium dalam media berair mengawali pembentukan aluminium hidroksida terhidrat *lamellar* bahkan dengan adanya molekul surfaktan. Digunakan beberapa metode untuk mengendalikan hidrolisis dan kondensasi perkursor aluminium seperti penggunaan aluminium alkoksida sebagai sumber aluminium (Deng dkk, 2003), menggunakan alkohol sebagai pelarut (Vaundry dkk, 1996), mengendalikan pH dan kandungan air (Kim dkk, 2005), penambahan trietanolamin dan formamida sebagai agen perlambat hidrolisis (Cabrerá dkk, 1999) dan metode *evaporation-induced self-assembly* (EISA) (Kuemmel dkk, 2005).

Tabel 2.3 Sintesis  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dari Sumber alumina yang Berbeda-beda.

Sumber alumina	Surfak-tan	Metode	Kondisi optimum	Referensi
Kaolin	CTAB	Sol-gel (beda suhu kalsinasi)	Waktu aging = 72 jam suhu ruang dan suhu kalsinasi 550 °C	Pan dkk, 2013
NaAlO <sub>2</sub>	CTAB	Hidrolisis berganda	Rasio asam sitrat : natrium sitrat : CTAB (0,2 : 0,2 : 0,1) kalsinasi suhu 550 °C selama 3 jam	Ming dkk, 2010
natrium aluminat	-	Pengendapan terbalik	pH = 10, waktu aging = 10 jam, suhu kalsinasi = 500 °C selama 4 jam.	Wu dkk, 2011
Al(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> 9H <sub>2</sub> O	Pluronic P123	Pengendapan	Waktu aging = 4 jam suhu 60 °C Kalsinasi suhu 550 °C	Liu dkk, 2010
Kaolin limbah batu bara	Triton X-100	Sol-gel	Rasio molar Al <sup>3+</sup> :TX-100 (1 : 0,12), waktu aging = 72 jam suhu ruang, suhu kalsinasi 550 °C selama 6 jam	Pan dkk, 2013
Alumisol fase boehmite	-	<i>Spray pyrolysis</i>	Kalsinasi suhu 500 °C untuk $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Liu dkk, 2010

Tabel 2.3 memperlihatkan beberapa metode sintesis mesopori  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang menggunakan berbagai jenis bahan sebagai sumber alumina. Penggunaan sumber alumina yang berbeda akan menghasilkan alumina yang berbeda dari segi sifat mesopori yang dihasilkan. Selain itu, jenis surfaktan juga sangat berpengaruh terhadap terhadap ukuran pori, distribusi

ukuran pori dan volume pori. Jagadish dkk (2007) menggunakan berbagai jenis surfaktan (SDS, asam laurat, Pluorok 64-L dan CTAB) dalam sintesis alumina, dimana CTAB memiliki sifat dan karakteristik terbaik dengan luas permukaan  $506 \text{ m}^2/\text{g}$ , diameter pori  $65 \text{ \AA}$  dan volume pori  $0,83 \text{ ml/g}$ . Jumlah surfaktan yang digunakan diketahui memiliki pengaruh terhadap struktur dan karakteristik material alumina.

## 2.6 Metode Sol-Gel

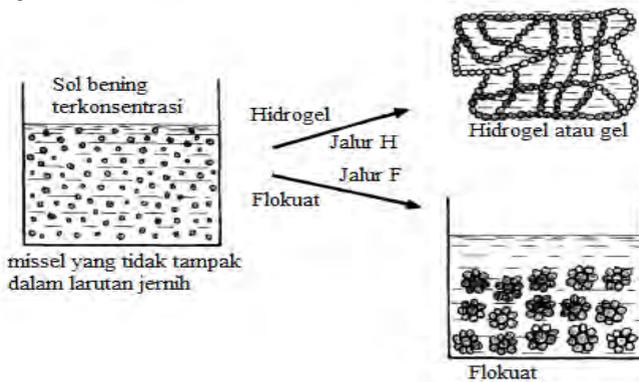
Metode sol-gel merupakan salah satu metode yang paling sukses dalam mempersiapkan material oksida logam. Sol adalah suspensi koloid yang fasa terdispersinya berbentuk padat dan fasa pendispersinya berbentuk cairan. Suspensi dari partikel padat atau molekul-molekul koloid dalam larutan, dibuat dengan metal alkoksi dan dihidrolisis dengan air, menghasilkan partikel padatan metal hidroksida dalam larutan, dan reaksinya adalah reaksi hidrolisis 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 (Paveena dkk, 2010).

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.



Gambar 2.6 Proses Pembentukan Sol-Gel (Perego dan Villa, 1997)

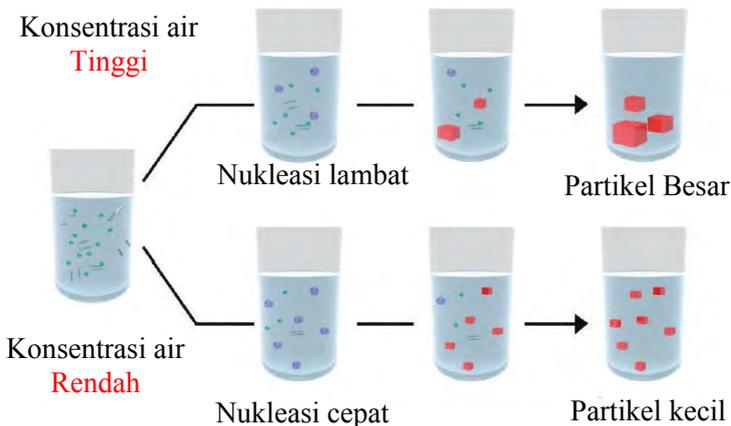
Metode sol-gel dikenal sebagai salah satu metode sintesis nanopartikel yang cukup sederhana dan mudah. Metode ini merupakan salah satu “*wet method*” atau metode basah karena pada prosesnya melibatkan larutan sebagai medianya. Pada metode sol-gel, sesuai dengan namanya larutan mengalami perubahan fase menjadi sol (koloid yang mempunyai padatan tersuspensi dalam larutannya) dan kemudian menjadi gel (koloid tetapi mempunyai fraksi solid yang lebih besar daripada sol (Phumying dkk, 2010).

Pada metode sol-gel ini, larutan akan mengalami perubahan fasa menjadi sol yaitu koloid yang mempunyai padatan tersuspensi dalam larutannya dan setelah itu menjadi

gel. Awal pembentukan dari material dengan menggunakan metode sol-gel adalah membentuk alkoksida logam yang akan digunakan menjadi prekursor untuk tahap selanjutnya. Prekursor alkoksida logam dapat membuat sol terdispersi secara merata karena mengurangi terjadinya pengendapan (Rüdiger dkk, 2007). Mekanisme proses pembentukan sol-gel dapat dilihat pada Gambar 2.6.

Proses pembentukan gel dipengaruhi oleh gelating agent karena harus dapat melarutkan dan mendispersi monomer alkoksida secara merata. Sebaiknya hindari pembentukan secara flokuasi karena jalur tersebut dapat membentuk endapan dan flokuat yang padat daripada hidrogel. Berdasarkan hal tersebut faktor yang dapat mempengaruhi proses gelasi adalah konsentrasi dari misel (*micelles*), kekuatan ion larutan, suhu dan pH (Perego dan Villa, 1997).

## 2.7 Pengaruh penambahan rasio air terhadap sintesis alumina



Gambar 2.7 Skema laju nukleasi terhadap konsentrasi air (Wang, 1999)

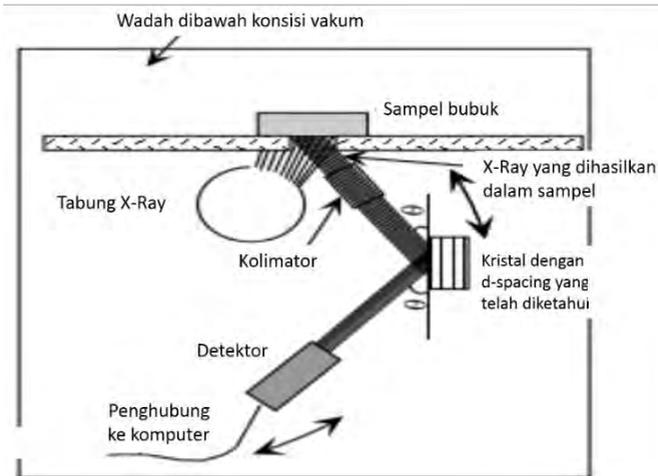
Air berperan penting dalam sintesis material nano dengan metode sol-gel. Pada penelitian ini, air berfungsi sebagai fasa pendispersi dalam larutan CTAB yang berbentuk koloid. Tanpa adanya air maka tidak akan terbentuk agregat atau kumpulan misel yang nantinya akan membentuk pori dari alumina. Selain itu, air juga berperan mengubah logam alkoksida menjadi bentuk hidroksil melalui proses hidrolisis. Diperlukan rasio air yang tepat untuk mengatur laju nukleasi dan ukuran partikel dari material alumina. Beberapa penelitian sintesis nanopartikel  $\text{TiO}_2$  dengan variasi rasio air telah dilaporkan.

Isley dkk menemukan bahwa dengan adanya penurunan rasio molar Ti/air (dari 1:4 ke 1:700) menyebabkan kenaikan ukuran partikel pada sintesis  $\text{TiO}_2$  nanokristalin dengan metode sol-gel (Isley, 2008). Li dkk membuktikan bahwa dengan kenaikan konsentrasi air maka waktu gelasi akan menurun selama reaksi hidrolisis dan polikondensasi dari  $\text{Ti}(\text{O}-\text{Bu})$  (Li, 2004). Literatur lain membuktikan bahwa dengan kenaikan konsentrasi air/padatan maka waktu kristalisasi akan semakin lambat dan ukuran partikel yang dihasilkan semakin besar serta tidak seragam (Myerson, 2002). Hal ini dapat dijelaskan oleh Gambar 2.7.

## **2.8 Karakterisasi**

### **2.8.1 X-ray Fluorescence (XRF)**

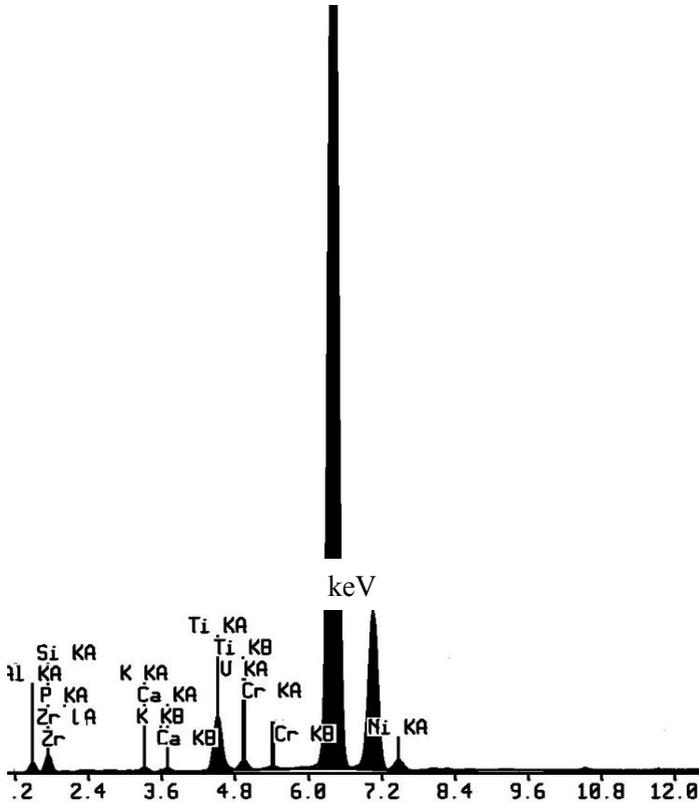
Analisa spektroskopi XRF digunakan untuk mengetahui komposisi unsur dari suatu material analit. Prinsip kerja dari alat ini yaitu apabila elektron dari suatu kulit atom bagian dalam dilepaskan, maka elektron yang terdapat pada bagian kulit luar akan berpindah pada kulit yang ditinggalkan tadi menghasilkan sinar-X dengan panjang gelombang yang karakteristik bagi unsur tersebut.



Gambar 2.8 Skema alat XRF (Iswani, 1983)

Pada teknik difraksi sinar-X, sinar-X dihasilkan dari tembakan berkas elektron terhadap suatu unsur di anoda untuk menghasilkan sinar-X dengan panjang gelombang yang diketahui. Peristiwa ini terjadi pada tabung sinar-X. Pada teknik XRF dapat digunakan sinar-X dari tabung pembangkit sinar-X untuk mengeluarkan elektron dari kulit bagian dalam untuk menghasilkan sinar-X baru dari sampel yang dianalisis (Iswani, 1983). Prinsip kerja XRF selengkapnya dijelaskan pada Gambar 2.8

Contoh dari spektra XRF pada *red mud* dari kepulauan Bintang telah dilaporkan oleh Ramdani (2015) pada Gambar 2.9 Menunjukkan komposisi yang dominan adalah  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (44,66%),  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (28,87%) dan  $\text{SiO}_2$  (20,21%).



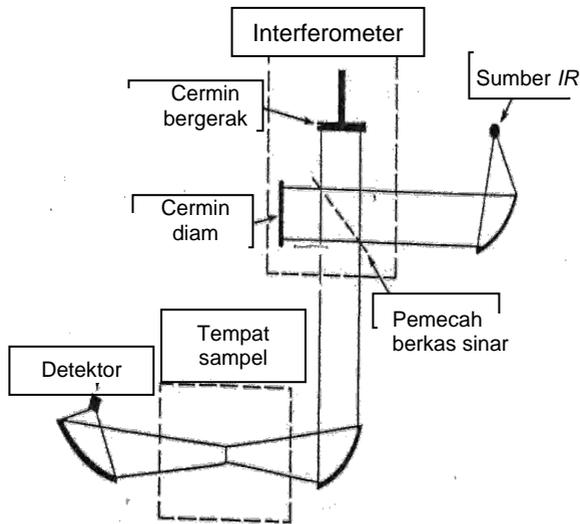
Gambar 2.9 Spektra XRF *red mud* dari kepulauan Bintang (Ramdhani, 2015)

### 2.8.2 Spektroskopi Inframerah (FTIR)

Spektroskopi Inframerah digunakan untuk mengidentifikasi material, menentukan komposisi campuran, dan membantu memberikan informasi dalam memperkirakan struktur molekul (Prasetyoko, 2014).

Analisis menggunakan FTIR memiliki keuntungan yaitu radiasi sumber sinar yang tinggi, waktu pengukuran

yang relatif singkat dan memiliki akurasi pengukuran yang tinggi (Sibilia, 1996). Selain itu, instrumen FTIR juga memiliki sensitivitas yang baik, kalibrasi panjang gelombang lebih akurat dan desain mekanik yang sederhana (Skoog dkk., 1998).



Gambar 2.10 Skema Alat FTIR (Sibilia, 1996)

Analisis dengan metode FTIR didasarkan pada fakta bahwa molekul memiliki ciri spesifik yang dihubungkan dengan vibrasi internal dari atom gugus fungsi. Ketika sampel diletakkan dalam berkas radiasi IR, sampel mengabsorpsi radiasi pada panjang gelombang yang sesuai dengan energi vibrasi molekular dan meneruskan radiasi dengan panjang gelombang yang lain.

Spektrometer IR mengukur radiasi yang terabsorpsi, plot antara energi terabsorpsi dengan panjang gelombang dikenal sebagai spektrum IR dari material yang dianalisis. Identifikasi senyawa dapat dilakukan karena perbedaan

struktur kimia material akan memberikan vibrasi karakteristik dan menghasilkan spektra IR yang unik, yaitu di daerah sidik jari untuk tiap-tiap material (Prasetyoko, 2014).

Spektroskopi *Fourier Transform Infrared (FTIR)* merupakan pengukuran dengan teknik pengumpulan spektra inframerah. Cara kerja alat tersebut adalah sebagai berikut: sinar inframerah dengan frekuensi bervariasi dari sumber sinar dilewatkan interferometer. Setelah melewati sampel, sinyal yang terukur berupa interferogram. Sinyal yang dihasilkan ini diolah menggunakan metode matematika *Fourier Transform*, sehingga dihasilkan spektrum yang sama dengan spektrum yang dihasilkan dari spektroskopi inframerah konvensional (Mukamel, 2000). penjelasan skema alat FTIR tertera pada Gambar 2.10

Pada karakterisasi ini panjang gelombang atau frekuensi absorpsi senyawa tergantung pada massa relatif setiap atom, konstanta energi ikatan dan geometri atom. Penentuan frekuensi stretching dirumuskan oleh hukum Hooke sesuai dengan persamaan 2.2, perhitungan ini dipengaruhi oleh efek lingkungan atom.

$$\nu \text{ (cm}^{-1}\text{)} = \frac{1}{2\pi c} \sqrt{\frac{k}{\mu}} \dots\dots\dots(2.2)$$

dimana,  $\mu = \frac{M_x M_y}{M_x + M_y}$

Keterangan :

$M_x$  : Massa Atom X (g/mol)

$M_y$  : Massa Atom Y (g/mol)

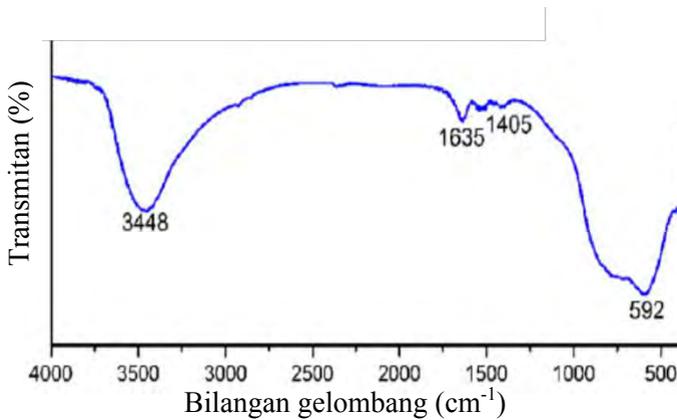
$K$  : Energi ikatan tunggal ( $5 \times 10^5$ )

: Energi ikatan rangkap dua ( $10 \times 10^5$ )

: Energi ikatan rangkap tiga ( $15 \times 10^5$ )

$c$  : Kec. Cahaya  $3 \times 10^8$  m/s

(Silverstein dkk, 2005)



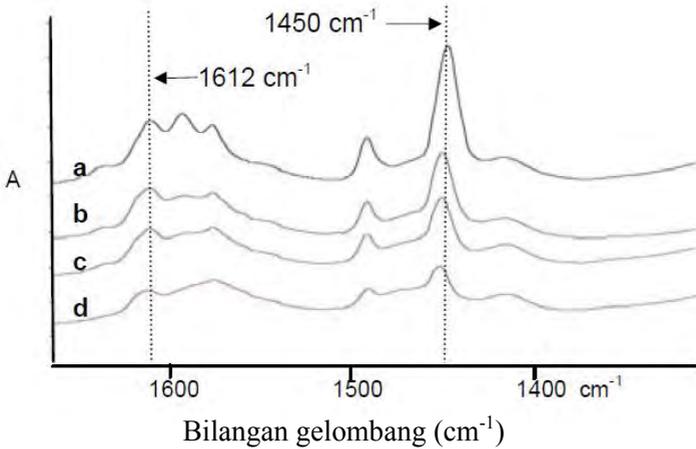
Gambar 2.11 Spektrofotometer  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  (Pan, 2013)

Contoh dari spektrofotometer hasil sintesis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  yang dilakukan oleh Pan (2013) terdapat pada Gambar 2.11 yang menunjukkan adanya serapan pada bilangan gelombang 3448  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan gugus fungsi  $\text{OH}^-$  (Stretching) dan 1635  $\text{cm}^{-1}$  mengindikasikan adanya hidrasi air. Selain itu pada 592  $\text{cm}^{-1}$  terdapat ikatan stretching vibrasi dari Al-O. Sedangkan pada 1405  $\text{cm}^{-1}$  masih terdapat ikatan C- ( $\text{CH}_3$ ) dari template.

### 2.8.3 Uji keasaman permukaan menggunakan Spektroskopi Inframerah (FTIR)

Prinsip kerja analisis keasaman permukaan suatu padatan dengan metode spektroskopi *FTIR* menggunakan molekul basa sebagai *probe* yaitu, sampel yang telah ditekan dengan berat tertentu sampai terbentuk pelet, dipanaskan pada suhu tertentu dalam aliran nitrogen untuk menghilangkan zat-zat pengotor, kemudian dijenuhkan dengan *probe* molekul selama waktu tertentu sesuai dengan karakteristik material padatan. Langkah selanjutnya adalah desorpsi pada suhu rendah untuk menghilangkan *probe* molekul yang teradsorpsi secara fisik. Hasil dari proses ini kemudian direkam dengan

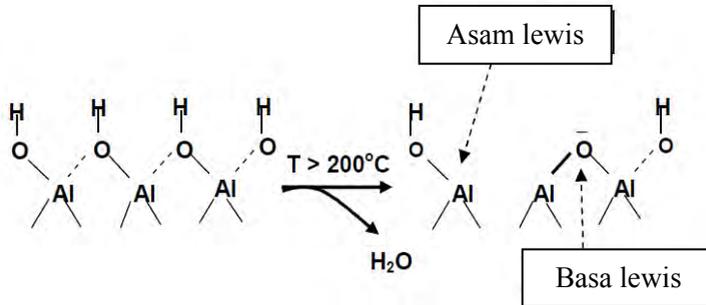
spektrometer *FTIR* pada daerah bilangan gelombang 1700-1300  $\text{cm}^{-1}$  (Prasetyoko dkk, 2005).



