

Sintesis dan Identifikasi Material Besi Berpendukung $ZnAl_2O_4$ (Fe/ $ZnAl_2O_4$)

Eka Angasa*, Sal Prima Yudha S, Evi Maryanti, Taupik Rahman

Jurusan Kimia FMIPA Universitas Bengkulu

e-mail: eka_angasa@unib.ac.id

Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis katalis besi berpendukung $ZnAl_2O_4$ (Fe/ $ZnAl_2O_4$). Sintesis Fe/ $ZnAl_2O_4$ dilakukan dengan beberapa tahap, yaitu sintesis $ZnAl_2O_4$ menggunakan metode keramik yang dikembangkan oleh Ballarini (2009), dengan sedikit modifikasi dan impregnasi besi pada $ZnAl_2O_4$. Identifikasi produk menggunakan XRD menunjukkan bahwa difraktogram $ZnAl_2O_4$ yang terbentuk mirip dengan difraktogram $ZnAl_2O_4$ standar yang dilakukan oleh Ballarini (2009). Identifikasi Fe/ $ZnAl_2O_4$ yang terbentuk menggunakan XRD menunjukkan bahwa difraktogram Fe/ $ZnAl_2O_4$ yang terbentuk mirip dengan difraktogram Fe/ $ZnAl_2O_4$ standar. Hal ini memberikan indikasi bahwa sintesis material besi berpendukung $ZnAl_2O_4$ kemungkinan besar telah berhasil dilakukan.

Kata Kunci : Material Besi, Fe/ $ZnAl_2O_4$, impregnasi, XRD

Abstract

This study aims to synthesize the iron with catalyst $ZnAl_2O_4$ (Fe/ $ZnAl_2O_4$) as support. Synthesize Fe/ $ZnAl_2O_4$ was done in several steps, ie synthesize $ZnAl_2O_4$ ceramic method developed by Ballarini (2009), with slight modification and impregnation of iron in $ZnAl_2O_4$. Product identification using XRD showed that diffractogram of $ZnAl_2O_4$ formed similar to the standard $ZnAl_2O_4$ diffractogram produced by Ballarini (2009). Identification of Fe/ $ZnAl_2O_4$ formed using XRD showed that diffractogram of Fe/ $ZnAl_2O_4$ formed similar to the standard Fe/ $ZnAl_2O_4$ diffractogram. This indicates that the synthesize of the iron material supported by $ZnAl_2O_4$ might have successfully performed.

Keywords : Iron Material, Fe/ $ZnAl_2O_4$, impregnation, XRD

1. PENDAHULUAN

Besi merupakan logam dengan tingkat kelimpahan yang tinggi di bumi, pengolahannya relatif mudah dan murah serta mempunyai sifat-sifat yang menguntungkan karena mudah dimodifikasi. Karena itu besi telah menjadi alternatif katalis yang ideal dalam penelitian di laboratorium maupun industri (Michaelis, 2010). Berpijak pada kenyataan tersebut penggunaan besi dalam bidang katalis lain masih menjadi hal yang menarik untuk dikembangkan.

Macala dkk (2008), melaporkan tentang penggunaan katalis heterogen basa yang dipersiapkan dari prekursor *hidrotalcite* terimpregnasi ion besi. Katalis yang

terimpregnasi besi merupakan basa yang lebih kuat daripada oksida logam berpori (PMO, *Porous Metal Oxides*) yang tidak terimpregnasi ataupun yang terimpregnasi Ga^{3+} HTC. Material baru ini sangat efektif sebagai katalis dalam reaksi transesterifikasi metanol dengan trigliserida berupa triasetin dan minyak kedelai.

Ballarini dkk (2009), telah melakukan penelitian mengenai penggunaan $ZnAl_2O_4$ sebagai penyokong katalis. $ZnAl_2O_4$ adalah penyokong katalis yang baik karena kapasitas dispersi logam yang baik, keasaman permukaan yang rendah, karakteristik hidrofobik, inert, dan stabilitas termal yang tinggi.

