

**KAJIAN KARAKTERISASI SPEKTROFOTOMETRI INFRA MERAH DAN  
DIFRAKSI SINAR X KATALIS OKSIDA LOGAM Cu/Cr/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**

**INFRA RED SPECTROPHOTOMETRY AND X-RAYS DIFFRACTION STUDY OF  
Cu/Cr/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> CATALYST**

**Irfania Zahro\* dan Dina Kartika Maharani**

*Department of Chemistry, Faculty of Mathematics and Natural sciences  
State University of Surabaya*

Jl. Ketintang Surabaya (60231), Telp. 031-8298761

\*Corresponding author : [irfaniaz@yahoo.com](mailto:irfaniaz@yahoo.com)

**Abstrak.** Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis katalis oksida logam Cu/Cr/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> untuk reaksi konversi CO<sub>2</sub> dengan menggunakan metode impregnasi. Tahapan preparasi meliputi impregnasi larutan prekursor Cu(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>.3H<sub>2</sub>O dan Cr(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>.9H<sub>2</sub>O ke dalam padatan  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan kalsinasi. Katalis yang diperoleh kemudian dikarakterisasi dengan XRD (X-Ray Diffraction), dan Fourier Transform Infra Red (FTIR). Hasil difraksi sinar-X katalis oksida logam Cu/Cr/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> menunjukkan adanya tiga fasa kristal Difraktogram katalis Cu/Cr/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> cenderung didominasi oleh fasa kristalin CuCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub>. Puncak karakteristik pada katalis oksida logam Cu/Cr/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada kalsinasi suhu 550 °C berada pada 2 $\theta$  35,21°; 31,96°; 42,64°; 57,55°; 66,57° dan 85,06°. Hasil analisis dengan menggunakan FTIR didominasi oleh gugus OH yang menunjukkan karakter keasaman dari katalis campuran oksida logam Cu/Cr/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dimana sisi asam Lewis ini berperan dalam proses katalitik konversi gas buang CO yaitu dapat melakukan reaksi oksidasi CO menjadi CO<sub>2</sub>

**Kata Kunci:** Katalis oksida logam, karakterisasi, kalsinasi

**Abstract.** Synthesis of Cu/Cr/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> catalyst has been done. The Cu/Cr/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> catalysts were prepared by impregnation method for CO<sub>2</sub> conversion. The preparation of catalyst included : impregnation of precursors Cu(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>.3H<sub>2</sub>O and Cr(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>.9H<sub>2</sub>O into  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> support, and calcinations. The catalysts were characterized by XRD (X-Ray Diffraction), and Fourier Transform Infra Red (FTIR). The XRD result showed that there are CuCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> phase and the characteristic peak of CuCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> at calcinations temperature of 550 °C are 35,21°; 31,96°; 42,64°; 57,55°; 66,57° and 85,06°. The FTIR result showed that Cu/Cr/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> catalyst was dominated by OH sites that showed acidity of Cu/Cr/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> catalyst.

**Keywords:** metal oxide catalyst, characterization, calcination

## PENDAHULUAN

Pencemaran udara yang terjadi di kota-kota besar telah menyebabkan menurunnya kualitas udara, sehingga mengganggu kenyamanan, bahkan telah menyebabkan terjadinya gangguan terhadap kesehatan. Menurunnya kualitas udara tersebut terutama disebabkan oleh polusi udara yang berasal dari kendaraan bermotor. Gas buang kendaraan bermotor terdiri atas zat yang tidak beracun, seperti nitrogen, karbondioksida (CO<sub>2</sub>), dan uap air (H<sub>2</sub>O) dan zat beracun, seperti karbon monoksida (CO), hidrokarbon (HC), oksida nitrogen (NO<sub>x</sub>), sulfur oksida (SO<sub>x</sub>), zat timbal (Pb), dan partikulat. Emisi

gas buang tersebut merugikan manusia karena menyebabkan berbagai penyakit dan gangguan. Salah satu gas yang berpotensi menyebabkan pencemaran udara dan banyak diteliti adalah karbon monoksida.