Gambar 2.12 Spektrofotometer adsorpsi piridin  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  pada suhu desorpsi a) 100 °C, b) 200 °C, c) 300 °C dan d) 400 °C (Ramli, 2008)

Interaksi antara molekul piridin dengan sisi asam Brønsted pada permukaan akan memunculkan pita serapan pada daerah bilangan gelombang 1540-1545  $\text{cm}^{-1}$ , sedangkan interaksi antara *probe* molekul dengan sisi asam Lewis permukaan memunculkan pita serapan pada daerah bilangan gelombang sekitar 1440-1452  $\text{cm}^{-1}$  (Platon dan Thomson, 2003). Interaksi molekul amonia dengan sisi asam Brønsted adalah melalui pembentukan ion amonium, dan dengan sisi asam Lewis adalah melalui pembentukan *acidic-basic adducts*. *Probe* molekul ini memiliki ukuran relatif kecil, sehingga dapat diaplikasikan pada hampir semua material oksida mikropori, mesopori, dan makropori. Spesies terprotonasi (ion amonium) dan amonia yang terikat secara koordinasi menyerap gelombang inframerah di bilangan gelombang yang berbeda dalam bentuk deformasi NH dan mode vibrasi regangan. Ion amonium memunculkan pita

serapan di bilangan gelombang  $1450\text{--}3300\text{ cm}^{-1}$ , sedangkan molekul amonia terkoordinasi mengabsorpsi gelombang inframerah di daerah bilangan gelombang  $1250$ ,  $1630$ , dan  $3330\text{ cm}^{-1}$  (Bonelli dkk, 2007).



Gambar 2.13 Sisi asam dan basa Lewis pada permukaan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (Ramli, 2008)

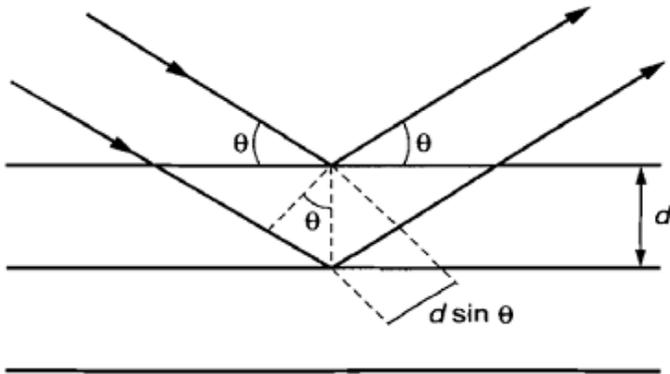
Contoh dari spektrofotometer adsorpsi piridin terdapat pada Gambar 2.12 dimana terdapat puncak serapan pada bilangan gelombang  $1450\text{ cm}^{-1}$  yang membuktikan adanya sisi asam lewis pada senyawa  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  yang jumlahnya menurun seiring dengan kenaikan suhu pada desorpsi piridin  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ .

Menurut Ramli, ketika alumina dipanaskan pada suhu lebih dari  $200^\circ\text{C}$ , gugus hidroksil ( $\text{OH}^-$ ) yang terdapat pada permukaan alumina akan terlepas menjadi  $\text{H}_2\text{O}$  dan kemudian akan terbentuk sisi asam dan basa lewis pada permukaan alumina. Ketika piridin ditambahkan pada permukaan maka molekul piridin akan berinteraksi dengan sisi asam lewis karena molekul piridin bersifat basa. Hal ini dapat dijelaskan dengan Gambar 2.13.

#### 2.8.4 X-ray Diffraction (XRD)

Difraksi sinar-X digunakan untuk mengidentifikasi struktur kristal suatu padatan dengan membandingkan nilai jarak  $d$  (bidang kristal) dan intensitas puncak difraksi dengan data standar. Sinar-X merupakan radiasi elektromagnetik

dengan panjang gelombang sekitar 100 pm yang dihasilkan dari penembakkan logam dengan elektron berenergi tinggi.



Gambar 2.14 Difraksi Sinar-X (Skoog dan Leary, 1992).

Melalui analisis XRD diketahui dimensi kisi ( $d$  = jarak antar bidang, dapat dilihat pada Gambar 2.14) dalam struktur mineral sehingga dapat ditentukan apakah suatu material mempunyai kerapatan yang tinggi atau tidak, dan difraksi sinar-X suatu kristal. Hal ini dapat diketahui dari persamaan Bragg yaitu nilai sudut difraksi  $\theta$  yang berbanding terbalik dengan nilai jarak  $d$  (jarak antar kisi) dalam kristal. Sesuai dengan persamaan Bragg :

$$n \cdot \lambda = 2d^{\text{hkl}} \cdot \sin \theta \dots\dots\dots(2.3)$$

dengan :

- $d$  = jarak antar bidang
- $\theta$  = sudut pengukuran (sudut difraksi)
- $\lambda$  = panjang gelombang sinar-X

Difraksi sinar-X hanya akan terjadi pada sudut tertentu sehingga suatu zat akan mempunyai pola difraksi tertentu. Pengukuran kristalinitas relatif dapat dilakukan

dengan membandingkan jumlah tinggi puncak pada sudut-sudut tertentu dengan jumlah tinggi puncak pada sampel standar.

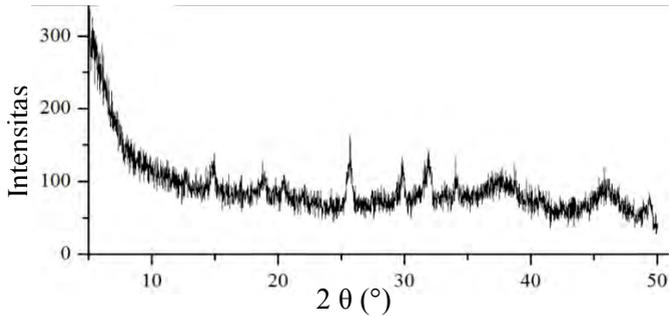
Di dalam kisi kristal, tempat kedudukan sederetan ion atau atom disebut bidang kristal. Bidang kristal ini berfungsi sebagai cermin untuk merefleksikan sinar-X yang datang. Posisi dan arah dari bidang kristal ini disebut Indeks Miller. Setiap kristal memiliki bidang kristal dengan posisi dan arah yang khas, sehingga jika disinari dengan sinar-X pada analisis XRD akan memberikan difraktogram yang khas pula.

Pada grafik XRD dapat kita tentukan parameter-parameter sebagai berikut:

1. Posisi puncak difraksi memberikan Gambaran tentang parameter kisi ( $a$ ), jarak antar bidang ( $d^{hkl}$ ), struktur kristal dan orientasi dari sel satuan ( $d^{hkl}$ ) struktur kristal dan orientasi dari sel satuan.
2. Intensitas relatif puncak difraksi memberikan Gambaran tentang posisi atom dalam sel satuan.
3. Bentuk puncak difraksi memberikan Gambaran tentang ukuran kristalit dan ketidaksempurnaan kisi ( $d^{hkl}$ ) dikelompokkan dalam beberapa grup, dengan intensitas relative paling tinggi pertama disebut  $d_1$ , kedua  $d_2$ , ketiga  $d_3$  dan seterusnya.

Metode XRD didasarkan pada fakta bahwa pola difraksi sinar-X untuk masing-masing material kristalin adalah karakteristik. Dengan demikian, bila pencocokan yang tepat dapat dilakukan antara pola difraksi sinar-X dari sampel yang tidak diketahui dengan sampel yang telah diketahui, maka identitas dari sampel yang tidak diketahui itu dapat diketahui (Skoog dan Leary, 1992).

Contoh dari difraktogram XRD  $\gamma$ - $Al_2O_3$  terdapat pada Gambar 2.15. Berdasarkan Gambar tersebut terdapat puncak-puncak spesifik pada difraktogram XRD  $\gamma$ - $Al_2O_3$  yang berbentuk kristalin yaitu pada  $2\theta = 15, 18, 20, 26, 30, 31$  dan  $35^\circ$  yang telah dilaporkan oleh Cava dkk (2007).



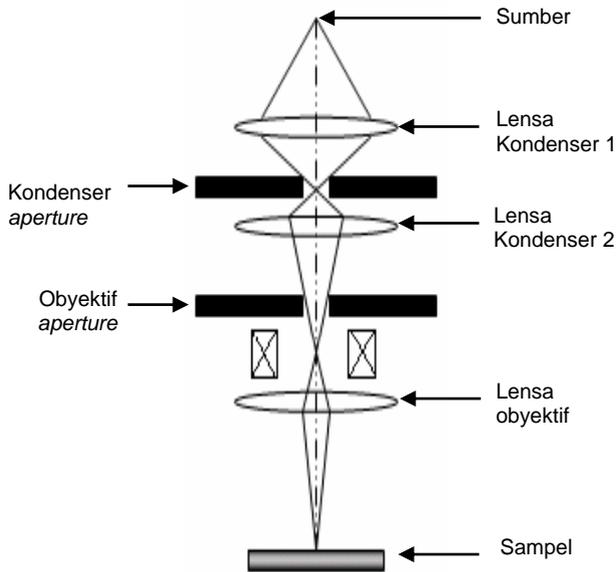
Gambar 2.15 Difraktogram  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Cava, 2007)

### 2.8.5 Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray Analysis (SEM-EDX)

Mikroskop elektron *scanning* (*SEM*) merupakan golongan mikroskop elektron yang menggunakan elektron sebagai pengganti cahaya. *SEM* digunakan untuk mempelajari detail arsitektur permukaan sel (atau struktur renik lainnya), mengamati material dalam daerah makro dan submikron, dan obyek diamati secara tiga dimensi. Sedangkan *TEM* digunakan untuk mengamati detail struktur internal sel. *SEM* merupakan salah satu mikroskop elektron yang mampu menghasilkan Gambar permukaan padatan dengan resolusi tinggi

Prinsip kerja SEM (dijelaskan pada Gambar 2.16) yang pertama berkas elektron dihasilkan pada sumber berkas elektron yang berada di atas. Berkas elektron berasal dari filamen yang umumnya terbuat dari tungsten. Aliran listrik memanaskan filamen dan menyebabkan elektron terakselerasi untuk bergerak turun menuju sampel. Berkas elektron selanjutnya dikumpulkan oleh lensa kondenser pertama. Lensa ini berguna untuk membentuk berkas dan membatasi jumlah aliran berkas. Lensa kondenser ini bekerja bersama

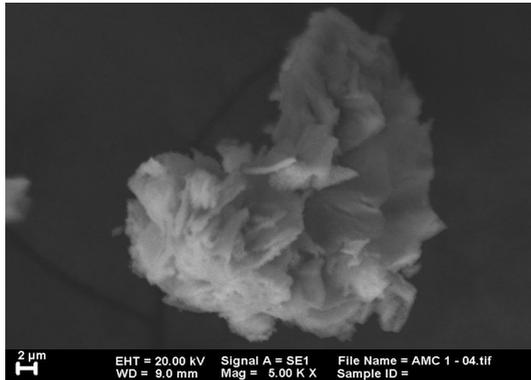
dengan kondenser *aperture* untuk menghilangkan elektron bersudut tinggi dari berkas.



Gambar 2.16 Bagian SEM (Prasetyoko, 2014)

Lensa kondenser kedua membentuk elektron menjadi berkas yang tipis, kuat, koheren yang terkontrol. Obyektif *aperture* berikutnya juga menghilangkan elektron bersudut tinggi dari berkas. Seperangkat coil kemudian men-*scan* atau men-*sweep* berkas, lama waktu *scanning* atau *sweeping* tergantung pada kecepatan *scan*. Lensa obyektif memfokuskan berkas *scan* pada bagian sampel yang diinginkan. Berkas elektron menumbuk sampel, menghasilkan elektron sekunder dari sampel. Elektron-elektron ini dikumpulkan oleh detektor sekunder atau detektor hamburan kembali, dikonversi menjadi tegangan listrik, dan diamplifikasi. Tegangan teramplifikasi mengenai detektor dan menyebabkan intensitas titik cahaya berubah. Gambar yang

dihasilkan terdiri dari ribuan titik yang bervariasi intensitasnya pada detektor yang berhubungan dengan topografi sampel. (Prasetyoko, 2014).



Gambar 2.17 Mikrograf SEM alumina  
(Ramdhani, 2015)

Contoh mikrograf SEM pada Gambar 2.17 yang telah dilaporkan oleh Ramdhani (2015) menunjukkan bahwa alumina yang disintesis dari *red mud* memiliki morfologi atau bentuk partikel yang tidak teratur.

## **BAB III**

### **METODOLOGI**

#### **3.1 Alat dan Bahan**

##### **3.1.1 Alat**

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah timbangan analitik, desikator, labu ukur, pipet tetes, pipet ukur, termometer, indikator universal pH, kertas saring biasa dan *whatman*, corong biasa, labu erlenmeyer, kaca arloji, alu, mortar, cawan petri, *magnetic stirrer*, hot plate, ayakan 200 mesh, gelas beaker, vakum VE 115N Value, oven dan *furnace*. *Red mud* dikarakterisasi dengan *X-ray Fluorescence* (XRF) Minipal 4 PANanalytical, sedangkan padatan alumina dikarakterisasi dengan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) 8400S SHIMADZU, Difraktometer Philip X'Pert PN-1830 X-ray dan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray* (SEM-EDX) Zeiss EVO MA 10.

##### **3.1.2 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah *red mud* dari Pulau Bintan Propinsi Kepulauan Riau, *Cetyltrimethylammonium bromide* (CTAB) (97% merck), asam hidroklorida (HCl) 37% (98% SAP), natrium hidroksida (NaOH) (99% Emsure) dan aquades.

#### **3.2 Prosedur Penelitian**

##### **3.2.1 Ekstraksi alumina**

Metode ini telah dilaporkan oleh Ramdhani pada tahun 2015. Mula-mula, padatan *red mud* sebanyak 40 gram dimasukkan kedalam gelas beaker dan ditambahkan 200 mL larutan HCl 6 N (rasio larutan/padatan 1:5 g/ml) lalu diaduk

menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu 90 °C selama 2 jam. Kemudian dilakukan penyaringan pada larutan tersebut menggunakan vakum dan corong *buchner*. Filtrat berwarna kuning hasil penyaringan tersebut kemudian dipindahkan kedalam gelas beaker dan ditambahkan dengan Larutan NaOH 5 N sebanyak 250 mL secara perlahan-lahan sambil diaduk dengan kuat menggunakan *magnetic stirrer* hingga terdapat endapan berwarna merah bata. Kemudian dilakukan penyaringan pada larutan hasil penambahan NaOH dengan menggunakan vakum dan corong *buchner*. Selanjutnya dilakukan penetralan pH dengan menambahkan HCl 6 N sebanyak ±133mL kedalam filtrat hasil penyaringan tersebut dengan disertai pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* hingga warna larutan menjadi keruh dan pH menjadi 7. Endapan NaAlO<sub>2</sub> yang terbentuk kemudian disaring menggunakan kertas saring biasa dan dicuci menggunakan aquades. Endapan NaAlO<sub>2</sub> berbentuk gel hasil penyaringan akan digunakan sebagai prekursor pada sintesis alumina pada proses selanjutnya.

### 3.2.2 Sintesis alumina

Sintesis alumina dilakukan menggunakan metode yang digunakan oleh Ramdhani (2015). Mula-mula disiapkan 5 gelas beker yang berisi padatan CTAB masing-masing sebanyak 1 gram .Di dalam wadah yang berbeda dipanaskan aquades dalam gelas beaker berlabel dengan volume yang berbeda-beda yaitu 29,65 mL, 39,5 mL, 50 mL, 59,3 mL dan 69,15 mL hingga suhu 60 °C. Aquades yang masih panas kemudian dicampurkan kedalam gelas beaker yang telah berisi CTAB kemudian diaduk dengan kuat hingga homogen. Endapan alumina dari proses ekstraksi sebelumnya masing-masing sebanyak 7,5 gram dicampurkan dengan larutan CTAB tersebut untuk semua variasi H<sub>2</sub>O dan diaduk selama 1 jam menggunakan *magnetic stirrer*. Setelah pengadukan, Larutan yang terbentuk masing-masing ditutup dengan plastik

*wrap* dan didiamkan selama 72 jam pada suhu ruang. Setelah pemeraman selesai, dilakukan penyaringan untuk menggunakan kertas saring biasa dan dicuci dengan akuades. Endapan yang diperoleh dari penyaringan kemudian dikeringkan pada suhu 120 °C menggunakan oven. Endapan yang telah kering kemudian digerus menggunakan mortar lalu dilakukan kalsinasi pada suhu 550 °C selama 6 jam didalam furnace. Sampel berupa padatan kemudian diberi label sesuai dengan variasi rasio molaritas H<sub>2</sub>O:CTAB yang digunakan. Label AMH-600 digunakan untuk menandai alumina dengan variasi rasio molaritas H<sub>2</sub>O:CTAB yaitu 600. perhitungan perbandingan molaritas antara Garam alumina : surfaktan : air dilakukan berdasarkan penelitian Ramdhani (2015).

Tabel 3.1 Komposisi Sintesis alumina

Nama Sampel	Garam alumina Basah (g)	H <sub>2</sub> O:CTAB (mol)	CTAB (g)	H <sub>2</sub> O (ml)
AMH-600	7,5	600	1	29,65
AMH-800	7,5	800	1	39,5
AMH-1012	7,5	1012	1	50
AMH-1200	7,5	1200	1	59,3
AMH-1400	7,5	1400	1	69,15

### 3.3 Karakterisasi alumina

#### 3.3.1 X-ray Fluorescence (XRF)

Karakterisasi menggunakan XRF dilakukan pada *red mud* untuk menentukan kadar persen setiap komposisi yang terkandung dalam *red mud*.

### 3.3.2 Spektroskopi Inframerah (FTIR)

Spektroskopi inframerah digunakan untuk mengarakterisasi padatan hasil sintesis sehingga dapat diketahui ikatan dalam sampel yang diinginkan, dan dapat membantu memberikan informasi dalam memperkirakan struktur molekul karena gugus fungsi telah diketahui. Sampel yang diuji adalah alumina dengan variasi rasio molaritas CTAB: H<sub>2</sub>O dan dianalisis dengan spektroskopi FTIR pada bilangan gelombang 4000-400 cm<sup>-1</sup>.

### 3.3.3 Uji keasaman permukaan menggunakan Spektroskopi Inframerah (FTIR)

Uji keasaman permukaan menggunakan FTIR digunakan pada sampel hasil sintesis untuk mengetahui jumlah sisi asam lewis yang terdapat pada masing-masing sampel alumina. Sampel kering yang telah dikalsinasi dijadikan bentuk pelet kemudian dikalsinasi pada suhu 400° C selama 4 jam dengan dialiri gas N<sub>2</sub>. Setelah itu suhu furnace diturunkan hingga 30° C lalu dialirkan piridin pada sampel sebanyak 2-3 tetes. Setelah itu sampel didiamkan dalam kondisi vakum tanpa aliran gas N<sub>2</sub> selama 1 jam kemudian sampel dipanaskan kembali pada suhu 150° C selama 3 jam dengan dialiri gas N<sub>2</sub>. Sampel kemudian dianalisis menggunakan instrumen FTIR pada bilangan gelombang 4000-400 cm<sup>-1</sup>.

### 3.3.4 X-ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi menggunakan XRD dilakukan pada *red mud* dan sampel hasil kalsinasi untuk masing-masing variasi rasio molaritas H<sub>2</sub>O:CTAB. Analisis XRD dengan sumber sinar Cu K $\alpha$  ( $\lambda = 1.5405 \text{ \AA}$ ) pada 40 kV dan 30 mA dilakukan pada rentang sudut  $2\theta$  :5-50°.

### **3.3.5 Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray Analysis (SEM-EDX)**

Karakterisasi dengan SEM-EDX dilakukan pada sampel yang telah dikalsinasi pada suhu 550 °C untuk masing-masing variasi rasio molaritas H<sub>2</sub>O:CTAB. Setiap sampel diambil beberapa gram lalu ditempatkan pada *sample holder* dan dideteksi dengan perbesaran tertentu.

***“Halaman sengaja dikosongkan”***

## BAB IV

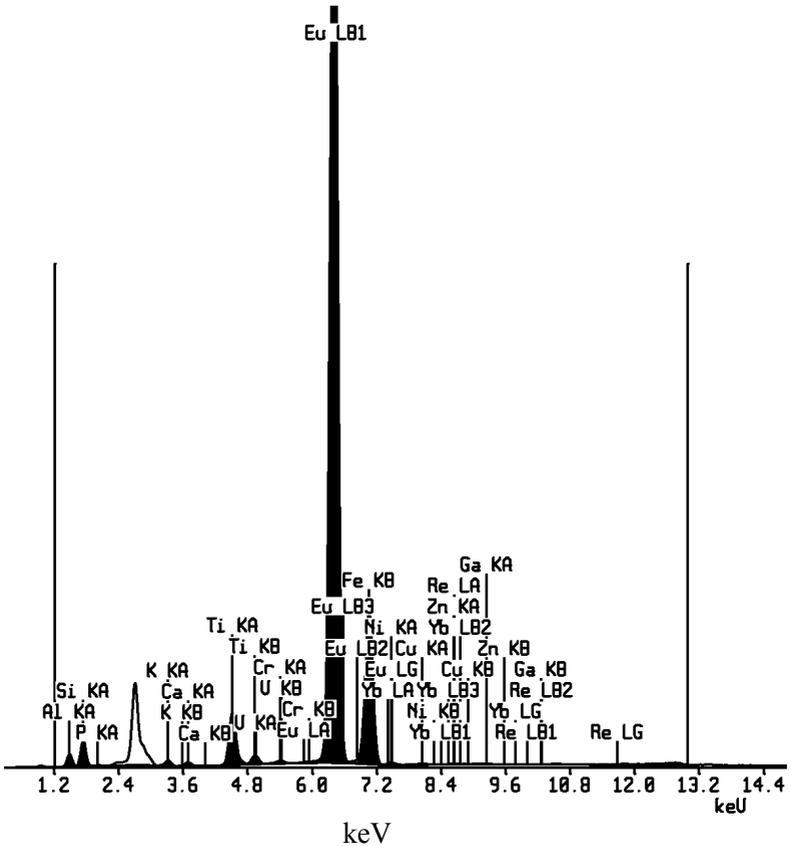
### HASIL DAN PEMBAHASAN

Berdasarkan penelitian ini telah berhasil dilakukan sintesis material alumina dari *red mud* dengan variasi rasio mol H<sub>2</sub>O : *cetyltrimethylammonium bromide* (CTAB) yaitu 600 ; 800 ; 1012 ; 1200 dan 1400. Sintesis dilakukan dengan metode sol-gel menggunakan prekursor NaAlO<sub>2</sub> hasil ekstraksi dari *red mud* dan *cetyltrimethylammonium bromide* (CTAB) sebagai template. Hasil sintesis kemudian dikeringkan dan dikalsinasi pada suhu 550 °C. Penelitian ini dilakukan melalui beberapa tahap yaitu karakterisasi *red mud* menggunakan instrument *X-ray Fluorescence* (XRF), *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) dan *X-ray Diffraction* (XRD), proses ekstraksi alumina dari *red mud* dan sintesis alumina dengan rasio mol H<sub>2</sub>O : CTAB 600 (alumina H<sub>2</sub>O 600/AMH-600), 800 (alumina H<sub>2</sub>O 800/AMH-800), 1012 (alumina H<sub>2</sub>O 1012/AMH-1012), 1200 (alumina H<sub>2</sub>O 1200/AMH-1200) dan 1400 (alumina H<sub>2</sub>O 1400/AMH-1400). Karakterisasi material hasil sintesis dilakukan menggunakan Spektroskopi Inframerah (FTIR), *X-ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray Analysis* (SEM-EDX) dan Uji Keasaman permukaan (FTIR Piridin).

