

# Struktur *Doping* Logam Cu dalam $MgF_2$

Luluk Masfiah dan Irmina Kris Murwani  
Jurusan Kimia, FMIPA, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)  
Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111 Indonesia  
*e-mail*: irmina@chem.its.ac.id

**Abstrak**—Pada penelitian ini dilakukan sintesis padatan CuO dan katalis doping Cu kedalam sistem  $MgF_2$ ,  $Mg_{1-x}Cu_xF_2$  ( $x=0,025; 0,05; 0,1$  dan  $0,15$ ) melalui metode sol-gel. dan dikarakterisasi struktur padatan dengan difraksi sinar-X. Difraktogram  $Mg_{1-x}Cu_xF_2$  hasil sintesis menunjukkan kemiripan puncak dengan  $MgF_2$  dari *database JCPDS-International Centre of Diffraction Data PCPDFWIN tahun 2001*, PDF No.70-2269. Difraktogram padatan  $Mg_{1-x}Cu_xF_2$  menunjukkan adanya pengaruh *doping* logam Cu terhadap intensitas puncak dan adanya kapasitas *doping* pada  $MgF_2$  yang ditandai dengan pergeseran puncak katalis  $Mg_{1-x}Cu_xF_2$ .

**Kata Kunci**—*doping Cu ; metode sol-gel ;  $MgF_2$  ;  $Mg_{1-x}Cu_xF_2$*

## I. PENDAHULUAN

KATALIS  $MgF_2$  merupakan katalis asam yang dapat digunakan sebagai pendukung. Park dkk [1] menyebutkan bahwa doping logam dalam katalis support dapat meningkatkan reaksi katalisis. Park dkk [1] telah berhasil melakukan doping Cu kedalam  $CeO_2$ , dan katalis tersebut berhasil meningkatkan reaksi katalisis dengan adanya interaksi logam didalam katalis suport (pendukung). Oleh karena itu pada penelitian ini, akan dilakukan sintesis katalis doping logam Cu kedalam sistem  $MgF_2$  untuk meningkatkan sifat keasaman katalis  $MgF_2$ .

Dziembaj dkk [2] menyebutkan bahwa jumlah konsentrasi logam yang terdoping dalam katalis pendukung mempengaruhi aktivitas katalis. Oleh karena itu, pada penelitian ini dilakukan sintesis katalis dengan doping logam Cu yang bervariasi ke dalam sistem  $MgF_2$ .

## II. METODE PENELITIAN

### A. Sintesis CuO

Sintesis katalis CuO dilakukan dengan cara pelarutan serbuk prekursor  $CuSO_4$  anhidrat dengan aquades. Kemudian larutan diuapkan hingga air habis dan didapatkan padatan kembali. Kemudian padatan digerus hingga halus dan dikalsinasi pada suhu  $400^\circ C$  selama 4 jam.

### B. Sintesis katalis $Mg_{1-x}Cu_xF_2$

Metode sintesis katalis  $Mg_{1-x}Cu_xF_2$  dilakukan seperti yang pernah dilakukan oleh Murwani dkk [3]. Tahapan sintesis katalis  $Mg_{1-x}Cu_xF_2$  diawali dengan cara mereaksikan secara stoikiometri  $Mg(NO_3)_2 \cdot 2H_2O$ ,  $CuSO_4$  anhidrat dengan HF hingga terbentuk sol. Sol yang terbentuk diaduk terus-menerus hingga terbentuk gel. Gel yang terbentuk kemudian diperam (*aging*) pada suhu kamar. Gel yang telah diperam, selanjutnya didekantasi dan dicuci dengan aquades. Kemudian gel dikeringkan dan dikalsinasi pada suhu  $400^\circ C$ .

