

KAJIAN KARAKTERISASI SPEKTROFOTOMETRI INFRA MERAH DAN DIFRAKSI SINAR X KATALIS OKSIDA LOGAM Cu/Ni/ γ -Al₂O₃

INFRA RED SPECTROPHOTOMETRY AND X-RAYS DIFFRACTION STUDY OF Cu/Ni/ γ -Al₂O₃ CATALYST

Labibur Rahman* 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 lab_ib@yahoo.com

Abstrak. Telah dilakukan sintesis katalis campuran oksida logam Cu/Ni/ γ -Al₂O₃ untuk reaksi konversi gas CO menjadi CO₂ menggunakan metode impregnasi. Padatan katalis dikarakterisasi kristalinitasnya menggunakan XRD dan gugus fungsional menggunakan Spektrofotometer FTIR. Hasil penelitian menunjukkan padatan Cu/Ni/ γ -Al₂O₃ dengan lama kalsinasi 3 jam mempunyai kristalinitas lebih baik dibandingkan padatan Cu/Ni/ γ -Al₂O₃ dengan lama kalsinasi 4 jam. Karakterisasi menggunakan spektrofotometer IR menunjukkan bahwa padatan Cu/Ni/ γ -Al₂O₃ dengan lama kalsinasi 4 jam tidak terjadi substitusi kation pada ikatan vibrasi O-Al-OH. Namun padatan Cu/Ni/ γ -Al₂O₃ dengan lama kalsinasi 3 jam dan padatan Cu/Ni/ γ -Al₂O₃ dengan lama kalsinasi 4 jam terbentuk oksida logam yaitu CuO dan NiO.

Kata Kunci : Oksida logam, Katalis, γ -Al₂O₃, Cu, Ni.

Abstract. Synthesis of mixed metal oxide catalysts Cu/Ni/ γ -Al₂O₃ support for CO to CO₂ conversion using impregnation method has been done. The solids was analyzed its crystallinity with XRD and its functional group with spectrophotometer FTIR. The result showed that Cu/Ni/ γ -Al₂O₃ solids with 3 hour calcination had better crystallinity than Cu/Ni/ γ -Al₂O₃ solids with 4 hour calcination. Characterization using IR spectrophotometer on Cu/Ni/ γ -Al₂O₃ solids with 4 hour calcination did not occur substitution of cation to bound vibration of O-Al-OH. But, Cu/Ni/ γ -Al₂O₃ solids with 3 hour calcination and Cu/Ni/ γ -Al₂O₃ solids with 4 hour calcination have formed metal oxidation namely CuO and NiO.

Keywords: Metal oxide Catalyst, γ -Al₂O₃, Cu, Ni.

PENDAHULUAN

Pertumbuhan kendaraan bermotor di Indonesia yang terus meningkat telah menyebabkan persoalan serius dalam hal peningkatan pencemaran udara. Hal ini disebabkan karena angka pertumbuhan kendaraan bermotor yang telah mencapai 20 % per tahun. Pertumbuhan tersebut jelas akan membawa pengaruh meningkatnya pemakaian bahan bakar minyak dan dengan sendirinya polusi udara akibat dari emisi buang kendaraan bermotor menjadi tidak dapat terelakkan lagi [1]

Pembakaran yang tidak sempurna menghasilkan karbon monoksida (CO), nitrogen oksida (NO_x), sulfur oksida (SO_x) dan berbagai hidrokarbon (HC). Karbon monoksida (CO)

merupakan sumber polusi dengan komposisi terbesar yang mencapai 60% [2].

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 [3]. Oleh karena itu diperlukan suatu katalis yang mapu untuk mengkonversi gas buang CO menjadi CO₂. Dalam penelitian

ini menggunakan logam-logam yang mempunyai karakteristik yang unik serta memiliki aktivitas dan selektivitas yang tinggi. Logam Cu sebagai logam aktif dan logam Ni sebagai promotor serta $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ sebagai pendukung. Selain untuk mengetahui karakteristik dari katalis $\text{Cu/Ni}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, penelitian ini juga bertujuan untuk mengetahui pengaruh lama kalsinasi padatan $\text{Cu/Ni}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ terhadap karakteristik katalis. Katalis yang dihasilkan diuji dengan menggunakan XRD dan Spektrofotometer IR.

METODE PENELITIAN

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, NiSO_4 , $\gamma\text{-Alumina}$, BaCl_2 , dan Aquademin.

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, Gas Surface Analyzer, *X-Ray Diffraction* dan Spektrofotometer Inframerah.