#### 4.1 Karakterisasi *Red mud*

Pada penelitian ini, sampel *red mud* asal kepulauan Bintan yang digunakan sebagai sumber alumina masih belum diketahui kadar prosentase tiap-tiap unsur, gugus fungsi serta kristalinitasnya. Oleh karena itu, perlu dilakukan karakterisasi dari sampel *red mud* untuk mengetahui karakterisasi dari *red mud* tersebut. Sampel *red mud* dikarakterisasi menggunakan Spektroskopi Inframerah (FTIR), *X-ray Diffraction* (XRD) dan *X-ray Fluorescence* (XRF). Berdasarkan Gambar 4.1 didapatkan komposisi *red mud* yang sama dengan *red mud*

yang diteliti oleh Ramdhani (2015) namun dengan persentase tiap oksida yang berbeda. Persentase unsur red mud selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.1



Gambar 4.1 Spektra XRF *red mud*

Menurut Nath dkk (2014), komposisi dari *red mud* berbeda-beda tergantung dari tempat pengambilan sampel *red mud* tersebut. *Red mud* pada umumnya memiliki beberapa kandungan mineral yaitu *hematite* ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), *gibbsite*

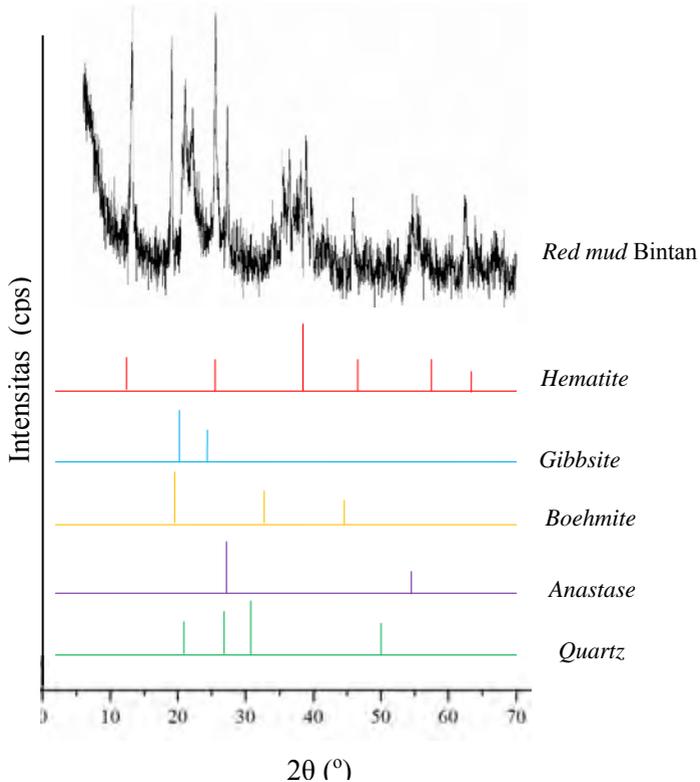
( $\text{Al}(\text{OH})_3$ ), *boehmite* ( $\gamma\text{-AlO}(\text{OH})$ ), *anatase* ( $\text{TiO}_2$ ) dan *quartz* ( $\text{SiO}_2$ ).

Tabel 4.1 Data hasil XRF Komposisi *red mud* dari Bintang

Komposisi	Berat (%)
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	49,86
$\text{Al}_2\text{O}_3$	31,38
$\text{SiO}_2$	15,03
$\text{TiO}_2$	1,57
$\text{CuO}$	0,05
$\text{NiO}$	0,07
$\text{P}_2\text{O}_5$	0,55
$\text{K}_2\text{O}$	0,54
$\text{CaO}$	0,15
$\text{Cr}_2\text{O}_3$	0,09
$\text{V}_2\text{O}_5$	0,08

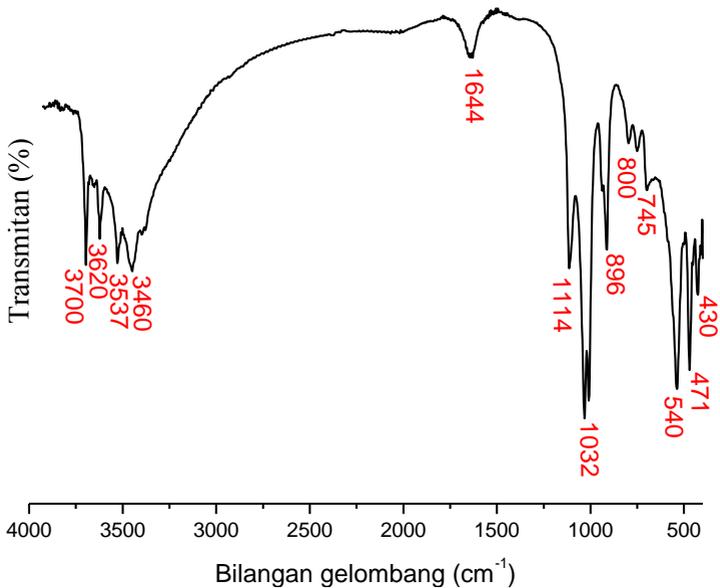
Berdasarkan penelitian ini didapatkan sampel *red mud* dengan komposisi mineral yang sama seperti pada literatur namun dengan kadar prosentase yang berbeda-beda seperti pada Gambar 4.2 membuktikan bahwa *red mud* dari kepulauan Bintang ini memiliki komposisi dari kelima mineral tersebut. Kandungan mineral pada *red mud* pernah dilaporkan oleh Liang dkk (2014) dan Ramdhani (2015) dimana *hematite* memiliki puncak difraksi pada  $2\theta = 12, 26, 40, 47, 58$  dan  $64^\circ$ ; *gibbsite* memiliki puncak difraksi pada  $2\theta = 20,24$  dan  $45^\circ$ ; *boehmite* memiliki puncak difraksi pada  $2\theta = 18, 33, 45$  dan  $58^\circ$ ; *anatase* memiliki puncak difraksi pada  $2\theta = 28^\circ$  dan  $55^\circ$ ; *quartz* memiliki puncak difraksi pada  $2\theta = 21, 26,37, 50$  dan  $60^\circ$ .

*Anastase* ( $\text{TiO}_2$ )



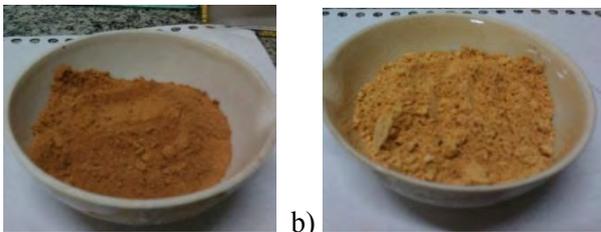
Gambar 4.2 Difraktogram XRD *red mud*

Karakterisasi FTIR pada *red mud* pernah dilaporkan oleh Arhin dkk (2013) dan Liang (2013). Pada Gambar 4.3 didapatkan spektra FTIR dari *red mud* yang memiliki kesamaan serapan seperti pada literatur dimana serapan pada bilangan gelombang  $3464\text{ cm}^{-1}$  terdapat ikatan hidrosil dari gibbsite. Pada bilangan gelombang  $3537\text{ cm}^{-1}$  terdapat ikatan stretching vibrasi OH. Pada bilangan gelombang  $1032\text{ cm}^{-1}$  terdapat ikatan vibrasi Si-O dari quartz. Pada bilangan gelombang  $540\text{ cm}^{-1}$  dan  $471\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan ikatan  $\text{Al}^{3+}\text{-O}^{2-}$  dari gibbsite. Pada bilangan gelombang  $896\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan ikatan  $\text{Fe}^{3+}\text{-O}^{2-}$  dari hematite (Arhin, 2013).



Gambar 4.3 Spektra FTIR *red mud*

## 4.2 Ekstraksi alumina

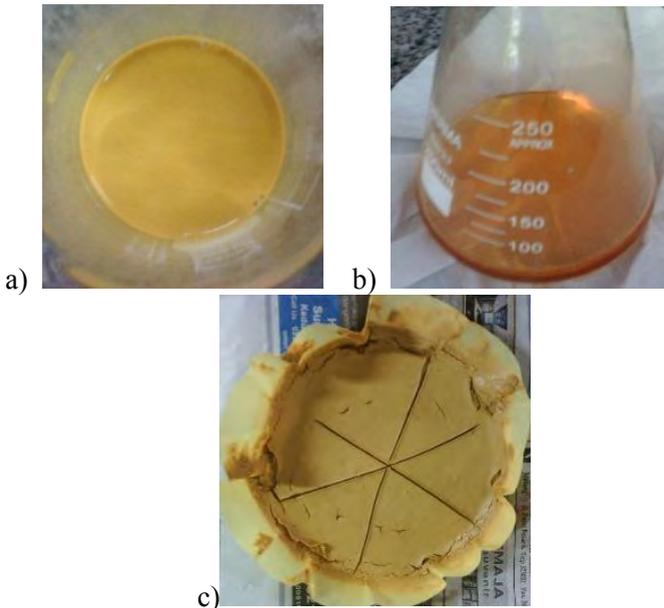


Gambar 4.4 Preparasi *red mud* a) sebelum dikeringkan b) setelah pengeringan dan pengayakan

Sampel *red mud* dipreparasi dengan cara memanaskannya pada suhu 110 °C selama 2 jam. Setelah itu *red mud* disaring dengan ayakan berukuran 200 mesh. Berdasarkan Gambar 4.4 bahwa setelah proses preparasi,

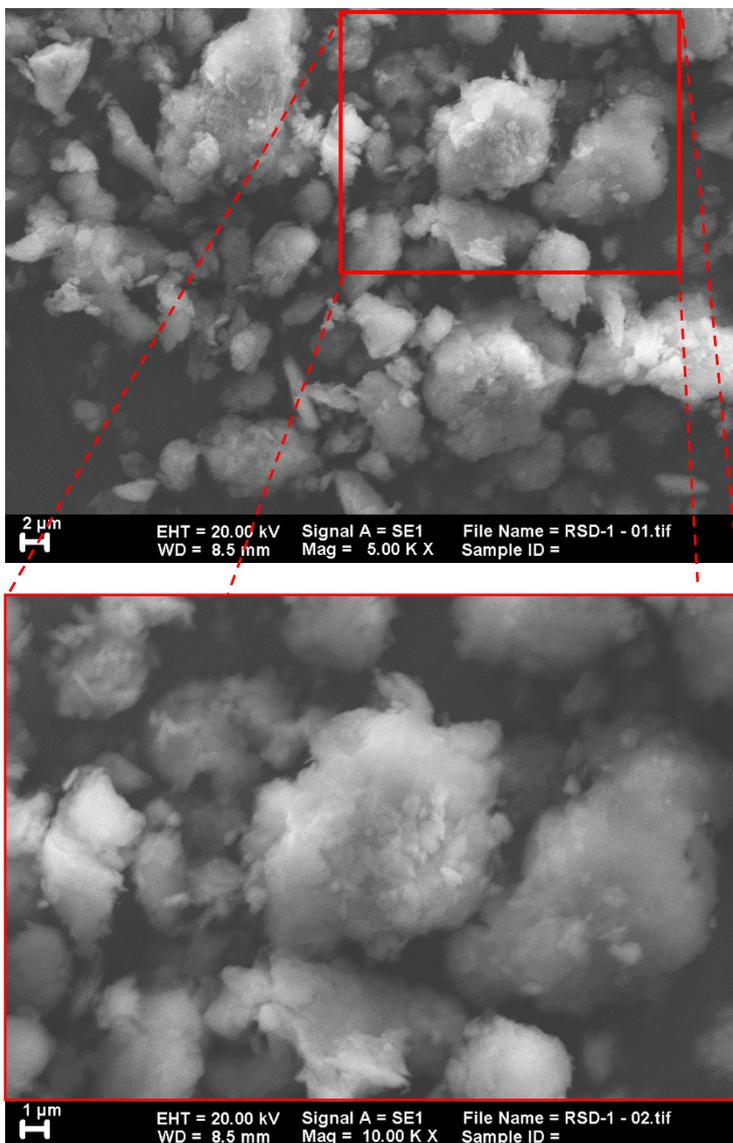
didapatkan *red mud* yang warnanya lebih terang dan teksturnya lebih halus. Fungsi pemanasan dan pengayakan yaitu untuk mengurangi kadar air dan memperbesar luas permukaan *red mud* sehingga dapat mempercepat reaksi pada proses selanjutnya.

#### 4.2.1 Proses desilikasi dengan penambahan HCl



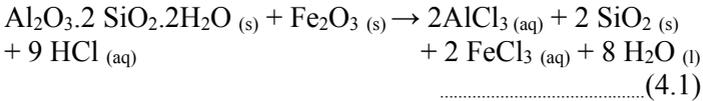
Gambar 4.5 *red mud* a) setelah penambahan HCl dan pengadukan selama 2 jam b) filtrat penyaringan pertama c) residu penyaringan pertama

Dimasukkan *red mud* ke dalam *beaker glass* dan ditambahkan larutan HCl 6 N lalu diaduk menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu 90 °C selama 2 jam. Proses ini disebut sebagai desilikasi yaitu pemisahan  $\text{SiO}_2$  dari *red mud*. Setelah larutan homogen dan terbentuk endapan berwarna kuning (Gambar 4.5).



Gambar 4.6 Mikrograf SEM RSD-1

Larutan *red mud* kemudian disaring dan filtrat dikumpulkan sebagai sumber aluminium pada proses ekstraksi selanjutnya. Menurut Vogel (1994), reaksi yang terjadi pada proses ini adalah sebagai berikut :



Berdasarkan mikrograf SEM pada Gambar 4.6 dapat dilihat bahwa residu hasil penyaringan pertama (RSD-1) memiliki morfologi dan ukuran partikel yang tidak beraturan.

Tabel 4.2 Data EDX RSD-1

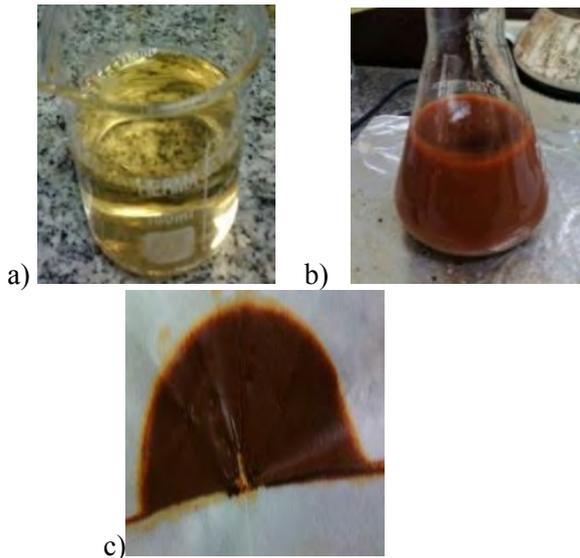
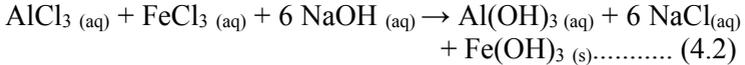
Unsur	% Berat
O	80,93
Al	11,98
Si	7,10

Untuk membuktikan reaksi desilikasi sudah berhasil atau belum maka dilakukan analisa EDX pada RSD-1 untuk mengetahui komposisi dari RSD-1 tersebut. Dari Tabel 4.2 dapat diketahui bahwa RSD-1 memiliki komposisi unsur oksigen dan silikon yang diharapkan namun masih terdapat sedikit unsur aluminium yang tertinggal pada residu dikarenakan kerapatan partikel yang besar sehingga terdapat aluminium yang terjebak pada residu  $\text{SiO}_2$ . Hal ini dikarenakan kurangnya volume aquades untuk pencucian residu  $\text{SiO}_2$ .

#### 4.2.2 Pemisahan $\text{Fe}_2\text{O}_3$ dan pengotor lainnya

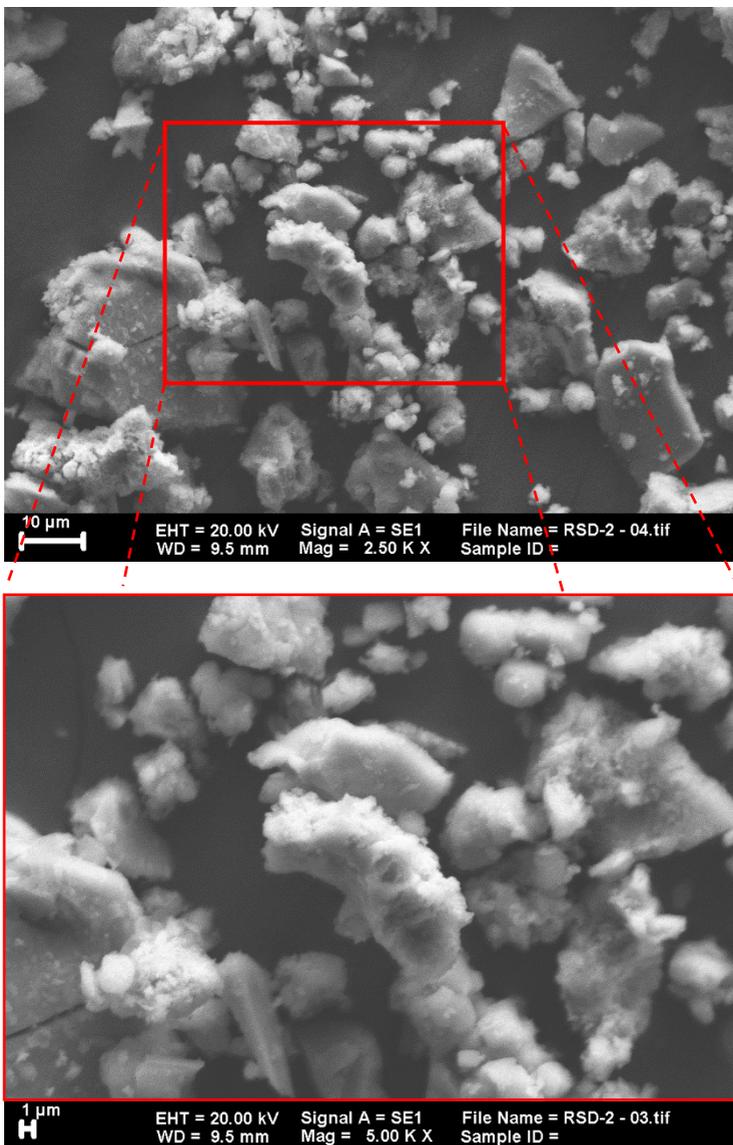
Larutan NaOH 5N ditambahkan secara perlahan kedalam filtrat hasil proses desilikasi dan diadakan menggunakan *magnetic stirrer* hingga  $\text{FeCl}_3$  berubah menjadi

$\text{Fe}(\text{OH})_3$  yang ditandai dengan adanya endapan berwarna merah bata (Gambar 4.7). Proses ini dilakukan untuk memisahkan unsur besi dan pengotor lainnya dari *red mud*. Menurut Vogel (1994), reaksi yang terjadi pada proses ini adalah sebagai berikut :



Gambar 4.7 a) setelah penambahan NaOH b) filtrat penyaringan kedua c) residu penyaringan kedua

Berdasarkan Gambar 4.8 diketahui bahwa morfologi partikel dari residu penyaringan kedua (RSD-2) tidak beraturan dan ukurannya tidak seragam. Dari data EDX RSD-2 pada Tabel 4.3 selain unsur besi dan oksigen, masih terdapat natrium, klorida dan sedikit unsur aluminium yang seharusnya larut dalam penyaringan kedua dikarenakan kurangnya volume air pada saat pencucian residu.

