

**STUDI PENGARUH pH AWAL KRISTALISASI SECARA
HIDROTERMAL DAN TEMPERATUR KALSINASI
TERHADAP KARAKTER ALUMINA MESOPORI
HASIL SINTESIS**

SKRIPSI

oleh :
TAMARA WILIYA SINTA
0310923040-92



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2008**

**STUDI PENGARUH pH AWAL KRISTALISASI SECARA
HIDROTERMAL DAN TEMPERATUR KALSINASI
TERHADAP KARAKTER ALUMINA MESOPORI
HASIL SINTESIS**

SKRIPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang kimia

oleh :

TAMARA WILIYA SINTA

0310923040-92



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2008**

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

**STUDI PENGARUH pH AWAL KRISTALISASI SECARA
HIDROTERMAL DAN TEMPERATUR KALSINASI
TERHADAP KARAKTER ALUMINA MESOPORI
HASIL SINTESIS**

oleh :

TAMARA WILIYA SINTA

0310923040-92

**Setelah dipertahankan di depan Majelis Penguji
pada tanggal
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang Kimia**

Pembimbing I

Pembimbing II

Dra. Tutik Setianingsih, M.Si
NIP. 132 085 943

Dra. Sri Wardhani, M.Si
NIP. 131 993 381

**Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya**

M. Farid Rahman, S.Si., M.Si
NIP. 132 158 726

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini :

Nama : Tamara Wiliya Sinta
NIM : 0310923040-92
Jurusan : Kimia
Penulis skripsi berjudul :

**”Studi Pengaruh pH Awal Kristalisasi Secara Hidrotermal Dan
Temperatur Kalsinasi Terhadap Karakter
Alumina Mesopori Hasil Sintesis”**

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Isi dari skripsi yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang termaktub di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam skripsi ini.
2. Apabila di kemudian hari ternyata skripsi yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, tgl Januari 2008
Yang menyatakan,

(Tamara Wiliya Sinta)
NIM. 0310923040-92

STUDI PENGARUH pH AWAL KRISTALISASI SECARA HIDROTERMAL DAN TEMPERATUR KALSIKASI TERHADAP KARAKTER ALUMINA MESOPORI HASIL SINTESIS

ABSTRAK

Alumina mesopori memiliki beberapa kegunaan dalam industri salah satunya digunakan sebagai adsorben. Adapun tujuan dari penelitian ini adalah untuk mensintesis alumina mesopori dan parameter yang digunakan yaitu pH awal kristalisasi secara hidrotermal dan temperatur kalsinasi. Alumina mesopori disintesis dari aluminium sulfat, surfaktan CTAB sebagai cetakan pori, temperatur hidrotermal pada 98°C, lama kristalisasi 48 jam, pH divariasi dari 4 sampai 13 dan variasi temperatur kalsinasi (pada pH optimum) 600°C, 800°C dan 1000°C. Kristal mesofasa yang diperoleh dikalsinasi selama 3 jam untuk menghilangkan cetakan pori melalui dekomposisi termal sehingga diperoleh alumina mesopori. Penentuan optimum sintesis didasarkan pada kemampuan adsorpsi rhodamin B terbesar. Karakterisasi hasil sintesis pada kondisi optimum dilakukan dengan *surface area analyzer* untuk menentukan volume pori, luas permukaan padatan dan ukuran pori. Difraktometer sinar-X untuk mengetahui struktur kristal dan spektrofotometer infra merah untuk identifikasi gugus fungsi. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kondisi optimum sintesis dicapai pada pH awal 9 dan temperatur kalsinasi 800°C. Karakterisasi mesopori hasil sintesis pada kondisi optimum diameter 35,7814 Å, luas permukaan spesifik mesopori 6,8192 m²/g, volume mesopori 0,0061 cm³/g dengan struktur kristal heksagonal dan mempunyai gugus fungsi permukaan Al-O dan OH.

