

Difraktogram *Doping* Logam Zn dalam MgF_2

Rizkia Fitri Radityo dan Irmira 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 dilakukan sintesis padatan katalis $Mg_{1-x}Zn_xF_2$ ($x = 0,025; 0,05; 0,075; 0,1$ dan $0,15$) melalui metode sol-gel dan karakterisasi struktur padatan dengan difraksi sinar-X. Difraktogram katalis $Mg_{1-x}Zn_xF_2$ menunjukkan bahwa katalis $Mg_{1-x}Zn_xF_2$ memiliki struktur kristal MgF_2 dengan sistem kristal tetragonal. Difraktogram padatan $Mg_{1-x}Zn_xF_2$ menunjukkan adanya pengaruh *doping* logam Zn terhadap intensitas puncak dan adanya kapasitas *doping* pada MgF_2 yang ditandai bergesernya 2θ pada puncak yang sama dengan MgF_2 .

Kata Kunci— MgF_2 , *Doping*, Difraksi sinar-X

I. PENDAHULUAN

KATALIS MgF_2 merupakan salah satu katalis yang memiliki sifat asam dan stabilitas termal yang baik [1]. Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) bertujuan untuk menentukan sifat kristal atau kristalinitas dari suatu padatan. XRD menjadi teknik yang cukup handal dan mendasar untuk mengevaluasi sifat-sifat fasa kristal dan ukuran kristal [2].

Metode sol-gel merupakan metode yang tepat untuk sintesis katalis dan memiliki beberapa keunggulan yaitu lebih mudah dalam mengontrol ukuran pori, volume pori dan distribusi ukuran pori dari suatu katalis [3]. *Doping* merupakan salah satu proses sintesis yang dilakukan dengan cara mencampurkan secara langsung prekursor yang digunakan dengan perbandingan komposisi tertentu yang bertujuan untuk mempengaruhi kisi dan struktur katalis [4]. Melalui metode sol-gel, dengan proses *doping* penyebaran sisi aktif logam dapat ditingkatkan. *Doping* logam Zn pada MgF_2 diharapkan dapat menghasilkan luas permukaan yang lebih besar. Variasi *doping* logam Zn pada MgF_2 dilakukan untuk mengetahui jumlah optimum *doping* logam sebagai padatan katalis.

II. METODOLOGI PENELITIAN

A. Sintesis Katalis ZnO

Sintesis katalis ZnO diawali dari pelarutan $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ dalam aquades lalu dikeringkan dengan oven dan dikalsinasi pada suhu $400^\circ C$ selama 4 jam.

B. Sintesis Katalis $Mg_{1-x}Zn_xF_2$

Tahapan sintesis katalis ZnO diawali dari dengan cara mereaksikan secara stoikiometri $Mg(NO_3)_2 \cdot 2H_2O$, $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ dengan HF hingga terbentuk sol. Gel yang diperoleh diperam (*diaging*) lalu disaring dan dicuci

dengan aquades. Gel yang telah dicuci kemudian dikeringkan dengan oven dan dikalsinasi pada suhu $400^\circ C$.

C. Karakterisasi Struktur dengan X-Ray Diffraction

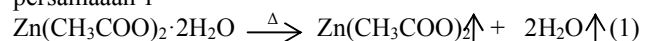
Padatan yang diperoleh berupa ZnO dan $Mg_{1-x}Zn_xF_2$ dikarakterisasi strukturnya dengan difraktometer sinar-X. Sebelum dilakukan karakterisasi, serbuk katalis ditumbuk hingga halus dengan menggunakan mortar agat. Pengukuran dilakukan pada 2θ sebesar $20-80^\circ$ pada interval 0.05° dengan sumber sinar yang digunakan adalah radiasi sinar CuK α dengan panjang gelombang $1,54056 \text{ \AA}$. Difraktogram sinar-X yang diperoleh dibandingkan dengan standar dari program PCPDFWIN *database JCPDS-International Centre for Diffraction Data* Tahun 2001 untuk mengetahui apakah katalis yang terbentuk telah murni atau masih terdapat prekursor lain yang mungkin terbentuk.