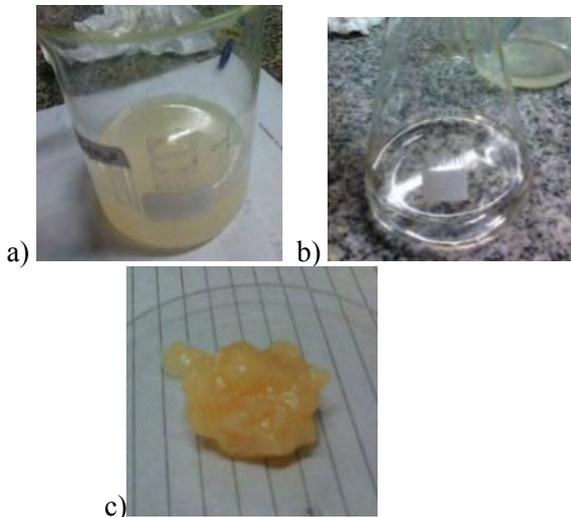


Gambar 4.8 Mikrograf SEM RSD-2

Tabel 4.3 Data EDX RSD-2

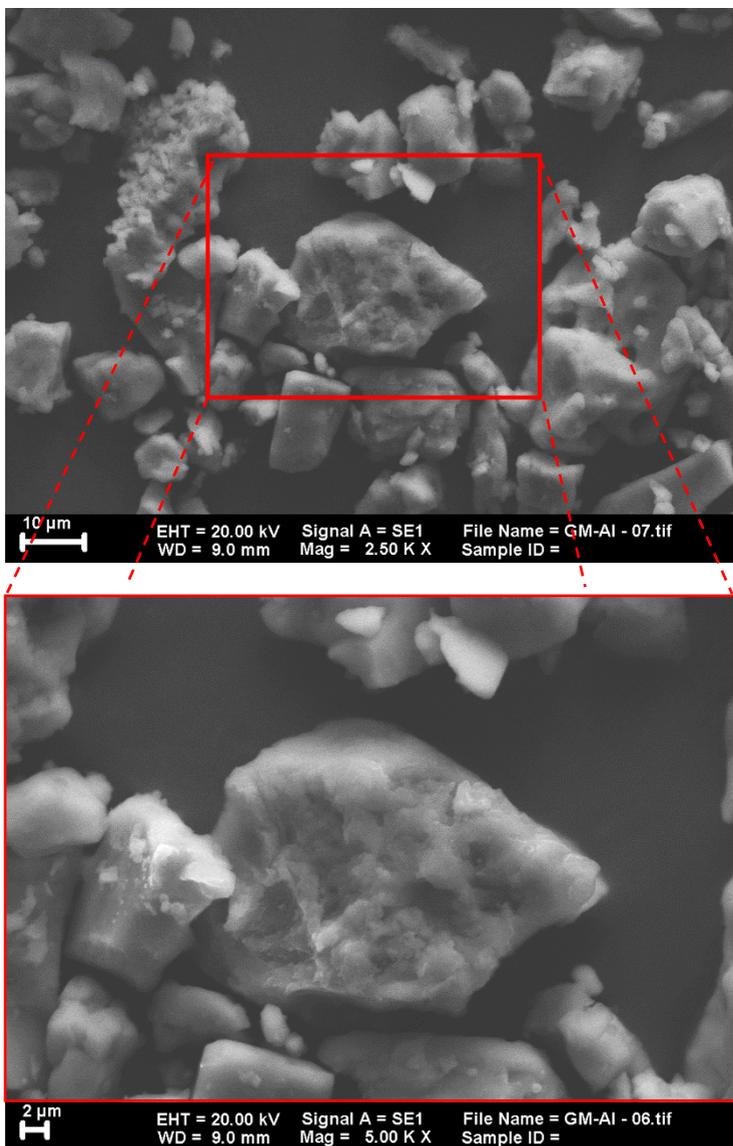
Unsur	% Berat
O	36,56
Fe	29,90
Na	20,00
Cl	12,61
Al	0,93

#### 4.2.3 Pembentukan Garam alumina $\text{NaAlO}_2$



Gambar 4.9 a) setelah penetralan dengan HCl b) filtrat penyaringan ketiga c) Garam alumina

Ditambahkan larutan HCl 6N kedalam filtrat hasil pemisahan Unsur besi sebelumnya sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer* hingga pH netral.



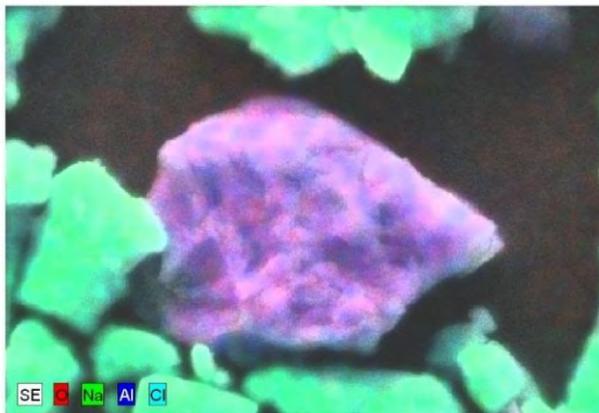
Gambar 4.10 Mikrograf SEM GM-AI

Fungsi penambahan HCl yaitu untuk reaksi penetralan dan pembentukan garam alumina yang nantinya akan digunakan sebagai prekursor dalam sintesis alumina. Setelah pH netral larutan berubah warna dari kuning jernih seperti minyak menjadi putih kehijauan (Gambar 4.9). Larutan kemudian disaring dengan dicuci menggunakan aquades dan endapan dikumpulkan sebagai garam alumina.

Menurut Vogel (1994), reaksi yang terjadi pada proses ini adalah sebagai berikut:



Berdasarkan mikrograf SEM pada Gambar 4.10 memperlihatkan morfologi partikel Garam alumina (GM-Al) tidak teratur dan permukaannya rapat.



Gambar 4.11 Persebaran Unsur GM-Al

Sedangkan dari Gambar 4.11, natrium dan klorida tersebar secara merata pada GM-Al.

Dari data EDX residu pembentukan GM-Al pada Tabel 4.4 selain unsur aluminium, oksigen dan natrium, masih

terdapat unsur klorida yang seharusnya larut dalam penyaringan. Hal ini dikarenakan kurang bersihnya pada saat proses pencucian dengan aquades.

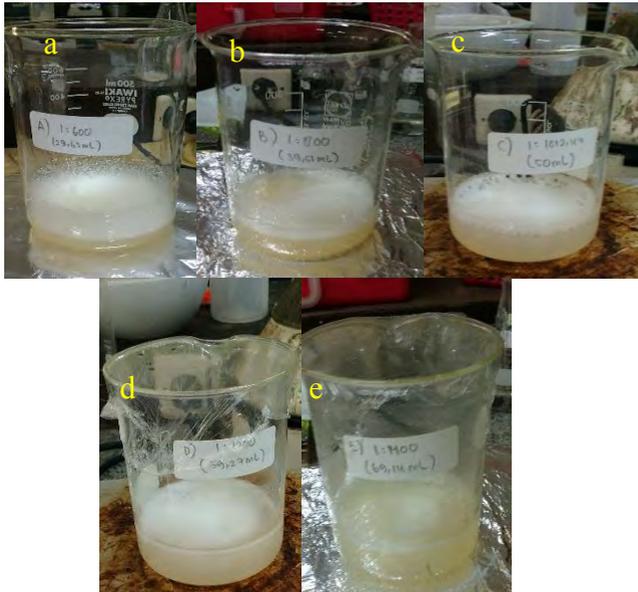
Tabel 4.4 Data EDX GM-Al

Unsur	% Berat
O	39,41
Al	13,63
Na	20,30
Cl	26,66

### 4.3 Sintesis alumina

Pada penelitian ini, terdapat dalam literatur bahwa mesostruktur alumina dapat terbentuk melalui proses sol-gel dengan adanya *template* (Pena dkk, 2005). Salah satu keuntungan dari penggunaan metode sol-gel ini adalah homogenitas yang baik dan murni dari bahan mentah dan suhu preparasi yang rendah yang dapat menghemat energi (Yao dkk, 2001) sehingga penelitian ini dilakukan menggunakan metode sol-gel untuk Sintesis alumina. Penelitian ini dilakukan dengan variasi rasio mol H<sub>2</sub>O : CTAB yaitu 600 : 800 ; 1012 ; 1200 dan 1400.

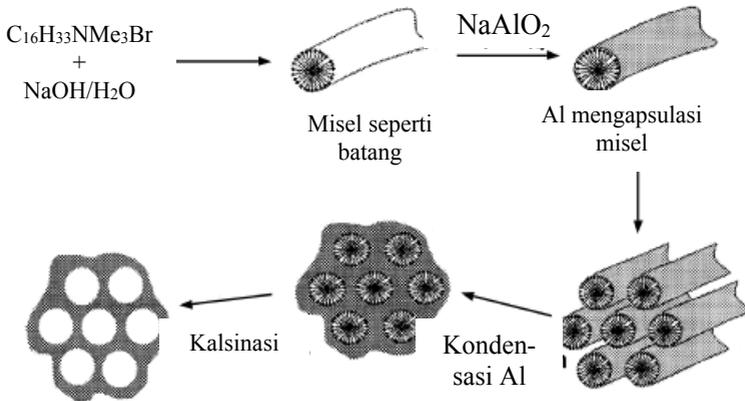
Berdasarkan penelitian ini, CTAB berfungsi sebagai agen pengarah struktur mesopori. Pada awal sintesis, CTAB terlebih dahulu dilarutkan kedalam gelas beaker berisi aquades (aquadest telah dipanaskan terlebih dahulu hingga suhu 60° C) sambil diaduk dengan kuat. Larutan CTAB yang telah homogen kemudian ditambahkan dengan garam alumina basah berbentuk gel yang dihasilkan dari ekstraksi *red mud* tanpa dikeringkan terlebih dahulu atau pada kondisi lembab dengan kadar air sebesar 93,97 %. Hal ini dilakukan untuk mempermudah proses pelarutan antara garam alumina dengan *template* yang akan ditambahkan (Ramdhani, 2015).



Gambar 4.12 alumina setelah pengadukan a) AMH-600 b) AMH-800 c) AMH-1012 d) AMH-1200 e) AMH-1400

Aquades sebagai reaktan berfungsi sebagai parameter hidrolisis yang memungkinkan terjadinya reaksi hidrolisis dari prekursor  $\text{NaAlO}_2$  membentuk  $\text{Al}(\text{OH})_3$ . Rasio berat CTAB/GM-Al yang digunakan sebesar 1,57 mengacu pada literatur Ramdhani (2015) dimana pada rasio tersebut memiliki luas permukaan spesifik terbesar. Menurut Beck (1992), Perbandingan molar antara surfaktan/Al kurang dari satu menghasilkan sistem surfaktan berbentuk heksagonal, sehingga dihasilkan struktur pori yang lebih teratur dan saluran pori yang lebih baik. Setelah itu, larutan diaduk pada kecepatan konstan menggunakan *magnetic stirrer* selama 1 jam hingga muncul buih seperti terlihat pada Gambar 4.12.

Pada Gambar tersebut dapat dilihat bahwa sampel AMH-600 dengan rasio air paling sedikit memiliki buih paling banyak selama proses pengadukan sedangkan AMH-1400 dengan rasio air paling banyak memiliki buih paling sedikit.

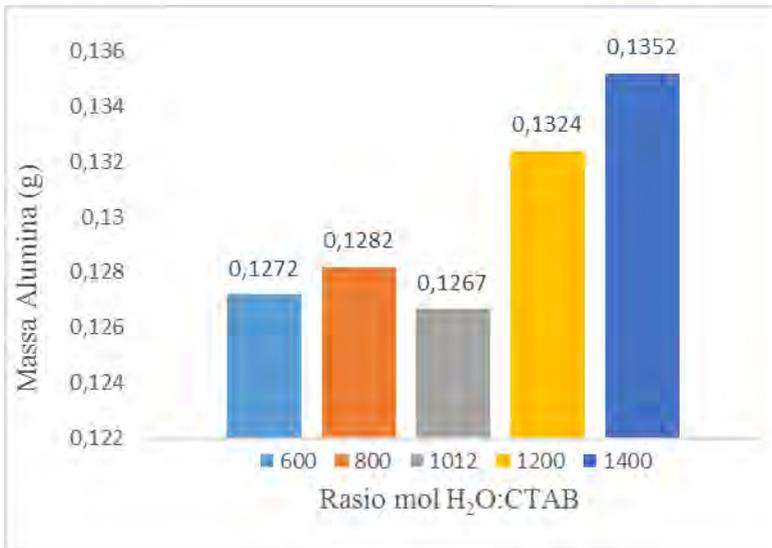


Gambar 4.13 Mekanisme pembentukan pori alumina menggunakan surfaktan CTAB

Buih yang dihasilkan pada proses ini berasal dari CTAB sebagai surfaktan yang memiliki gugus hidrofobik (sukar berikatan dengan air) dan hidrofilik (mudah berikatan dengan air) yang berkumpul membentuk kumpulan misel. Pada konsentrasi misel yang rendah surfaktan dapat menurunkan tegangan permukaan. Pada konsentrasi misel yang tinggi akan muncul banyak buih hingga larutan menjadi jenuh dan tegangan permukaan menjadi konstan. Selain dapat menurunkan tegangan permukaan, surfaktan juga dapat memperbesar kelarutan suatu senyawa.

Kemudian dilakukan proses *aging* pada suhu kamar selama 72 jam. Pada proses *aging*, terjadi pembentukan struktur melalui pengikatan partikel membentuk rantai, kemudian jaringan yang terbentuk diperpanjang dalam medium cairan dan mengental menjadi suatu gel. Pada proses

ini larutan mengalami perubahan fase dari sol (koloid yang mempunyai padatan tersuspensi dalam larutannya) menjadi gel yaitu koloid yang fraksi padatnya lebih besar daripada sol. Pada Gambar 4.13 dapat dilihat pembentukan jaringan (gelasi) yang mengelilingi misel dari surfaktan. Jaringan ini berfungsi sebagai tempat tumbuhnya partikel alumina yang terjadi pada saat proses aging. Setelah proses *aging*, didapatkan endapan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  berbentuk gel berwarna putih yang dikumpulkan dengan cara penyaringan. Endapan ini kemudian dicuci dengan aquades untuk menghilangkan ion-ion dan pengotor lain yang tidak larut. Endapan kemudian dikeringkan dan digerus hingga halus.



Gambar 4.14 Pengaruh rasio mol  $\text{H}_2\text{O}:\text{CTAB}$  terhadap massa akhir padatan hasil sintesis alumina; (dimana  $x = 600; 800; 1012; 1200; 1400$ )

Selanjutnya hasil sintesis alumina berbentuk serbuk dikalsinasi pada suhu 550 °C selama 6 jam. Fungsi dari proses kalsinasi yaitu untuk menghilangkan template CTABr yang sebagai pembentuk pori yang hasilnya dapat dibuktikan dengan spektroskopi FTIR pada sampel sebelum dan sesudah proses kalsinasi. Menurut penelitian yang dilakukan oleh Liu dkk (2006), proses dekomposisi CTAB terbagi menjadi tiga tahapan yaitu; (1) pelepasan amonia pada suhu 200-320 °C yang merupakan hasil dari dekomposisi parsial CTAB, (2) pemutusan struktur *template* CTAB pada suhu 320 °C, dan (3) penghilangan CTAB dari kerangka padatan pada suhu 395 °C. Setelah template hilang, maka material alumina akan memiliki pori seperti yang telah dijelaskan pada Gambar 4.13.

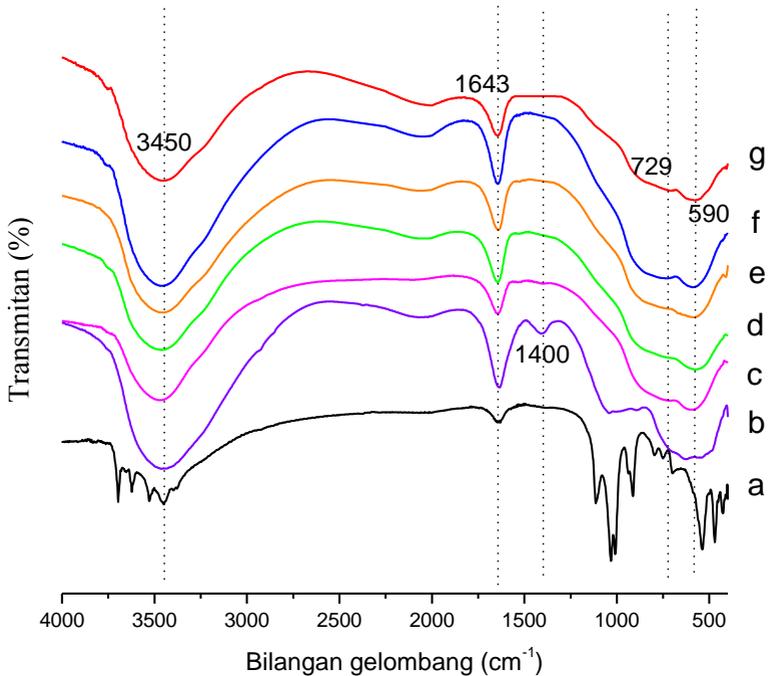
Berdasarkan Gambar 4.14 didapatkan massa padatan hasil sintesis alumina yang cenderung meningkat seiring dengan meningkatnya rasio H<sub>2</sub>O : CTAB. Menurut penelitian yang dilakukan oleh Turah (2009) membuktikan bahwa jumlah air yang digunakan sebagai reaktan akan berpengaruh pada karakter dari padatan hasil sintesis. Hal ini sesuai dengan literatur bahwa dengan kenaikan konsentrasi air/padatan maka waktu kristalisasi akan semakin lambat dan ukuran partikel yang dihasilkan semakin besar dan tidak seragam (Myerson, 2002). Kenaikan ukuran partikel ini menyebabkan massa alumina yang diperoleh juga semakin meningkat.

#### **4.4. Karakterisasi alumina**

Alumina hasil sintesis dikarakterisasi dengan Spektroskopi Inframerah (FTIR), *X-ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray Analysis* (SEM-EDX), Uji Keasaman permukaan (FTIR Piridin)

#### 4.4.1 Spektroskopi Inframerah (FTIR)

Instrumen FTIR digunakan untuk mengetahui jenis gugus fungsi dalam material yang didasarkan pada perubahan momen dipolnya. Setiap ikatan molekul mempunyai gerak vibrasi yang berbeda. Oleh karena itu, karakterisasi menggunakan FTIR dapat mengidentifikasi gugus fungsi senyawa dengan membandingkan antara spektrum material hasil sintesis dengan spektrum material standar (Prasetyoko, 2014).



Gambar 4.15 Spektra Inframerah a) *red mud* b) alumina sebelum kalsinasi c) AMH-600 d) AMH-800 e) AMH-1012 f) AMH-1200 g)AMH-1400

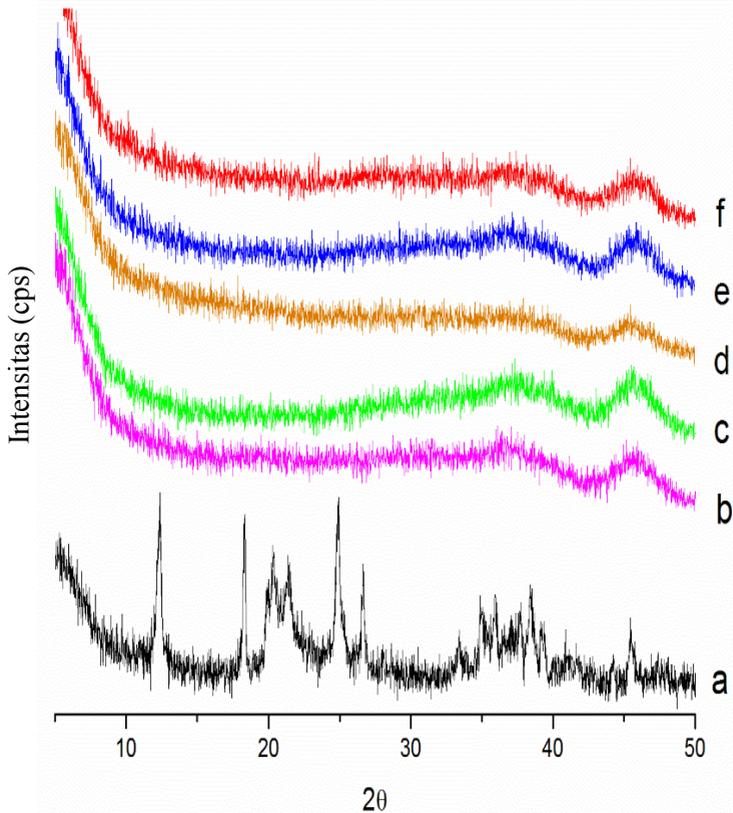
Berdasarkan Gambar 4.15 membuktikan bahwa CTAB telah hilang dari sampel alumina hasil sintesis (AMH). Hal ini dapat dibuktikan dengan tidak adanya serapan pada seluruh sampel alumina pada bilangan gelombang  $1400\text{ cm}^{-1}$  yang sebelumnya masih terdapat pada sampel alumina sebelum kalsinasi (Gambar 4.15b). Menurut Khalil dkk (2008), serapan pada bilangan gelombang  $1400\text{ cm}^{-1}$  merupakan ikatan *bending* CH(-CH<sub>3</sub>) dan CH(-CH<sub>2</sub>). Ikatan antar unsur karbon pada sampel alumina sebelum kalsinasi ini disebabkan oleh ikatan pada template CTAB yang belum hilang.

Spektra Inframerah hasil sintesis alumina yang telah dilaporkan oleh literatur menunjukkan adanya gugus fungsi OH<sup>-</sup> pada  $3450\text{ cm}^{-1}$ , hidrasi air pada  $1636\text{ cm}^{-1}$ , ikatan Al-O pada  $738\text{ cm}^{-1}$  dan vibrasi Al-O-Al pada  $620\text{ cm}^{-1}$  (Ramli, 2008). Sedangkan literatur lain menunjukkan serapan IR pada  $775\text{ cm}^{-1}$  dan  $590\text{ cm}^{-1}$  sebagai ikatan stretching vibrasi pada alumina yang disintesis dari kaolin (Pan, 2013).