### C. Karakterisasi padatan katalis

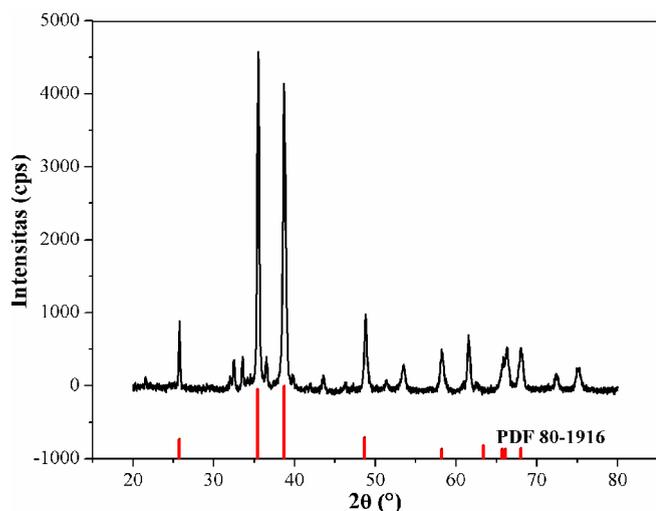
Katalis hasil sintesis dikarakterisasi struktur kristalnya dengan XRD. Katalis yang akan dikarakterisasi dengan XRD, dihaluskan terlebih dahulu dengan mortar agat kemudian diletakkan pada sampel holder dan diratakan. Sumber sinar yang digunakan adalah radiasi sinar  $CuK\alpha$  dengan panjang gelombang  $1.54\text{\AA}$ . pengukuran dilakukan pada  $2\theta$  sebesar  $20-80^\circ$  dengan interval  $0,05^\circ$ . Difraktogram sinar-X hasil analisis dibandingkan dengan standard dari program PCPDFWIN *database JCPDS-International Centre for Diffraction Data Tahun 2001*.

## III. HASIL DAN DISKUSI

### A. Hasil Sintesis Katalis CuO

Katalis CuO merupakan katalis oksida logam. Katalis CuO disiapkan dari prekursor  $CuSO_4$  anhidrat.  $CuSO_4$  anhidrat dilarutkan dalam aquades, hal ini memungkinkan adanya kandungan air kristal dalam padatan, sehingga aquades digunakan untuk melarutkan air kristal yang terdapat dalam  $CuSO_4$  anhidrat. Untuk mendapatkan  $CuSO_4$  yang bebas dari molekul air, larutan dipanaskan pada suhu  $100^\circ C$ .  $CuSO_4$  hasil pemanasan dikalsinasi pada suhu  $400^\circ C$  selama 4 jam menghasilkan serbuk hitam.

Kalsinasi menyebabkan adanya modifikasi struktur senyawa Perego dkk [4] Pada  $CuSO_4$  adanya kalsinasi menyebabkan Ion sulfida tereduksi dan Cu berikatan dengan oksigen di udara. Chambers dkk [5] menyebutkan bahwa tembaga sulfat ( $CuSO_4$ ) yang diberikan suhu tinggi akan membentuk Tembaga (II) oksida berwarna hitam dan tidak larut dalam air, sehingga dapat dinyatakan bahwa padatan hitam hasil kalsinasi merupakan Tembaga (II) Oksida ( $CuO$ ). Struktur kristal padatan ini dikarakterisasi dengan difraktometer sinar X.



Gambar 1. Difraktogram CuO

Padatan hitam dikarakterisasi dengan XRD pada rentang 2θ sebesar 20-80°. Difraktogram XRD hasil karakterisasi ditampilkan pada Gambar 1. Difraktogram tersebut dicocokkan dengan semua database tambaga oksida yang ada pada *JCPDS-International Centre of Diffraction Data PCPDFWIN tahun 2001*. Hasil pencocokan menunjukan bahwa difraktogram paling cocok dengan database No PDF 80-1916 yang merupakan CuO dengan struktur *monoclinic* dengan tiga puncak 2 theta yang tertinggi pada 2θ 27,3; 40,5; dan 53,6°.

**B. Sintesis Katalis Mg<sub>1-x</sub>Cu<sub>x</sub>F<sub>2</sub>**

Katalis Mg<sub>1-x</sub>Cu<sub>x</sub>F<sub>2</sub> disintesis dengan metode sol-gel. Metode ini dapat menghasilkan katalis dengan homogenitas yang tinggi, suhu yang digunakan rendah, dan jika ada zat yang ingin ditambahkan, penambahannya mudah dilakukan [6].