Penelitian ini mencoba menggabungkan penyokong $ZnAl_2O_4$ yang telah dipelajari Ballarini dkk (2009), dan katalis besi yang telah dipelajari oleh Macala dkk (2008), untuk mensintesis material Fe berpendukung $ZnAl_2O_4$ ($Fe/ZnAl_2O_4$). Penelitian ini diharapkan dapat memperoleh material Fe berpendukung $ZnAl_2O_4$ dan karakterisasinya.

2. METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi alat-alat gelas, termometer, oven, *magnetic stirrer*, *hot plate*, neraca analitik, krus, *furnace*, *test tube*, lumpang dan alu. Sedangkan bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi: akuades, ZnO , Al_2O_3 , $FeCl_3$, ammonium ferrosulfat, gliserol, dan ter-butanol.

Sintesis $ZnAl_2O_4$ (Ballarini 2009, yang dimodifikasi)

Ditimbang Al_2O_3 dan ZnO dengan perbandingan mol 1 : 1 menggunakan kaca arloji. Untuk memastikan reaksi berlangsung sempurna maka digunakan ZnO berlebih sebanyak 5%. Al_2O_3 dan ZnO yang telah ditimbang dihaluskan menggunakan lumpang dan alu hingga halus. Setelah halus, dipindahkan ke dalam cawan penguap dan ditambahkan akuades hingga terbentuk pasta. Pasta yang terbentuk dipanaskan menggunakan oven pada suhu $110^\circ C$ selama 6 jam. Setelah dipanaskan disimpan dalam desikator. Pasta yang telah mengering dikalsinasi pada suhu $800^\circ C$ menggunakan *furnace* dan dilakukan secara bertahap selama 4 jam, 7 jam, dan 6 jam untuk mendapatkan $ZnAl_2O_4$. Produk hasil kalsinasi dikarakterisasi dengan XRD untuk melihat pola difraksinya.

Impregnasi besi pada penyokong $ZnAl_2O_4$ Impregnasi Fe^{2+} dan Fe^{3+} pada penyokong $ZnAl_2O_4$

Impregnasi Fe^{2+} pada penyokong $ZnAl_2O_4$ digunakan larutan amonium ferrosulfat dan larutan $FeCl_3$ untuk impregnasi Fe^{3+} pada penyokong $ZnAl_2O_4$. Dibuat campuran antara $ZnAl_2O_4$ dan larutan amonium ferrosulfat dengan perbandingan antara amonium ferrosulfat

dan $ZnAl_2O_4$ sebesar 1 : 1 (% v/w). Campuran ditutup dengan plastik *parafilm* dan didiamkan pada suhu kamar selama 22 jam. Setelah diimpregnasi selama 22 jam, campuran disaring dan endapan yang diperoleh dikeringkan dengan oven pada suhu $110^\circ C$ selama 12. Setelah pemanasan padatan yang diperoleh dikalsinasi pada suhu $800^\circ C$ selama 17 jam secara bertahap, yaitu 4, 7 dan 6 jam. Hasil yang diperoleh dikarakterisasi dengan XRD. Dengan cara yang sama dilakukan untuk impregnasi Fe^{3+} pada penyokong $ZnAl_2O_4$ menggunakan larutan $FeCl_3$.

