

# Pengaruh *Doping* Zn pada $MgF_{1,985}(OH)_{0,015}$ terhadap Difraktogram $Mg_{1-x}Zn_xF_{1,985}(OH)_{0,015}$

Ummi Nazhiroh dan Irmira Kris Murwani

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

*e-mail*: irmina@chem.its.ac.id

**Abstrak**—Pada penelitian ini dilakukan sintesis padatan  $Mg_{1-x}Zn_xF_{1,985}(OH)_{0,015}$  dengan variasi doping sebesar  $x=0; 0,025; 0,05; 0,075; 0,1$  dan  $0,15$  mol. Sintesis padatan dilakukan dengan metode sol-gel. Struktur padatan dikarakterisasi dengan difraksi sinar-X. Difraktogram hasil sintesis menunjukkan bahwa padatan  $Mg_{1-x}Zn_xF_{1,985}(OH)_{0,015}$  memiliki struktur kristal yang sama dengan  $MgF_2$  standar yang merupakan tetragonal. Difraktogram katalis  $Mg_{1-x}Zn_xF_{1,985}(OH)_{0,015}$  menunjukkan adanya pengaruh doping Zn terhadap  $MgF_{1,985}(OH)_{0,015}$  yang ditandai dengan bergesernya  $2\theta$  pada puncak yang sama dengan padatan  $MgF_{1,985}(OH)_{0,015}$ . Ditemukan doping Zn berpengaruh dari  $2\theta$  puncak padatan  $Mg_{1-x}Zn_xF_{1,985}(OH)_{0,015}$ . Semakin banyak Zn yang didoping,  $2\theta$  semakin bergeser ke nilai yang lebih besar.

**Kata Kunci**—Difraksi sinar-X, Sol-Gel,  $MgF_{1,985}(OH)_{0,015}$ .

## I. PENDAHULUAN

LOGAM Zn merupakan salah satu logam yang memiliki keasaman yang tinggi dan stabilitas termal yang baik. Beberapa katalis dari logam Zn sudah dikembangkan [1].  $MgF_{2-x}(OH)_x$  yang disintesis dengan dengan metode sol gel [2] juga merupakan katalis asam heterogen yang memiliki stabilitas termal yang tinggi tetapi keasaman yang dimiliki rendah [3], sehingga perlu ditambahkan spesi untuk meningkatkan keasamannya. Adanya kedua hal tersebut maka dapat dilakukan penambahan Zn dalam  $MgF_{2-x}(OH)_x$ . Salah satu cara penambahan adalah dengan doping. *Doping* adalah proses penambahan zat dalam senyawa kimia digunakan dengan perbandingan komposisi tertentu untuk meningkatkan aktivitas dari senyawa tersebut [4]. Melalui doping dengan logam lain keasaman yang dimiliki oleh suatu logam fluorida akan naik [5]. Variasi *doping* logam Zn pada  $MgF_{1,985}(OH)_{0,015}$  dilakukan untuk mengetahui jumlah optimum *doping* logam sebagai padatan katalis.

Teknik karakterisasi yang dilakukan pada padatan katalis adalah difraksi sinar X (XRD). Dari XRD dapat diketahui struktur kristal pada padatan ukuran kristal, konstanta kisi dan kristalinitas yang terbentuk [6].

## II. URAIAN PENELITIAN

### A. Alat dan Bahan

#### 1) Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu labu leher tiga, gelas piala, labu ukur, spatula, seperangkat alat refluks, pompa vakum, *magnetic stirrer*, dan peralatan lainnya yang terbuat dari polietilen. Instrumen yang digunakan adalah X-ray Diffraction X<sup>3</sup>pert Philips.

#### 2) Alat dan Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah *zinc* asetat dihidrat ( $Zn(CH_3COOH)_2 \cdot 2H_2O$ ) (Merck, 99,9%), logam Mg turning (Sigma Aldrich, 99,98%), asam fluorida (Merck, 48%), metanol (Merck, 99,9%), gliserol (Sigma Aldrich, 99%), asam asetat (Merck, 100%), triasetil gliserol (TAG) (Sigma Aldrich, 99,5%).

### B. Prosedur Kerja

#### 1) Sintesis Padatan $Mg_{1-x}Zn_xF_{1,985}(OH)_{0,015}$

Sintesis padatan  $MgF_{1,985}(OH)_{0,015}$  dilakukan dengan metode sol gel. Tahapan sintesis diawali dengan mereaksikan Mg turning dengan metanol dalam kondisi refluks hingga terbentuk magnesium metoksida. Larutan Zn ditambahkan sedikit demi sedikit sambil diaduk. Jumlah penambahan logam Zn sesuai dengan kebutuhan variasi x dalam  $Mg_{1-x}Zn_xF_{1,985}(OH)_{0,015}$ . Magnesium metoksida ditambahkan HF 48% hingga terbentuk gel. Gel yang diperoleh kemudian diperam pada suhu kamar hingga stabil, selanjutnya didekantasi. Gel yang diperoleh selanjutnya dicuci, dikeringkan dan dikalsinasi pada suhu 325°C.