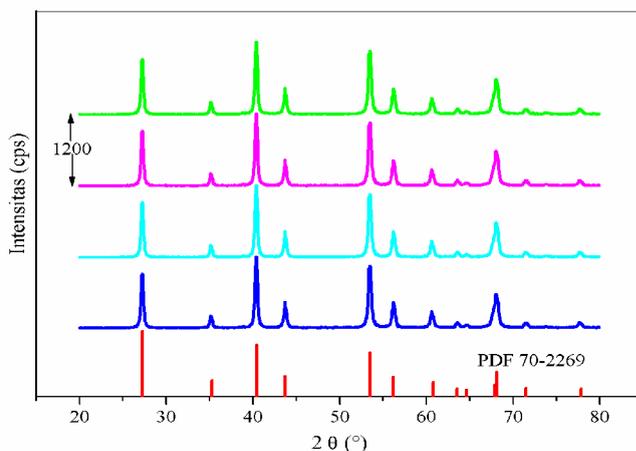
Katalis Mg<sub>1-x</sub>Cu<sub>x</sub>F<sub>2</sub> (x = 0,25; 0,5; 0,1; 0,15) disintesis dengan cara doping Cu kedalam sistem MgF<sub>2</sub> dengan metode sol-gel yaitu diawali dengan pembentukan sol kemudian menjadi gel.

Tabel 1. Pergeseran 2θ katalis Mg<sub>1-x</sub>Cu<sub>x</sub>F<sub>2</sub> terhadap MgF<sub>2</sub>

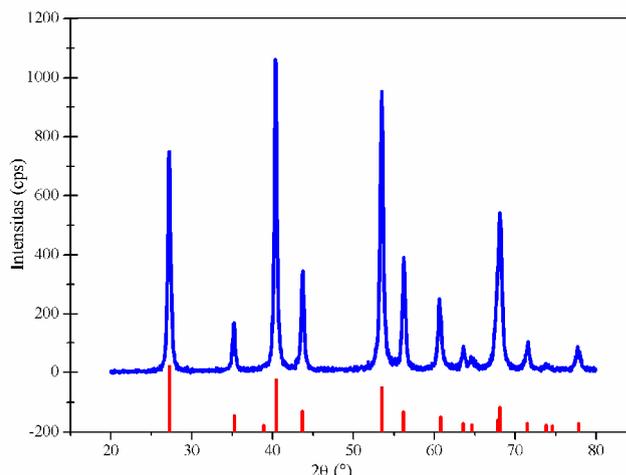
MgF <sub>2</sub>	2θ (°) Mg <sub>1-x</sub> Cu <sub>x</sub> F <sub>2</sub>			
	0,025	0,05	0,10	0,15
27,20	27,25	27,25	27,25	27,3
40,35	40,40	40,40	40,40	40,40
53,40	53,50	53,50	53,50	53,50
68,05	68,10	68,10	68,10	68,10

Gel yang telah bersih dari sisa prekursor, dikeringkan hingga terbentuk xerogel. Setelah proses pengeringan (*drying*), dilakukan proses kalsinasi. Kalsinasi bertujuan untuk mereduksi zat sisa prekursor yang tidak lepas pada padatan saat proses *drying*. Padatan dikalsinasi pada suhu 400°C. Setelah proses kalsinasi, diperoleh katalis coklat kehitaman. Semakin besar jumlah mol Cu yang terdoping dalam MgF<sub>2</sub>, semakin gelap intensitas warna katalis.

Katalis hasil kalsinasi, dikarakterisasi struktur kristalnya dengan XRD pada rentang 20-80°. Difraktogram XRD hasil karakterisasi ditampilkan pada Gambar 2. Difraktogram katalis doping Cu dalam MgF<sub>2</sub> dicocokkan dengan database MgF<sub>2</sub> dari *database JCPDS-International Centre of Diffraction Data PCPDFWIN tahun 2001*, karena struktur utama katalis doping adalah MgF<sub>2</sub>. Hasil pencocokan menunjukkan bahwa difraktogram semua katalis Mg<sub>1-x</sub>Cu<sub>x</sub>F<sub>2</sub> dengan x=0,025; 0,05; 0,10; dan 0,15 cocok dengan puncak yang dimiliki oleh database MgF<sub>2</sub> dengan database PDF No.70-2269. Database dengan no PDF 70-2269 merupakan MgF<sub>2</sub> dengan struktur tetragonal. Hasil tersebut sesuai dengan literatur Siddiqi [7] yang ditunjukkan pada gambar 3 bahwa puncak difraktogram MgF<sub>2</sub> terdapat pada 2θ 27,3; 40,5; 53,6°; dan 68,05°. Selain itu, keberhasilan doping logam Cu ditunjukkan dengan adanya pergeseran 2θ katalis Mg<sub>1-x</sub>Cu<sub>x</sub>F<sub>2</sub> terhadap MgF<sub>2</sub> seperti yang ditampilkan pada tabel 1.



