

Sintesis dan Karakterisasi Katalis $Mg_{1-x}Ni_xF_{2\pm\delta}$

Guruh Sartika dan Irmira Kris Murwani
 Jurusan Kimia, FMIPA, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)
 Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111
E-mail: irmina@chem.its.ac.id

Abstrak—Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis katalis $Mg_{1-x}Ni_xF_2$ ($x=0,025; 0,05; 0,1$ dan $0,15$) dengan metode sol-gel. Semua katalis dikarakterisasi struktur kristal dengan difraksi sinar X. Hasil difraktogram $Mg_{1-x}Ni_xF_2$ menunjukkan bahwa struktur kristal katalis $Mg_{1-x}Ni_xF_2$ masih masuk dalam struktur utama MgF_2 yang dicocokkan dengan *database JCPDS-International Centre of Diffraction Data PCPDFWIN tahun 2001, PDF No.70-2269*. Hasil difraktogram katalis $Mg_{1-x}Ni_xF_2$ menunjukkan adanya perbedaan intensitas puncak sehingga *doping* logam Ni terhadap MgF_2 berpengaruh. Adanya puncak katalis $Mg_{1-x}Ni_xF_2$ yang bergeser diakibatkan penambahan jumlah mol *doping* yang berbeda-beda.

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

I. PENDAHULUAN

Penggunaan logam Ni (Nikel) sebagai katalis memiliki sifat keasaman yang tinggi. Ini telah diuji dalam bentuk NiO sebagai katalis yang aktif dalam pembentukan fenol dari asam benzoat [1]. Keasaman katalis NiO dapat ditingkatkan dengan cara *doping* pada katalis tertentu. MgF_2 merupakan pendukung katalis yang memiliki sifat keasaman [2], sehingga diharapkan sifat keasaman lebih besar jika NiO *doping* ke dalam MgF_2 . Metode sintesis katalis yang sesuai adalah metode sol-gel. Metode ini digunakan untuk sintesis material seperti serbuk, keramik, dan fiber [3]. Kelebihan metode sol gel adalah homogenitas tinggi, tingkatan *doping* yang mudah dikontrol, dan peralatan yang digunakan sederhana [4]. *Doping* adalah teknik sintesis katalis metal oksida dengan cara logam dicampurkan saat membuat senyawa kerangka utama, sehingga logam *dopant* termasuk dalam penyusun kerangka strukturnya [5].

Karakterisasi Difraksi sinar X merupakan langkah yang dilakukan untuk mengetahui struktur kristal katalis. Data tentang difraksi sinar X dari sebuah kristal digambarkan oleh suatu grafik sudut (2θ) terhadap intensitas [6]. Melalui metode sol gel dengan teknik *doping* diharapkan terjadi peningkatan hasil struktur kristal yang baik dan intensitas yang tinggi. Jumlah optimum *doping* logam sebagai padatan katalis diketahui berdasarkan variasi *doping* logam Ni pada MgF_2 .

II. METODOLOGI PENELITIAN

A. Sintesis Katalis $Mg_{1-x}Ni_xF_2$

Sintesis katalis $Mg_{1-x}Ni_xF_2$ dilakukan dengan cara mereaksikan secara stoikiometri $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ dalam etanol dan prekursor Ni dengan jumlah mol *doping* yang berbeda-beda ($x=0,025; 0,05; 0,1$; dan $0,15$ mol) dan HF serta diaduk hingga terbentuk gel. Gel diperam pada temperatur

kamar dan selanjutnya didekantasi. Lalu gel dicuci dengan aquades dan dikeringkan suhu $100^\circ C$. Selanjutnya gel dikalsinasi pada suhu $400^\circ C$ sehingga diperoleh gel padat.

Berikutnya adalah sintesis katalis metal oksida yaitu NiO dari padatan $NiCl_2 \cdot 6H_2O$ yang ditimbang dan dilarutkan dalam aquades. Diperoleh larutan Ni^{2+} yang dikeringkan pada suhu $100^\circ C$ dan dikalsinasi pada suhu $400^\circ C$ selama 4 jam.