Analisa spektroskopi Inframerah pada Gambar 4.15 menunjukkan bahwa alumina telah terbentuk ditunjukkan dengan adanya serapan pada bilangan gelombang  $3450\text{ cm}^{-1}$  pada semua sampel yang merupakan gugus fungsi OH<sup>-</sup> (Stretching) dan  $1643\text{ cm}^{-1}$  mengindikasikan adanya hidrasi air. Selain itu pada  $729\text{ cm}^{-1}$  dan  $590\text{ cm}^{-1}$  terdapat ikatan stretching vibrasi dari Al-O. Menurut Pan (2013), ikatan ini adalah bentuk bilangan koordinasi 4 dan 6 dari Al ketika membentuk  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ .

#### 4.4.2 X-ray Diffraction (XRD)

Analisa *X-ray Diffraction* (XRD) dilakukan untuk mengetahui kristalinitas dan pengaruh variasi rasio mol H<sub>2</sub>O : CTAB pada alumina. Sebagai pembanding yaitu analisa XRD  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  dari literatur menunjukkan puncak yang khas yaitu pada sudut  $2\theta = 15, 18, 20, 26, 30, 31$  dan  $35^\circ$  (Cava dkk, 2007).



Gambar 4.16 Difraktogram XRD a) *red mud* b)AMH-600 c) AMH-800 d)AMH-1012 e)AMH-1200 f)AMH-1400

Pada Gambar 4.16 dapat diketahui bahwa alumina yang telah disintesis dengan variasi rasio mol  $\text{H}_2\text{O}$  : CTAB yaitu 600 : 800 ; 1012 ; 1200 dan 1400 (AMH-600, AMH-800, AMH-1012, AMH-1200 dan AMH-1400) memiliki struktur amorf yang dapat dilihat dari tidak adanya puncak karakteristik material  $\text{Al}_2\text{O}_3$  pada semua sampel. Hal ini

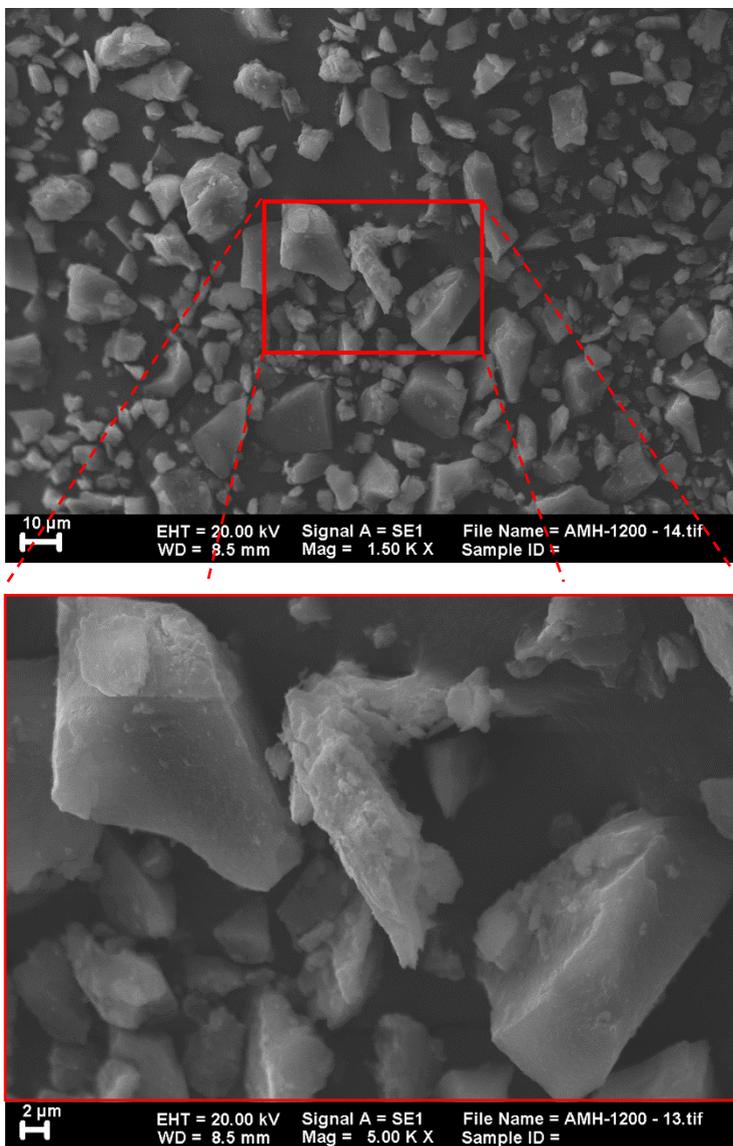
sesuai dengan penelitian yang telah dilaporkan oleh Khalil (2008) bahwa penambahan CTAB untuk sintesis alumina berfungsi sebagai agen pengarah struktur mesopori yang akan menghasilkan alumina dengan struktur yang tidak teratur (amorf).

Selain itu, karakteristik  $\text{Al}_2\text{O}_3$  amorf ini juga sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Ramdhani (2015) pada sampel alumina yang disintesis dari *red mud* dan dikalsinasi pada suhu  $550^\circ\text{C}$ . Pada data hasil karakterisasi dengan XRD, pembentukan alumina yang memiliki ukuran pori 2-50 nm (mesopori) tidak terlihat pada rentang  $2\theta$  5-50°. Struktur mesopori yang terdapat pada alumina dapat dilihat pada  $2\theta$  sudut kecil ( $< 5^\circ$ ) (Badoga dkk, 2015).

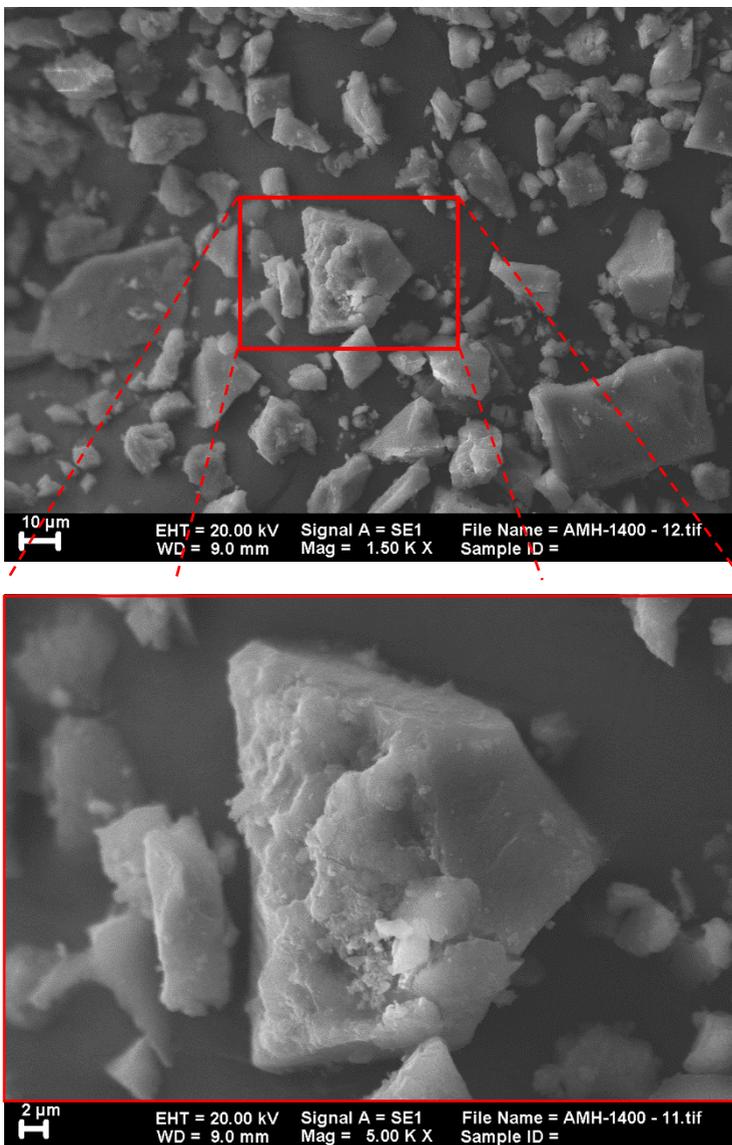
#### **4.4.3 Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray Analysis (SEM-EDX)**

Analisa SEM-EDX digunakan untuk mengetahui morfologi atau bentuk partikel, ukuran partikel dan distribusi komposisi serta pengaruh variasi rasio mol  $\text{H}_2\text{O}$  : CTAB pada hasil sintesis alumina. Menurut literatur, alumina yang disintesis dengan penambahan CTAB sebagai *template* akan memiliki morfologi dan ukuran partikel yang tidak teratur (Yue, dkk, 2010).

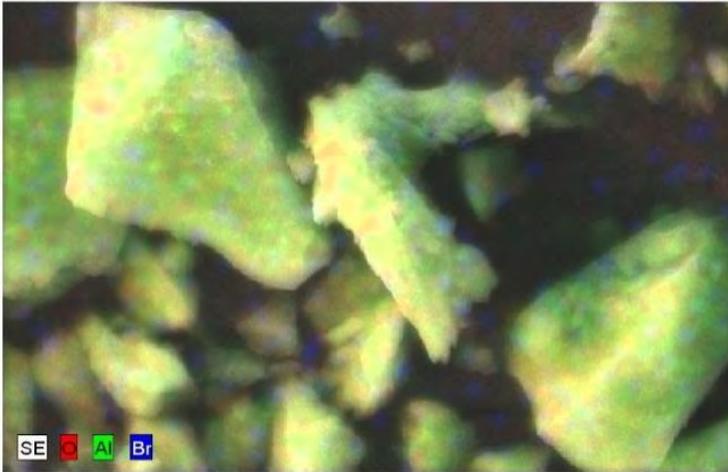
Pada penelitian ini, mikrograf SEM alumina (Gambar 4.17 dan 4.18, Gambar mikrograf selengkapnya terdapat pada lampiran) memiliki ukuran dan bentuk partikel yang tidak teratur dan tidak seragam sesuai dengan hasil penelitian oleh Ramdhani (2015). Dari kelima variasi rasio mol  $\text{H}_2\text{O}$  : CTAB yaitu 600 : 800 ; 1012 ; 1200 dan 1400 (AMH-600, AMH-800, AMH-1012, AMH-1200 dan AMH-1400) tidak terdapat perbedaan morfologi partikel yang signifikan dari kelima sampel.



Gambar 4.17 Mikrograf SEM AMH-1200



Gambar 4.18 Mikrograf SEM AMH-1400



Gambar 4.19 Persebaran Unsur AMH-1200

Gambar 4.19 menunjukkan persebaran komposisi EDX sampel AMH-1200 dimana bromida tersebar merata pada partikel alumina. Bromida berasal dari CTAB sebagai template dalam sintesis alumina.

Tabel 4.5 Data EDX AMH-1200

Unsur	% Berat
O	81,75
Al	17,56
Br	0,70

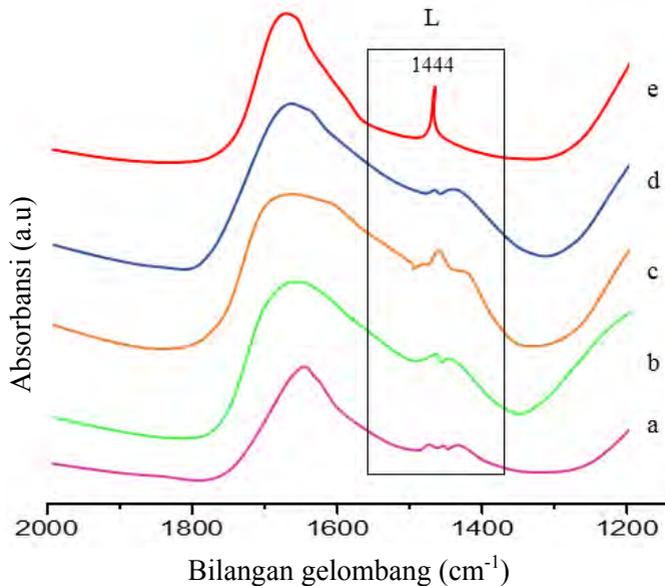
Hasil analisa Spektra EDX AMH-1200 Pada Tabel 4.2 menunjukkan bahwa sampel AMH-1200 terdiri dari unsur-unsur yang digunakan sebagai prekursoranya yaitu aluminium sebesar 17,56 % dan unsur oksigen sebesar 81,75% sehingga dapat disimpulkan bahwa sintesis alumina telah berhasil dilakukan. Namun, masih terdapat sedikit unsur bromida yaitu 0,7% pada material hasil sintesis. Menurut

Ramdhani (2015), Hal ini terjadi karena adanya kerapatan molekul yang tinggi pada saat proses sintesis yang mengakibatkan sebagian bromida terperangkap didalam pori alumina dan juga kurang bersihnya dalam proses pencucian menggunakan aquades. Bromida pada penelitian ini terdapat dalam senyawa CTAB yang ditambahkan pada saat proses sintesis sebagai *template*, selain itu tidak didapatkan adanya unsur lain yang mengindikasikan bahwa tidak adanya pengotor lain dalam sampel hasil sintesis.

#### 4.4.4 Uji Keasaman dengan probe Piridin dan FTIR

Penentuan keasaman material alumina dilakukan dengan metode adsorpsi piridin dan dikarakterisasi dengan spektroskopi *Fourier Transform Infrared* (FTIR). Metode ini mengacu pada penelitian Damyanova dkk., (2001) yang menggunakan molekul *probe* piridin. Pemilihan piridin sebagai molekul *probe* karena piridin merupakan molekul basa yang memiliki pasangan elektron bebas sehingga dapat digunakan untuk mendeteksi adanya sisi asam baik Lewis maupun Brønsted.

Asam Lewis dapat terdeteksi karena adanya ikatan koordinasi antara pasangan elektron bebas pada atom nitrogen dari molekul piridin dengan orbital kosong katalis. Sedangkan asam Brønsted dapat terdeteksi karena adanya ion piridium yang berasal dari molekul piridin yang teradsorp dan terprotonasi oleh proton pada permukaan katalis. Agar adsorpsi piridin berlangsung maksimal maka pengujian keasaman diawali dengan aktivasi padatan katalis dan dilakukan proses desorpsi molekul air yang teradsorpsi pada permukaan katalis. Molekul piridin yang teradsorpsi berbanding lurus dengan intensitas yang muncul. Kedua sisi asam tersebut memiliki karakteristik yang khas pada spektra FTIR sehingga dapat dibedakan satu sama lain (Layman dkk., 2003).



Gambar 4.20 FTIR Piridin Spektra FTIR adsorpsi piridin  
 a)AMH-600 b) AMH-800 c)AMH-1012  
 d)AMH-1200 e)AMH-1400

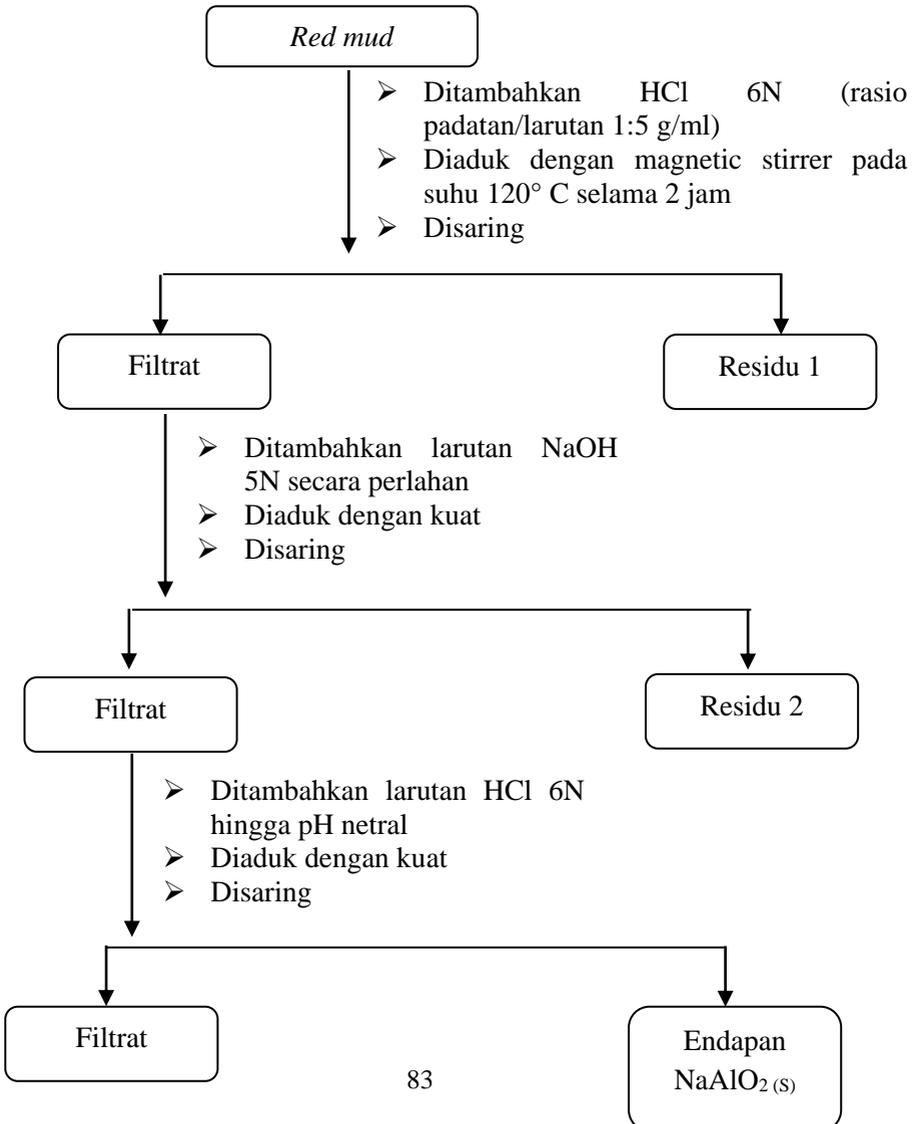
Pengujian keasaman permukaan pada padatan  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  pernah dilakukan oleh Ramli (2008) menghasilkan luas sisi asam lewis sebesar  $2,1197 \text{ A/cm}^{-1}$  pada suhu desorpsi piridin yaitu  $150^\circ\text{C}$ . Pada penelitian ini dilakukan pengamatan terhadap spektra vibrasi pada bilangan gelombang  $2000\text{-}1200 \text{ cm}^{-1}$ . Hasil spektra adsorpsi piridin-FTIR dari masing-masing sampel ditampilkan pada Gambar 4.20 dimana terdapat puncak serapan pada bilangan gelombang sekitar  $1435\text{-}1459 \text{ cm}^{-1}$  pada setiap sampel yang mengindikasikan adanya sisi asam lewis pada alumina. Namun, tidak terdapat puncak serapan asam brownsted yaitu pada bilangan gelombang  $1660 \text{ cm}^{-1}$ . Hal ini sesuai literatur yang ada dimana alumina

memiliki asam lewis yang dihasilkan dari penguapan gugus hidroksil pada permukaan padatan alumina.