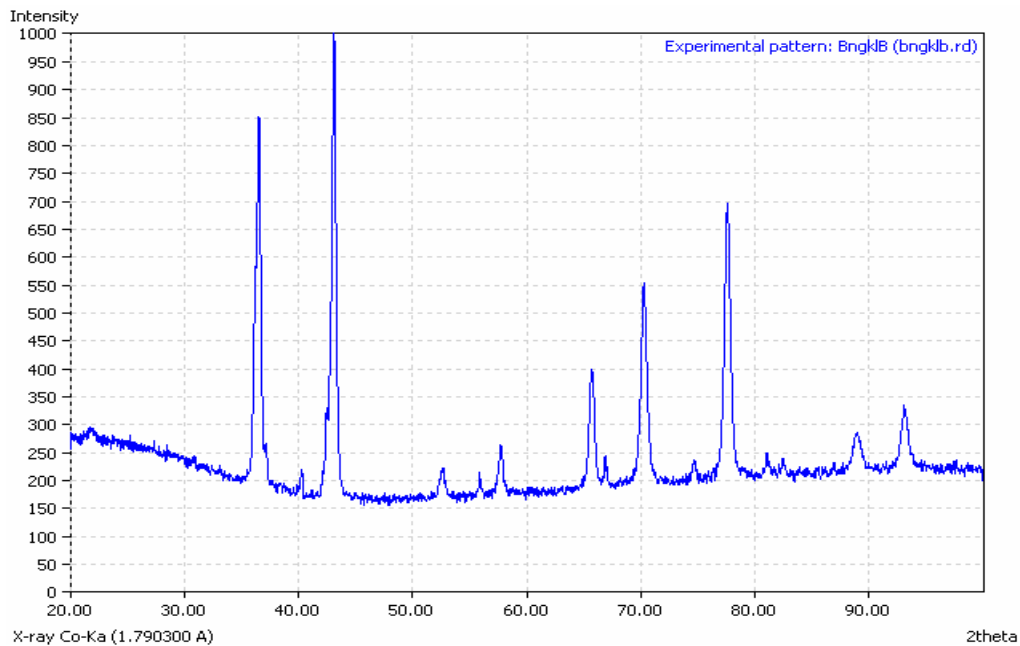
3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis $ZnAl_2O_4$

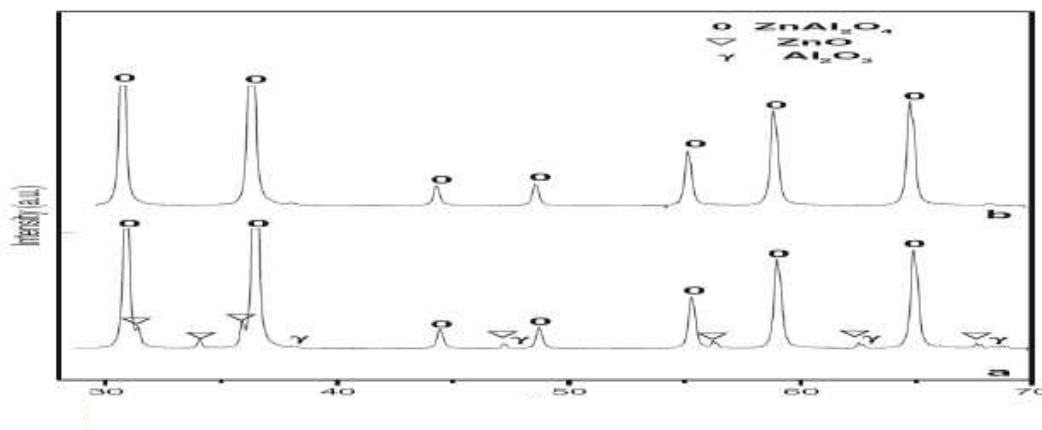
Sintesis $ZnAl_2O_4$ pada penelitian ini dilakukan dengan cara memodifikasi metode keramik yang dikembangkan oleh Ballarini (2009). Modifikasi yang dilakukan yaitu suhu kalsinasi yang semula $900^\circ C$ selama 18 jam diubah menjadi suhu kalsinasi $800^\circ C$ dengan kalsinasi bertahap selama 4 jam, 7 jam dan 6 jam total waktu kalsinasi 17 jam.

$ZnAl_2O_4$ yang diperoleh dikarakterisasi dengan menggunakan XRD. Difraktogram $ZnAl_2O_4$ ditunjukkan oleh Gambar 1.

