

SINTESIS MATERIAL BESI BERPENDUKUNG $ZnAl_2O_4$ (Fe/ $ZnAl_2O_4$) DAN KARAKTERISASINYA

Eka Angasa^{1*}, Sal Prima Yudha S¹, Evi Maryanti¹, Taupik Rahman¹

¹Jurusan Kimia FMIPA Universitas Bengkulu

ABSTRACT

The aims of this work was to synthesize $ZnAl_2O_4$ -supported iron material (Fe/ $ZnAl_2O_4$). The Fe/ $ZnAl_2O_4$ materials were prepared by impregnation of iron ions ($FeCl_3$ and $(NH_4)_2Fe(SO_4)_2$ precursors) in solution to $ZnAl_2O_4$. Characterization of products using XRD shows that diffractogram of Fe/ $ZnAl_2O_4$ formed was similar to diffractogram of Fe/ $ZnAl_2O_4$ standard. This mean that $ZnAl_2O_4$ -supported iron material has been successfully synthesized.

Keywords: *Iron, $ZnAl_2O_4$, impregnation*

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^[1]. Karena itu besi telah menjadi alternatif katalis yang ideal dalam penelitian di laboratorium maupun industri^[2]. Berpijak pada kenyataan tersebut penggunaan besi dalam bidang katalis lain masih menjadi hal yang menarik untuk dikembangkan.

Macala dkk (2008)^[3], 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)^[4], 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.

METODOLOGI

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 terbutanol.

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°C selama 6 jam. Setelah dipanaskan disimpan dalam desikator. Pasta yang telah mengering dikalsinasi pada suhu 800°C menggunakan *furnace* dan dilakukan secara bertahap selama 4 jam, 7 jam, dan 6 jam untuk mendapatkan ZnAl₂O₄. Produk hasil kalsinasi dikarakterisasi dengan XRD untuk melihat pola difraksinya.

Impregnasi besi pada penyokong ZnAl₂O₄ Impregnasi Fe²⁺ dan Fe³⁺ pada penyokong ZnAl₂O₄

Impregnasi Fe²⁺ pada penyokong ZnAl₂O₄ digunakan larutan amonium ferrosulfat dan larutan FeCl₃ untuk impregnasi Fe³⁺ pada penyokong ZnAl₂O₄. Dibuat campuran antara ZnAl₂O₄ dan larutan amonium ferrosulfat dengan perbandingan antara volume larutan amonium ferrosulfat dan massa ZnAl₂O₄ sebesar 1 : 1. 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°C selama 12. Setelah pemanasan padatan

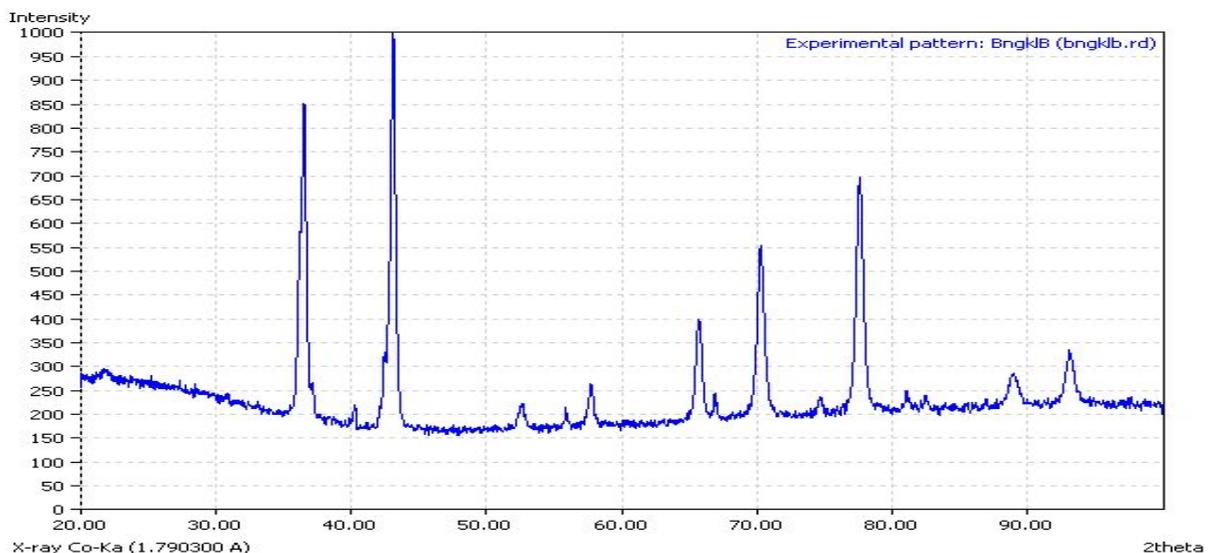
yang diperoleh dikalsinasi pada suhu 800°C selama 17 jam secara bertahap, yaitu 4, 7 dan 6 jam. Hasil yang diperoleh dikarakterisasi dengan XRD. Dengan cara yang sama dilakukan untuk impregnasi Fe³⁺ pada penyokong ZnAl₂O₄ menggunakan larutan FeCl₃.