Karbon monoksida merupakan hasil pembakaran tak sempurna dari bahan bakar yang mengandung karbon. Bahan bakar ini banyak digunakan dalam berbagai proses industri, transportasi dan berbagai proses pembakaran lain. Karbon monoksida ini dapat mengganggu udara. Karbon monoksida dapat diubah menjadi gas yang tidak beracun, yaitu dengan cara mengoksidasi karbon monoksida menjadi karbondioksida. Reaksi

ini sangat sulit terjadi meskipun dalam suhu tinggi, oleh karena itu digunakan katalis agar reaksi berjalan cepat [1]. Oleh karena itu, diperlukan suatu katalis yang mempunyai kristalinitas yang baik dan luas permukaan yang tinggi dengan bervariasi suhu kalsinasi. Dalam penelitian ini menggunakan promotor Cr. Cr digunakan sebagai promotor karena sifatnya yang mampu mengontrol stabilitas katalis. Selain untuk mengetahui karakteristik dari katalis tersebut, penelitian ini juga bertujuan untuk mengetahui pengaruh suhu kalsinasi terhadap karakteristik katalis Cu/Cr dengan pendukung  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Dalam penelitian ini variasi suhu yang digunakan adalah 350, 450, 550 dan 650 °C dan katalis yang dihasilkan diuji dengan menggunakan XRD yang bertujuan untuk menganalisis struktur dan kristal katalis dan Spektroskopi Inframerah yang bertujuan untuk mengidentifikasi gugus fungsional utama,

## METODE PENELITIAN

### Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  (Merck),  $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  (Merck),  $\gamma$ -Alumina (Merck) dan Aquademineral

### Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian antara lain; cawan porselen, gelas piala, labu ukur, Erlenmeyer, pipet tetes, *stirrer*, *hot plate*, *thermometer*, *stop watch*, Instrumen yang digunakan meliputi oven, Tanur, *X-Ray Diffraction* dan Spektrofotometer Inframerah

## PROSEDUR PENELITIAN

### Uji karakteristik dengan Difraksi Sinar X

Cuplikan hasil kalsinasi diambil sebanyak 0,5 gram, kemudian dihaluskan sampai ukuran butiran 170 mesh dan ditempatkan pada suatu lempengan. Lempengan tersebut kemudian disinari dengan sinar-X primer  $\text{CuK}\alpha 1$  ( $\lambda = 1,54 \text{ \AA}$ ). Spektrum direkam pada daerah  $2\theta = 5 - 90^\circ$ .

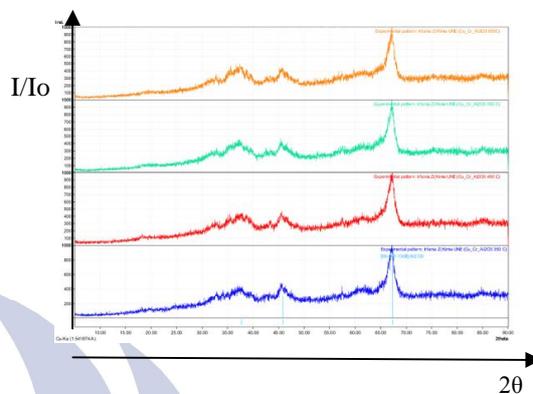
### Uji karakteristik dengan Spektrofotometer Infra Merah

Sejumlah sampel katalis oksida logam Cu/Cr/ $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  masing-masing dicampur dengan 250 mg KBr dan dikocok dalam Agate Mortar. Serbuk campuran dimasukkan dalam alat vakuu sehingga terbentuk lapis tipis transparan. Lapis tipis transparan diletakkan dalam alat Spektrofotometer Inframerah dan diukur serapan Vibrasi gugus-gugusnya

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### HASIL ANALISA DIFRAKSI SINAR X

Hasil analisis dengan menggunakan Difraksi Sinar X ditunjukkan pada gambar 1.