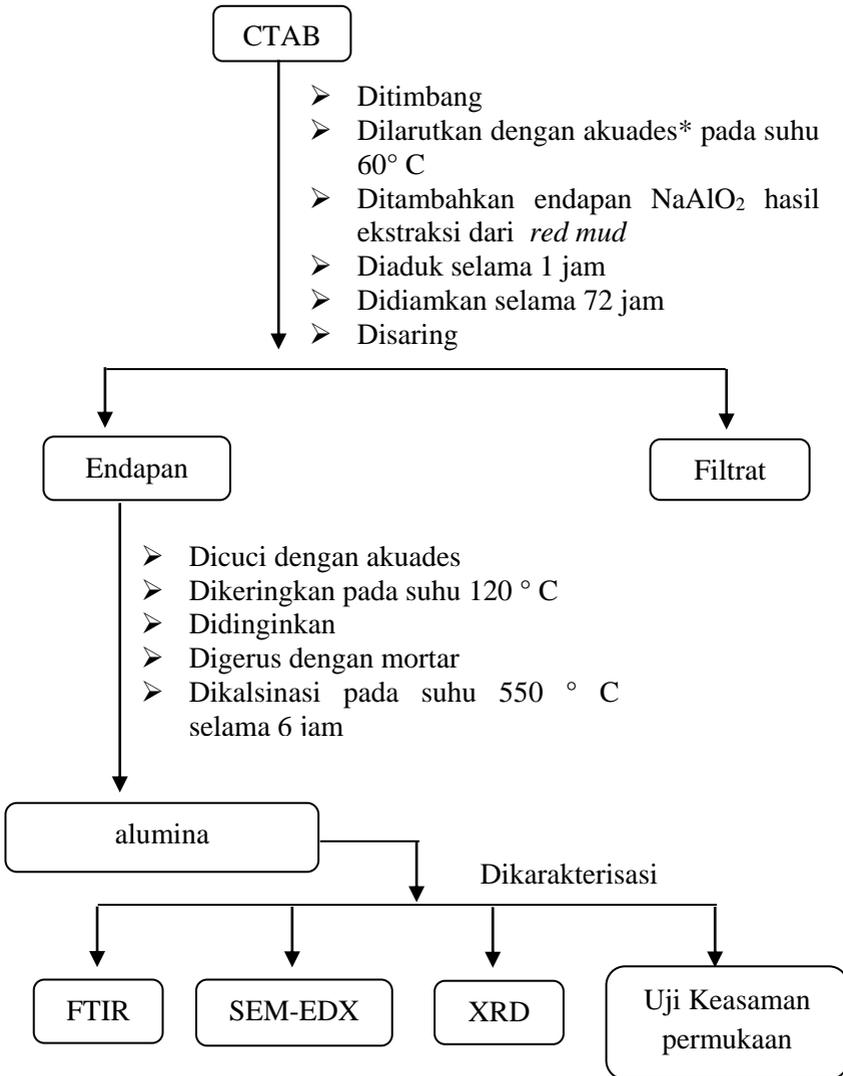
## LAMPIRAN

### A : SKEMA KERJA

#### A1. Ekstraksi alumina



## A2. Sintesis alumina



(\*) : variasi rasio H<sub>2</sub>O:CTAB 600;800;1012;1200 dan 1400

**B : PERHITUNGAN****B1. Penentuan Kadar air pada garam alumina**

Massa Garam alumina (GM-Al) Basah : 8,5756 g

Massa GM-Al Kering : 0,5171 g

$$\begin{aligned}\text{Kadar Air GM-Al} &= \left(1 - \frac{\text{GM-Al Kering}}{\text{GM-Al Basah}}\right) \times 100\% \\ &= \left(1 - \frac{1,2538}{7,5036}\right) \times 100\% \\ &= 93,9701 \%\end{aligned}$$

## B2. Penentuan kadar Oksida dalam *red mud*

Dari analisa komposisi *red mud* menggunakan Instrumen X-Ray Fluorescence didapatkan kadar % tiap-tiap unsur, yang kemudian dapat dipakai sebagai dasar perhitungan kadar % Oksida dalam *red mud*

% Unsur Al : 24%

Ar Al : 26,9815 g/mol

Mr Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 101,9612 g/mol

$$\begin{aligned} \text{\% Oksida Al}_2\text{O}_3 &= \left( \frac{\text{Mr Al}_2\text{O}_3}{\text{Ar Al}} \right) \times \text{\% Unsur Al} \\ &= \left( \frac{101,9612 \text{ g/mol}}{26,9815 \text{ g/mol}} \right) \times 24 \% \\ &= 90,6943 \% \end{aligned}$$

dengan menggunakan cara tersebut kemudian dihitung masing-masing % Oksida lalu dijumlahkan untuk mengetahui % Oksida sebenarnya dalam *red mud* seperti pada Tabel berikut :

Unsur	%Unsur	Ar Unsur	Oksida	Mr Oksida	% Oksida
Fe	50,39	55,845	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	159,6882	144,0896
Al	24	26,9815	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	101,9612	90,6943
Si	20,3	28,0855	SiO <sub>2</sub>	60,0843	43,4285
Ti	2,72	47,867	TiO <sub>2</sub>	79,8658	4,5383
Cu	0,12	63,546	CuO	79,5454	0,1502
Ni	0,16	58,6934	NiO	74,6928	0,2036
P	0,35	30,9738	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	141,9446	1,6039

K	0,65	39,0983	K <sub>2</sub> O	94,196	1,5659
Ca	0,32	40,078	CaO	56,0774	0,4477
Cr	0,094	51,9961	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	151,9904	0,2747
V	0,066	50,9415	V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	181,88	0,2356
Zn	0,05	65,38	ZnO	81,3794	0,0622
Ga	0,101	69,723	Ga <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	187,4442	0,2715
Eu	0,33	151,964	Eu <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	351,9262	0,7642
Yb	0,07	173,054	Yb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	394,1062	0,1594
Re	0,2	186,207	Re <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	420,4122	0,4515
				Total % Oksida =	288,9417

Diketahui bahwa % Total oksida yang terhitung adalah 288,9417 kemudian dapat dikonversikan menjadi 100% untuk menghitung kadar % oksida sebenarnya dalam *red mud*

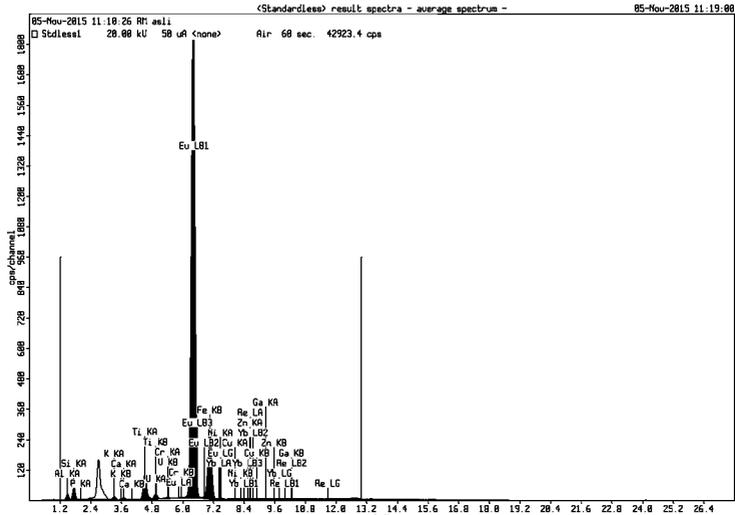
$$\begin{aligned}
 \% \text{ Oksida Al}_2\text{O}_3 \text{ sebenarnya} &= \left( \frac{\% \text{ Oksida Al}_2\text{O}_3}{\text{Total \% Oksida}} \right) \times 100\% \\
 &= \left( \frac{90,6943 \%}{288,9417 \%} \right) \times 100\% \\
 &= 31,3884 \%
 \end{aligned}$$

dengan menggunakan cara tersebut kemudian dihitung masing-masing % Oksida sebenarnya dalam *red mud* seperti pada Tabel berikut :

Oksida	% Oksida dalam <i>red mud</i>
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	49,8680
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	31,3884
SiO <sub>2</sub>	15,0301
TiO <sub>2</sub>	1,5706
CuO	0,05198
NiO	0,0704
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,5551
K <sub>2</sub> O	0,5419
CaO	0,1549
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,0950
V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,08155
ZnO	0,0215
Ga <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,0939
Eu <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,2644
Yb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,0551
Re <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,1562
Total % Oksida =	100

# C : KARAKTERISASI

## C1. Spektra XRF *red mud*



05-Nov-2015 11:18:15

### Sample results - Averages

Page 1

Sample ident	
RM	as.li

Application	<Standardless>
Sequence	Average of 3
Measurement period - start	05-Nov-2015 10:24:08
Measurement period - end	05-Nov-2015 11:10:26
Position	1

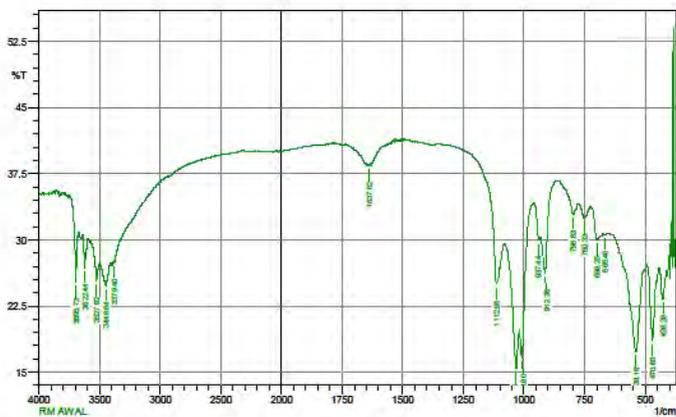
Compound	Al	Si	P	K	Ca	Ti
Conc	24 +/- 0.02	20.3 +/- 0.2	0.35 +/- 0.007	0.65 +/- 0.009	0.32 +/- 0.009	2.72 +/- 0.002
Unit	%	%	%	%	%	%

Compound	V	Cr	Fe	Ni	Cu	Zn
Conc	0.066 +/- 0.005	0.094 +/- 0.0098	50.39 +/- 0.196	0.16 +/- 0.006	0.12 +/- 0.005	0.05 +/- 0.002
Unit	%	%	%	%	%	%

Compound	Ga	Eu	Yb	Re
Conc	0.101 +/- 0.003	0.33 +/- 0.01	0.07 +/- 0.03	0.2 +/- 0.04
Unit	%	%	%	%

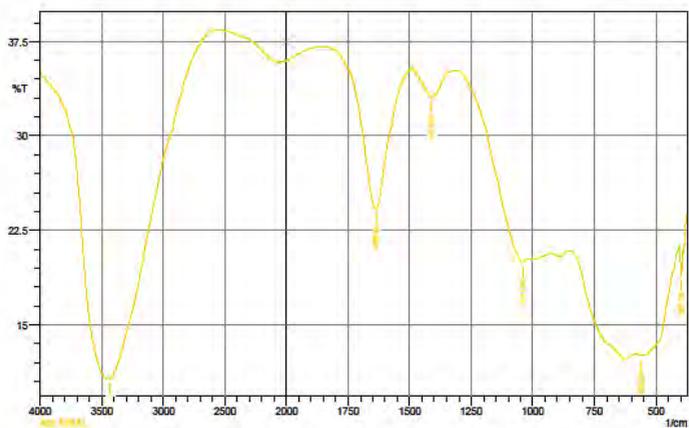
## C2. Spektra Inframerah

### C2. 1 Spektra IR *red mud*

	Peak	Intensity	Corr. intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	426.28	23.297	3.333	441.71	412.78	17.505	0.886
2	470.65	18.503	7.618	493.79	455.22	24.732	2.351
3	536.16	17.31	10.297	628.81	505.37	75.963	8.54
4	665.46	30.61	0.039	667.39	653.69	6.929	0.007
5	696.25	29.948	2.177	723.33	675.11	24.457	0.661
6	750.33	32.436	1.506	773.48	725.26	23.096	0.463
7	796.63	32.936	1.892	854.49	773.48	37.217	0.628
8	912.36	26.178	6.074	931.65	869.92	30.622	1.435
9	937.44	29.925	0.898	958.65	933.58	12.501	0.132
10	1008.8	18.561	5.477	1018.45	960.58	33.523	1.32
11	1031.95	15.419	6.281	1078.24	1020.38	37.831	2.282
12	1112.96	24.979	6.493	1269.2	1080.17	85.733	2.335
13	1637.62	38.405	0.263	1643.41	1633.76	3.998	0.018
14	3379.4	27.42	0.327	3383.26	3298.38	45.175	-0.179
15	3448.84	24.8	2.658	3500.92	3406.4	55.034	1.991
16	3527.92	25.316	2.695	3574.21	3508.63	36.638	0.85
17	3622.44	26.853	3.853	3637.87	3597.36	21.886	0.902
18	3695.73	25.189	6.043	3740.1	3684.16	28.648	1.259

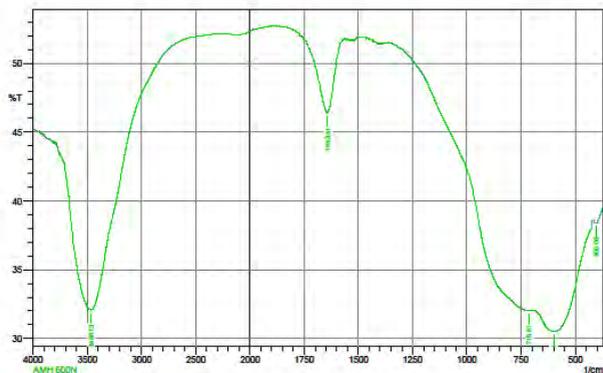
## C2.2 Spektra IR alumina sebelum kalsinasi

	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	397.35	16.902	2.188	405.06	391.56	9.463	0.336
2	559.38	12.541	0.092	578.66	549.73	26.045	0.065
3	1041.6	19.937	1.374	1315.5	1020.38	165.906	-3.374
4	1410.01	33.131	2.028	1483.31	1342.5	65.862	1.945
5	1636.69	24.21	11.23	1818.93	1527.67	147.588	17.413
6	3433.41	10.72	0.351	3443.05	2567.34	535.887	0.591

## C2.3 Spektra IR AMH-600

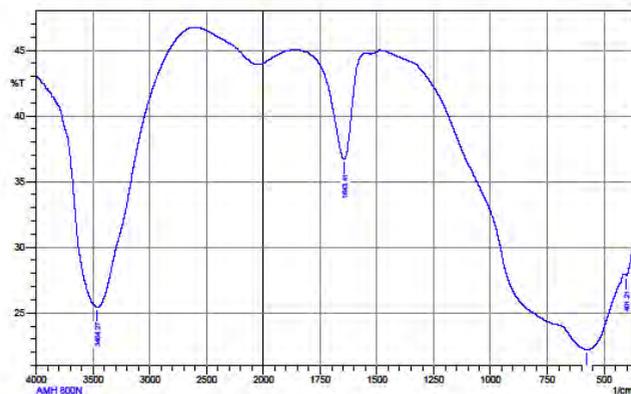
SHIMADZU



Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area	
1	405.06	36.405	0.468	418.57	374.2	18.285	0.158
2	999.88	30.525	3.763	692.47	420.5	131.777	8.466
3	715.61	32.022	0.121	1342.5	711.76	241.894	-5.216
4	1643.41	46.415	5.298	1741.78	1562.39	55.189	3.716
5	3468.13	32.086	0.015	3473.91	3464.27	4.76	0.001

## C2.4 Spektra IR AMH-800

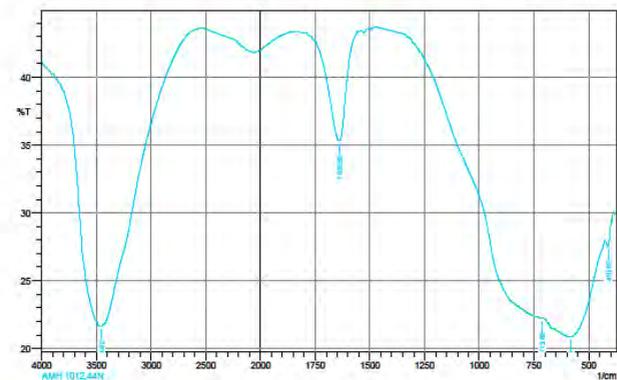
SHIMADZU



Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area	
1	401.21	27.863	0.451	406.99	374.2	17.823	0.196
2	974.81	22.176	8.4	1469.81	412.78	537.897	62.091
3	1643.41	36.683	8.173	1632.44	1552.75	105.533	8.242
4	3464.27	25.428	15.441	3743.95	2615.56	508.149	91.162

## C2.5 Spektra IR AMH-1012

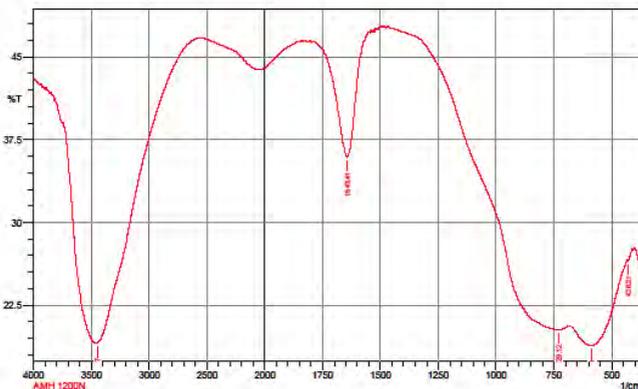
SHIMADZU



Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area	
1	410.85	27.52	0.392	412.78	399.28	7.405	0.08
2	580.59	20.861	0.099	582.52	426.28	97.873	1.584
3	713.69	22.24	0.131	1344.43	709.83	322.816	6.946
4	1639.55	35.322	8.008	1799.65	1558.54	95.582	7.994
5	3454.62	21.626	0.217	3462.34	2969.27	422.225	6.636

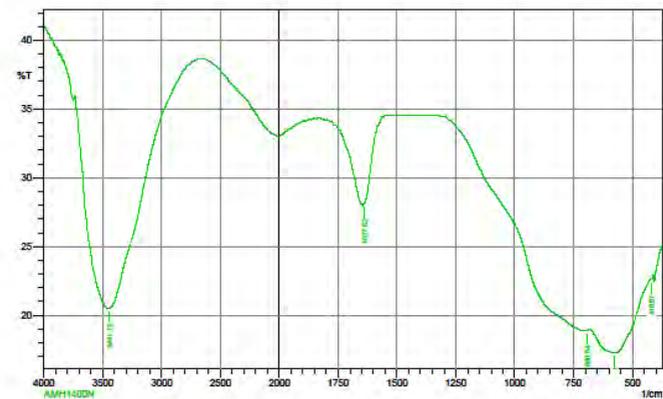
## C2.6 Spektra IR AMH-1200

SHIMADZU



Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area	
1	428.21	26.528	0.281	432.07	414.71	9.906	0.065
2	566.38	18.838	4.073	662.82	432.07	170.432	12.424
3	729.12	20.311	1.85	1452.45	684.75	379.058	11.84
4	1643.41	35.962	10.246	1757.21	1572.04	71.201	6.997
5	3450.77	19.077	0.064	3452.7	2966.41	414.731	0.323

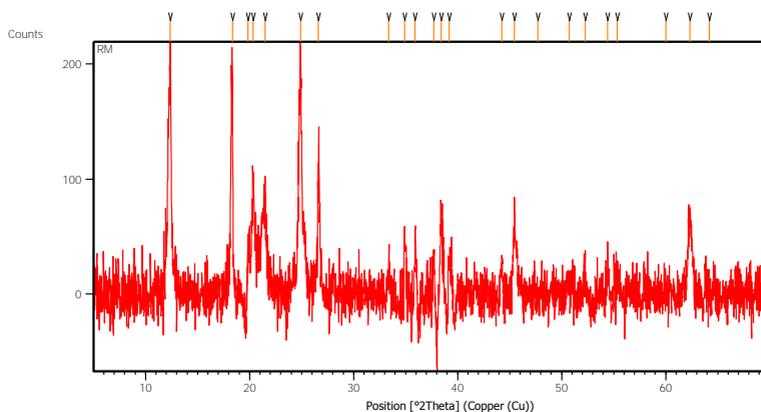
## C2.7 Spektra IR AMH-1400



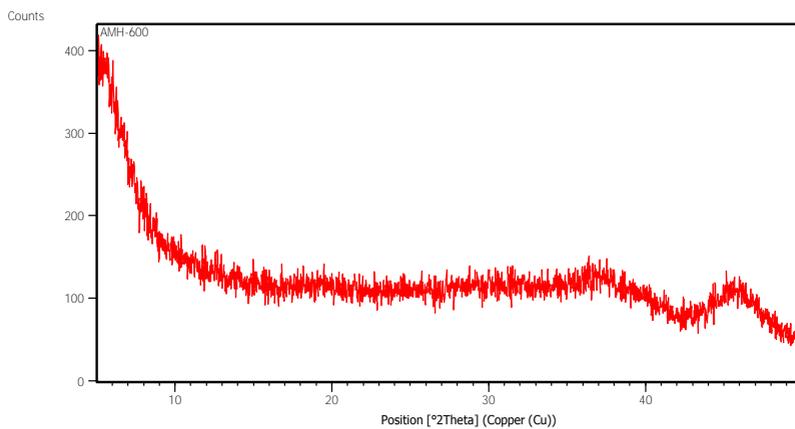
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	418.57	22.608	0.114	422.42	410.85	7.454	0.015
2	576.74	17.283	3.186	680.89	424.35	186.172	10.936
3	690.54	16.913	0.037	694.4	682.52	8.359	0.003
4	1637.62	28.093	0.195	1639.55	1583.61	28.569	0.12
5	3441.12	20.543	0.093	3444.98	2671.5	396.801	0.283