HASIL DAN DISKUSI

Sintesis ZnAl₂O₄

Sintesis ZnAl₂O₄ pada penelitian ini dilakukan dengan cara memodifikasi metode keramik yang dikembangkan oleh Ballarini (2009). Modifikasi yang dilakukan yaitu suhu kalsinasi yang semula 900°C selama 18 jam diubah menjadi suhu kalsinasi 800°C dengan kalsinasi bertahap selama 4 jam, 7 jam dan 6 jam total waktu kalsinasi 17 jam.

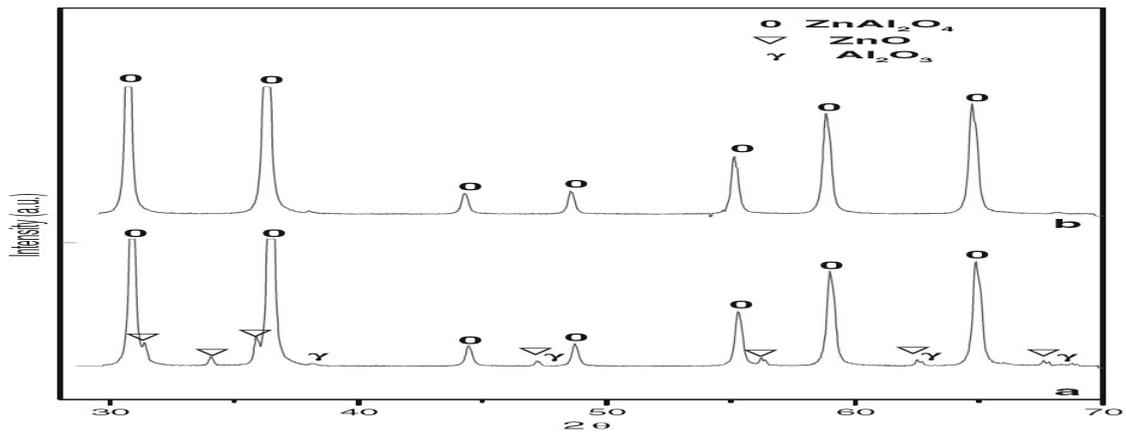
ZnAl₂O₄ yang diperoleh dikarakterisasi dengan menggunakan XRD. Difraktogram ZnAl₂O₄ ditunjukkan oleh Gambar 1.