### C. Karakterisasi Padatan

Padatan yang diperoleh yaitu  $Mg_{1-x}Zn_xF_{1,985}(OH)_{0,015}$  dikarakterisasi strukturnya dengan difraktometer sinar-X. Sebelum dilakukan karakterisasi, padatan digerus hingga halus. Pengukuran dilakukan pada  $2\theta$  sebesar 20-50° dengan interval 0,05°. Sumber sinar yang digunakan adalah radiasi sinar CuK $\alpha$  dengan panjang gelombang 1,54 Å. Difraktogram sinar-X yang diperoleh dibandingkan dengan standar dari program PCPDFWIN *database JCPDS-International Centre for Diffraction Data* Tahun 2001.

## III. HASIL DAN DISKUSI

### A. Sintesis dan Karakterisasi Padatan $MgF_{1,985}(OH)_{0,015}$

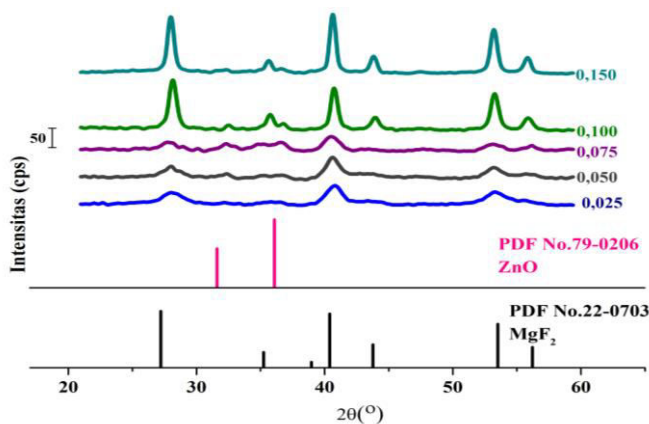
Pada penelitian kali ini dilakukan sintesis padatan  $Mg_{1-x}Zn_xF_{1,985}(OH)_{0,015}$  yang diadopsi dari penelitian yang telah dilakukan oleh Wuttke dkk, pada tahun 2008 dalam sintesis  $MgF_{2-x}(OH)_x$  [7]. Metode yang digunakan dalam sintesis padatan ini adalah sol-gel. Padatan disintesis dengan metode sol-gel yang memiliki kelebihan diantaranya adalah padatan hasil sintesis memiliki tingkat homogenitas yang lebih tinggi, volume pori dan luas permukaan yang besar, serta distribusi ukuran pori yang merata [8].

Proses sintesis pada penelitian ini diawali dengan reaksi antara Mg turning dengan metanol. Mg Turning disini berfungsi sebagai sumber kation  $Mg^{2+}$  sedangkan metanol

berfungsi sebagai pelarut. Pemilihan pelarut merupakan bagian yang penting dalam proses sintesis [5] Pada penelitian ini dipilih metanol sebagai pelarut. Saat magnesium bereaksi dengan metanol, akan menghasilkan emulsi putih yang merupakan indikasi terbentuknya  $Mg(OCH_3)_2$ .

Selanjutnya dilakukan penambahan HF sedikit demi dan diaduk dengan bantuan *magnetic stirrer* hingga terbentuk sol. Larutan HF berperan sebagai sumber anion  $F^-$ . Dalam tahap ini terjadi kompetisi antara reaksi fluorolisis dan hidrolisis pada logam alkoksida [9]. Sol yang didapat lalu diperam sampai terbentuk gel stabil dan dikeringkan hingga didapatkan padatan putih. Padatan putih ini kemudian digerus dan dikalsinasi pada suhu  $325^\circ C$ .

Padatan katalis yang didapat dikarakterisasi dengan difraktogram Sinar-X (XRD) untuk mengetahui struktur kristalnya. Difraktogram hasil karakterisasi padatan  $Mg_{1-x}Zn_xF_{1,985}(OH)_{0,015}$  kemudian dicocokkan dengan *database JCPDS International Centre for Diffraction Data* Tahun 2001 dengan program PCPDFWIN seperti Gambar 4.1. Database yang digunakan untuk pencocokan adalah  $MgF_2$  (PDF no. 06-0290) dan  $ZnO$  (PDF no 79-0206).



Gambar 1. Difraktogram  $Mg_{1-x}Zn_xF_{1,985}(OH)_{0,015}$ ; database  $ZnO$ ; database  $MgF_2$ .