## C3.Difraktogram XRD

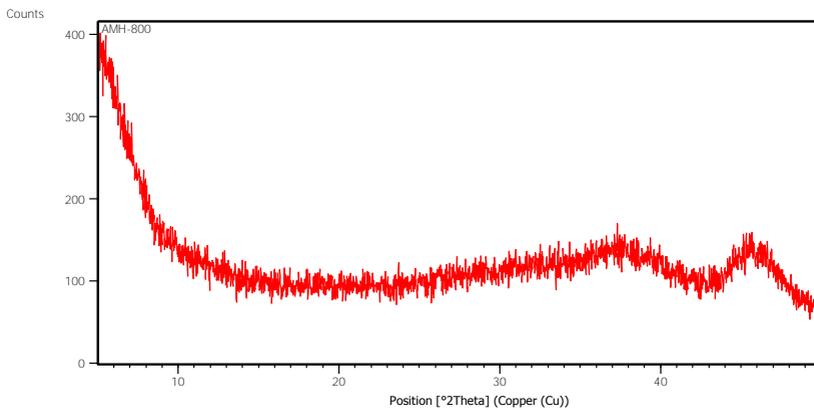
### C3.1 Difraktogram XRD *red mud*



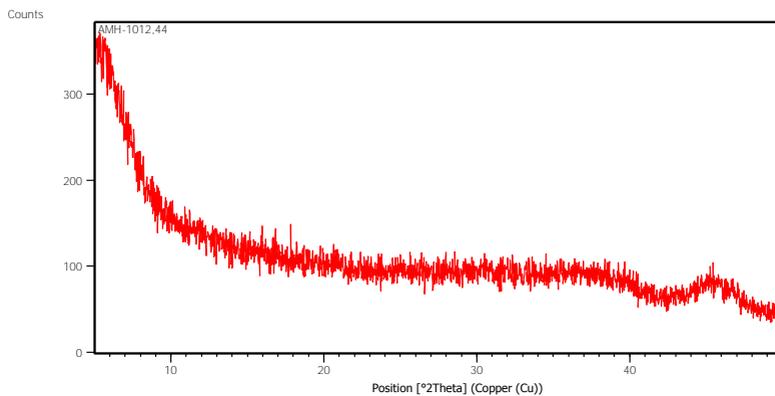
### C3.2 Difraktogram XRD AMH-600



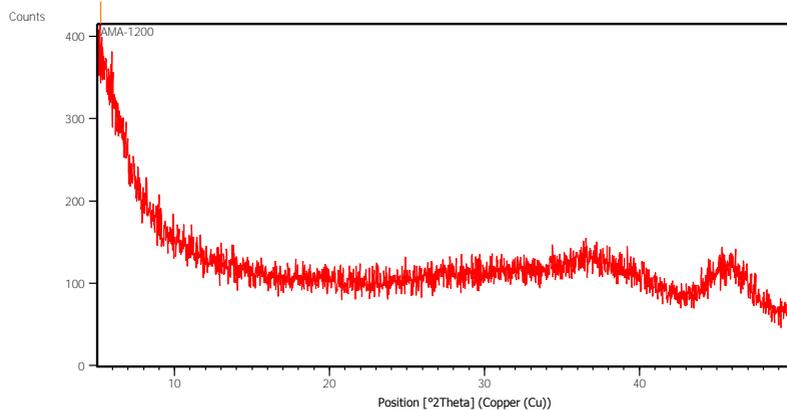
### C3.3 Difraktogram XRD AMH-800



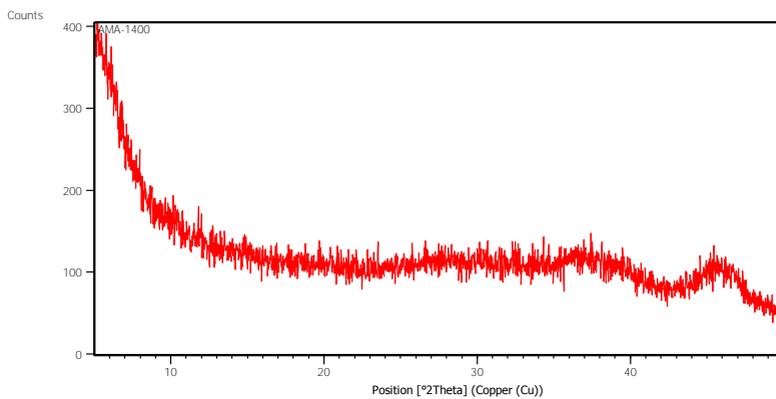
### C3.4 Difraktogram XRD AMH-1012



### C3.5 Difraktogram XRD AMH-1200



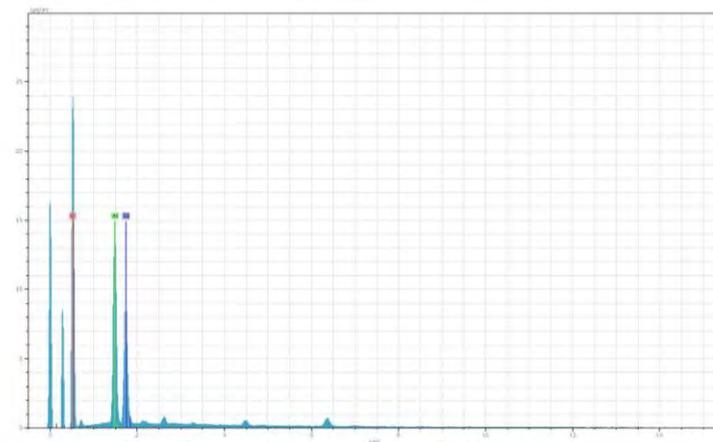
### C3.6 Difraktogram XRD AMH-1400



## C4. Spektra EDX dan Mikrograf SEM (SEM-EDX)

### C4.1 Spektra EDX RSD-1

RSD-1



3 Date: 3/10/2016 9:23:18 AM HV: 20.0kV Puls th.: 6.00kcps

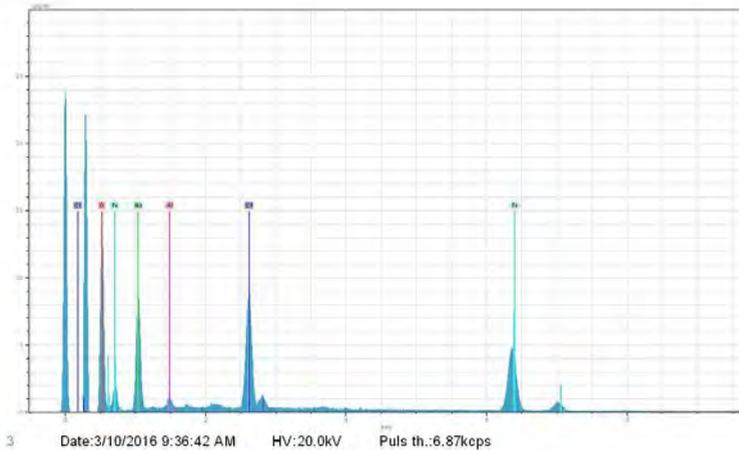
E1	AN	Series	unn. C	norm. C	Atom. C	Error
			[wt.%]	[wt.%]	[at.%]	[%]
O	8	K-series	80.92	80.93	87.89	1.4
Al	13	K-series	11.98	11.98	7.72	0.6
Si	14	K-series	7.10	7.10	4.39	0.3
Total:			100.00	100.00	100.00	

## C4.2 Spektra EDX RSD-2

RSD-2



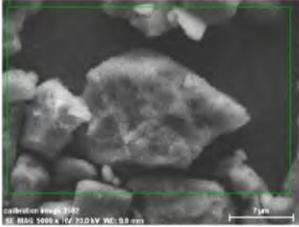
calibration image 3578 Date: 3/10/2016 9:36:14 AM Image size: 512 x 384 Mag: 5000x HV: 20.0kV



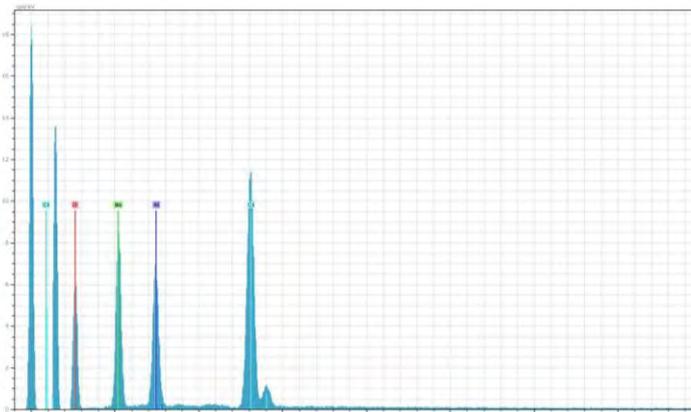
El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
O	8	K-series	31.62	36.56	55.99	3.8
Na	11	K-series	17.30	20.00	21.32	1.1
Al	13	K-series	0.81	0.93	0.85	0.1
Cl	17	K-series	10.91	12.61	8.72	0.4
Fe	26	K-series	25.86	29.90	13.12	0.7
Total:			86.51	100.00	100.00	

### C4.3 Spektra EDX GM-AI

GM-AI



calibration image 3582 Date: 3/10/2016  
9:50:11 AM Image size: 512 x  
384 Mag: 5000x HV: 20.0kV



3 Date: 3/10/2016 9:50:30 AM HV: 20.0kV Puls th.: 4.79kcps

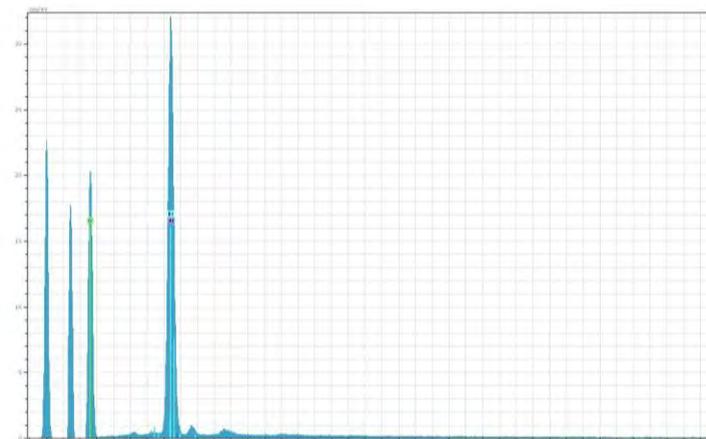
El	AN	Series	unn.	C norm.	C Atom.	C Error
			[wt.%]	[wt.%]	[at.%]	[%]
O	8	K-series	38.66	39.41	53.51	5.1
Na	11	K-series	19.91	20.30	19.18	1.3
Al	13	K-series	13.37	13.63	10.97	0.7
Cl	17	K-series	26.15	26.66	16.34	0.9
Total:			98.09	100.00	100.00	

## C4.4 Spektra EDX AMH-1200

AMH-1200



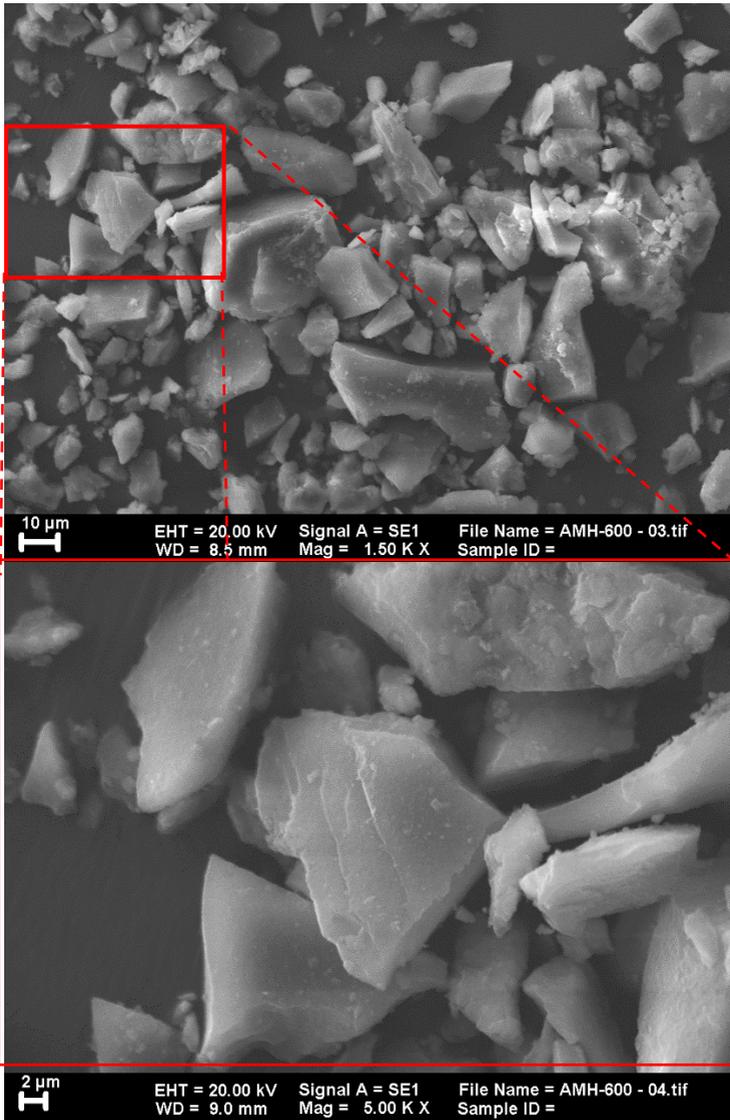
calibration image 3409  
 85.0kV 5000x 10.0000 MP 100.00 um  
 calibration image 3489 Date: 2/4/2016 10:05:32 AM Image size: 512 x 384 Mag: 5000x HV: 20.0kV



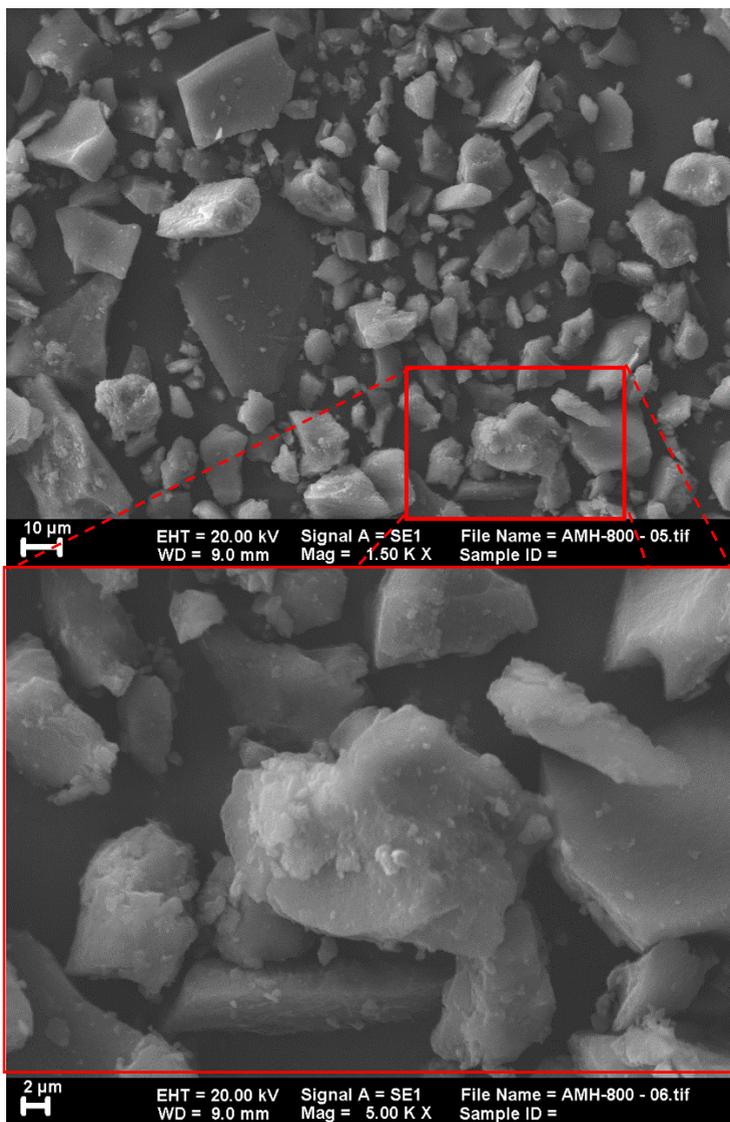
3 Date: 2/4/2016 10:08:04 AM HV: 20.0kV Puls th.: 6.84kcps

El	AN	Series	unn. [wt.%]	C norm. [wt.%]	C Atom. [at.%]	C Error [%]
O	8	K-series	68.20	71.19	81.75	7.7
Al	13	K-series	24.70	25.79	17.56	3.0
Br	35	K-series	2.90	3.02	0.70	0.2
Total:			95.80	100.00	100.00	

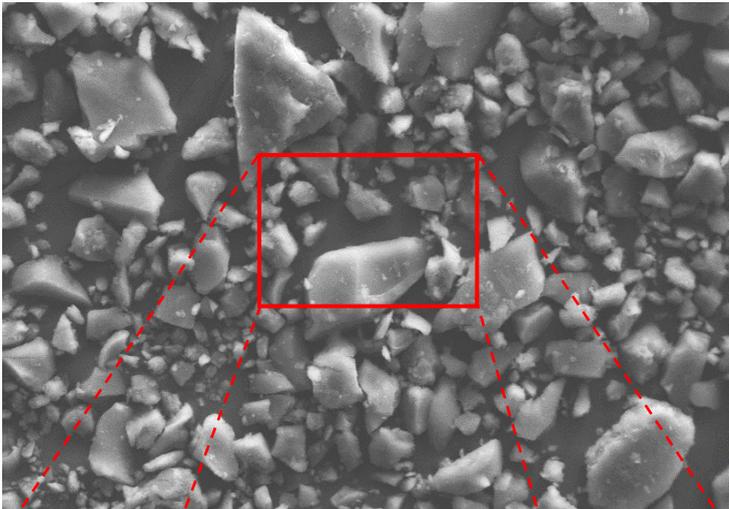
**C4.5 Mikrograf SEM AMH-600**



### C4.6 Mikrograf SEM AMH-800



### C4.7 Mikrograf SEM AMH-1012



10  $\mu$ m

EHT = 20.00 kV  
WD = 9.5 mm

Signal A = SE1  
Mag = 1.50 K X

File Name = AMH-1012,44 - 40.tif  
Sample ID =



2  $\mu$ m

EHT = 20.00 kV  
WD = 9.5 mm

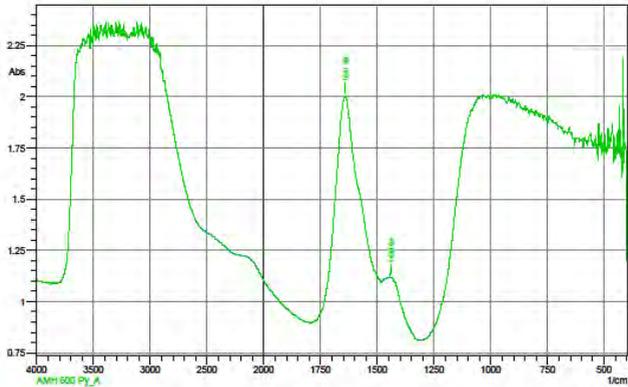
Signal A = SE1  
Mag = 5.00 K X

File Name = AMH-1012,44 - 39.tif  
Sample ID =

## C5. Spektra Inframerah Uji keasaman permukaan

### C5.1 Spektra IR Uji keasaman AMH-600

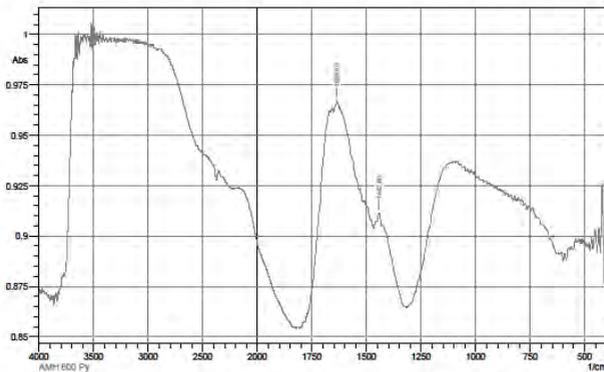
SHIMADZU



Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area	
1	1438.94	1.1171	0.0172	1444.73	1332.86	108.6748	1.3543
2	1641.48	2.0013	0.0466	1656.91	1633.76	45.8041	0.7864

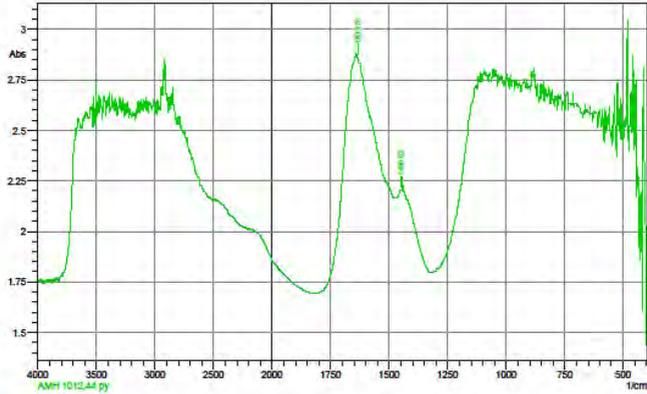
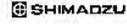
### C5.2 Spektra IR Uji keasaman AMH-800

SHIMADZU



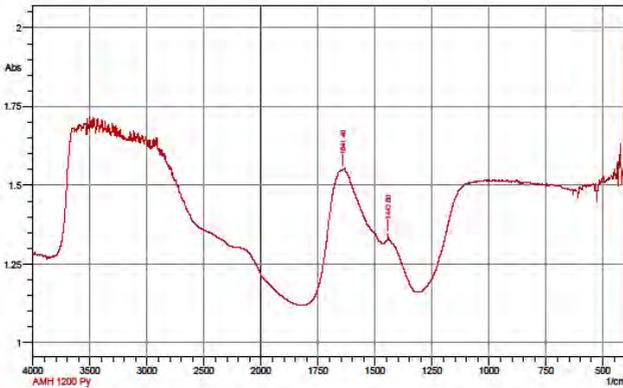
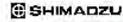
Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area	
1	1442.9	0.911219	0.006116	1452.45	1427.37	22.771626	0.65758
2	1636.69	0.966726	0.00201	1639.55	1624.12	14.896113	0.21955

### C5.3 Spektra IR Uji keasman AMH-1012



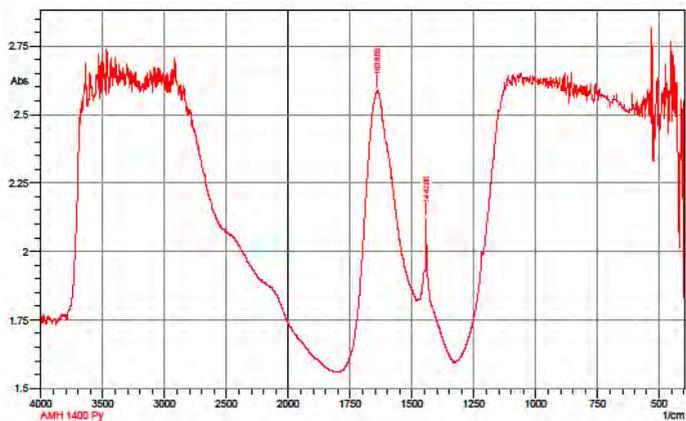
Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area	
1	1450.52	2.2009	0.0059	1469.81	1446.66	50.5968	0.0488
2	1633.76	2.8584	0.0111	1635.69	1585.54	136.7021	0.8841

### C5.4 Spektra IR Uji keasman AMH-1200



Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area	
1	1442.8	1.3452	0.0559	1465.95	1332.36	168.7833	3.6754
2	1641.48	1.5518	0.0033	1649.19	1635.69	20.9233	0.0179

## C5.5 Spektra IR Uji keasaman AMH-1400

	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1442.8	2.1202	0.3509	1475.59	1332.86	251.3231	7.5569
2	1639.55	2.5879	0.5175	1788.07	1583.61	427.8327	37.0855

*“Halaman sengaja dikosongkan”*

## DAFTAR LAMPIRAN

A : SKEMA KERJA .....	83
A1. Ekstraksi alumina .....	83
A2. Sintesis alumina .....	84
B : PERHITUNGAN .....	85
B1. Penentuan Kadar air pada garam alumina .....	85
B2. Penentuan kadar Oksida dalam <i>red mud</i> .....	86
C : KARAKTERISASI .....	89
C1. Spektra XRF <i>red mud</i> .....	89
C2. Spektra Inframerah .....	90
C2. 1 Spektra IR <i>red mud</i> .....	90
C2.2 Spektra IR alumina sebelum kalsinasi .....	91
C2.3 Spektra IR AMH-600 .....	92
C2.4 Spektra IR AMH-800 .....	92
C2.5 Spektra IR AMH-1012 .....	93
C2.6 Spektra IR AMH-1200 .....	93
C2.7 Spektra IR AMH-1400 .....	94
C3. Difraktogram XRD .....	94
C3.1 Difraktogram XRD <i>red mud</i> .....	94
C3.2 Difraktogram XRD AMH-600 .....	95
C3.3 Difraktogram XRD AMH-800 .....	95
C3.4 Difraktogram XRD AMH-1012 .....	96
C3.5 Difraktogram XRD AMH-1200 .....	96
C3.6 Difraktogram XRD AMH-1400 .....	97

C4. Spektra EDX dan Mikrograf SEM (SEM-EDX).....	98
C4.1 Spektra EDX RSD-1 .....	98
C4.2 Spektra EDX RSD-2 .....	99
C4.3 Spektra EDX GM-Al.....	100
C4.4 Spektra EDX AMH-1200.....	101
C4.5 Mikrograf SEM AMH-600.....	102
C4.6 Mikrograf SEM AMH-800.....	103
C4.7 Mikrograf SEM AMH-1012.....	104
C5. Spektra Inframerah Uji keasaman permukaan .....	105
C5.1 Spektra IR Uji keasaman AMH-600 .....	105
C5.2 Spektra IR Uji keasaman AMH-800 .....	105
C5.3 Spektra IR Uji keasaman AMH-1012 .....	106
C5.4 Spektra IR Uji keasaman AMH-1200 .....	106
C5.5 Spektra IR Uji keasaman AMH-1400 .....	107

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Sintesis alumina dari *red mud* Bintang Kepulauan Riau dengan variasi rasio H<sub>2</sub>O:CTAB telah dilakukan. Dari ekstraksi *red mud* dengan kadar Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sebesar 31,38% didapatkan NaAlO<sub>2</sub> yang digunakan sebagai prekursor dalam sintesis alumina. Berdasarkan data yang diperoleh dari hasil karakterisasi dengan XRD, FTIR, SEM-EDX, dan uji keasaman permukaan FTIR piridin dapat disimpulkan bahwa material alumina hasil sintesis memiliki struktur yang tidak teratur (amorf). Padatan alumina memiliki morfologi yang tidak teratur dan memiliki sisi asam lewis pada semua sampel alumina hasil sintesis. Penambahan rasio H<sub>2</sub>O:CTAB menyebabkan kenaikan ukuran partikel yang ditunjukkan dengan kenaikan massa padatan hasil sintesis. Massa padatan hasil sintesis alumina AMH-600;AMH-800;AMH-1012;AMH-1200 dan AMH-1400 secara berurutan adalah 0,1271; 0,1282; 0,1267; 0,1324 dan 0,1352 gram.