Gambar 1. Difraktogram ZnAl₂O₄ hasil sintesis

Difraktogram ZnAl₂O₄ yang dihasilkan dari penelitian ini memiliki kemiripan dengan difraktogram ZnAl₂O₄ yang dilakukan oleh Ballarini (2009), walaupun terdapat perbedaan letak puncak-puncaknya (Gambar 2). Hal ini menunjukkan bahwa ZnAl₂O₄ telah berhasil disintesis. Perbedaan (2θ) disebabkan oleh

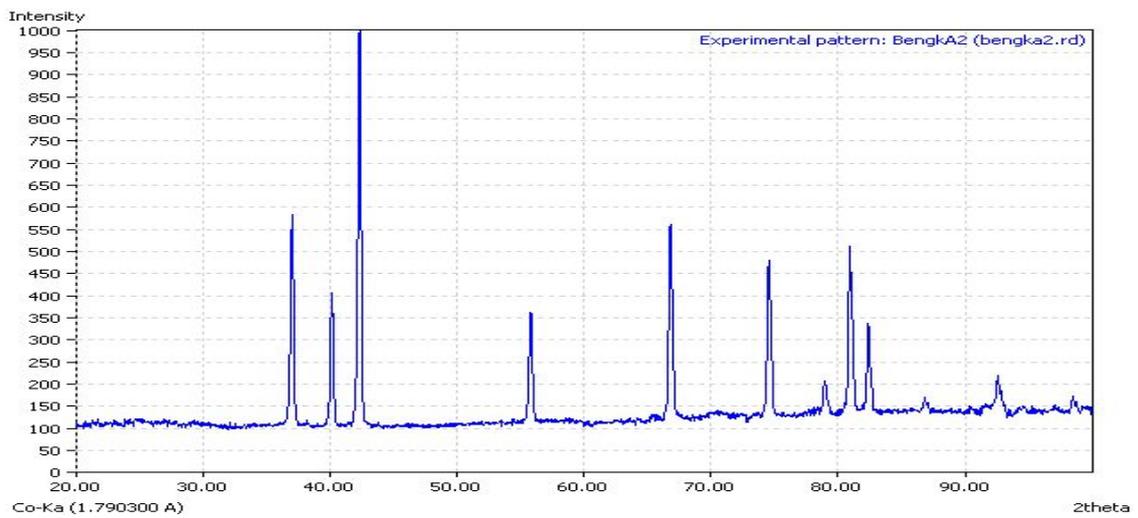
perbedaan sumber radiasi yang digunakan. Ballarini (2009), sumber radiasi digunakan CuKα=1,542 Å sedangkan pada penelitian ini digunakan CoKα = 1,790300 Å sehingga terjadi puncak-puncak yang muncul berada pada (2θ) yang berbeda.



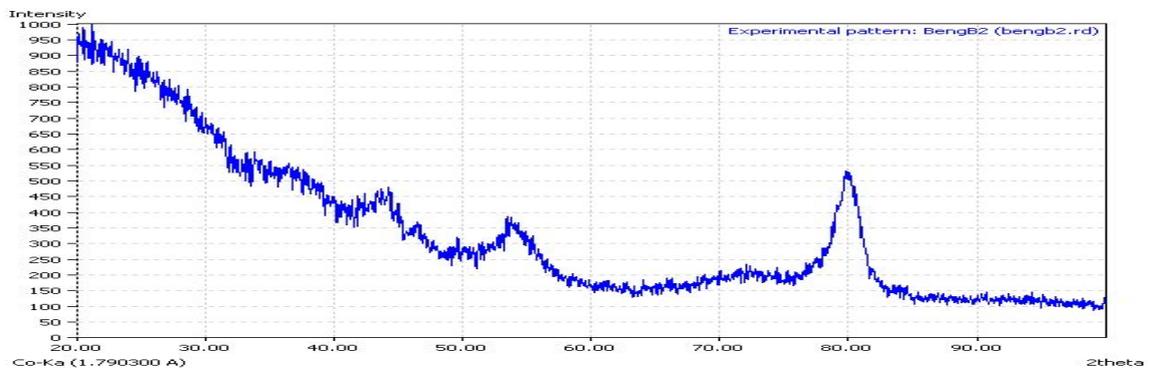
Gambar 2. Difraktogram Standar ZnAl₂O₄ (Ballarini, 2009)

Untuk memastikan bahwa hasil sintesis ZnAl₂O₄ bukanlah reaktan, maka reaktan juga dianalisa dengan menggunakan XRD. Gambar 3 menunjukkan bahwa difraktogram reaktan

(ZnO dan Al₂O₃) berbeda dengan difraktogram hasil sintesis. Hal ini menunjukkan bahwa sintesis telah berjalan dengan baik dan produk telah diperoleh sesuai dengan yang diharapkan.