Difraktogram $ZnAl_2O_4$ yang dihasilkan dari penelitian ini memiliki kemiripan dengan difraktogram $ZnAl_2O_4$ yang dilakukan oleh Ballarini (2009), walaupun terdapat perbedaan letak puncak-puncaknya (Gambar 2). Hal ini menunjukkan bahwa $ZnAl_2O_4$ kemungkinan besar telah berhasil disintesis. Perbedaan (2θ) disebabkan oleh perbedaan sumber radiasi yang digunakan. Ballarini (2009), sumber radiasi digunakan $CuK\alpha=1,542 \text{ \AA}$ sedangkan pada penelitian ini digunakan $CoK\alpha = 1,790300 \text{ \AA}$ sehingga terjadi puncak-puncak yang muncul berada pada (2θ) yang berbeda. Untuk memastikan bahwa hasil sintesis $ZnAl_2O_4$ bukanlah reaktan, maka reaktan juga dianalisa dengan menggunakan XRD. Gambar 3 menunjukkan bahwa difraktogram reaktan (ZnO dan Al_2O_3) berbeda dengan difraktogram hasil sintesis. Hal ini menunjukkan bahwa sintesis telah berjalan dengan baik dan produk telah diperoleh sesuai dengan yang diharapkan.



Gambar 1. Difraktogram ZnAl_2O_4 hasil sintesis



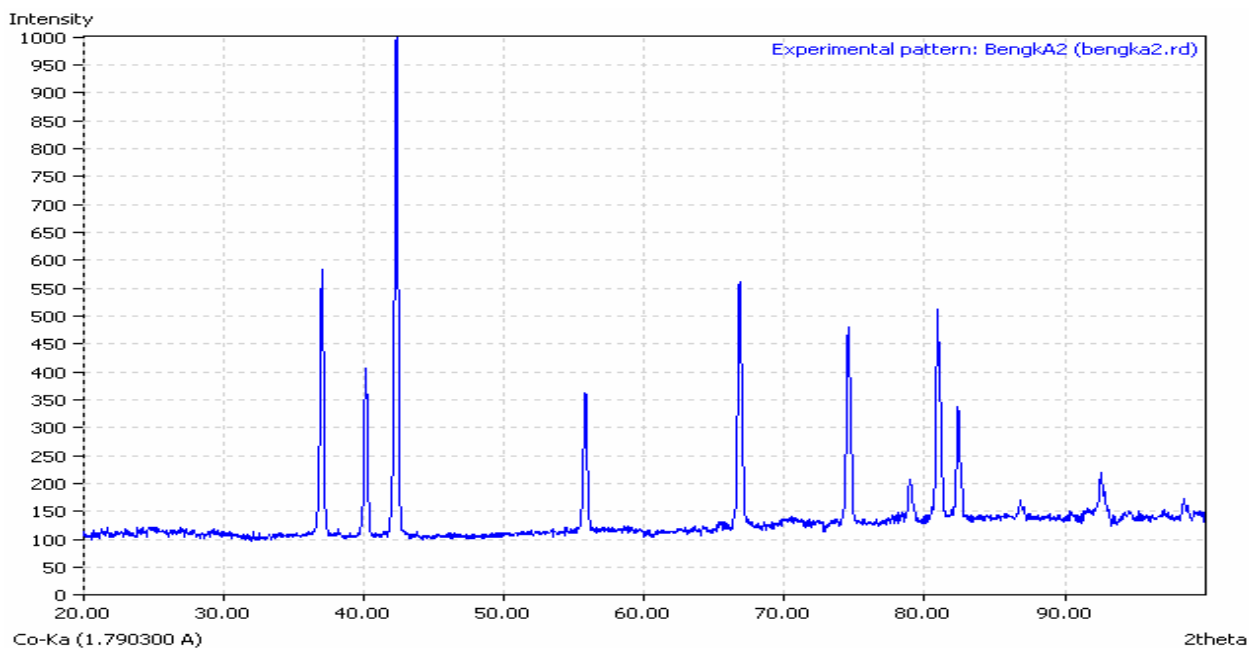
Gambar 2. Difraktogram standar ZnAl_2O_4 (Ballarini, 2009)

