

Sintesis dan Karakterisasi Padatan $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaF}_2$

Riyan Nazarudin Primy, Irmina Kris Murwani

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)

Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111

E-mail: irmina@chem.its.ac.id

Abstrak—Pada penelitian ini telah dipelajari sintesis padatan CaF_2 dan $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaF}_2$ dengan variasi *loading* (2,5; 5; 7,5; 10 dan 15% *w/w*) dan analisa structural padatan menggunakan X-ray. Data XRD menunjukkan bahwa katalis CaF_2 memiliki struktur kubus berpusat muka dan $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaF}_2$ menunjukkan adanya karakteristik puncak Fe_2O_3 dan puncak CaF_2 , dimana semakin besar *loading* Fe intensitas puncak Fe_2O_3 semakin naik dan intensitas puncak CaF_2 semakin turun.

Kata Kunci—Impregnasi, Fe_2O_3 , CaF_2 .

I. PENDAHULUAN

PADATAN Besi (III) Oksida atau Fe_2O_3 juga di kenal sebagai bijih besi (bentuk alfa) atau maghemite (bentuk gamma) dalam bentuk mineral. Sebagai bahan kimia industry besi (III) Oksida umumnya di sebut *rouge*. Setelah di murnikan Besi oksida digunakan sebagai lapisan dalam media audio dan komputer. Dalam lingkungan yang kering atau alkali besi oksida dapat menghambat karat namun juga kompenen dalam karat. Padatan Fe_2O_3 juga dapat digunakan sebagai katalis.

Padatan CaF_2 yang diberi pendukung Fe_2O_3 , pemberian pendukung ini bertujuan untuk meningkatkan keasaman dan menambah daya katalitiknya.

Pengaruh penambahan padatan pendukung (*support*) pada Pada penelitian terdahulu telah digunakan MgF_2 untuk sintesis vitamin E. Jari-jari Mg yang kecil menyebabkan luas permukaan yang dimiliki oleh padatan juga kecil, karena itu pendukung MgF_2 diganti dengan CaF_2 . Jari jari Ca yang lebih besar dari Mg diharapkan menghasilkan luas permukaan yang lebih besar. Variasi *loading* Fe pada padatan dilakukan untuk mengetahui jumlah *loading* optimum Fe_2O_3 pada CaF_2 sebagai padatan berpendukung.

II. METODOLOGI PENELITIAN

A. Sintesis Padatan CaF_2

Sintesis pendukung CaF_2 dibuat dengan mengadopsi metode yang telah dilakukan oleh Murwani dkk[4], dengan cara mereaksikan secara stoikiometri $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam etanol absolut dengan HF hingga terbentuk gel. Gel yang diperoleh didiamkan (*aging*) pada suhu kamar, selanjutnya disaring dan dicuci dengan akuades. Gel yang telah dicuci selanjutnya dikeringkan pada suhu 100°C. Pendukung CaF_2 yang diperoleh kemudian dikalsinasi pada suhu 400°C, padatan dikarakterisasi strukturnya menggunakan difraktometer sinar-X.

B. Sintesis Padatan $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaF}_2$

Padatan $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaF}_2$ diperoleh melalui metode impregnasi. Impregnasi dilakukan dengan cara mencampurkan padatan CaF_2 dalam larutan Fe_2O_3 dengan variasi *loading* Fe 2,5; 5; 7,5; 10; 15 *w/w* dan diaduk sampai terbentuk bubuk. Selanjutnya campuran diuapkan pada suhu 100°C dan dikalsinasi pada suhu 400°C. Katalis yang diperoleh dikarakterisasi dengan XRD

C. Karakterisasi

Karakterisasi yang dilakukan adalah karakterisasi struktur menggunakan XRD(XRD JEOL JDX-3530 X-ray Diffractometer). Karakterisasi dilakukan dengan meletakkan katalis yang telah ditumbuk halus sebelumnya pada sampel holder kemudian diratakan permukaannya. Selanjutnya dikarakterisasi menggunakan difraktometer sinar-X dengan sumber radiasi $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda=1,54\text{\AA}$) dan sudut 2θ antara 20-80°. Difraktogram yang diperoleh selanjutnya dicocokkan dengan database pada JCPDS-Internal Centre of Diffraction Data PCPDFWIN tahun 1997.