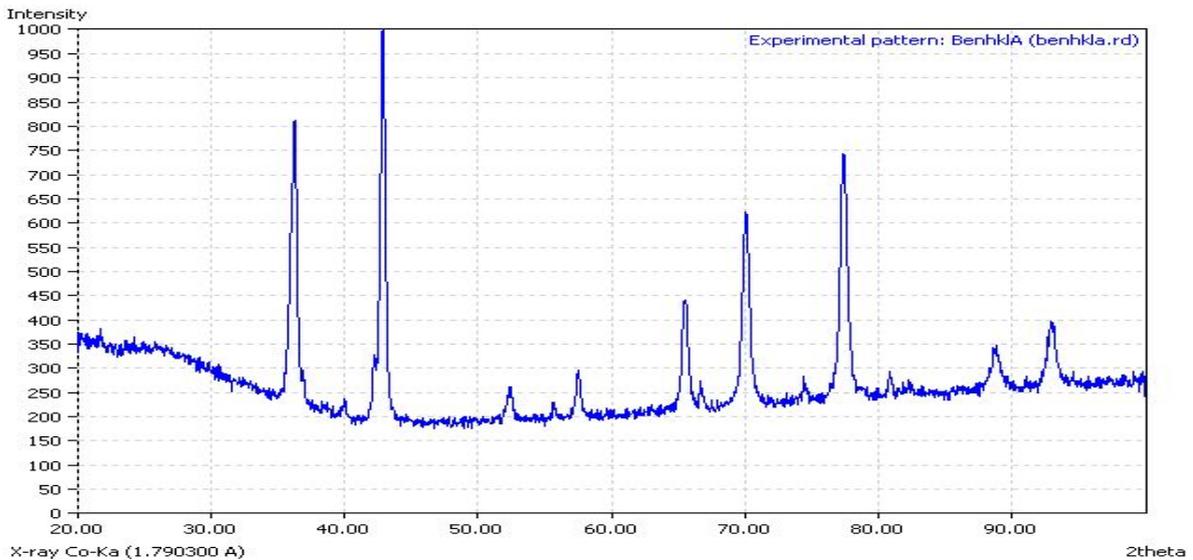


(a)