#### **5.2 Saran**

Dalam penelitian ini belum dilakukan pengaruh variasi jenis surfaktan sehingga diperlukan penelitian lebih lanjut dengan perlakuan ekstraksi dan sintesis yang sama namun dengan jenis surfaktan yang berbeda untuk meningkatkan keasaman dan luas permukaan spesifik dari alumina.

## DAFTAR PUSTAKA

- Adi, W.K., (2012). “Sintesis dan karakterisasi Nanopartikel dan Nanotube TiO<sub>2</sub> untuk aplikasi sel surya tersensitasi zat pewarna”. Thesis Program studi Metalurgi dan material Universitas Indonesia.
- Aguado, J., Escola, J.M., & Castro, M.C., (2010). “Influence of The Thermal Treatment Upon The Textural Properties of Sol–Gel Mesoporous  $\gamma$ -alumina Synthesized with Cationic Surfactants”. *Microporous Mesoporous Materials*. 128, 48–55.
- Angel, Del Julio., and Alberto, F., (2012). “Synthesis and Characterization of alumina-Zirconia Poders Obtained by Sol-Gel method: Effect of solvent and water addition Rate ”. *Journal material Science and application*. 3, 650-657.
- Arhin, Doodoo., D.S Konadu, E. Annan, F. P Buabeng, A. Yaya, B.Agyei-Tuffour., (2013).,”Fabrication and Characterisation of Ghanaian Bauxite Red mud -Clay Composite Bricks for Construction Applications”. *American Journal of Materials Science*, 3(5): 110-119
- Badoga, S., Sharma, R.V., Dalai, A.K., & Adjaye, J., (2015). “Synthesis And Characterization Of Mesoporousaluminas with Different pore Sizes Application in Nimo Supported Catalyst for Hydrotreatingof Heavy Gas Oil”. *Applied Catalysis A: General*.489, 86–97.

- Bai, P., Xing, W., Zhang, Z.X., & Yan, Z.F., (2005). "Facile Synthesis of Thermally Stable Mesoporous Crystalline alumina by Using a Novel Cation–Anion Double Hydrolysis Method". *Materials Letters*. 59, 3128–3131.
- Bárdossy, G. (1982). "Karst Bauxites: Bauxite deposits on carbonate rocks". *Elsevier Sci. Publ.* 441 p.
- Beck, J.S., Vartuli, J.C., Roth, W.J., Leonowicz, M.E., Kresge, C.T., Schmitt, K.D., Chu, C. T-W., Olson, D.H., Sheppard, E.W., McCullen, E.B., Higgins, B., & Schlenkert, J.L., (1992). "A New Family of Mesoporous Molecular Sieves Prepared with Liquid Crystal Templates". *Journal of American Chemistry Society*. 114, 10834-10843.
- Berthier, P., (1821). "Analyse de l'alumine hydratée des Beaux, département des Bouches-du-Rhône (Analysis of hydrated alumina from Les Beaux, department of the Mouths-of-the-Rhone)". *Annales des mines*, 1st series, 6: 531-534.
- Bonelli, B., Cozzolino, M., Tesser, R., Di Serio, M., Piumetti, M., Garrone, E., & Santacesaria, E., (2007). "Study of the surface acidity of TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> catalysts by means of FTIR measurements of CO and NH<sub>3</sub> adsorption", *Journal of Catalysis*, Vol. 246, 293–300
- Cablik, V., (2007). "Characterization and applications of red mud from Bauxite processing." *Gospodarka Surowcami Mineralnymi*, tom 23, Zeszyt4.
- Cabrera, S., El Haskouri, J., Alamo, J., Beltran, A., Beltran, D., Mendioroz, S., Marcos, M.D., & Amorós, P.,

- (1999). "Surfactant-Assisted Synthesis of Mesoporous alumina Showing Continuously Adjustable Pore Sizes". *Advance Materials*, 11, 379-381.
- Cava, S., Tebcherani, S.M., Souza, I.A., Pianaro, S.A., Paskocimas, C.A., Longo, E., & Varela, J.A., (2007). "Structural Characterization of Phase Transition of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nanopowders Obtained By Polymeric Precursor Method". *Materials Chemistry and Physics*.103, 394-399.
- Cengeloglu, Y., Wu K., (2006). "Removal of nitrate from aqueous solution by using red mud . *Separation and Purification Technology*, 51(3): p. 374-378.
- Deng, W., Toepke, M.W., & Shanks, B.H., (2003). "Surfactant-Assisted Synthesis of alumina with Hierarchical Nanopores". *Advance Functional Materials*. 13, 61-65.
- Elsevier, B.V., (2014). "Acid and Basic Catalysts: Fundamentals. *Heterogeneous Catalytic Materials*. 69, 57-101
- Grant, S.M., Vinu, A., Pikus, S., & Jaronie, M., (2011). "Adsorption and Structural Properties of Ordered Mesoporous alumina Synthesized in The Presence of F127 Block Copolymer". *Colloids Surface A Physicochemical Engineering Aspect*. 385, 121-125.
- Hu, B., Yao, M., Xiao, R., Chen, J., & Yao, X., (2014). "Optical Properties of Amorphous Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Thin Films Prepared by a Sol-Gel Process". *Ceramics International*. 40, 1433-1439.

- Huang, F., Zheng, Y., Cai, G.H., Zheng, Y., Xiao, Y.H., & Wei, K.M., (2010). "A New Synthetic Procedure for Ordered Mesoporous  $\gamma$ -alumina with a Large Surface Area". *Scripta Materials*. 63,339–342.
- Huheey, James E., (1983). *Inorganic Chemistry* Third edition. New York : Hard Publishers.
- Isley, S.L., Penn, R.L., (2008) "titanium dioxide nanoparticle: effect of sol-gel pH on phase composition, particle size, and particle growth mechanism". *society* 4469-4474
- Iswani, (1983). "Instrumentasi Kimia 1". Universitas Yogyakarta
- Jensen, W.B., (1980), "The Lewis Acid-Base Concepts: An Overview", John Wiley & Sons Inc., New York.
- Jiang, X., Suzuki, N., Bastakoti, B.P., Wu K.C.W., & Yamauchi, Y., (2012). "Synthesis of Continuous Mesoporous alumina Films with Large-Sized Cage-Type Mesopores by Using Diblock Copolymers". *Chemical-Asian Journal*. 7, 1713-1718.
- John, I.G., (1991). Evaluation Report on Bauxite Bricks. IDRC FILE, Canada. 3: 86-1039.
- Kalkam, Ekrem., (2006). "Utilization of red mud as a stabilization material for the preparation of clay liners". *Engineering Geology*. 87: 220-229.
- Karaman, S., Ersahin, S., & Gunal, H., (2006). "Firing temperature and firing time influence on mechanical

- and physical properties of clay bricks”. *Journal of scientific and industrial research*. 65: 153-159.
- Khalil, K.M.S., (2008). “Formation of Mesoporous alumina Via Hydrolysis of Modified Aluminum Isopropoxide in Presence of CTAB Cationic Surfactant”. *Applied Surface Science*. 255, 2874–2878.
- Kim, Y., Kim, C., & Yi, P.J., (2005). “Effect of Preparation Conditions on The Phase Transformation of Mesoporous alumina”. *Journal Non-Crystalline Solids*. 351, 550–556.
- Kim, Y., Kim, C., & Yi, P.J., (2005). “Effect of Preparation Conditions on The Phase Transformation of Mesoporous alumina”. *Journal Non-Crystalline Solids*. 351, 550–556.
- Kuempel, M., Grosso, D., Boissiere, U., Smarsly, B., Brezinski, T., & Albouy, P.A., (2005). “Thermally Stable Nanocrystalline  $\gamma$ -alumina Layers with Highly Ordered 3D Mesoporosity”. *Angew Chemical International Edition*. 44, 4589–4592.
- Kumar, S., Kumar, R., & Bandopadhyay, A., (2006). “Innovative methodologies for the utilization of wastes from metallurgical and allied industries”. *Resources, Conservation and Recycling*. 48, 301–314.
- Lesaint, C., Kleppa, G., Arla, D., Glomm, W.R., & Øye, G., (2009). “Synthesis and Characterization of Mesoporous alumina Materials with Large Pore Size Prepared by a Double Hydrolysis Route”. *Microporous Mesoporous Materials*. 119, 245–251.

- Li, Y., white A.T., Lim SH., (2004) "Low temperature synthesis and microstructural control of titania nanoparticles". *Journal of solid state Chem* 177:1372-1381
- Liang, W., Couperthwaite, S.J., Kaur, G., Yan, C., Johnstone, D.W., & Millar, G.J., (2014). "Effect of Strong Acids on Red mud Structural and Fluoride Adsorption Properties". *Journal of Colloid and Interface Science*.423, 158–165.
- Liang, W., (2014). "Characterisation and reuse of solid wastes", Thesis Queensland University of Technology, Queensland
- Liu, W., Yang, J., & Xiao, B., (2009). "Application of Bayer Red mud for iron recovery and building material from aluminosilicate residues". *Journal of Hazardous Materials*. 161: 474-478.
- Liu, C., Liu, Y., Ma, Q., & He, H., (2010). "Mesoporous Transition alumina with Uniform Pore Structure Synthesized by Alumisol Spray Pyrolysis". *Chemical Engineering Journal*. 163, 133-142.
- Liu, M., & Yang, H., (2010). "Large Surface Area Mesoporous Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> from Kaolin: Methodology and Characterization". *Applied Clay Science*. 50, 554-559.
- M. Gräfe, G. Power and C. Klauber. (2011). Bauxite residue issues: III. Alkalinity and associated chemistry, *Hydrometallurgy*. 108: 60-79.
- Manku G. S. (1989). "Principles of Inorganic Chemistry", New Delhi University Publishing, New Delhi.

- Mekasuwadumrong, O., Wongwaranon, N., Panpranot, J., & Praserthdam, P., (2008). "Effect of Ni-Modified  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  Prepared by Sol-Gel and Solvothermal Methods on The Characteristics and Catalytic Properties of Pd/ $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  Catalysts". *Materials Chemistry and Physics*. 111, 431-437.
- Mukamel, S., (2000). "Multidimensional Femtosecond Correlation Spectroscopies of Electronic and Vibrational Excitations". *Annual Review of Physics and Chemistry* 51, 691
- Nath, H., Sahoo, P., & Sahoo, A., (2015). "Characterization of Red mud Treated Under High Temperature Fluidization". *Powder Technology*. 269, 233-239
- Nevin, Y., and Vahdettin, S., (2000). "Utilization of bauxite waste in ceramic glazes". *Ceramics International*. 26(5): 485-493.
- Orešcanin, V., et al., (2001). "Red mud and waste base: raw materials for coagulant production". *Journal of trace and microprobe techniques*, 2001. 19(3): p. 419-428.
- Pan, F., Lu, X., Wang, T., Wang, Y., & Zhang, Z., (2013). "Synthesis of Large-Mesoporous  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  from Coal-Series Kaolin at Room Temperature". *Materials Letters*. 91, 136-138.
- Park, H., Yang, S.H., Jun, Y.S., Hong, W.H., & Kang, J.K., (2007). "Facile Route to Synthesize Large Mesoporous  $\gamma$ -alumina by Room Temperature Ionic Liquids". *Chemical Materials*. 19, 535-542.

- Pena, V.G., Marquez-Alvarez, C., Díaz, I., Grande, M., Blasco, T., & Pérez-Pariente, J., (2005). "Sol–Gel Synthesis of Mesostructured aluminas from Chemically Modified Aluminum Sec-Butoxide Using Non-Ionic Surfactant Templating". *Microporous and Mesoporous Materials*.80, 173-182.
- Pera, J., Boumaza, R., & Ambroise, J., (1997). "Development of a Pozzolanitic Pigment from Red mud". *Cement and Concrete Research*. 27, 1513–1522.
- Perego C, dan Villa P., (1997). "Catalyst preparation methods".*Catalysis today* 34, 281-305.
- Phumying.S. 2010. "Nanocrystalline spinel ferrite powders prepared by a simple aloe vera plant-extracted solution hydrothermal route". Department of Physics, Faculty of Science, Khon Kaen University, Khon Kaen 40002, Thailand. *Materials Research Bulletin*, 48, 2060–2065.
- Platon, A. dan Thomson, W.J. (2003), "Quantitative Lewis/Brønsted ratios using DRIFTS", *Applied Catalysis in Industrial Engineering: Chemical Research*, Vol. 42, hal. 5988-5992
- Pontikes, Y., Nikolopoulos, P., & Angelopoulos, G.N., (2007). "Thermal Behavior of Clay Mixtures with Bauxite Residue for The Production of Heavy-Clay Ceramics". *Journal of the European Ceramic Society*.27, 1645–1649.
- Pradhan, J., Das, S.N., & Thakur, R.S. (1999). "Adsorption of Hexavalent Chromium from Aqueous Solution by

Using Active Red mud". *Journal of Colloid and Interface Science*. 217, 137–141.

Prasetyoko, D., (2014). "Pentingnya mengetahui Struktur dan Sifat Bahan Kimia". Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Jurusan Kimia. Surabaya: itspress.

Prasetyoko, D., Ramli, Z., Endud, S., dan Nur, H. (2005), "Preparation and characterization of bifunctional oxidative and acidic catalysts Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/TS-1 for synthesis of diols", *Materials Chemistry and Physics*, Vol. 93, hal. 443–449

Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Mineral dan Batubara (2005). "Ensiklopedi pertambangan Indonesia". Jakarta

Ramdhani, Eka P, (2015). "Sintesis alumina dari Red mud ". Thesis Program Studi Kimia FMIPA Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Ramli, Zainal., Rozaina, S., (2008). "Preparation of Ordered Mesoporous alumina Particles via Simple Precipitation Method" *Journal of Fundamental Science*, Ibnu Sina Institute, Malaysia

Rodríguez, E., & Solans, C., (2009). "Monomeric and Dimeric Anionic Surfactants: a Comparative Study of Self-Aggregation and Mineralization". *Journal of Colloid Interface Science*. 340, 254–260.

Rüdiger, S., Groß, U., Kemnitz, E., (2007), "Non-Aqueous Sol–Gel Synthesis of Nano-Structured Metal Fluorides", *Journal of Fluorine Chemistry*, 128.353–368.

- Sibilia, P. (1996). "Guide to Material Characterization and Chemical Analysis, Second Edition". New York: John Wiley-VCH.
- Silverstein, R., Webster, F., & Kiemle, D., (2005). "*Spectrometric Identification of Organic Compounds- Seventh Edition*". New York: John Wiley & Sons, Inc.
- Skoog, D., & Leary, J., (1992). "Principles Of Instrumental Analysis", Fourth edition, Saunders College Publishing, USA
- Skoog, D., Holler, J. F., & Crouch, S. R. (1998). "*Principles of Instrumental Analysis Sixth Edition*". Canada: Thomson Brooks Cole.
- Susetyo (1987). "Kimia Anorganik"., Gadjah Mada University Press, Yogyakarta.
- Sushil, Snigdha & Batra V. S., (2008). Catalytic applications of red mud , an aluminium industry waste: A review. Applied
- Szépölggyi, J., (2011). "A chemical engineer's view of the red mud disaster". *Nachrichten aus der Chemie*. 59(5): p. V-VII.
- Turah, (2009). "Pengaruh penambahan air pada sintesis silica gel dari tetraetilortosilikat". Thesis Program studi Kimia Universitas Indonesia.
- US Geological Survei (2015). "Mineral commodity summaries 2015" Virginia US: 92:142.

- Vaundry, F., Khodabandeh, S., & Davis, M.E., (1996). "Synthesis of Pure alumina Mesoporous Materials". *Chemical Materials*. 8, 1451–1464.
- Vogel, (1994). "Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik". EGC.
- Wang, C.C., Ying j.y (1999) "Sol-gel synthesis and hydrothermal processing of anastase and rutile titania nanocrystals". *Chem Mater* 11(11):3113-3120
- Wefers, K., & Misra, C., (1987). "Oxides and Hydroxides of Aluminum". *ALCOA, Laboratories*, Pennsylvania, USA, 20.
- Wu, Z.X., Li, Q., Feng, D., Webley, P.A., & Zhao, D.Y., (2010). "Ordered mesoporous crystalline  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  with variable architecture and porosity from a single hard template". *Journal of American Chemical Society*. 132, 12042–12050.
- Wu, Z.X., Li, Q., Feng, D., Webley, P.A., & Zhao, D.Y., (2010). "Ordered mesoporous crystalline  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  with variable architecture and porosity from a single hard template". *Journal of American Chemical Society*. 132, 12042–12050.
- Xia, Y.N., Yang, P.D., Sun, Y.G., Wu, Y.Y., Mayers, B., & Gates, B., (2003). "One-dimensional Nanostructures Synthesis, Characterization, and Applications". *Advance Materials*. 15,353–390.
- Yao, N., Xiong, G., Zhang, Y., He, M., & Yang, W., (2001). "Preparation of Novel Uniform Mesoporous alumina Catalysts by Sol-Gel Method". *Catalysis Today*. 68, 97-109.

- Yuan, X.Y., Xu, S., Lü, J.W., Yan, X.B., Hu, L.T., & Xue, Q.J., (2011). “Facile Synthesis of Ordered Mesoporous- $\gamma$ -alumina Monoliths Via Polymerization-Based Gel-Casting”. *Microporous Mesoporous Materials*. 138, 40–44.
- Yue, M.B., Xue, T., Jiao, W.Q., Wang, Y.M., & He, M.Y., (2011). “CTAB-Directed Synthesis of Mesoporous  $\gamma$ -alumina Promoted by Hydroxyl carboxylate: The Interplay of Tartrate and CTAB”. *Solid State Sciences*. 13, 409-416.
- Zhang, Z., and Pinnavaia, T.J., (2002). “Mesostructured  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  with a Lathlike Framework Morphology”. *Journal American Chemistry Society*. 124, 12294-12301.

## BIODATA PENULIS



Penulis dilahirkan di Surabaya, 11 Februari 1994, merupakan anak kedua dari 3 bersaudara. Penulis telah menempuh pendidikan formal yaitu di TK Raden Patah (1998-2000), SD Negeri Balongsari II (2000-2006), SMP Negeri 26 Surabaya (2006-2009), SMA Negeri 9 Surabaya (2009-1012). Penulis diterima di jurusan Kimia FMIPA-ITS Surabaya melalui jalur SNMPTN tulis tahun 2012 dan terdaftar dengan NRP 141200047. Di jurusan Kimia ini, penulis mengambil bidang Kimia Material dan Energi dibawah bimbingan Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc. Penulis sempat aktif dalam Himpunan Mahasiswa Kimia sebagai staf departemen Hubungan Luar Negeri bidang Ikahimki dan Koinfo periode 2013/2014 serta sebagai sekretaris departemen *Student Passion Development* periode 2014/2015. Penulis dapat dihubungi melalui email [dwikumalafebrianti@gmail.com](mailto:dwikumalafebrianti@gmail.com).