PROSEDUR PENELITIAN

Uji karakteristik dengan Difraksi Sinar X

Cuplikan katalis 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 Inframerah

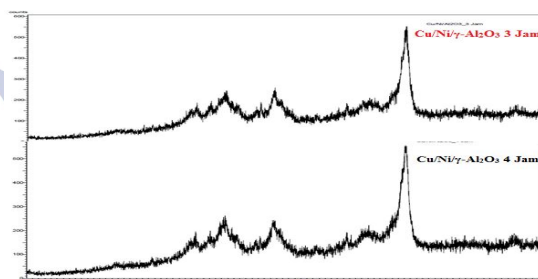
Sejumlah sampel katalis oksida logam masing-masing dicampur dengan 250 mg KBr kering untuk dibuat menjadi pelet. Pelet yang didapat kemudian dianalisis dengan spektrofotometer inframerah

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil Analisis Difraksi Sinar X

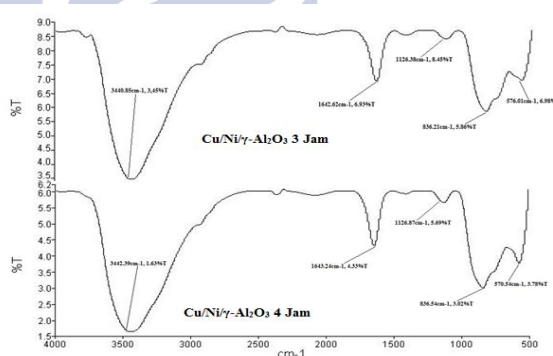
Hasil analisis menggunakan Difraksi Sinar X ditunjukkan pada Gambar 1 menunjukkan bahwa pembentukan katalis campuran oksida logam $\text{Cu/Ni}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ lebih baik dengan perlakuan kalsinasi 3 jam dibandingkan yang 4 jam. Hal ini ditunjukkan dengan hasil difraksi sinar X, dimana kristalinitas yang dihasilkan lebih baik dengan perlakuan lama kalsinasi 3 jam dibandingkan dengan lama kalsinasi 4 jam. Hal ini

dibuktikan dengan tingkat kristalinitas yang berbeda. Perlakuan dengan lama kalsinasi 3 jam mempunyai intensitas yang lebih tinggi dibandingkan dengan perlakuan kalsinasi 4 jam. Kenaikan intensitas menunjukkan bahwa kristalinitas padatan semakin baik. Perlakuan dengan lama kalsinasi 3 jam mempunyai tingkat kristalinitas lebih baik dibandingkan dengan perlakuan kalsinasi 4 jam, disebabkan waktu kalsinasi yang lebih lama menjadikan fasa aktif (logam) yang belum menempel pada penyangga terdekomposisi. Semakin lama waktu kalsinasi maka suhu pada sampel katalis juga akan semakin meningkat [4].



Gambar 1. Difraktogram Padatan $\text{Cu/Ni}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan lama kalsinasi 3 jam dan 4 jam.

Hasil Analisis Spektrofotometer Infra Merah



Gambar 2. Spektra Infra Merah padatan $\text{Cu/Ni}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan lama kalsinasi 3 jam dan 4 jam

Berdasarkan Gambar 2 menunjukkan bahwa Puncak serapan bilangan gelombang 1126.38 cm^{-1} pada padatan $\text{Cu/Ni}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan lama kalsinasi 3 jam dan bilangan gelombang 1126.87 cm^{-1} dengan lama kalsinasi 4 jam merupakan serapan dari vibrasi ulur O-Al-OH. Pada serapan gugus fungsi tersebut terjadi peningkatan bilangan gelombang dan persen transmitan pada padatan $\text{Cu/Ni}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan lama kalsinasi 3 jam terhadap padatan $\text{Ni}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Adanya tambahan partikel Tembaga menyebabkan bilangan gelombang dan persen transmitan pada padatan $\text{Cu/Ni}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ meningkat serta ikatan O-Al-OH semakin pendek. Sedangkan pada padatan

Tabel 1. Serapan vibrasi gugus fungsi pada Cu/Ni/ γ -Al₂O₃ kalsinasi 3 Jam dan Cu/Ni/ γ -Al₂O₃ kalsinasi 4 Jam