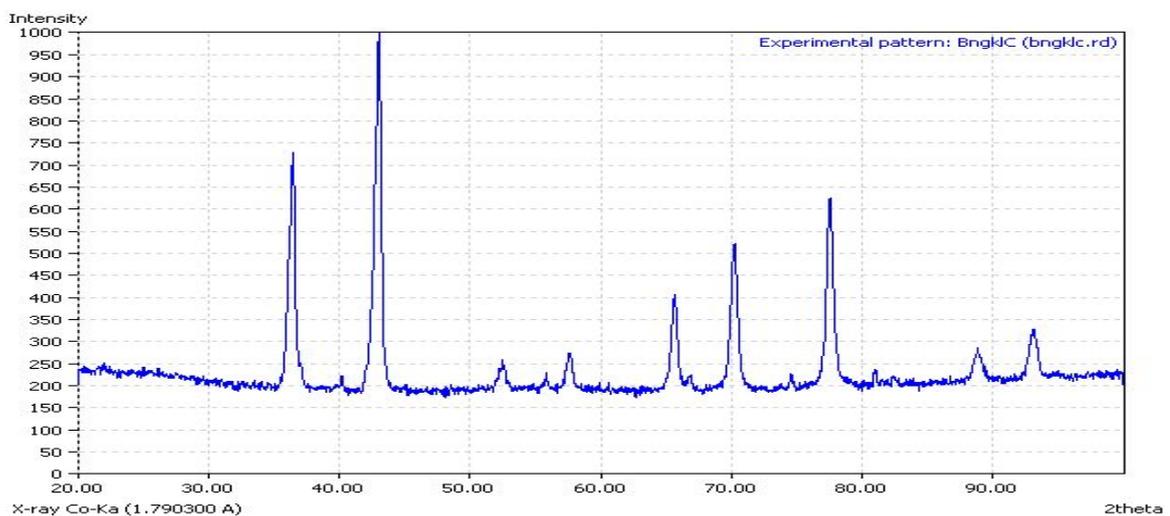


(b)

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



(a)



(b)

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

Impregnasi 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.

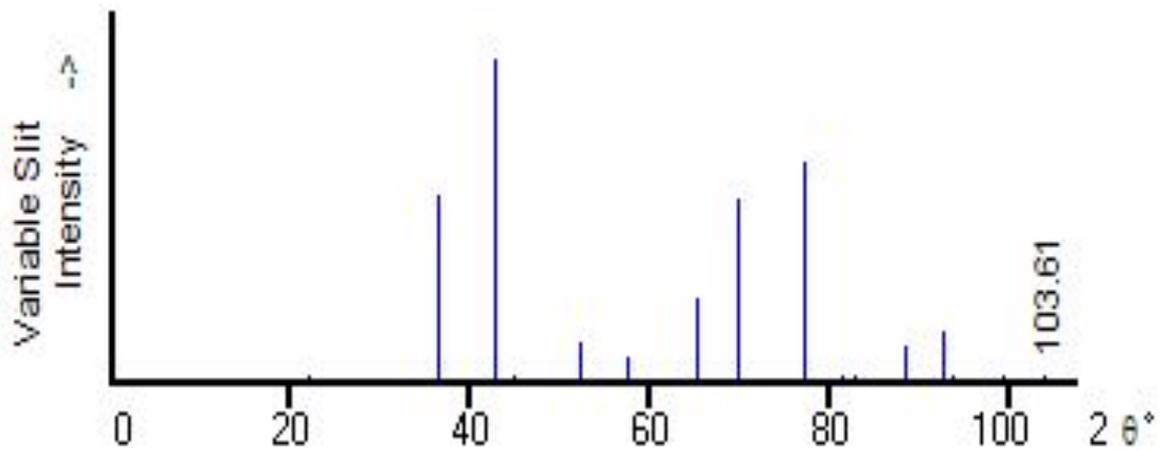
Hasil sintesis dianalisa menggunakan XRD untuk mengetahui apakah material besi berhasil diimpregnasikan ke dalam ZnAl_2O_4 . Difraktogram XRD ZnAl_2O_4 terimpregnasi Fe^{2+} dan ZnAl_2O_4 terimpregnasi Fe^{3+} ditunjukkan oleh Gambar 4.

Berdasarkan puncak-puncak yang muncul dan data standar JCPDS yang ada, standar yang paling mendekati difraktoram 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*^[51].