STUDY OF THE INFLUENCE INITIAL pH OF HYDROTHERMAL CRYSTALIZATION AND CALCINATION'S TEMPERATURE TOWARD CHARACTER OF SYNTHESIZED MESOPOROUS ALUMINA

ABSTRACT

Mesoporous alumina has many utilities in industrial needs, such as adsorbent. The objective of this research was to synthesize mesoporous alumina and the parameter was been studying the initial pH of hydrothermal crystalization and calcination's temperature. Mesoporous alumina was synthesized from aluminium sulphate, CTAB surfactant as template, hydrothermal temperature 98 °C, crystalization periode of 48 hours, various pH 4 to 13 and various calcination's temperature (at optimum pH) of 600°C, 800°C and 1000°C. The mesophase crystals were calcinated for 3 hours to remove template and to obtain mesoporous alumina. Optimum condition of synthesis was based on largest adsorption performance toward rhodamin B. Characterization of the product at optimum conditions were conducted with *surface area analyzer* to determined mesopore volume, specific surface area and mesopore size. While X-ray diffractometer to determined crystal structure and infrared spectrophotometer to identify its functional groups. The result showed that the optimum conditions of synthesis were achieved at pH 9 and calcination temperature of 800°C. Character of the mesoporous product which obtained at optimum condition was diameter 35.7814 Å, spesific surface area 6.8192 m²/g and volume 0.0061 cm³/g. The crystal structure of mesoporous alumina was hexagonal, its functional groups were Al-O and OH.

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat, taufik dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan tugas akhir yang berjudul **“Studi Pengaruh pH Awal Kristalisasi Secara Hidrotermal Dan Temperatur Kalsinasi Terhadap Karakter Alumina Mesopori Hasil Sintesis”** yang merupakan salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains dalam bidang kimia di Fakultas MIPA Universitas Brawijaya.

Dalam penyusunan laporan penelitian ini penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada semua pihak yang telah membantu secara langsung maupun secara tidak langsung selama pelaksanaan penelitian. Rasa terima kasih tersebut kami sampaikan kepada :

1. Dra. Tutik Setianingsih, M.Si selaku Dosen Pembimbing I dan Dra. Sriwardhani, M.Si selaku Dosen Pembimbing II atas bimbingan dan kesabaran yang diberikan selama penyusunan tugas akhir ini.
2. M. Farid Rahman S.Si., M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia Universitas Brawijaya.
3. Seluruh dosen dan karyawan jurusan Kimia Universitas Brawijaya atas segala ilmu dan bantuan yang diberikan
4. BATAN dan Jurusan Kimia FMIPA Universitas Gajah Mada Yogyakarta.
5. Keluargaku yang telah memberikan cinta dan doa
6. Teman-teman Kimia 2003 khususnya kelas B atas bantuan, kebersamaan, kekompakan dan segala kenangan indah.
7. Pihak yang tidak disebutkan yang selalu hidup dalam hati

Penulisan skripsi ini masih jauh dari sempurna, dengan kerendahan hati penulis mengharap kritik dan saran yang bersifat membangun guna perbaikan dan penyempurnaannya. Akhir kata semoga skripsi ini memberi manfaat bagi semua pihak.

Malang, Januari 2008

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xiii

BAB I PENDAHULUAN

1.1	Latar Belakang	1
1.2	Rumusan Masalah	3
1.3	Batasan Masalah	3
1.4	Tujuan Penelitian	4
1.5	Manfaat Penelitian	4

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1	Aluminium Sulfat Sebagai Prekursor Alumina Mesopori	5
2.2	Surfaktan CTAB	5
2.3	Sintesis Alumina Mesopori Dalam Sistem Pelarut Air	7
2.4	Pengaruh pH Terhadap Komponen Al	8
2.5	Pengaruh Temperatur Kalsinasi Terhadap Karakter Alumina	9
2.6	Alumina mesopori	10
2.7	Adsorpsi	10
2.8	Adsorpsi Rhodamin B	11
2.9	Penentuan Kadar Rhodamin B Dengan Menggunakan Metode spektrofotometri sinar Tampak	11
	2.9.1 Prinsip spektrofotometri	12
	2.9.2 Penentuan rhodamin B secara spektrofotometri sinar tampak	13
2.10	Penentuan Struktur Kristal dengan Difraksi Sinar-X	14
2.11	Penentuan Luas Permukaan Padatan, Volume Pori,	

	Dan Ukuran Pori dengan Metode BET.....	16
	2.11.1 Perhitungan luas permukaan adsorben	17
	2.11.2 Penentuan jari-jari Pori rata-rata.....	18
	2.11.3 Penentuan volume pori spesifik.....	18
2.12	Penentuan Distribusi Ukuran Pori dengan metode POD (Lowell and Shields)	19
2.13	Penentuan Gugus Fungsional Kristal dengan Spektrofotometri Infra Merah.....	20

