

STUDI PENGARUH PENAMBAHAN SiO_2 TERHADAP POROSITAS $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$

Moh. Kosim

Jurusan Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya, email: aregil091@gmail.com

Munasir

Dosen jurusan Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya, email: munasirmsc@gmail.com

Abstrak

Katalis merupakan salah satu material yang dibutuhkan dalam perkembangan teknologi pada saat ini. Lebih dari 75% proses produksi bahan kimia dalam dunia perindustrian menggunakan katalis. Salah satu katalis yang sering digunakan yaitu $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, namun dalam beberapa penelitian sebelumnya $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ banyak dikompositkan dengan NiMo, CoMo, K_2CO_3 yang merupakan bahan yang sulit didapatkan. Dalam lingkungan alam sekitar terdapat SiO_2 yang merupakan katalis yang proses pembuatannya mudah dan bahan dasarnya mudah didapatkan. Penelitian ini bertujuan menambahkan SiO_2 pada $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ hingga mengetahui fasa-fasa Al_2O_3 sesuai suhu kalsinasi. Menganalisa pengaruh penambahan SiO_2 terhadap porositas $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Penambahan SiO_2 sebanyak 20% dan Aluminium 80% serta TMAH 10 ml. Pencampuran SiO_2 dengan TMAH selama 1 jam selanjutnya Aluminium 80% selama 1 jam. Selanjutnya dikalsinasi pada suhu 700 °C sehingga mendapatkan fasa $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Semua sampel selanjutnya diuji XRD dan sebagian BET. Dari hasil pengujian XRD, data XRD hasil sintesis menunjukkan peak-peak pada sudut yang sama dengan peak-peak sudut Al_2O_3 secara standar. Hasil pengujian BET menunjukkan penambahan SiO_2 pada $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ mempengaruhi luas permukaan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Luas permukaan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 140,023 m^2/g dan luas permukaan pada $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ yaitu 191,917 m^2/g .

Kata Kunci: Gamma alumina, XRD, BET, Luas permukaan

Abstract

The catalyst is one material required in technology development at the moment. More than 75 % production process chemicals in the world of industry using catalysts. One catalysts often used namely $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, but in some previous studies $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ many make composites with, NiMo, CoMo, K_2CO_3 that is hard material obtained. In the natural environment around there are SiO_2 that is the catalyst manufacturing process easy and basic materials easily acquired. Research aims to add SiO_2 on $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ until knowing phases Al_2O_3 according to the temperature calcination. Analyzes the influence of the addition of SiO_2 against the porosity of $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. The addition of SiO_2 20 % and Aluminum powder 80 % TMAH as well as 10 ml. Mixing SiO_2 with TMAH for 1 hour then Aluminum powder 80% for 1 hour. And then calcined appropriate transitional Al_2O_3 desired. All next sample tested xrd and some bet. The results of tests indicating the addition of SiO_2 on $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ affecting the surface area $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. A surface area $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 140,023 m^2/g and surface area at $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ namely 191,917 m^2/g .

Keywords: content, formatting, article.

PENDAHULUAN

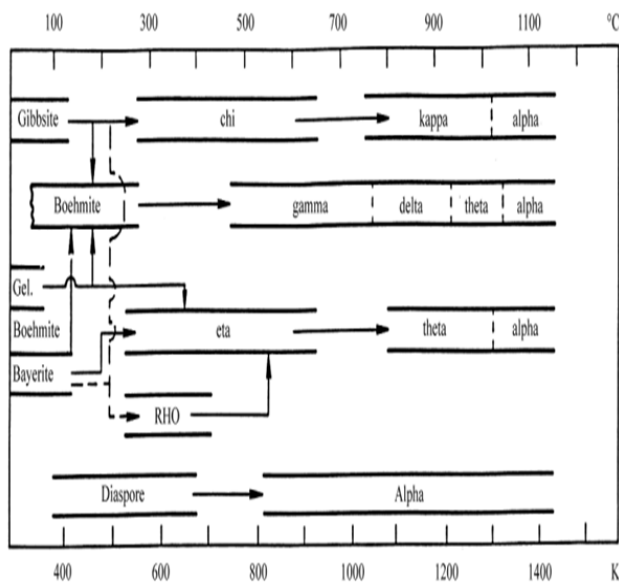
Ilmu pengetahuan semakin berkembang, teknologi juga semakin berkebang pesat. Dalam dunia perindustrian lebih dari 75% proses produksi bahan kimia membutuhkan bantuan katalis dalam suatu reaksi. Salah satu katalis yang sering digunakan di dalam dunia perindustrian yaitu $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, karena memiliki luas permukaan yang besar dan memiliki batas stabilitas termal yang cukup tinggi [Samadhi, 2007].

