

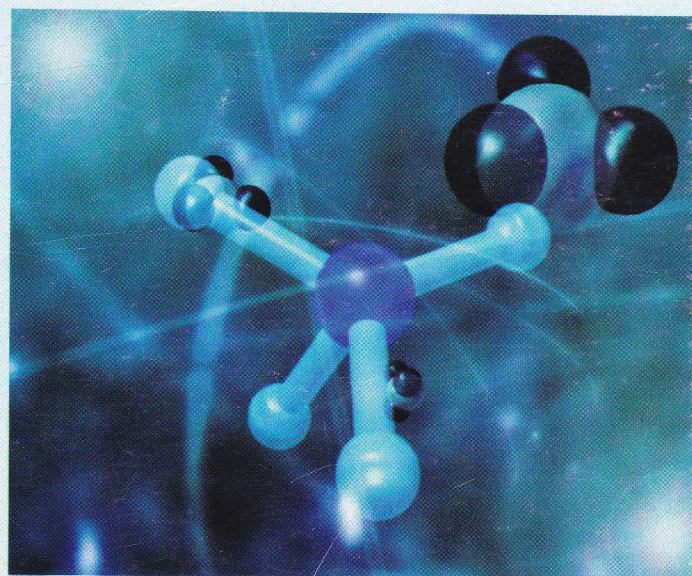
ISSN : 1978-628X

Volume 4 No. 2

Maret 2011

Jurnal

# Riset Kimia



Diterbitkan oleh Jurusan Kimia Universitas Andalas bekerjasama dengan Himpunan Kimia Indonesia Cabang Sumatera Barat

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

Eka Angasa<sup>1\*</sup>, Sal Prima Yudha S<sup>1</sup>, Evi Maryanti<sup>1</sup>, Taupik Rahman<sup>1</sup>  
<sup>1</sup>Jurusan 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<sup>[1]</sup>. Karena itu besi telah menjadi alternatif katalis yang ideal dalam penelitian di laboratorium maupun industri<sup>[2]</sup>. Berpijak pada kenyataan tersebut penggunaan besi dalam bidang katalis lain masih menjadi hal yang menarik untuk dikembangkan.

Macala dkk (2008)<sup>[3]</sup>, 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)<sup>[4]</sup>, 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  $110^\circ C$  selama 6 jam. Setelah

dipernahkan 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  $ZnAl_2O_4$ . 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 volume larutan amonium ferrosulfat dan massa  $ZnAl_2O_4$  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 100°C selama 12. Setelah pemanasan padatan

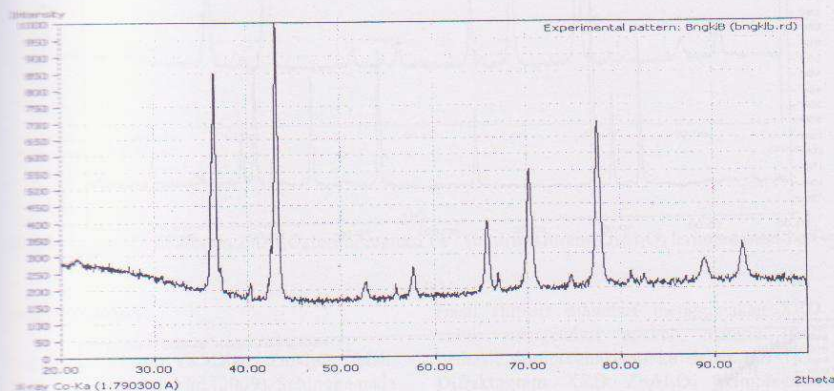
yang diperoleh dikalsinasi pada suhu 800°C selama 17 jam secara bertahap, yaitu 4, 7 dan 6 jam. Hasil yang diperoleh dikarakterisasi dengan XRD. Dengan cara yang sama dilakukan untuk impregnasi  $Fe^{3+}$  pada penyokong  $ZnAl_2O_4$  menggunakan larutan  $FeCl_3$ .

## HASIL DAN DISKUSI

### 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°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.

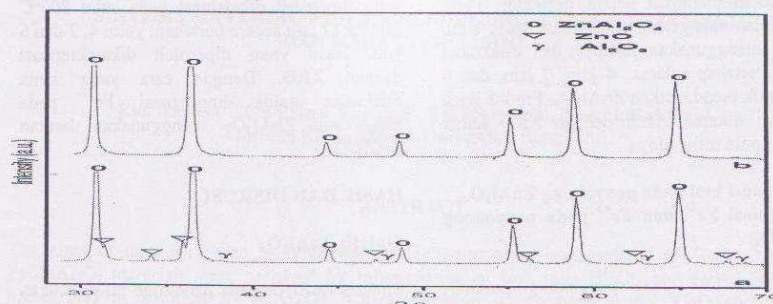
$ZnAl_2O_4$  yang diperoleh dikarakterisasi dengan menggunakan XRD. Difraktogram  $ZnAl_2O_4$  ditunjukkan oleh Gambar 1.