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1	Tempat dan Waktu Penelitian.....	23
3.2	Bahan dan Alat Penelitian.....	23
	3.2.1 Bahan penelitian.....	23
	3.2.2 Alat penelitian.....	23
3.3	Tahapan Penelitian.....	23
3.4	Prosedur Kerja.....	24
	3.4.1 Sintesis alumina mesopori.....	24
	3.4.1.1 Sintesis alumina mesopori pada berbagai pH dan temperatur kalsinasi 600°C	24
	3.4.1.2 Sintesis alumina mesopori pada berbagai temperatur kalsinasi dan pH awal optimum	24
	3.4.2 Karakterisasi alumina mesopori.....	25
	3.4.2.1 Penentuan % adsorpsi rhodamin B	25
	3.4.2.2 Penentuan struktur kristal alumina mesopori dengan difraksi sinar-X	25
	3.4.2.3 Penentuan volume pori, diameter rata-rata pori dan luas permukaan spesifik padatan menggunakan <i>Surface Area Analyzer</i>	26
	3.4.2.4 Penentuan gugus fungsional kristal menggunakan spektrofotometri infra merah	26
	3.4.3 Penentuan rhodamin B secara spektrofotometri..	26
	3.4.3.1 Penentuan λ maksimum.....	26
	3.4.3.2 Penentuan kurva baku.....	27
	3.4.3.3 Penentuan kadar rhodamin B dalam larutan sampel.....	27

3.4.4	Analisa Data	27
3.4.5	Perhitungan	27
3.4.5.1	Perhitungan rhodamin B yang teradsorpsi	27
3.4.5.2	Penentuan persamaan regresi linier dengan kurva baku	28

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1	Penentuan pH Awal Optimum Sintesis Pada Adsorpsi Rhodamin B Oleh Alumina Mesopori....	29
4.2	Uji Pengaruh Temperatur Kalsinasi terhadap Persen Adsorpsi Rhodamin B Oleh Alumina Mesopori	34
4.3	Karakterisasi Alumina Mesopori Hasil Sintesis Pada pH Awal Optimum dan Temperatur Kalsinasi.....	36
4.4	Penentuan Struktur Kristal Hasil Sintesis Menggunakan Difraktometer Sinar-X.....	38
4.5	Penentuan Gugus Fungsional Kristal Hasil Sintesis Menggunakan Spektrofotometer Infra Merah	42

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1	Kesimpulan.....	45
5.2	Saran.....	45

DAFTAR PUSTAKA.....	46
LAMPIRAN.....	53

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Struktur CTAB.....	6
Gambar 2.2 Perubahan bentuk misel sesuai dengan perubahan konsentrasi surfaktan.....	7
Gambar 2.3 Mekanisme pembentukan kristal heksagonal mesopori	8
Gambar 2.4 Pengaruh pH terhadap komponen Al	9
Gambar 2.5 Struktur rhodamin B	13
Gambar 2.6 Difraksi sinar-X	14
Gambar 2.7 Pola Difraksi Alumina Silikat Mesopori.....	16
Gambar 2.8 X-ray gamma alumina	16
Gambar 4.1 Pengaruh pH awal sintesis terhadap persen adsorpsi rhodamin B yang teradsorpsi oleh alumina mesopori	32
Gambar 4.2 Distribusi ukuran pori alumina mesopori hasil sintesis pada temperatur kalsinasi 800°C	36
Gambar 4.3 Pola difraksi sinar-X sampel pada puncak utama tanpa melibatkan Sudut kecil.....	40
Gambar 4.4 Pola difraksi sinar-X sampel pada puncak utama dengan melibatkan sudut kecil pada $2\theta = 1,56$	41
Gambar 4.5 Spektra Infra merah alumina mesopori hasil sintesis pada kondisi optimum yaitu pH 9 dan temperatur kalsinasi 800°C	42
Gambar L.4.1 Kurva Absorbansi larutan rhodamin B pada berbagai panjang (500-600) nm	65
Gambar L.4.2 Kurva baku larutan rhodamin B	66