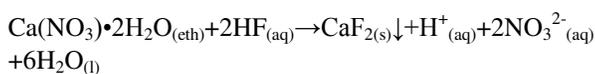
III. HASIL DAN DISKUSI

A. Sintesis dan Karakterisasi Padatan CaF_2

Sintesis padatan CaF_2 dilakukan melalui metoda sol-gel yaitu suatu metoda pembuatan bahan yang diawali dengan pembentukan sol yang kemudian menghasilkan suatu jaringan tiga dimensi berupa gel dan diakhiri dengan penghilangan pelarut. Metode sol-gel memiliki beberapa keuntungan antara lain metode yang digunakan sederhana, memiliki tingkat kemurnian yang tinggi, temperatur yang digunakan rendah serta fase pemisahan yang cepat [1]. Pada penelitian ini teknik sol gel untuk sintesis CaF_2 diadopsi dari penelitian yang dilakukan Murwani dkk pada sintesis MgF_2 [2].

Pada sintesis dengan metode sol-gel terjadi reaksi hidrolisis dan polimerisasi kondensasi. Kedua reaksi tersebut sangat dipengaruhi oleh pelarut yang digunakan. Pelarut yang digunakan agar kedua reaksi berlangsung sempurna memiliki titik didih yang tidak terlalu tinggi dan juga tidak terlalu rendah. Oleh karena itu pada penelitian ini digunakan pelarut etanol yang memiliki titik didih 79°C sehingga pelarut mudah untuk diuapkan saat proses pengeringan (*drying*) [3]. Pelarut tersebut berfungsi sebagai pembentuk sol pada saat bereaksi dengan kalsium nitrat. Sintesis dilakukan dengan pelarutan kalsium nitrat sebagai prekursor utama dalam etanol kemudian

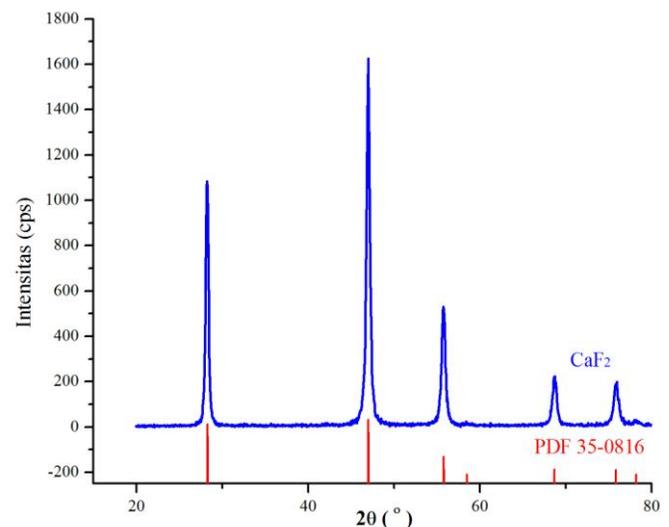
diaduk. Selanjutnya ditambahkan dengan HF sebagai prekursor kedua yang memberikan ion F^- . Penambahan HF dilakukan perlahan dan diaduk sampai terbentuk gel, hal ini agar pembentukan partikel monodispersi merata dalam campuran serta memberi waktu yang cukup untuk terjadinya kontak antar prekursor, proses ini merupakan proses polimerisasi. Pada tetes pertama penambahan HF telah terbentuk sol yang semakin lama sol yang terbentuk semakin banyak, namun jaringan gel yang terbentuk masih mengandung fasa liquid sehingga perlu diperam pada suhu kamar agar pertumbuhan gel berlangsung optimal. Hal ini dilakukan karena proses polimerisasi kondensasi berjalan lambat sehingga diperlukan waktu agar proses polimerisasi sempurna. Proses ini merupakan tahap aging atau pemeraman. Proses aging dilakukan hingga diperoleh gel yang stabil atau gel padat. Pada tahap ini reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut



Di dalam gel padat dimungkinkan masih terdapat pengotor-pengotor seperti sisa-sisa ion NO_3^{2-} , H^+ dan pengotor lain karena itu gel padat dicuci dengan aquades sehingga pengotor yang masih tersisa akan hilang. Selanjutnya gel ini dikeringkan dalam oven pada suhu 100°C untuk menghilangkan molekul air dan sisa-sisa pelarut. Adanya sisa pelarut yang tertinggal pada gel kering akan mempengaruhi pembentukan struktur selanjutnya. Padatan yang telah kering (xerogel) kemudian digerus dan dikalsinasi pada suhu 400°C selama 4 jam. Proses kalsinasi ini merupakan tahap penting karena selama proses termal, zat lain selain CaF_2 dapat terdekomposisi dan hilang. Proses kalsinasi juga mempengaruhi distribusi ukuran pori pada padatan [4].