Impregnasi Katalis Besi

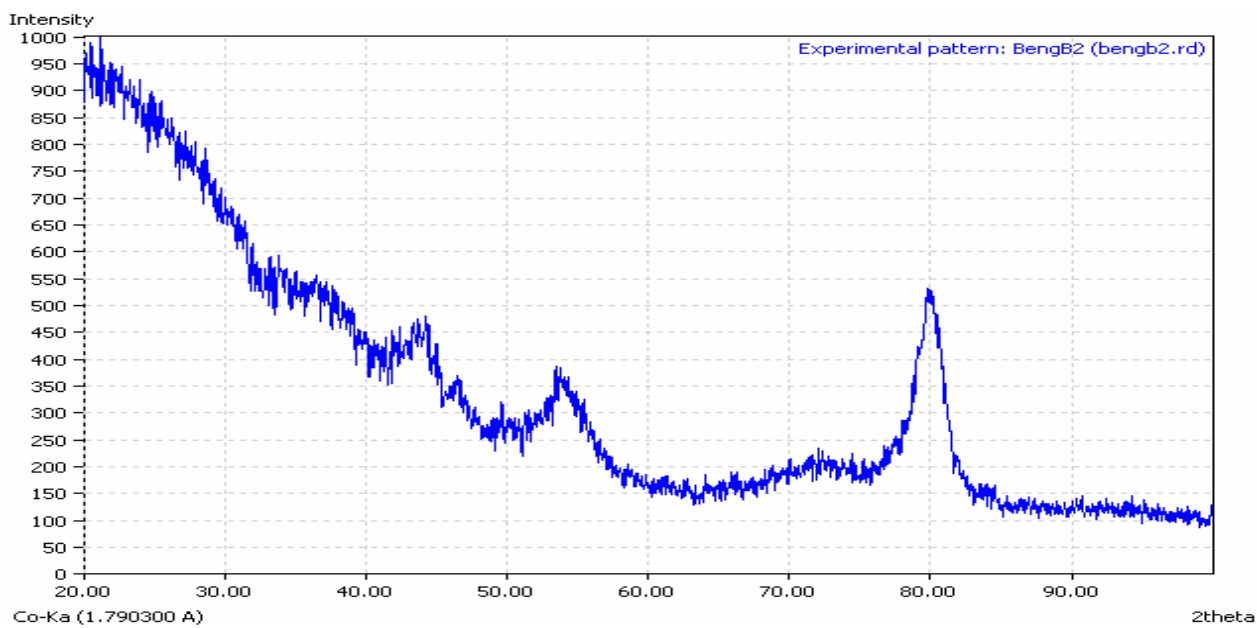
Impregnasi platina ke dalam ZnAl_2O_4 telah dilakukan oleh Ballarini (2009). Sehingga pada penelitian ini metode yang sama disertai beberapa modifikasi digunakan untuk mengimpregnasikan ion besi pada ZnAl_2O_4 . Modifikasi yang dilakukan yakni lama perendaman semula selama 6 jam diubah menjadi 22 jam dan waktu pengeringan semula selama 12 jam diubah menjadi bertahap dimana

pemanasan dilakukan 2 tahap setiap tahap pemanasan dilakukan selama 6 jam.

Hasil sintesis dianalisa menggunakan XRD untuk mengetahui apakah katalis besi berhasil diimpregnasikan ke dalam ZnAl_2O_4 . Difraktogram XRD ZnAl_2O_4 terimpregnasi Fe^{2+} dan ZnAl_2O_4 terimpregnasi Fe^{3+} ditunjukkan oleh Gambar 4.