B. Karakterisasi Struktur Kristal dengan X-Ray Diffraction

Katalis padat $Mg_{1-x}Cu_xF_2$ yang diperoleh selanjutnya dikarakterisasi struktur kristal dengan difraksi sinar X. Pada awalnya, serbuk katalis ditumbuk dengan mortar agat sampai halus. Pengukuran sudut 2θ yang digunakan $20-80^\circ$ dengan interval $0,05^\circ$. Panjang gelombang yang digunakan sebesar $1,54 \text{ \AA}$ dengan sumber sinar yaitu radiasi sinar $CuK\alpha$. Data yang berupa difraktogram dicocokkan dengan standar difraktogram dari database JCPDS-International Centre for Diffraction Data Tahun 2001. Ini dilakukan agar katalis yang terbentuk sudah murni atau masih terdapat komponen lain.

III. HASIL DAN DISKUSI

A. Padatan $Mg_{1-x}Ni_xF_2$

Sintesis katalis $Mg_{1-x}Ni_xF_2$ dalam penelitian ini dilakukan dengan metode sol-gel. Sintesis ini diadopsi dari penelitian yang telah dilakukan oleh Murwani dkk. [7] Dispersi logam oksida pada permukaan dari system padatan mempengaruhi aktivitas katalis [8], sehingga dilakukan perlakuan yang sesuai yaitu *doping* dalam sintesis katalis ini sebesar $0,025; 0,05; 0,1; 0,15$ mol.

Padatan $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ berperan sebagai prekursor kation Mg^{2+} , sedangkan etanol berperan sebagai pelarut. Dalam jurnalnya, Murthy [5] melaporkan bahwa dalam metode sol-gel pemilihan pelarut sangat penting agar tidak menyebabkan terjadinya pengurangan jumlah pelarut selama reaksi berlangsung. Pada penelitian ini digunakan pelarut alkohol yaitu etanol karena titik didihnya sebesar $79^\circ C$ yang tidak cepat menguap pada temperatur kamar. Etanol masih dibutuhkan selama reaksi berlangsung pada tahap pembentukan polimer. Selanjutnya, HF sebagai sumber anion F ditambahkan sampai agar terbentuk sol yang ditandai dari larutan yang berubah menjadi keruh dari sebelumnya yang jernih dan terbentuk sol.

Gel yang terbentuk kemudian *diaging* sehingga diperoleh gel dengan jaringan yang lebih rapat, kemudian gel dicuci dengan aquades. Langkah selanjutnya adalah gel dikeringkan pada suhu $100^\circ C$ hingga terbentuk gel padat. Gel padat kemudian dikalsinasi pada temperatur $400^\circ C$ agar terjadi

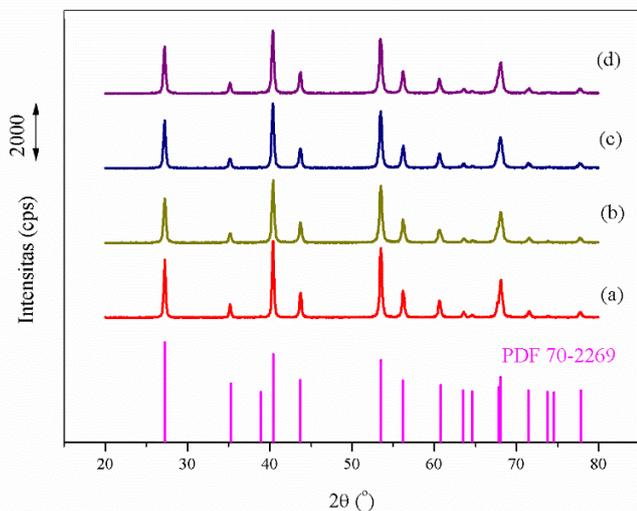
dekomposisi jaringan pada gel padat untuk membentuk struktur kristal partikel $Mg_{1-x}Ni_xF_2$.