Padatan CaF_2 hasil sintesis kemudian di karakterisasi menggunakan X-ray Diffraction (XRD). Difraktogram yang diperoleh dari hasil karakterisasi ditunjukkan pada Gambar 1. Difraktogram padatan CaF_2 dicocokkan dengan database JCPDS-Internal Centre of Diffraction Data PCPDFWIN tahun 1997. Hasil pencocokan menunjukkan bahwa puncak CaF_2 hasil sintesis yang terletak pada 2θ $28,27^\circ$; $47,01^\circ$; dan $55,76^\circ$ sesuai dengan PDF No. 35-0816 yang merupakan CaF_2 dengan sistem kubus berpusat muka.

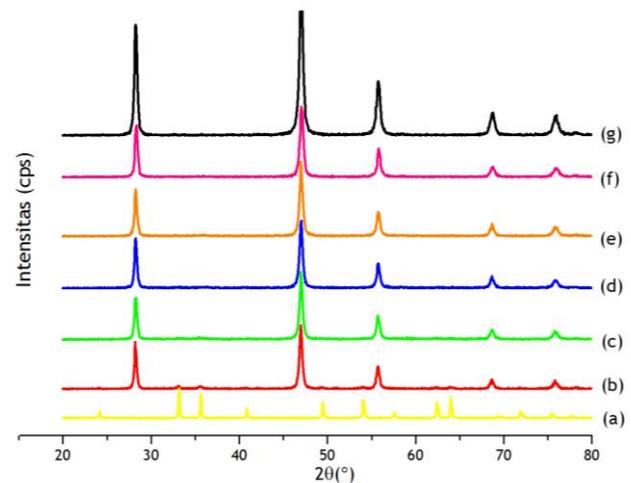
Difraktogram CaF_2 hasil sintesis sudah tidak memunculkan puncak karakteristik dari prekursor $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ dan fasa lain yang kemungkinan terbentuk seperti CaO . Berdasarkan analisis tersebut dapat disimpulkan bahwa CaF_2 hasil sintesis ini merupakan CaF_2 dengan fasa kristal tunggal.



Gambar.1. Difraktogram CaF_2

B. Padatan $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaF}_2$

Urutan Dispersi logam oksida pada permukaan dari sistem padatan mempengaruhi aktivitas katalis [5]. Dispersi yang tinggi dari sisi aktif logam dan luas permukaan yang besar dapat diperoleh melalui metode impregnasi [6][7]. Faktor lain yang mempengaruhi sifat dari padatan berpendukung adalah konsentrasi logam yang terdapat pada permukaan padatan yang diimpreg [7]. Oleh karena itu perlu dipelajari pengaruh variasi konsentrasi (*loading*) Fe pada CaF_2 .



Gambar. 2. Difraktogram padatan (a) Fe_2O_3 , $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaF}_2$ dengan variasi loading (b)2,5%; (c)5%; (d)7,5%; (e) 10%; (f) 15% dan (g) padatan CaF_2 .