III. HASIL DAN DISKUSI

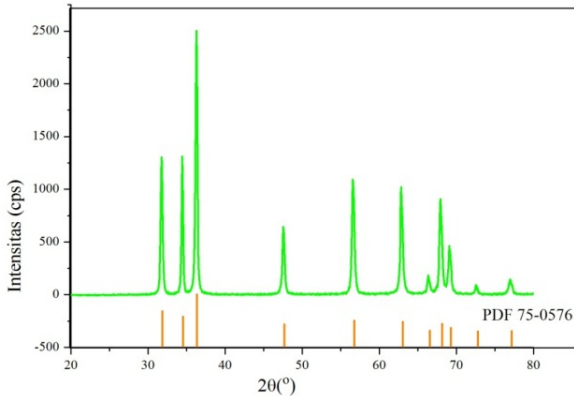
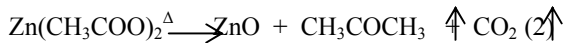
A. Katalis ZnO

Katalis ZnO dalam penelitian ini diperoleh melalui proses pengeringan larutan $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ dalam aquades dengan oven hingga padatan mengering kemudian dikalsinasi. Setelah dikalsinasi, padatan putih dikarakterisasi dengan difraktogram sinar X (XRD). Difraktogram padatan memiliki puncak pada 2θ $31,78; 34,44; 36,27$ dan $56,62^\circ$ yang selanjutnya dicocokkan dengan *database JCPDS-International Centre for Diffraction Data* tahun 2001. Hasil pencocokan bahwa ZnO hasil sintesis memiliki kecocokan dengan PDF No. 75-0576 yaitu ZnO dengan sistem kristal heksagonal. Hasil difraktogram juga dicocokkan dengan database $ZnCO_3$ dan prekursor $Zn(CH_3COO)_2$ karena apabila saat kalsinasi tidak sempurna maka kemungkinan besar terbentuk zat lain saat proses kalsinasi. Hasil pencocokan menunjukkan bahwa tidak muncul puncak khas dari $ZnCO_3$ dan $Zn(CH_3COO)_2$. Hasil pencocokan menunjukkan bahwa proses sintesis katalis ZnO hanya terbentuk ZnO berfasa tunggal. Hasil karakterisasi berupa difraktogram ditampilkan pada Gambar 1.

Menurut penelitian yang telah dilakukan oleh Lin dan Li [5] bahwa proses termal dari $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ meliputi proses evaporasi, dehidrasi dan dekomposisi proses pembentukan ZnO. Pada suhu $100^\circ C$ molekul air mulai terlepas seperti pada persamaan 1



Kemudian terbentuk gas CO₂ dan aseton saat suhu mencapai 200°C dan produk yang terbentuk mencapai konsentrasi paling tinggi pada suhu 270°C seperti pada persamaan 2



Gambar. 1. Difraktogram Katalis ZnO

B. Padatan Mg_{1-x}Zn_xF₂

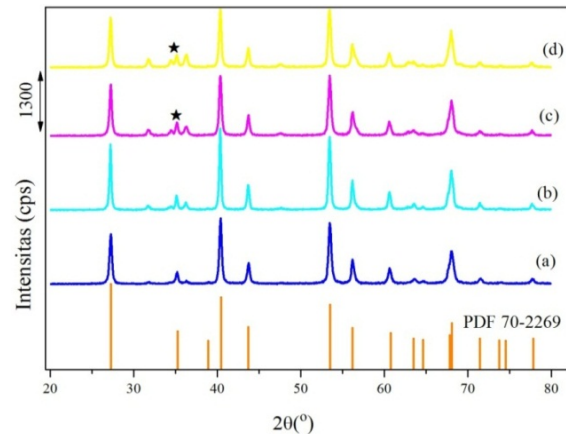
Padatan hasil sintesis ini nantinya akan diaplikasikan sebagai katalis padat. Oleh karena itu, dilakukan cara agar aktivitas padatan sebagai katalis dapat meningkat. Pada penelitian ini dilakukan sintesis padatan *doping*. Menurut El-Shobaky dkk [6] dan Murthy [7] metode *doping* dapat mempengaruhi luas permukaan suatu katalis. Oleh karena itu dalam penelitian ini disintesis katalis Mg_{1-x}Zn_xF₂ yang bertujuan untuk mengetahui pengaruh variasi *doping* logam Fe terhadap aktivitas katalis. Zn digunakan sebagai logam dopan karena logam Zn memiliki sifat sebagai asam Lewis [8]. Metode sintesis katalis Mg_{1-x}Zn_xF₂ dengan variasi jumlah mol x = 0.025; 0.05; 0.075; 0.1 dan 0.15 dengan metode sol-gel karena hasil metode sol-gel memiliki homogenitas sangat baik [3]. Gel dikeringkan dan dikalsinasi pada suhu 400°C selama 4 jam supaya zat selain Mg_{1-x}Zn_xF₂ terdekomposisi. Hasil kalsinasi ditampilkan pada gambar 2