Gambar 2. Difraktogram XRD: (a) Mg<sub>0,975</sub>Cu<sub>0,025</sub>F<sub>2</sub>, (b) Mg<sub>0,95</sub>Cu<sub>0,05</sub>F<sub>2</sub>, (c) Mg<sub>0,9</sub>Cu<sub>0,1</sub>F<sub>2</sub>, (d) Mg<sub>0,85</sub>Cu<sub>0,15</sub>F<sub>2</sub>



Gambar 3. Difraktogram Katalis MgF<sub>2</sub>, (—) Difraktogram MgF<sub>2</sub>, (—) Difraktogram MgF<sub>2</sub> PDF 70-2269, (Siddiqi, 2013)

Hasil pencocokan katalis Mg<sub>1-x</sub>Cu<sub>x</sub>F<sub>2</sub> dengan katalis MgF<sub>2</sub> menunjukkan terdapat pergeseran 2θ pada katalis Mg<sub>1-x</sub>Cu<sub>x</sub>F<sub>2</sub>. Hal ini menunjukkan bahwa logam Cu berhasil terdoping dalam MgF<sub>2</sub>. Selain dicocokkan dengan MgF<sub>2</sub>, katalis Mg<sub>1-x</sub>

$x\text{Cu}_x\text{F}_2$  dicocokkan dengan puncak MgO dan CuO. Puncak MgO dicocokkan dengan PDF No.77-217 dan CuO dicocokkan dengan PDF PDF 80-1916. Dari hasil pencocokkan menunjukkan bahwa dalam katalis  $\text{Mg}_{1-x}\text{Cu}_x\text{F}_2$  tidak ditemukan puncak MgO dan CuO, hal ini menunjukkan bahwa logam Cu terdoping sempurna dalam sistem  $\text{MgF}_2$ .

#### IV. KESIMPULAN/RINGKASAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa katalis CuO dan katalis doping Cu dalam  $\text{MgF}_2$  ( $\text{Mg}_{1-x}\text{Cu}_x\text{F}_2$ ) telah berhasil disintesis dengan metode sol-gel mengacu pada hasil karakterisasi difraksi sinar-X. Difraktogram katalis  $\text{Mg}_{1-x}\text{Cu}_x\text{F}_2$  berhasil memunculkan puncak-puncak  $\text{MgF}_2$  dan ditemukan adanya pergeseran pada  $2\theta$  yang menandakan bahwa doping logam Cu telah berhasil.

#### UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih yang sebesar-besarnya disampaikan kepada tim penelitian katalis, Laboratorium Kimia Material dan Energi dan Jurusan Kimia FMIPA ITS, serta semua pihak yang turut membantu.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] Y. Park, S. K. Kim, D. Pradhan, Y. Sohn, "Surface treatment effects on CO oxidation reactions over Co, Cu, and Ni-doped and codoped  $\text{CeO}_2$  catalysts", *Chemical Engineering Journal*, vol. 250, no. 25-34, Mar. 2014
- [2] R. Dziembaj, M. Molenda, L. Chmielarz, M.M. Zaitz, Z. Piwowarska, A. Rafalska-Lasocha. "Optimization of Cu doped ceria nanoparticles as catalysts for low-temperature methanol and ethylene total oxidation", *Catalysis Today*, vol. 169, no. 112-117, Jan. 2011
- [3] I. K. Murwani, E. Kemnitz, T. Skapin, M. Nickkho-Amiry, and J. M. Winfield, "Mechanistic investigation of the hydrodechlorination of 1,1,1,2-tetrafluorodichloroethane on metal fluoride-supported Pt and Pd," *Catalysis Today*, vol. 88, no. 3-4, pp. 153-168, Feb. 2004.
- [4] C. Chambers, A.K. Holliday, "Modern Inorganic chemistry An Intermediate text", Great Britain (1975)
- [5] C. Perego and P. Villa, "Catalyst preparation methods," *Catalysis Today*, vol. 34, no. 3-4, pp. 281-305, Feb. 1997.
- [6] C.K. Lambert, R.D. Gonzalez, "The importance of measuring the metal content of supported metal catalysts prepared by the sol-gel method," *Applied Catalysis A: General* vol. 172, no. 233-239, Apr. 1998
- [7] H.B.H.F. Siddiq, "Kinerja Katalis  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{MgF}_2$  Dalam Sintesis Metil Ester Dari Minyak Kelapa Sawit", Tesis, Surabaya (2013)