Gambar 1. Difraktogram  $ZnAl_2O_4$  hasil sintesis

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  $ZnAl_2O_4$  telah berhasil disintesis. Perbedaan ( $2\theta$ ) disebabkan oleh

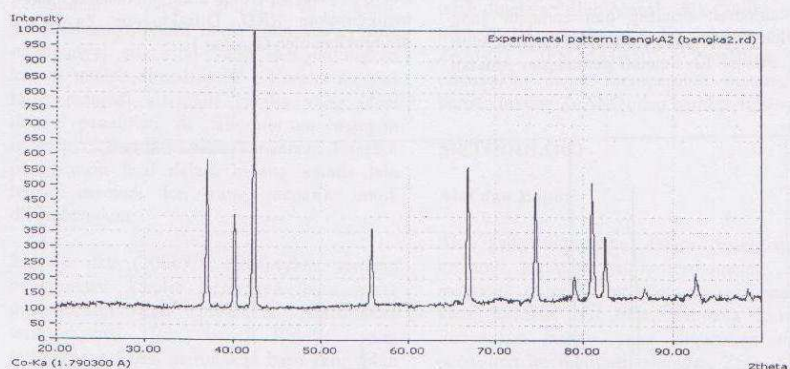
perbedaan sumber radiasi yang digunakan. Ballarini (2009), sumber radiasi digunakan  $CuK\alpha=1,542 \text{ \AA}$  sedangkan pada penelitian ini digunakan  $CoK\alpha = 1,790300 \text{ \AA}$  sehingga terjadi puncak-puncak yang muncul berada pada ( $2\theta$ ) yang berbeda.



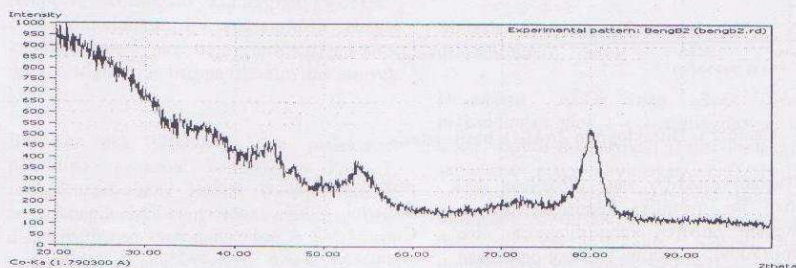
Gambar 2. Difraktogram Standar  $ZnAl_2O_4$  (Ballarini, 2009)

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.

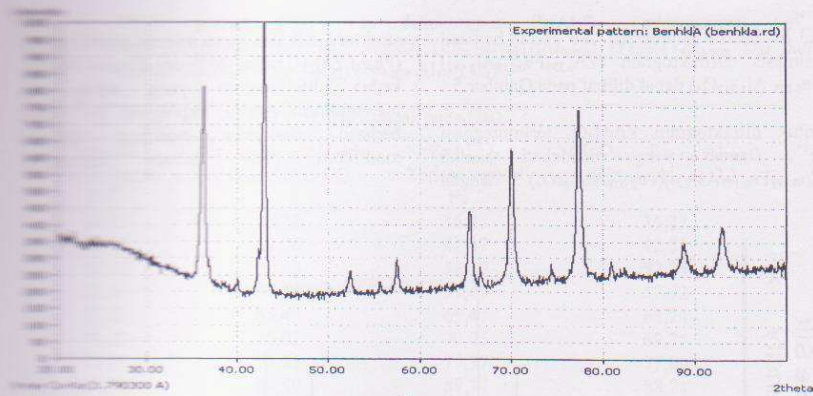


(a)

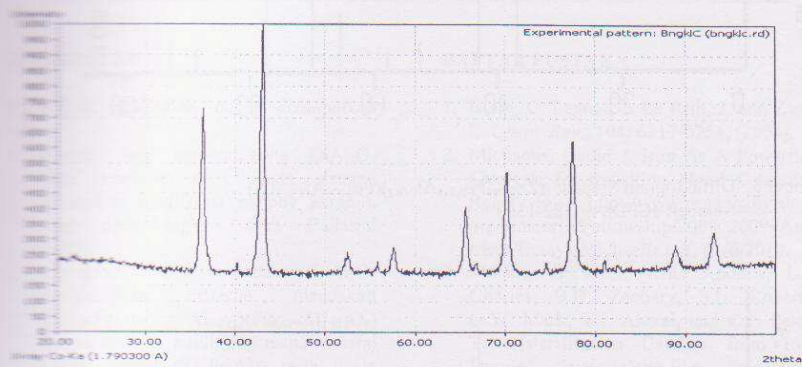


(b)

Gambar 3. Difraktogram reaktan (a). Difraktogram  $ZnO$  (b). Difraktogram  $Al_2O_3$



(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.