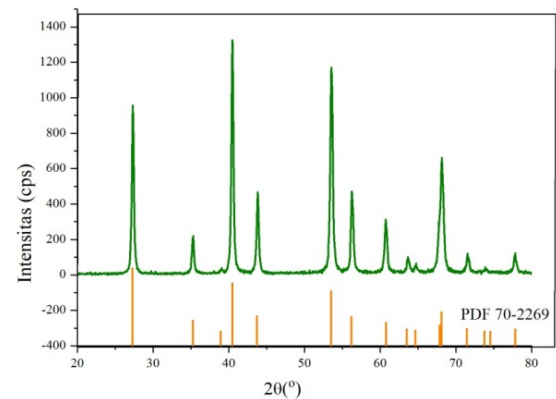
Gambar 2. Warna padatan katalis hasil kalsinasi pada variasi doping logam

Padatan katalis dikarakterisasi dengan difraktometer sinar X (XRD) untuk mengetahui struktur kristal yang terbentuk. Hasil karakterisasi berupa difraktogram ditampilkan pada gambar 3. Difraktogram yang didapatkan dicocokkan dengan *database JCPDS-International Centre of Diffraction Data* tahun 2001. Difraktogram menunjukkan bahwa padatan katalis hasil doping mempunyai puncak pada 2θ 27,34; 40,45 dan 53,58° dan memiliki kecocokan dengan PDF No.70-2269 yaitu MgF₂ dengan sistem kristal tetragonal. Difraktogram yang dihasilkan tidak menunjukkan adanya puncak khas dari

prekursor Mg(NO₃) yang terletak pada 2θ 20,54; 26,67; 29,26 dan 36,04° (dicocokkan dengan database PDF No.19-0765). Difraktogram juga dicocokkan dengan fasa lain yang mungkin terbentuk yaitu MgO 2θ 36,93; 42,91; 62,29 dan 78,61° database PDF No.78-0430 juga ZnO yang memiliki puncak pada 2θ 31,75; 36,20; 47,5 dan 56,55° dengan database PDF No.75-0576.

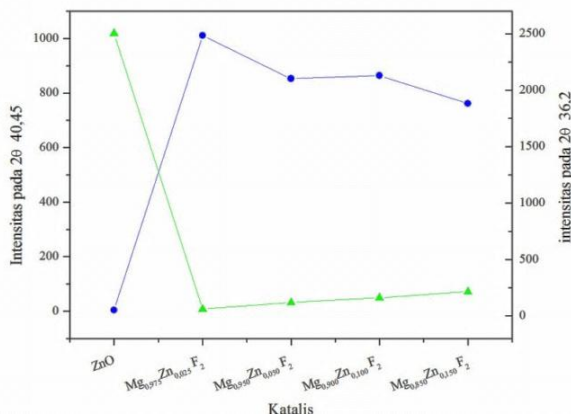


Gambar. 3. Difraktogram Katalis Mg_{1-x}Zn_xF₂ (a) x = 0,025 (b) x = 0,05 (c) x = 0,10 (d) x = 0,15