Banyak penelitian sebelumnya mengenai $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yaitu NiMo/ Al_2O_3 dan CoMo/ Al_2O_3 [Steiner, 2008], K_2CO_3 [Jannah, 2008]. Silika (SiO_2) merupakan senyawa yang banyak ditemukan dari alam sekitar seperti pasir putih, lumpur, sekam padi dan lain-lain [Zuhri, 2013]. Proses pembuatan SiO_2 mudah dengan menggunakan metode kopresipitasi [Samadhi, 2012]. Dalam penelitian ini, peneliti melakukan penelitian yang bertujuan untuk menganalisa pengaruh kalsinasi terhadap fasa Al_2O_3 ,

menganalisa pengaruh penambahan SiO_2 terhadap porositas $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$.

TINJAUAN PUSTAKA

Senyawa Al_2O_3 merupakan material yang bersifat polimorfi yang memiliki beberapa fasa sesuai yang diinginkan dengan cara pemanasan sesuai suhu pada fasa yang diinginkan. Fasa awal dari Al_2O_3 yaitu fasa $\text{Al}(\text{OH})_3$ atau boehmite yang didapatkan dari material yang memiliki unsur Al sehingga dengan penambahan bahan kimia yang memiliki unsur OH^- menjadi $\text{Al}(\text{OH})_3$ [Hafizh, 2009]. Gambar 1 menunjukkan fasa-fasa Al_2O_3 yang akan terbentuk sesuai temperatur [Santos, 2000].



Gambar 1. Transisi Al_2O_3

Pada gambar dari fasa boehmite terbentuk pada temperatur 100 -400 °C, untuk fasa gamma terbentuk pada temperatur 500-750 °C, untuk fasa delta terbentuk pada temperatur 750-950 °C, untuk fasa theta terbentuk pada temperatur 950-1000 °C, dan untuk fasa alpha terbentuk pada temperatur diatas 1050 °C.

Gamma alumina merupakan katalis yang umum digunakan karena stabil pada suhu tinggi dan dapat dibuat dengan pori-pori yang bervariasi. Aplikasi $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ banyak digunakan sebagai katalis maupun pendukung katalis dalam reaksi dehidrasi dan dehidrogenasi alkohol. Keaktifan dan jereaktifan katalis heterogen ditentukan oleh beberapa faktor, antara lain luas permukaan katalis, volume dan besarnya pori serta distribusi sisi aktif. Gamma alumina banyak digunakan karena memiliki luas permukaan yang besar yaitu 150-300 m^2/g [Wibowo, 2007]

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu pasir Bancar, serbuk aluminium, HCl (Merck), NaOH

(Merck), TMAH, aquades. Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu Gelas kimia ukuran 50;100;250;500 ml, gelas ukur, cawan, mortar, saringan 200 mesh, pipet, spatula, neraca digital, magnetic stirrer, furnace, kertas saring dan pH meter.

Alat Karakterisasi

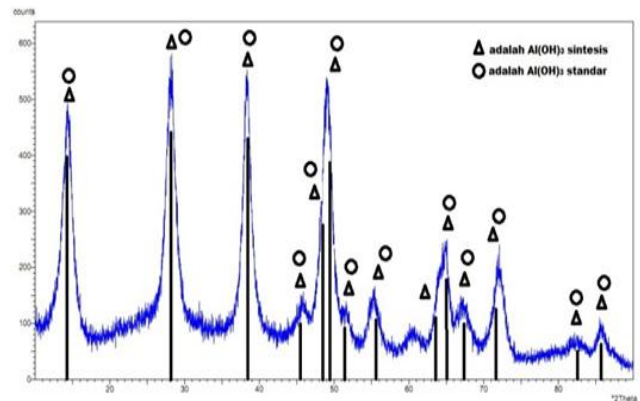
Sampel dikarakterisasi menggunakan alat karakterisasi X-Ray Diffraction, BET (Quantachrome NovaWin)