Gambar 1. Difraktogram oksida Cu/Cr/ $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  pada kalsinasi 350 °C, 450 °C, 550 °C, 650 °C

Pada katalis campuran oksida logam Cu/Cr/ $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  yang dikalsinasi pada suhu 550 °C Puncak-puncak  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  muncul pada  $2\theta$  39,76°; 42,64°; 43,41°; 45,50° dan 85,06°. Intensitas relatif puncak-puncak  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  sedikit berbeda dengan intensitas relatif sebelum impregnasi, namun perbedaan ini tidak sampai menyebabkan terjadinya pergeseran letak puncak secara signifikan. Hal ini menandakan bahwa struktur alumina tidak berubah dengan adanya peningkatan kandungan campuran oksida Cu dan Cr.

Puncak-puncak  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  muncul pada  $2\theta$  35,21°; 31,96°; 42,64°; 57,55°; 66,57° dan 85,06°. Puncak-puncak karakteristik  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  semakin tajam yang ditandai dengan naiknya intensitas dan tinggi puncak, menunjukkan bahwa kristalinitas padatan campuran oksida Cu dan oksida Cr ini yang paling baik dan sudah terbentuk fasa  $\text{CuCr}_2\text{O}_4$  yang terdispersi secara sempurna pada alumina.

Difraktogram untuk padatan oksida Cu/Cr/ $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  dengan kalsinasi pada suhu 650 °C menunjukkan puncak-puncak  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  yang muncul pada  $2\theta$  39,52°; 42,76°; 43,41°; 45,66° dan 85,04°. Intensitas relatif dari puncak-puncak  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  sedikit berbeda dengan intensitas relatif sebelum impregnasi, namun perbedaan ini tidak sampai menyebabkan terjadinya pergeseran letak puncak secara signifikan. Hal ini menandakan bahwa struktur alumina tidak berubah dengan adanya peningkatan kandungan campuran oksida Cu dan Cr. Adanya sedikit perbedaan pada intensitas tertingginya dapat dimungkinkan oleh gejala pleokroik yang terjadi pada padatan  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Gejala pleokroik merupakan gejala perubahan sudut

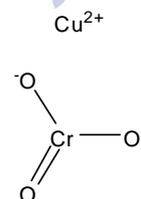
padatan akibat padatan dirotasikan dalam cahaya terpolarisasi sehingga menyerap panjang gelombang yang berbeda, dan menimbulkan intensitas yang berbeda pada difraksi sinar x. Gejala pleokroik yang terjadi pada  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dapat dikarenakan oleh adanya pergeseran rongga-rongga dalam padatan  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sehingga menghasilkan ketajaman warna yang berbeda pada padatan dan menimbulkan intensitas yang berbeda pada saat analisis difraksi sinar X.

Puncak-puncak CuCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> muncul pada 2 $\theta$  35,47<sup>o</sup>; 32,73<sup>o</sup>; 42,76<sup>o</sup>; 57,52<sup>o</sup> dan 67,17<sup>o</sup> yang menunjukkan bahwa terjadi peningkatan kandungan logam Cu dan Cr pada pendukung  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Hal tersebut menunjukkan semakin banyak partikel electron yang masuk ke dalam pendukung  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, maka intensitas akan naik. Adanya perbedaan intensitas yang sedikit menunjukkan adanya overlapping dari puncak oksida lain. Hasil d-spacing yang semakin meningkat menunjukkan adanya peningkatan jumlah dan kerapatan partikel elektron sehingga akan meningkatkan d-spacing dari padatan oksida Cu/Cr/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Berdasarkan hasil tersebut diketahui bahwa pada suhu kalsinasi 550 °C terbentuk fasa campuran oksida CuCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> yang paling baik dibandingkan dengan sampel dengan suhu kalsinasi yang lain. Dari data d-spacing untuk masing-masing padatan oksida Cu/Cr/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> menunjukkan tidak adanya penurunan secara spesifik, hal tersebut dapat disimpulkan bahwa hasil kalsinasi pada suhu tinggi tidak merubah struktur padatan oksida Cu/Cr/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tersebut. Sedangkan hasil d-spacing pada  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan padatan oksida Cu/Cr/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> menunjukkan peningkatan. Hal tersebut menunjukkan telah terbentuknya oksida padatan oksida Cu/Cr/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, karena semakin banyaknya partikel elektron yang terbentuk dan semakin rapat susunan elektron maka harga d-spacing akan semakin meningkat.