Gambar. 4. Difraktogram Katalis MgF₂

Difraktogram Mg_xZn_{1-x}F₂ dimana x merupakan variasi jumlah mol sebesar 0,025; 0,05; 0,10 dan 0,15 menunjukkan mulai muncul dengan jelas pada x=0,1 yang ditandai dengan munculnya 3 puncak yang berdekatan sekitar 2θ 36,2 (pada gambar 3 yang ditandai dengan ξ). Hubungan antara intensitas puncak pada difraktogram katalis Mg_{1-x}Zn_xF₂ pada 2θ dengan puncak tertinggi MgF₂ (40,45) dan 2θ dengan puncak tertinggi ZnO (36,2) ditunjukkan pada gambar 5. Intensitas yang dihasilkan semakin rendah berbanding terbalik dengan penambahan konsentrasi doping Zn. Hal tersebut sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Qiao dkk [9] dan Murthy dkk [7]. Namun hasil yang lain menunjukkan bahwa semakin besar jumlah doping yang ditambahkan maka intensitas puncak pada 2θ pada difraktogram katalis semakin meningkat. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilaporkan oleh Kumar dan Ali [10] bahwa seiring bertambah konsentrasi doping Zn kristalinitas Zn/CaO semakin bertambah. Hasil tersebut ditunjukkan pada gambar 5.



Gambar. 5. Intensitas Katalis $Mg_{1-x}Zn_xF_2$ terhadap 2θ 40,45 yang merupakan puncak tertinggi MgF_2 dan terhadap 2θ 36,2 yang merupakan puncak tertinggi ZnO.

IV. KESIMPULAN

Katalis $Mg_{1-x}Zn_xF_2$ dengan variasi jumlah mol $x=0; 0.025; 0.05; 0.075; 0.1$ dan 0.15 telah berhasil disintesis dengan metode sol-gel. Hasil difraktogram menunjukkan bahwa padatan MgF_2 hasil sintesis sesuai dengan No. 70-2269. Difraktogram padatan $Mg_{1-x}Zn_xF_2$ dengan variasi jumlah mol $x=0.025; 0.05; 0.075; 0.1$ dan 0.15 telah memunculkan puncak untuk MgF_2 dan menunjukkan adanya pengaruh *doping* logam Zn yang menunjukkan mulai dengan jelas pada $x=0,10$.

UCAPAN TERIMA KASIH

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

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Wojciechowska M., Czajka B., Pietrowski M. dan Zieliński M. (2000) MgF_2 as a non-conventional catalytic support. Surface and structure characterization. *Catalysis Letter* **66**, 147–153.
- [2] G. Leofanti, G. Tozzola, M. Padovan, G. Petrini, S. Bordiga, dan A. Zecchina, "Catalyst characterization: applications," *Catalysis Today*, vol. 34, no. 3–4, pp. 329–352, Feb. 1997.
- [3] C. Perego dan P. Villa, "Catalyst preparation methods," *Catalysis Today*, vol. 34, no. 3–4, pp. 281–305, Feb. 1997.
- [4] McNaught A. D. and Wilkinson A. (1997) *IUPAC: Compendium of Chemical Terminology (the "Gold Book")*. Second ed., Blackwell Scientific Publications, Oxford.
- [5] Lin C.-C. dan Li Y.-Y. (2009) Synthesis of ZnO nanowires by thermal decomposition of zinc acetate dihydrate. *Materials Chemistry and Physics* **113**, 334–337.
- [6] El-Shobaky G. A., Shouman M. A. dan El-Khouly S. M. (2004) Effect of silver oxide doping on surface and catalytic properties of Co_3O_4/Al_2O_3 system. *Materials Letters* **58**, 184–190.
- [7] J. Krishna Murthy, U. Groß, S. Rüdiger, E. Ünveren, and E. Kemnitz, "Mixed metal fluorides as doped Lewis acidic catalyst systems: a comparative study involving novel high surface area metal fluorides," *Journal of Fluorine Chemistry*, vol. 125, no. 6, pp. 937–949, Jun. 2004.
- [8] Li Z. (2005) Novel solid base catalysts for Michael additions: Synthesis, Characterization and Application. Thesis, Humboldt-Universität zu Berlin.

- [9] Qiao D., Lu G., Mao D., Liu X., Li H., Guo Y. and Guo Y. (2010) Effect of Ca doping on the catalytic performance of CuO–CeO₂ catalysts for methane combustion. *Catalysis Communications* **11**, 858–861.
- [10] Kumar D. and Ali A. (2013) Transesterification of Low-Quality Triglycerides over a Zn/CaO Heterogeneous Catalyst: Kinetics and Reusability Studies. *Energy Fuels* **27**, 3758–3768.