Prosedur Sintesis

Pasir Bancar direndam dengan HCl 2M selama 24 jam selanjutnya dicuci serta dikeringkan dan kemudian pasir ditimbang sebanyak 4 gr ditambahkan NaOH 7M sebanyak 60 ml sekaligus distirrer selama 2 jam dengan temperatur 80 °C. selanjutnya ditambahkan aquades sebanyak 250 ml yang selanjutnya disaring hingga menghasilkan larutan Na_2SiO_3 . Larutan NaSiO_3 selanjutnya dititrasi dengan menambahkan HCl yang sekaligus distirrer hingga pH larutan 7 serta terbentuk gel berwarna putih. Kemudian gel disaring sekaligus dicuci hingga bersih. Selanjutnya dikeringkan dengan temperatur 100 °C selama 24 jam. Hasil dari SiO_2 yang didapatkan diambil sebanyak 20% selanjutnya dimasukkan ke TMAH sebanyak 10 ml sekaligus distirrer selama 1 jam. Selanjutnya dimasukkan serbuk aluminium sebanyak 80% sehingga menghasilkan serbuk $\text{Al}(\text{OH})_3/\text{SiO}_2$ yang selanjutnya dikalsinasi sesuai fasa yaitu 300 °C, 700 °C, 900 °C, 1100 °C.

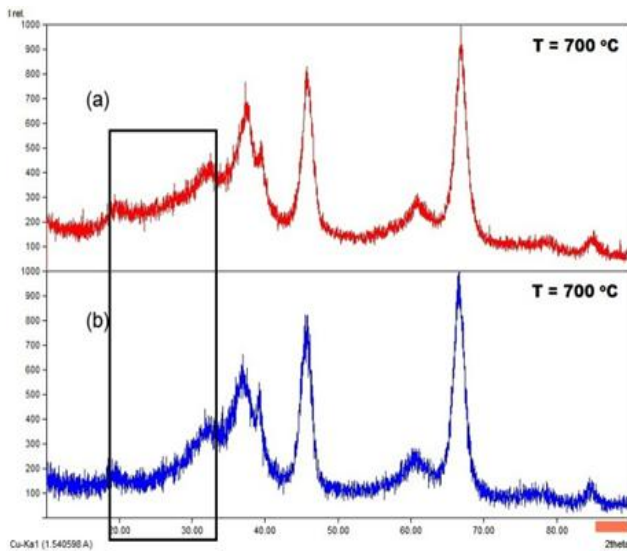
HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil sampel yang didapatkan dari kalsinasi selama 5 jam dengan berbagai temperatur yang berbeda yaitu 300 °C, 700 °C, 900 °C, dan 1100 °C di uji menggunakan XRD. Hasil dari uji XRD untuk temperatur 300 °C ditunjukkan pada gambar 2, dimana data-data XRD $\text{Al}(\text{OH})_3$ yang didapat dari hasil sintesis. Gambar segitiga menunjukkan peak dari XRD hasil sintesis dan gambar bulat data XRD secara standar.



Gambar 2. XRD $\text{Al}(\text{OH})_3/\text{SiO}_2$ pada temperatur 300 °C

Untuk selanjutnya sampel dengan temperatur 700 °C dengan penambahan komposisi SiO₂ sebanyak 20% dibandingkan dengan tanpa adanya penambahan SiO₂. Hasil XRD dari kedua sampel ditunjukkan pada gambar 3.



Gambar 3. XRD γ -Al₂O₃ a)tanpa SiO₂, b)20% SiO₂

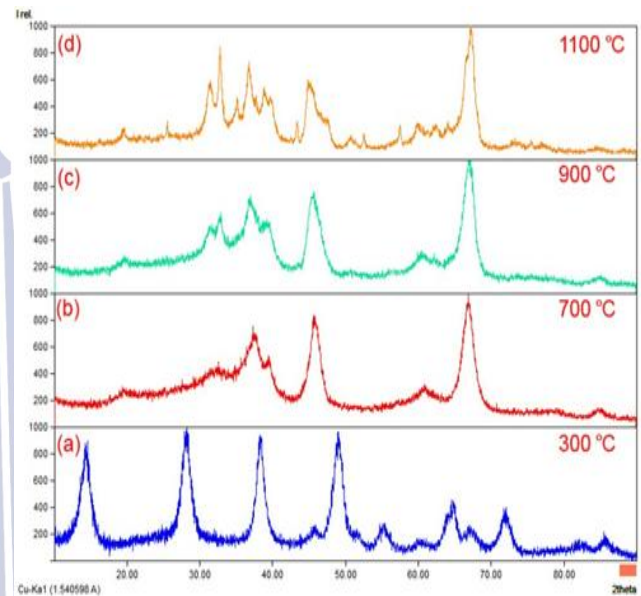
Dari gambar 3 menunjukkan adanya peak yang tidak terlalu signifikan pada sudut sekitar 20 sampai 30 yang terdapat pada grafik γ -Al₂O₃. Data-data perbandingan antara γ -Al₂O₃ dengan γ -Al₂O₃/SiO₂ dapat dilihat pada tabel 1, dimana SiO₂ yang digunakan merupakan fasa amorf sehingga tidak terlihat fasa kristalnya pada grafik XRD pada gambar 3.