Serapan	Bil. Gelombang (cm ⁻¹) teoritis	Bil. Gelombang (cm ⁻¹) Cu/Ni/ γ -Al ₂ O ₃ 3 Jam	Bil. Gelombang (cm ⁻¹) Cu/Ni/ γ -Al ₂ O ₃ 4 Jam
Vibrasi ulur OH	3400-3650	3440.85	3442.39
Vibrasi tekuk H-O-H	1600-1750	1642.62	1643.24
Vibrasi O-Al-OH	1000-1200	1126.38	1126.87
Vibrasi ulur Al-O	700-900	836.21	836.54
Vibrasi ulur Ni-O	400-600	576.01	570.54
Vibrasi ulur Cu-O	532-600	576.01	570.54

Cu/Ni/ γ -Al₂O₃ dengan lama kalsinasi 4 jam mengalami penurunan persen transmitan terhadap padatan Ni/ γ -Al₂O₃. Penurunan persen transmitan ini disebabkan tidak terjadi substitusi kation pada ikatan O-Al-OH sehingga penyerapan sinar yang ditembakkan lebih sedikit yang diserap.

Serapan pada bilangan gelombang 836 cm⁻¹ dengan transmitan 5,86% pada padatan Cu/Ni/ γ -Al₂O₃ dengan lama kalsinasi 3 jam, dan tampak pada bilangan gelombang 836 cm⁻¹ dengan transmitan 3,02% untuk padatan Cu/Ni/ γ -Al₂O₃ dengan lama kalsinasi 4 jam. Serapan pada bilangan gelombang ini merupakan vibrasi ulur Al-O. Serapan bilangan gelombang pada Cu/Ni/ γ -Al₂O₃ dengan lama kalsinasi 3 jam tampak pada bilangan gelombang 576.01 cm⁻¹ dengan persen transmitan 6,98%, sedangkan pada serapan bilangan gelombang padatan Cu/Ni/ γ -Al₂O₃ dengan lama kalsinasi 4 jam tampak pada 570.54 cm⁻¹ dengan persen transmitan 3,78% yang merupakan vibrasi ulur M-O (M = Ni dan Cu). Serapan gugus fungsi pada bilangan gelombang 576.01 cm⁻¹ dan 570.54 cm⁻¹ mempunyai karakteristik membentuk oksida logam [5], membentuk CuO pada bilangan gelombang 532-600 cm⁻¹ [6][7], dan membentuk NiO dengan rentang bilangan gelombang 400-600 cm⁻¹ [5].

KESIMPULAN

Berdasarkan analisis menggunakan Difraksi Sinar X dan Spektrofotometer Infra Merah, diketahui bahwa padatan Cu/Ni/ γ -Al₂O₃ dengan lama kalsinasi 3 jam mempunyai tingkat kristalinitas yang lebih baik dibandingkan dengan padatan Cu/Ni/ γ -Al₂O₃ dengan lama kalsinasi 3 jam dan padatan Cu/Ni/ γ -Al₂O₃ dengan lama kalsinasi 4 jam tidak terjadi ikatan substitusi kation pada ikatan O-Al-OH.

DAFTAR PUSTAKA

1. Irawan, RM. Bagus. 2006. Pengaruh Katalis Tembaga Dan Krom Terhadap Emisi Gas Carbon Monoksida Dan Hidro Carbon Pada Kendaraan Motor Bensin. *Traksi*. Vol. 4. No. 1, Juni.

Oksidasi Katalitik Karbon Monoksida Pada Katalis Pt-Zeolit Alam Berpromotor Serium. *Lembaran Publikasi Minyak Dan Gas Bumi*. Vol. 45. No. 2, Agustus: 159-164.

3. Giselle B.N et al.. 2008. *Preparation and Evaluation of Co/Al₂O₃ 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
4. Sunarno, Bahri, Syaiful, dan Utama, P. S.. 2011. *Catalytic Slurry Cracking Cangkang Sawit Menjadi Crude Bio-Fuel Dengan Katalis Ni/ZSM-5 Dan NiMo/ZSM-5*. Penelitian Hibah Bersaing. Universitas Riau.
5. Nakamoto, K.. (1997). *Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds*. 5th Edition, John Wiley & Sons, Inc.. Canada.
6. Krithiga, N., Jayachitra, A. and Rajalakshmi, A.. 2013. Synthesis, Characterization And Analysis Of The Effect Of Copper Oxide Nanoparticles In Biological Systems. *Indian Journal Of NanoScience*. Vol. 1, Issue 1. January.
7. Johan, M.R.. dkk.. 2011. Annealing Effects On The Properties Of Copper Oxide Thin Films Prepared By Chemical Deposition. *Int. J. Electrochem. Sci.*. 6 (2001), 6094-6104.