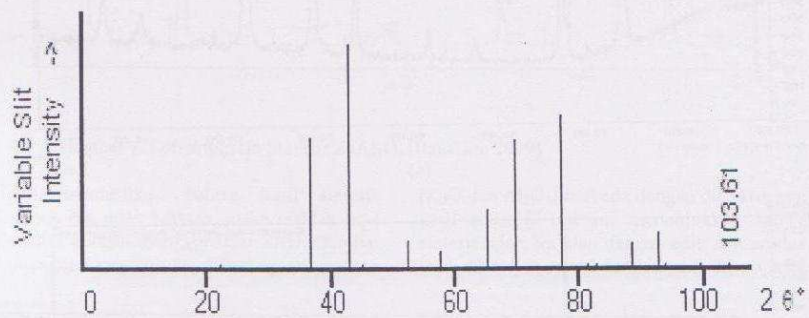
Hasil sintesis dianalisa menggunakan XRD untuk mengetahui apakah material besi berhasil diimpregnasikan ke dalam  $ZnAl_2O_4$ . Difraktogram XRD  $ZnAl_2O_4$  terimpregnasi  $Fe^{2+}$  dan  $ZnAl_2O_4$  terimpregnasi  $Fe^{3+}$  ditunjukkan oleh Gambar 4.

Berdasarkan puncak-puncak yang muncul dan data standar JCPDS yang ada, standar yang paling mendekati difraktoram  $ZnAl_2O_4$  terimpregnasi  $Fe^{3+}$  ialah  $(Zn_{0,399}Fe_{0,519}Al_{0,082})(Fe_{0,079}Al_{1,912}O_4)$  dengan struktur kubik dan nama mineral sintetis spinel (Zn,Fe,Al), serta nama kimia zink iron aluminium oksida<sup>15</sup>.

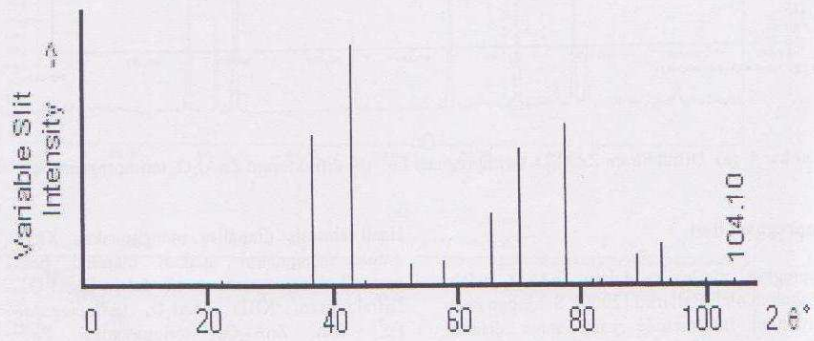
Hal ini berarti impregnasi  $Fe^{3+}$  telah berhasil disintesis. Difraktogram  $(Zn_{0.399}Fe_{0.519}Al_{0.082})(Fe_{0.079}Al_{1.912}O_4)$  dapat dilihat pada Gambar 5.

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)<sup>[6]</sup>. 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 (2 $\theta$ ) pada difraktogram ZnAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> Terimpregnasi Fe<sup>2+</sup>, ZnAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> Terimpregnasi Fe<sup>3+</sup>, standar (Zn<sub>0,799</sub>Fe<sub>0,172</sub>Al<sub>0,029</sub>) (Fe<sub>0,028</sub>Al<sub>1,969</sub>O<sub>4</sub>) dan standar (Zn<sub>0,399</sub>Fe<sub>0,519</sub>Al<sub>0,082</sub>) (Fe<sub>0,079</sub>Al<sub>1,912</sub>O<sub>4</sub>)

Letak Puncak pada (2 $\theta$ )			
ZnAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub> Terimpregnasi Fe <sup>2+</sup>	(Zn <sub>0,799</sub> Fe <sub>0,172</sub> Al <sub>0,029</sub> ) (Fe <sub>0,028</sub> Al <sub>1,969</sub> O <sub>4</sub> )	ZnAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub> Terimpregnasi Fe <sup>3+</sup>	(Zn <sub>0,399</sub> Fe <sub>0,519</sub> Al <sub>0,082</sub> ) (Fe <sub>0,079</sub> Al <sub>1,912</sub> O <sub>4</sub> )
36,45	36,39	36,27	36,27
42,05	42,96	42,87	42,81
52,49	52,42	52,39	52,23
57,60	57,54	57,49	57,32
65,65	65,49	65,47	65,24
70,25	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<sub>2</sub>O<sub>4</sub> telah berhasil di sintesis dengan melakukan modifikasi metode keramik yang dikembangkan oleh Ballarini (2009).
2. Impregnasi Fe<sup>3+</sup> pada ZnAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> menghasilkan material mendekati (Zn<sub>0,399</sub>Fe<sub>0,519</sub>Al<sub>0,082</sub>)(Fe<sub>0,079</sub>Al<sub>1,912</sub>O<sub>4</sub>) dengan struktur kubik dan nama mineral sintetik spinel (Zn,Fe,Al), serta nama kimia *zinc iron aluminium oxide*.
3. Impregnasi Fe<sup>2+</sup> pada ZnAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> menghasilkan material mendekati (Zn<sub>0,799</sub>Fe<sub>0,172</sub>Al<sub>0,029</sub>)(Fe<sub>0,028</sub>Al<sub>1,969</sub>O<sub>4</sub>) 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 Pailh, 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](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<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 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).