#### HASIL ANALISA SPEKTROFOTOMETRI INFRA MERAH

Sampel yang dikarakterisasi dengan menggunakan Spektrofotometer Infra Merah adalah  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan katalis dengan suhu kalsinasi 550 °C karena difraktogram pada sampel tersebut hampir sama dengan difraktogram  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan tidak mengalami pergeseran struktur dari  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Berdasarkan spektra IR sampel  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> memiliki bilangan gelombang pada 3435,48 cm<sup>-1</sup> yang merupakan serapan vibrasi OH atau hidroksi, bilangan gelombang 1646, 23 cm<sup>-1</sup> yang merupakan vibrasi tekuk O-H, bilangan gelombang 1638 cm<sup>-1</sup> yang merupakan serapan vibrasi tekuk H-O-H yang berasal dari  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan bilangan gelombang pada 834,92 cm<sup>-1</sup> yang merupakan daerah vibrasi Al-O

yang menunjukkan adanya sisi basa dalam  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Hasil analisis Spektrofotometer Infra Merah pada  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan katalis campuran oksida logam Cu/Cr/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan suhu kalsinasi 550 °C terlihat berbeda. Terlihat serapan yang semakin lebar pada daerah bilangan gelombang 3462.4 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan serapan vibrasi ulur gugus OH atau hidroksi yang terdapat pada partikel Cu<sub>x</sub>O<sub>y</sub>, Cr<sub>x</sub>O<sub>y</sub> maupun Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Gugus OH atau hidroksi tersebut merupakan akibat serapan air oleh gugus-gugus pada partikel CuO, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> maupun Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Indikasi adanya air ini yang terserap ini diperkuat oleh puncak serapan pada bilangan gelombang 1638 cm<sup>-1</sup> yang merupakan serapan vibrasi tekuk H-O-H yang berasal dari larutan prekursor Cr(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>·9H<sub>2</sub>O. Hal tersebut diperkuat dengan adanya penelitian serupa yang dilakukan oleh Maharani, 2012 bahwa serapan air tersebut berasal dari gugus-gugus pada partikel CuO dan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Adanya gugus ini menunjukkan karakter keasaman dari katalis campuran oksida logam Cu/Cr/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dimana sisi asam Lewis ini berperan dalam proses katalitik konversi gas buang CO yaitu dapat melakukan reaksi oksidasi CO menjadi CO<sub>2</sub>. Gambar 4.2 menunjukkan adanya puncak yang melebar berturut-turut pada bilangan gelombang 1638 cm<sup>-1</sup>, dan 3446 cm<sup>-1</sup> yang merupakan tekukan O-H dan regangan O-H. Puncak baru muncul pada bilangan gelombang 555.19 cm<sup>-1</sup> yang merupakan daerah vibrasi Cu-O [2], bilangan gelombang sebesar 419, 18 dan pada daerah 747.17 cm<sup>-1</sup> yang merupakan daerah vibrasi Al-O. Bilangan gelombang 407,02 cm<sup>-1</sup> yang muncul merupakan daerah vibrasi Cr-O [3]. Atom O yang dihasilkan dari  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> akan ditransfer menuju logam pertama yaitu Cr sehingga membentuk senyawa Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> selanjutnya, salah satu atom O<sup>2-</sup> berikatan dengan Cu<sup>2+</sup> dan atom O yang lain akan berikatan dengan CO sehingga terjadi reaksi oksidasi CO menjadi CO<sub>2</sub>. Struktur untuk CuCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> dijelaskan pada gambar dibawah ini :