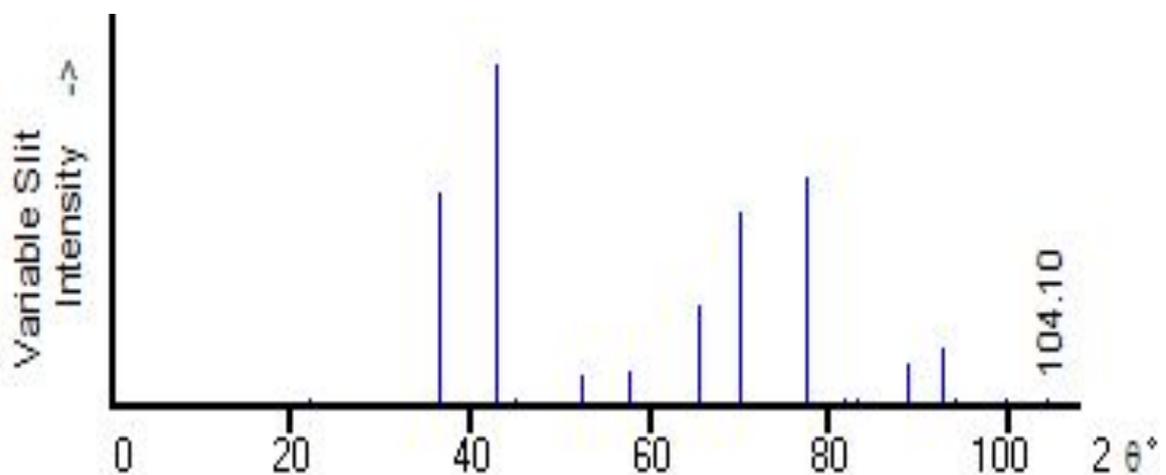
Hal ini berarti impregnasi Fe^{3+} telah berhasil disintesis. Difraktogram $(Zn_{0.399}Fe_{0.519}Al_{0.082})(Fe_{0.079}Al_{1.912}O_4)$ dapat dilihat pada Gambar 5.

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)^[6]. Ini ditandai dengan kedua difraktogram yang mirip. Ini menunjukkan bahwa impregnasi Fe^{2+} telah berhasil dilakukan meskipun terdapat modifikasi pada metode impregnasi.



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

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

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa :

1. Material besi berpendukung $ZnAl_2O_4$ telah berhasil di sintesis dengan melakukan modifikasi metode keramik yang dikembangkan oleh Ballarini (2009).
2. Impregnasi Fe^{3+} pada $ZnAl_2O_4$ menghasilkan material mendekati ($Zn_{0.399}Fe_{0.519} Al_{0.082})(Fe_{0.079}Al_{1.912}O_4)$ dengan struktur kubik dan nama mineral sintetik spinel (Zn,Fe,Al), serta nama kimia *zink iron alumunium oxide*.
3. Impregnasi Fe^{2+} pada $ZnAl_2O_4$ menghasilkan material mendekati ($Zn_{0.799}Fe_{0.172}Al_{0.029}$) ($Fe_{0.028} Al_{1.969} O_4$) dengan struktur kubik dan nama mineral sintetik spinel (Zn, Fe, Al).

Ucapan Terima Kasih/ Pengakuan

Penelitian ini dilaksanakan dengan dukungan pendanaan dari Indonesia Toray Science Foundation (ITSF) tahun 2010.

DAFTAR PUSTAKA

1. Bolm, C. Legros, J. Le Paih, J. and Zani, L. *Chem. Rev.*, 104: 6217-6254, (2004).
2. Michaelis, David J. Iron As A Powerfull Catalysts for transition Metal Catalyzed Reactions, http://www.organicdivision.org/ama/orig/Fellowship/2008_2009_Awardees/Essays/Michaelis.pdf, 01/6/2010.
3. Macala, Gerald.S, W.R. Andrew, L.J. Charles, B.D. Zachary, S.L. Roberts, G.W. Mark, V.I. Alexel, and C.F. Peter, Transesterification Catalyts from Iron Dopped Hydrotalcite-like Precursors: Solid Bases for Biodiesel Production, *Catal lett.*, 122: 205-209, (2008).
4. Ballarini, A.D, A.B. Sonia, A.C. Alberto, R.D.M. Sergio, and A.S. Osvaldo, Characterization of $ZnAl_2O_4$ obtained by Different Methods and Used as Catalytic Support of Pt, *Catal lett.*, 129: 293-302, (2009).
5. PCPDFWIN Version 20.1 Database, JCPDS-International Center of Diffraction Data, Newtown Square. 82-1583, (1997).
6. PCPDFWIN Version 20.1 Database, JCPDS-International Center of Diffraction Data, Newtown Square. 82-1581, (1997).