Pencocokan difraktogram menunjukkan bahwa hasil sintesis katalis  $Mg_{1-x}Zn_xF_{1,985}(OH)_{0,015}$  memiliki kecocokan yang tinggi dengan database  $MgF_2$  (PDF No. 06-0290). Indikasi kecocokan terjadi pada puncak  $2\theta = 27,206; 35,234; 40,394; 43,757; 53,510$  dan  $56,212^\circ$ . Selain itu, difraktogram juga dicocokkan dengan database  $ZnO$ . Hasil pencocokkan dengan database ditemukan puncak yang sama dengan database  $ZnO$  (PDF no. 79-0206) pada padatan  $Mg_{0,925}Zn_{0,075}F_{1,985}(OH)_{0,015}$ ,  $Mg_{0,900}Zn_{0,1}F_{1,985}(OH)_{0,015}$  dan  $Mg_{0,850}Zn_{0,150}F_{1,985}(OH)_{0,015}$ . Hal ini menunjukkan doping optimum pada  $Mg_{0,950}Zn_{0,050}F_{1,985}(OH)_{0,015}$ . Pada difraktogram juga ditemukan adanya pergeseran  $2\theta$  yang diakibatkan oleh proses doping logam Zn. Nilai pergeseran  $2\theta$  dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1.  
Data pergeseran  $2\theta$  ( $^\circ$ )

$2\theta$ ( $^\circ$ )	Nilai x pada katalis $Mg_{1-x}Zn_xF_{1,985}(OH)_{0,015}$					
	0	0,025	0,05	0,75	0,1	0,15
27,21	27,21	27,30	27,30	27,40	27,45	27,45
40,39	40,39	40,40	40,40	40,50	40,55	40,60
53,51	53,51	53,60	53,60	53,75	53,75	53,80

Hal ini sesuai dengan laporan Iradatullah dan Murwani pada tahun 2015 dimana *doping* logam pada katalis dapat menimbulkan pergeseran  $2\theta$ , sehingga dapat dipastikan bahwa *doping* logam Zn telah berhasil dilakukan pada kerangka katalis  $MgF_{1,985}(OH)_{0,015}$  tanpa mengubah struktur kristal induknya [10].

#### IV. KESIMPULAN

Padatan  $Mg_{1-x}Zn_xF_{1,985}(OH)_{0,015}$  ( $x = 0; 0.025; 0.05; 0.1$  dan  $0.15$ ) telah berhasil disintesis dengan metode sol-gel. Hasil difraktogram menunjukkan bahwa padatan  $Mg_{1-x}Zn_xF_{1,985}(OH)_{0,015}$  memiliki kemiripan struktur kristal dengan  $MgF_2$  yaitu tetragonal. Pengaruh *doping* logam Zn dapat dilihat dari terjadinya pergeseran  $2\theta$  terhadap puncak  $MgF_2$  pada  $2\theta = 27,21^\circ; 40,39^\circ; 53,51^\circ$ . Semakin banyak Zn yang didoping,  $2\theta$  semakin bergeser ke nilai yang lebih besar.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] J. P. Y. Djawa, A. Rosyidah, H. Setyawati, and I. K. Murwani, "Synthesis and Characterization of Zn doped magnesium hydroxyfluoride,  $Mg_{1-x}Zn_xFOH$ ," in *The 2016 Conference on Fundamental and Applied Science for Advanced Technology (ConFAST 2016)*, 2016.
- [2] I. K. Murwani and K. K. E. Scheurell, "Liquid Phase Oxidation of Ethylbenzene on Pure and Metal Doped HS- $AlF_3$ ," *Catal. Commun.*, vol. 10, pp. 227–231, 2008.
- [3] Q. A'yuni, "Sintesis Katalis  $MgF_2$  Metode Sol-Gel dengan Gelating Agent Etanol dan Etilen Glikol serta Kinerjanya pada Reaksi Asetilasi Gliserol," Institut Teknologi Sepuluh Nopember, 2015.
- [4] W. Wang, P. Liu, M. Zhang, J. Hu, and F. Xing, "The Pore Structure of Phosphoaluminate Cement," *J. Compos. Mater.*, vol. 2, pp. 104–112, 2012.
- [5] J. K. Murthy, U. Groß, S. Rüdiger, and E. Kemnitz, "Fe $F_3$ /Mg $F_2$ : Novel Lewis Acidic Catalyst System," *Appl. Catal.*, vol. 278, pp. 133–138, 2004.
- [6] B. D. Cullity, *Elements of X Ray Diffraction*. USA: Addison-Wesley Publishing Company, Inc, 1956.
- [7] S. Wuttke and et al, "Novel Sol-Gel Synthesis of Acidic  $MgF_2-x(OH)_x$  Materials," *Chem. – Eur. J.*, vol. 14, no. 36, pp. 11488–11499, 2008.
- [8] C. Perego and P. Villa, "Catalyst preparation methods," *Catal. Today*, vol. 34, no. 3, pp. 281–305, 1997.
- [9] V. R. Acham, A. V. Biradar, M K. Dongare, E. Kemnitz, and U. S.B., "Palladium Nanoparticles Supported on Magnesium Hydroxide Fluorides: A Selective Catalyst for Olefin Hydrogenation," *Chem. Catal. Chem.*, vol. 6, pp. 3182–3191, 2014.
- [10] F. Iradatullah and I. . Murwani, "Pembentukan  $Mg_{1-x}Ni_xF_2$  melalui Doping Logam Ni dalam  $MgF_2$ ," Institut Teknologi Sepuluh Nopember, 2015.