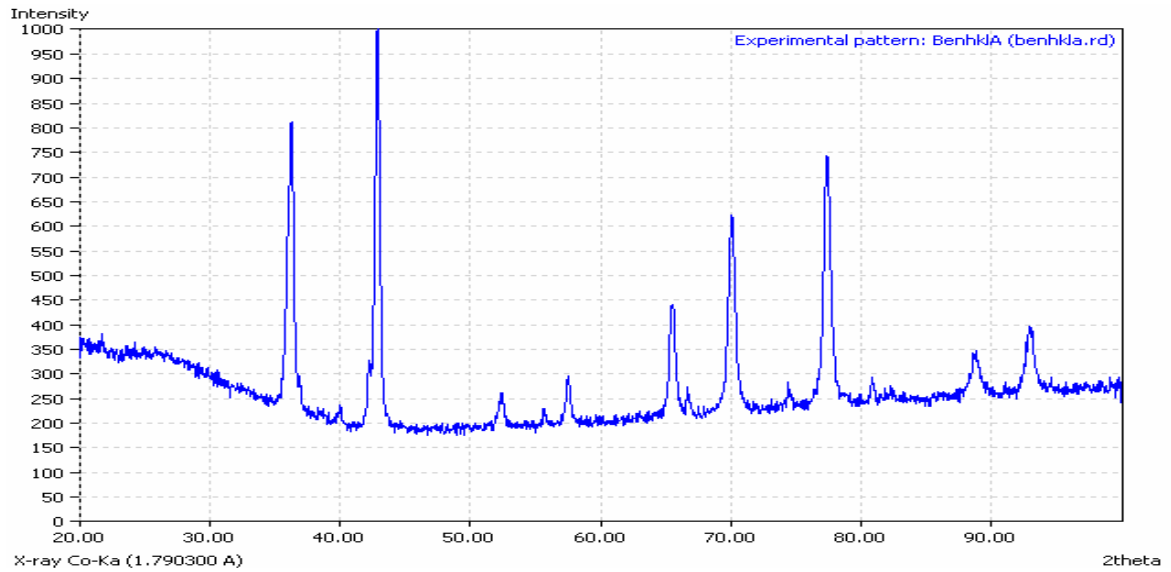


(a)