Gambar 4.2 Struktur CuCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub>

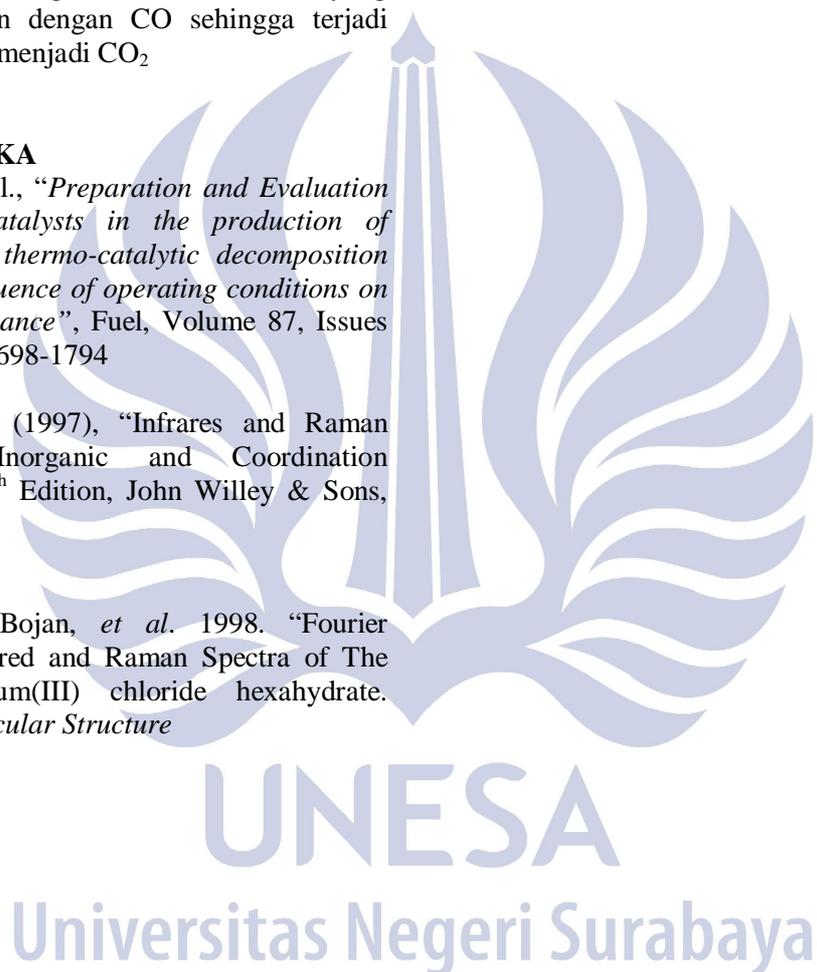
#### KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian diperoleh kesimpulan suhu yang paling stabil untuk membentuk fasa CuCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> berada pada suhu

kalsinasi 550 °C Untuk karakterisasi gugus fungsional dengan menggunakan Spektrofotometer Infra Merah pada katalis Cu/Cr / $\gamma$ - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> menunjukkan bahwa katalis didominasi oleh gugus OH yang menunjukkan karakter keasaman dari katalis campuran oksida logam Cu/Cr/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dimana sisi asam Lewis ini berperan dalam proses katalitik konversi gas buang CO yaitu dapat melakukan reaksi oksidasi CO menjadi CO<sub>2</sub>. Atom O yang dihasilkan dari  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> akan ditransfer menuju logam pertama yaitu Cr sehingga membentuk senyawa Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> selanjutnya, salah satu atom O<sup>2-</sup> berikatan dengan Cu<sup>2+</sup> dan atom O yang lain akan berikatan dengan CO sehingga terjadi reaksi oksidasi CO menjadi CO<sub>2</sub>

#### DAFTAR PUSTAKA

1. Giselle B.N et al., “*Preparation and Evaluation of Co/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> catalysts in the production of hydrogen from thermo-catalytic decomposition of methane: influence of operating conditions on catalyst performance*”, Fuel, Volume 87, Issues 8-9, Juli 2008, 1698-1794
2. Nakamoto, K., (1997), “*Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds*”, 5<sup>th</sup> Edition, John Willey & Sons, Inc., Canada
3. Sopotranjanov, Bojan, *et al.* 1998. “*Fourier Transform Infrared and Raman Spectra of The Green Chromium(III) chloride hexahydrate. Journal of Molecular Structure*



UNESA  
Universitas Negeri Surabaya