Tabel 1. Perbandingan data XRD γ -Al₂O₃

γ -Al ₂ O ₃ /SiO ₂ sintesis		γ -Al ₂ O ₃ sintesis	
Angle (°2 θ)	Relative Intensity (%)	Angle (°2 θ)	Relative Intensity (%)
19,5821	6,96	-	-
34,8331	21	-	-
37,3828	64,09	37,1218	38,25
37,7966	59,19	-	-
39,4056	36,76	39,4038	35,04
41,2589	4,55	41,9894	1,88
45,7328	77	45,9700	89,65
60,8512	10,31	-	-
66,8530	100	66,8177	100
84,8651	6,97	84,5484	7,75

Pemberian perbedaan temperatur pada waktu proses kalsinasi dapat merubah fasa Al₂O₃ sesuai transisi Al₂O₃ pada gambar 1. Untuk temperatur 300 °C terbentuk fasa Al(OH)₃, untuk temperatur 700 °C terbentuk fasa γ -Al₂O₃, untuk temperatur 900 °C terbentuk fasa δ -Al₂O₃, dan untuk temperatur 1100 °C terbentuk fasa α -Al₂O₃.

Dari hasil uji XRD sampel yang telah dikalsinasi sesuai temperatur tersebut didapatkan grafik XRD seperti gambar 4.



Gambar 4. XRD transisi Al₂O₃

Untuk uji BET (Brunauer-Emmett-Teller) menggunakan alat Quantachrome NovaWin dimana data yang didapat ditunjukkan pada tabel 2. Dimana adanya penambahan SiO₂ mempengaruhi luas permukaan γ -Al₂O₃ dari 140,023 m²/g menjadi 191,917 m²/g. Untuk volume pori γ -Al₂O₃ yaitu 6,805 cc/g dan 9,71986 Å. Sedangkan untuk volume pori dan diameter pori γ -Al₂O₃/SiO₂ yaitu 4,72 cc/g dan 4,91894 Å. Hal ini menunjukkan bahwa γ -Al₂O₃/SiO₂ termasuk microporous.

Tabel 2. Hasil BET

Nama Sampel	Luas Permukaan (m ² /g)	Volume Pori (cc/g)	Diameter Pori (Å)
γ -Al ₂ O ₃	140,023	6,805	9,71986
γ -Al ₂ O ₃ /SiO ₂	191,917	4,72	4,91894

PENUTUP

Simpulan

Sintesis γ -Al₂O₃/SiO₂ dapat terbentuk pada suhu 700 °C dengan metode menggunakan TMAH untuk mendapatkan fasa Al(OH)₃ yang selanjutnya dikalsinasi

untuk mendapatkan fasa Al₂O₃ yang lain seperti γ -Al₂O₃, δ -Al₂O₃, dan α -Al₂O₃.

Pengaruh penambahan SiO₂ pada γ -Al₂O₃ tidak mengubah sifat kekristalan γ -Al₂O₃ seperti terlihat pada hasil grafik gambar 3 yang tidak terlihat perubahan puncak-puncak antara γ -Al₂O₃ dengan γ -Al₂O₃/SiO₂. Untuk nilai porositasnya dalam uji BET, luas permukaan γ -Al₂O₃/SiO₂ lebih besar dibandingkan γ -Al₂O₃ yaitu 191,917 m²/g untuk γ -Al₂O₃/SiO₂ dan 140,023 m²/g untuk γ -Al₂O₃. Adanya penambahan SiO₂ mempengaruhi nilai luas permukaan γ -Al₂O₃ serta nilai volume porinya yaitu 4,72 cc/g untuk γ -Al₂O₃ dan 6,805 cc/g untuk γ -Al₂O₃.

UCAPAN TERIMAKASIH

Terima kasih kepada seluruh pihak yang membantu dalam proses penelitian ini. Terima kasih kepada operator LPPM Lab.Energi ITS, Operator Lab.Terpadu UNESA. Untuk teman-teman Fisika Material 2010 Universitas Negeri Surabaya yang telah banyak membantu, serta kepada semua pihak yang tidak bisa disebut satu persatu.