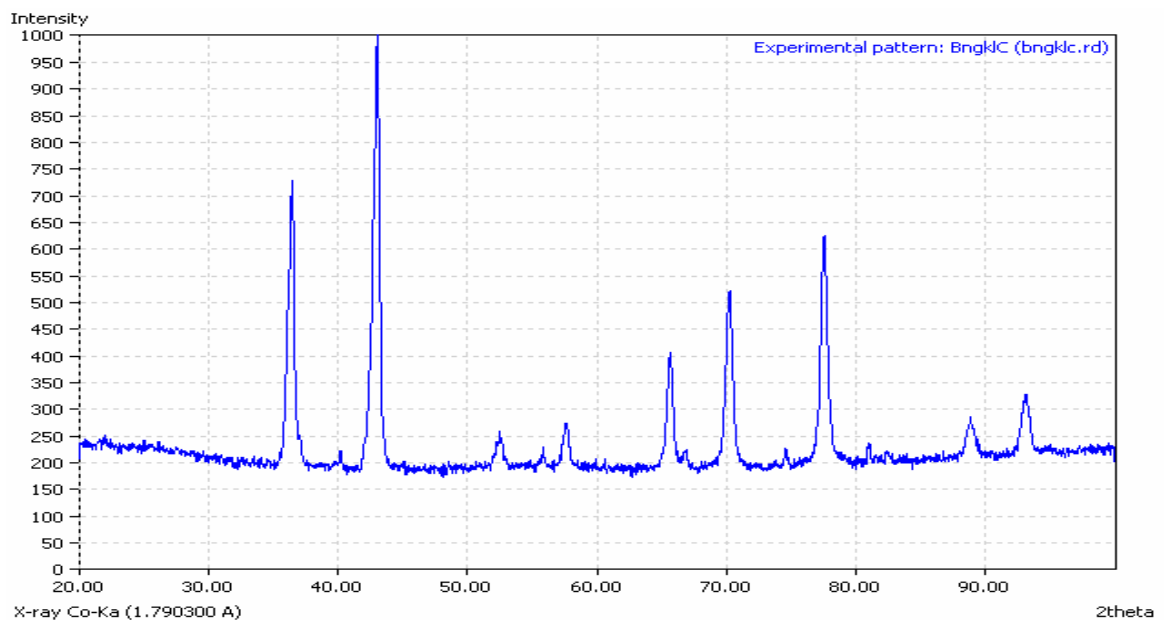


(b)

Gambar 3. Difraktogram reaktan (a). ZnO, (b) Al₂O₃



(a)

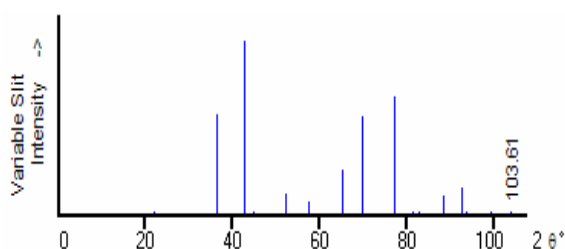


(b)

Gambar 4. (a). Difraktogram ZnAl_2O_4 terimpregnasi Fe^{3+} (b). Difraktogram ZnAl_2O_4 terimpregnasi Fe^{2+}

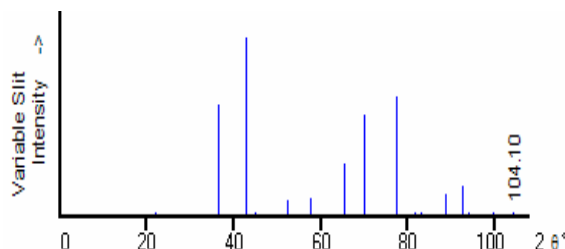
Berdasarkan puncak-puncak yang muncul dan data standar JCPDS yang ada, standar yang paling mendekati difraktogram ZnAl_2O_4 terimpregnasi Fe^{3+} ialah $(\text{Zn}_{0.399}\text{Fe}_{0.519}\text{Al}_{0.082})(\text{Fe}_{0.079}\text{Al}_{1.912}\text{O}_4)$ dengan struktur kubik dan nama mineral sintetik spinel (Zn,Fe,Al), serta nama kimia *zink iron aluminium oxide*. Hal ini berarti impregnasi Fe^{3+}

telah berhasil disintesis. Difraktogram $(\text{Zn}_{0.399}\text{Fe}_{0.519}\text{Al}_{0.082})(\text{Fe}_{0.079}\text{Al}_{1.912}\text{O}_4)$ dapat dilihat pada Gambar 5.



Gambar 5. Difraktogram Standar $(Zn_{0.399}Fe_{0.519}Al_{0.082})(Fe_{0.079}Al_{1.912}O_4)$

Sumber : JCPDS no.82-1583



Gambar 6. Difraktogram Standar $(Zn_{0.799}Fe_{0.172}Al_{0.029})(Fe_{0.028}Al_{1.969}O_4)$

Sumber : JCPDS no. 82-1581

Untuk difraktogram $ZnAl_2O_4$ terimpregnasi Fe^{2+} , standar yang mendekati adalah $(Zn_{0.799}Fe_{0.172}Al_{0.029})(Fe_{0.028}Al_{1.969}O_4)$ dengan struktur kubik dan nama mineral sintetik spinel (Fe,Al,Zn) (Gambar 6). Ini ditandai dengan kedua difraktogram yang mirip. Ini menunjukkan bahwa impregnasi Fe^{2+} telah berhasil dilakukan meskipun terdapat modifikasi pada metode impregnasi.