B. Padatan NiO

Padatan dihasilkan dengan pelarutan padatan $NiCl_2 \cdot 6H_2O$ dalam aquades. Dalam proses ini dihasilkan larutan berwarna hijau tua. Hasil ini sesuai dengan uraian dari Gonzales [9] bahwa pelarutan Ni dan H_2O akan membentuk warna hijau tua yang merupakan kompleks $[Ni(H_2O)_6]Cl_2$. Kemudian senyawa kompleks ini dipanaskan sampai kering dan dihasilkan padatan berwarna hijau. Lalu padatan dikalsinasi pada suhu $400^\circ C$ selama 4 jam karena menurut Deraz [10] suhu $400^\circ C$ sudah cukup dalam pembentukan NiO. Hasil sintesis ini berupa padatan hijau tua.

C. Karakterisasi Katalis $Mg_{1-x}Ni_xF_2$

Padatan hasil kalsinasi dikarakterisasi struktur kristalnya dengan Difraksi Sinar X. Hasil dari karakterisasi ini seperti ditampilkan pada Gambar 1



Gambar. 1. Difraktogram Katalis : (a) $Mg_{0.975}Ni_{0.025}F_2$, (b) $Mg_{0.95}Ni_{0.05}F_2$, (c) $Mg_{0.9}Ni_{0.1}F_2$, (d) $Mg_{0.85}Ni_{0.15}F_2$

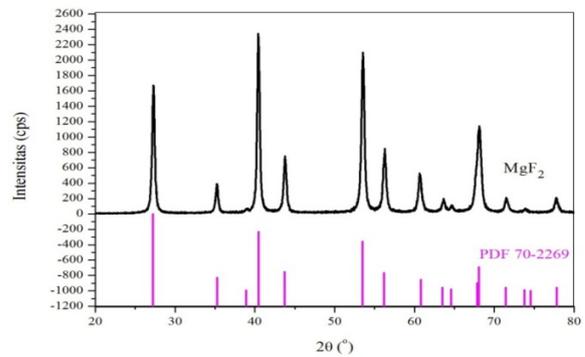
Hasil difraktogram yang ditampilkan pada Gambar diatas dicocokkan dengan database JCPDS-International Centre of Diffraction Data PCPDFWIN tahun 2001. Berdasarkan database PDF No. 70-2269, yakni difraktogram MgF_2 , hasil difraktogram padatan katalis $Mg_{1-x}Ni_xF_2$ cocok dengan struktur kristal MgF_2 dengan sistem tetragonal. Selain itu, terjadi pergeseran sudut 2θ pada hasil difraktogram katalis doping $Mg_{1-x}Ni_xF_2$.

Hal ini dikarenakan adanya logam Ni yang masuk ke dalam kerangka utama MgF_2 . Pergeseran 2θ disajikan pada Tabel 1. Sehingga, diketahui bahwa doping telah berhasil dilakukan dalam pendukung katalis MgF_2 .

Tabel 1.
Pergeseran 2θ pada Katalis Doping $Mg_{1-x}Ni_xF_2$

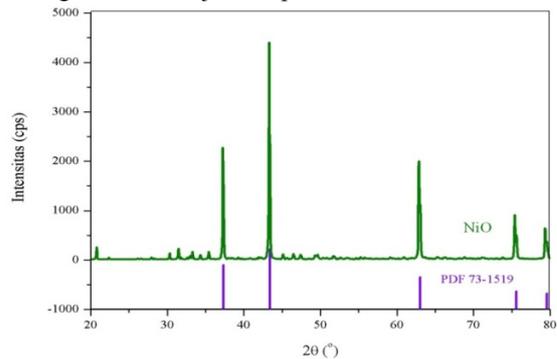
2θ (°) MgF_2	2θ (°) $Mg_{1-x}Ni_xF_2$			
	0,025	0,05	0,10	0,15
27,23	27,25	27,25	27,25	27,25
40,44	40,40	40,35	40,45	40,50
53,49	53,45	53,50	53,50	53,55
68,07	68,10	68,05	68,10	68,15

Puncak-puncak MgF_2 pada difraktogram terletak pada 2θ : 27.2; 40.35; 53.45; 60,29°. Difraktogram MgF_2 dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar. 2. Difraktogram MgF_2