Padatan $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaF}_2$ disintesis dengan mencampurkan larutan induk FeCl_3 yang berwarna kuning dan padatan CaF_2 sesuai dengan komposisi *loading*, yaitu 2,5; 5; 7,5; 10 dan 15 % w/w. Campuran kemudian diaduk dan dikeringkan pada suhu 80°C sampai menjadi bubuk berwarna kuning. Pada proses pengadukan suhu yang digunakan tidak terlalu tinggi agar pelarut yang ada tidak hilang terlalu cepat dan oksida terdistribusi lebih merata pada CaF_2 serta bubuk yang dihasilkan bersifat homogen. Dari berbagai loading yang

dilakukan menunjukkan bahwa intensitas warna semakin gelap seiring dengan kenaikan konsentrasi loading Fe_2O_3 yang dilakukan. Hal ini menunjukkan bahwa Fe_2O_3 yang terimpregnasi pada CaF_2 semakin banyak. Campuran kemudian dikeringkan untuk menghilangkan molekul air yang terikat secara fisis. Padatan yang dihasilkan selanjutnya dikalsinasi pada suhu 400°C untuk menghilangkan molekul air dan juga pengotor lain yang masih tersisa pada pori-pori padatan. Padatan yang diperoleh setelah kalsinasi adalah padatan berwarna kuning kemerahan.

C. Karakterisasi Padatan dengan Difraksi Sinar X

Padatan selanjutnya dikarakterisasi menggunakan X-ray Diffraction (XRD). Difraktogram yang diperoleh dari hasil karakterisasi ditunjukkan pada Gambar 2. Difraktogram padatan $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaF}_2$ hasil impregnasi memunculkan puncak-puncak karakteristik dari Fe_2O_3 dan juga puncak-puncak dari CaF_2 . Semakin besar loading Fe maka intensitas dari puncak Fe_2O_3 pada 2θ $33,15^\circ$; $35,65^\circ$; 64° ; dan $64,15^\circ$ semakin tinggi sedangkan puncak CaF_2 pada 2θ 28° ; 47° ; $68,65^\circ$; dan $75,8^\circ$ semakin rendah. Hal ini menunjukkan semakin besar loading maka semakin banyak kristal Fe_2O_3 yang terdapat pada padatan.

IV. KESIMPULAN

Padatan CaF_2 dan $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaF}_2$ telah berhasil disintesis dengan metode sol-gel. Data XRD menunjukkan bahwa katalis CaF_2 memiliki struktur kubus berpusat muka dan $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{CaF}_2$ menunjukkan adanya karakteristik puncak Fe_2O_3 dan puncak CaF_2 , dimana semakin besar loading Fe intensitas puncak Fe_2O_3 semakin naik dan intensitas puncak CaF_2 semakin turun.

UCAPAN TERIMA KASIH

1. Tim Katalis yang telah banyak bekerja sama dan membantu dalam penelitian ini,
2. Laboratorium Kimia Material dan Energi, yang telah memberikan fasilitas selama dilakukan penelitian,
3. Keluarga, serta teman-teman mahasiswa Kimia ITS tahun angkatan 2008, atas semua dukungan dan bantuan yang diberikan.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Ahmad, A. L., Idrus N. F. dan Othman M. R., *Preparation of Perovskite Alumina Ceramic Membrane Using Sol-Gel Method*. Journal of Membrane Science, No. 262 (2005) 129-137.
- [2] Murwani, I. K., Kemnitz, E., Skapin, T., Nickkho-Amiry, M., dan Winfield, J. M., *Mechanistic Investigation of The Hydrodechlorination of 1,1,1,2-tetrafluorodichloroethane on Metal Fluoride-Supported Pt and Pd*. Catalysis Today: 88, 2004, 153-168.
- [3] Smallwood, I. M., *Handbook of Organic Solven Properties*. London: Arnold, A Member of The Holder Headline Group (1996).
- [4] Perego, C., dan Villa, P., *Catalyst Preparation Method*. Journal of Catalysis Today, 34, 1997, 281-305.
- [5] Neal, L. M., Daniel, H., dan Helena, E. H. W., *Effect of Nanoparticle and Porous Metal Oxide Supports on The Activity of Palladium Catalyst in The Oxidative Coupling of 4-Methylpyridine*. Journal of Molecular Catalysis A: Chemical, 307, 2009, 29-36.
- [6] Murthy, J. K., Gross, U., Rüdiger, S., dan Ünveren, E., *Synthesis and Characterization of Chromium(III)-doped Magnesium Fluoride Catalysts*. Applied Catalysis A: General, 282, 2004, 85-91.
- [7] Murwani, I. K., Scheurell, K., dan Kemnitz, E., *Liquid Phase Oxidation of Ethylbenzene on Pure and Metal Doped HS-AlF₃*. Catalysis Communications, 10, 2008, 227-231.