DAFTAR PUSTAKA

- Callister, W. D. (2007). *Materials Science and Engineering 7th edition*. New York: John Wiley & Sons, Inc..
- Gawel, B. Et.al. 2013. *Hierarrchical γ -Al₂O₃ Monoliths with Macro-and Meso Porosity Prepared by Using Cross-linked Dextran Gel Beads as The Template*. Norway. Materials Letters 95 (2013) 86-88.
- Hadi, S et.al. 2012. *Sintesis Silika Berbasis Pasir Alam Bancar Menggunakan Metode Kopresipitasi*. Surabaya. Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.
- Hafizh, A et.al. 2009. *Aluminium Murni dan Paduannya*. Bogor. Institut Pertanian Bogor.
- Jannah, R. 2008. *Reaksi Transesterifikasi Trigliserida Minyak Jarak Pagar Dengan Metanol Menggunakan Katalis Padatan Basa K₂CO₃/ γ -Al₂O₃*. Depok. Universitas Indonesia.
- Keshavarz, A.R. et.al. 2011. *Preparation of Nanocrystalline γ -Al₂O₃ Catalyst Using Different Procedures for Methanol Dehydration to Dimethyl Ether*. Iran. Journal of Natural Gas Chemistry 20 (2011) 334-338.
- Maghfrah, A. 2007. *Pembuatan Keramik Zirkonia (ZrO₂ Dengan Alumina (Al₂O₃) dan Karakterisasinya*. Sumatera Utara. Pasca Sarjana Universitas Sumater Utara.
- Muller, Ulrich. 2006. *Inorganic Strctural Chemistry*. USA: Jhon Willey & Sons.
- Nugrahaningtyas, K.D, et.al. 2008. *Preparasi dan Karakterisasi Katalis Bimetal NiMo/Zeolit Alam*. Surakarta. UNS Surakarta.
- Putri, G.E. 2012. *Sintesis dan Karakterisasi Katalis Kobal dan Temabaga Yang Diamobilisasi Pada Silika Mesopori dan Uji Aktiotas Katalitik Dalam Reaksi Transesterifikasi Minyak Sawit*. Padang. Pascasarjana Universitas Andalas
- Rahmawati, R. (2009). *Struktur Padatan Silikon Dioksida*. Copyright oke.or.id. Retrieved from <http://oke.or.id>
- Ramsden, J. 2009. *Essentials of Nanotechnology*.:Jeremy Ramsden & Ventus Publishing ApS.
- Retno,H. 2009. *Sintesis Katalis Padatan Asam Gamma Alumina Terfosfat (γ -Al₂O₃/PO₄) dan Digunakan Untuk Sintesis Senyawa Metil Ester Asam Lemak Dari Limbah Produksi Margarin*. Depok. Universitas Negeri Surabaya.
- Rianto, A. et.al. 2007. *Analisis Kerusakan Sistem Alat"Surface Area"Sorptomatic 1800 Penentu Luas Muka Serbuk*. Hasil-hasil Penelitian EBN Tahun 2007. ISSN 0854-5561.
- Samadhi, T.W. et.al. 2007. *Sintesis γ -Al₂O₃ Sebagai Penyangga Katalis*. Bandung. Jurnal Teknik Kimia Indonesia, Vol.6 No.1, April 2007:571-580
- Santos, P.S. et.al. 2000. *Standard Transition Aluminas. Electron Microscopy Studies*. Sao Paulo. Materials Research, Vol.3, No.4, 104-114, 2000.
- Sautet, P. Et.al. 2004. *Modelling The Structure, Reactivity and Support Properties of Gamma Alumina Surfaces from DFT*. Ens Lyon. Institut de Chimie, Universite de Lyon.
- Shirai, T. et.al. 2009. *Structural Properties and Surface Characteristics on Aluminium Oxide Powder*. Ceramics Research Laboratory. Nagoya Institute of Technology.
- Wijanarko, A. et.al. 2006. *Prroduksi Biogasoline Dari Minyak Sawit Melalui Reaksi Perengkahan Katalitik Dengan Katalis γ -Alumina*. Depok. Makara, Teknologi, Vol.10, No.2, November 2006: 51-60.
- Zuhri, A.A. 2013. *Sintesis dan Karakterisasi Nanokomposit PANi/SiO₂ Sebagai Pelapis Tahan Korosi*.Surabaya:SKRIPSI tidak dipublikasikan