Daftar puncak-puncak yang muncul pada Difraktogram $ZnAl_2O_4$ Terimpregnasi Fe^{2+} , Standar $(Zn_{0.799}Fe_{0.172}Al_{0.029})(Fe_{0.028}Al_{1.969}O_4)$, $ZnAl_2O_4$ Terimpregnasi Fe^{3+} , Standar $(Zn_{0.399}Fe_{0.519}Al_{0.082})(Fe_{0.079}Al_{1.912}O_4)$ dapat ditunjukkan oleh Tabel 1.

Tabel 1. Posisi puncak (2θ) pada difraktogram $ZnAl_2O_4$ Terimpregnasi Fe^{2+} , $ZnAl_2O_4$ Terimpregnasi Fe^{3+} , standar $(Zn_{0.799}Fe_{0.172}Al_{0.029})(Fe_{0.028}Al_{1.969}O_4)$ dan standar $(Zn_{0.399}Fe_{0.519}Al_{0.082})(Fe_{0.079}Al_{1.912}O_4)$

Letak Puncak pada (2θ)			
$ZnAl_2O_4$ Terimpregnasi Fe^{2+}	$(Zn_{0.799}Fe_{0.172}Al_{0.029})$ $(Fe_{0.028}Al_{1.969}O_4)$	$ZnAl_2O_4$ Terimpregnasi Fe^{3+}	$(Zn_{0.399}Fe_{0.519}Al_{0.082})$ $(Fe_{0.079}Al_{1.912}O_4)$
36,45	36,39	36,27	36,27
43,03	42,96	42,87	42,81
52,49	52,42	52,39	52,23
57,61	57,54	57,49	57,32
65,65	65,49	65,47	65,24
70,23	70,05	70,05	69,75
77,55	77,31	77,37	77,00
88,79	88,59	88,77	88,21
93,07	92,78	93,09	92,37

4. KESIMPULAN DAN SARAN

Kesimpulan

Dari hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa :

1. Katalis besi berpendukung ZnAl₂O₄ telah berhasil di sintesis dengan melakukan modifikasi metode keramik yang dikembangkan oleh Ballarini (2009).
2. Impregnasi Fe³⁺ pada ZnAl₂O₄ menghasilkan material mendekati (Zn_{0,399}Fe_{0,519}Al_{0,082}) (Fe_{0,079}Al_{1,912}O₄) dengan struktur kubik dan nama mineral sintetik spinel (Zn,Fe,Al), serta nama kimia *zink iron aluminium oxide*.
3. Impregnasi Fe²⁺ pada ZnAl₂O₄ menghasilkan material mendekati (Zn_{0,799}Fe_{0,172}Al_{0,029}) (Fe_{0,028} Al_{1,969} O₄) dengan struktur kubik dan nama mineral sintetik spinel (Zn, Fe, Al).

DAFTAR PUSTAKA

1. Ballarini, A. D., Sonia A. B., Alberto A. C., Sergio R. d. M. dan Osvaldo A. S. 2009. *Characterization of ZnAl₂O₄ obtained by Different Methods and Used as Catalytic Support of Pt*. Catal lett Volume 129,hal 293-302.
2. JCCPDS. International Center of Diffraction Data. 1997.82-1539.
3. JCCPDS. International Center of Diffraction Data. 1997.82-1583.
4. JCCPDS. International Center of Diffraction Data. 1997.82-1581.
5. Macala, Gerald S., Andrew W. R., Charles L. J., Zachary B. D., Roberts S. L., Mark G. W., alexel V. I., Peter C. F., 2008. *Transesterification Catalysts from Iron Dopped Hydrotalcite-like Precursors: Solid Bases for Biodiesel Production*. Catal let volume 122, hal 205-209.
6. Michaelis, David J. *Iron As A Powerfull Catalysts for transition Metal Catalyzed Reactions*. http://www.organicdivision.org/ama/orig/Fellows/hip/2008_2009_Awardees/Essays/Michaelis.pdf (1 Juni 2010).