Hasil difraktogram $Mg_{1-x}Ni_xF_2$ juga dicocokkan dengan puncak difraktogram MgO dan NiO dari database. Pencocokan ini dilakukan agar dapat diketahui adanya pembentukan MgO atau NiO selama proses sintesis. Intensitas puncak katalis untuk MgO dicocokkan dengan data PDF No.77-2179 dan NiO dengan data PDF No. 73-1519. Hasil difraktogram Ni ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar. 3. Difraktogram MgF_2

Berdasarkan Gambar 1, diperoleh data bahwa pada masing-masing difraktogram doping logam Ni varasi x (0,025; 0,05; 0,1; 0,15 mol) muncul puncak seperti MgF_2 dengan nilai 2θ : 27.23; 40.44; dan 53.49°. Ini berarti bahwa adanya pengaruh doping logam Ni yang masuk ke MgF_2 terhadap intensitas puncak. Hasil ini telah sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Wang [11] yang menyatakan bahwa intensitas puncak suatu padatan dipengaruhi oleh doping pada padatan tersebut. Pada Gambar 2 yang berupa difraktogram NiO memiliki puncak khas dengan nilai 2θ : 37.34; 43.38; 63.02; 75.60; 79.60°. Setelah dicocokkan, tidak terdapat puncak MgO maupun puncak NiO pada setiap katalis. Maka, besarnya doping Ni dalam MgF_2 masih dalam nilai toleransi kerangkanya.

IV. KESIMPULAN

Pada penelitian ini dapat disimpulkan bahwa sintesis katalis padat $Mg_{1-x}Ni_xF_2$ ($x= 0; 0.025; 0.05; 0.1$ dan 0.15 mol) telah berhasil dengan metode sol-gel. Hasil data difraktogram padatan $Mg_{1-x}Ni_xF_2$ sesuai dengan No PDF 70-2269 dengan sistem tetragonal. Ini terlihat dari adanya puncak

untuk MgF_2 pada katalis dan menunjukkan logam Ni telah terdoping sempurna dalam struktur dasar MgF_2 .

UCAPAN TERIMA KASIH

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

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Wojciechowska M., Zielinski M., Malczewska A., Przystajko W. dan Pietrowski M. "Copper-cobalt oxide catalysts supported on MgF_2 or Al_2O_3 -their structure and catalytic performance". *Applied Catalysis A: General*, vol **298**, 2006.
- [2] G. Leofanti, G. Tozzola, M. Padovan, G. Petrini, S. Bordiga, and A. Zecchina, "Catalyst characterization: applications," *Catalysis Today*, vol. 34, no. 3-4, pp. 329-352, Cub. 1997.
- [3] Heshmatpuor F., Adelhani H. dan Jangholi M. C. "Studying of optical and morphological properties of $\text{SiO}_2\text{-MO}_x$ (M : Co/Cu) glasses prepared by the sol-gel method". *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol 357. 2011.
- [4] C. Perego and P. Villa, "Catalyst preparation methods," *Catalysis Today*, vol. 34, no. 3-4, pp. 281-305, Cub. 1997.
- [5] Campanati M., Fornasari G. dan Vaccari A. "Fundamentals in the preparation of heterogeneous catalysts". *Catalysis Today*, vol **77**, (2003).
- [6] Wang J. "Analytical electrochemistry third edition". A John Willey & Sons., New Jersey Z. 2006.
- [7] I. K. Murwani, E. Kemnitz, T. Skapin, M. Nickkho-Amiry, and J. M. Winfield, "Mechanistic investigation of the hydrodechlorination of 1,1,1,2-tetrafluorodichloroethane on metal fluoride-supported Pt and Pd," *Catalysis Today*, vol. 88, no. 3-4, pp. 153-168, Cub. 2004.
- [8] Droghetti A. dan Sanvito S. "Electron doping and magnetic moment formation in N- and C- doped MgO . Trinity College. Irlandia. 2009.
- [9] 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.
- [10] Deraz N.M., Selim M.M., Ramadan M. "Processing and properties of nanocrystalline Ni and NiO catalysts". *Materials Chemistry and Physics*. vol **113**, 299-314. 2009.
- [11] Wang X., Zhao M., Liu F., Jia J., Li X. dan Cao L. " C_2H_2 gas sensor based on Ni-doped ZnO electrospun nanofibers". *Ceramics International*. vol **39**, 2883-2887. 2013.