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1 Hubungan antara <i>d-spacing</i> . indeks Miller dan parameter sel	15
Tabel 4.1 Prediksi ikatan pada mesofasa berdasarkan jumlah fraksi Al dalam air menurut swaddle (1994) dan model ikatan zhao, dkk (1996)	30
Tabel 4.2 Data persentase rhodamin B yang teradsorpsi oleh alumina mesopori hasil sintesis pada pH 4-13	31
Tabel 4.3 Data persentase rhodamin B yang teradsorpsi oleh alumina mesopori hasil sintesis pada temperatur kalsinasi 600 ⁰ C, 800 ⁰ C dan 1000 ⁰ C	34
Tabel 4.4 Data luas permukaan spesifik, volume pori, dan ukuran pori dengan metode POD	35
Tabel 4.6 Data spektra IR alumina mesopori	43
Tabel L.2.1 Pembuatan larutan rhodamin B	60
Tabel L.2.2 Pembuatan larutan H ₂ SO ₄	61
Tabel L.2.3 Pembuatan larutan NaOH	62
Tabel L.4.1 Data absorbansi larutan rhodamin B konsentrasi 2 ppm pada berbagai panjang gelombang	65
Tabel L.4.2 Data penentuan kurva baku larutan rhodamin B pada berbagai konsentrasi dengan 3x pengulangan	66
Tabel L.4.3 Data perhitungan hubungan konsentrasi larutan rhodamin B dan absorbansi	67
Tabel L.5.1 Data persen rhodamin B yang teradsorpsi oleh alumina mesopori hasil sintesis pada variasi pH 4 s/d 13	68
Tabel L.5.2 Hasil analisa sidik ragam pengaruh pH pH adsorpsi rhodamin B	70
Tabel L.5.3 Hasil uji BNT pengaruh pH awal sintesis terhadap adsorpsi rhodamin B	71
Tabel L.5.4 Pengolahan data variasi pH terhadap	

	adsorpsi rhodamin B oleh alumina mesopori	72
Tabel L.5.5	Pengolahan data variasi temperatur kalsinasi terhadap adsorpsi rhodamin b oleh alumina mesopori	73
Tabel L.7.1	Data absorbansi dan konsentrasi larutan rhodamin B setelah proses adsorpsi pada berbagai temperatur kalsinasi	75
Tabel L.7.2	Analisa ragam pengaruh temperatur kasinasi terhadap persen adsorpsi.....	77
Tabel L.7.3	Hasil uji BNT pengaruh temperatur terhadap persen adsorpsi.....	77
Tabel L.8	Data P/Po dan volume (mL/g) gan N ₂ untuk alumina meopori hasil sintesis dengan template CTAB	78
Tabel L.9.1	Data karakter alumina mesopori hasil sintesis dengan mtode POD.....	81
Tabel L.9.2	Penentuan distribusi ukuran pori dengan metode POD alumina mesopori hasil sintesis dengan temperatur kalsinasi 800 ^o C	82
Tabel L.10.1	Data hasil perhitungan luas permukaan spesifik.....	83
Tabel L.10.2	Data karakter alumina mesopori hasil sintesis dengan metode BET	85
Tabel L.11.1	Hasil penentuan indeks miller alumina mesopori untuk l = 0.....	87
Tabel L.11.2	Hasil penentuan hkl dengan nilai l≠0	88
Tabel L.12.1	Standar gamma dengan sampel	90
Tabel L.12.2	Hasil penentuan hkl gamma alumina	91
Tabel L.12.3	Data hasil interpretasi secara keseluruhan alumina mesopori hasil sintesis pada Temperatur kalsinasi 800 ^o C	91

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
LAMPIRAN 1	Diagram alir penelitian..... 53
LAMPIRAN 2	Pembuatan larutan dan perhitungan 59
LAMPIRAN 3	Perhitungan reaktan sintesis 63
LAMPIRAN 4	Penentuan panjang gelombang maksimum rhodamin B 65
LAMPIRAN 5	Uji statistik penentuan pH awal optimum..... 68
LAMPIRAN 6	Cara Penentuan persen adsorpsi rhodamin B 74
LAMPIRAN 7	Penentuan temperatur kalsinasi optimum . 75
LAMPIRAN 8	Data adsorpsi gas N ₂ oleh alumina mesopori hasil sintesis dengan <i>surface</i> <i>Area Analyzer</i> 78
LAMPIRAN 9	Penentuan luas permukaan mesopori, volume mesopori dan diameter mesopori dengan metode POD 79
LAMPIRAN 10	Penentuan luas permukaan spesifik, volume pori total dan diameter pori rata-rata dengan metode BET 83
LAMPIRAN 11	Menentukan harga parameter sel dan indeks Miller alumina heksagonal mesopori 86
LAMPIRAN 12	Pengindeksan data difraktogram sampel berdasarkan struktur gamma alumina 90
LAMPIRAN 13	Perhitungan bilangan gelombang Al-O dan Si-O menggunakan hukum hooke 94

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Sejak tahun 1990 para ahli mulai mensintesis bahan mesopori diantaranya adalah alumina mesopori. Hal tersebut sebagai solusi permasalahan bahan material lama yang umumnya didominasi daerah mikropori yang kurang efektif untuk adsorpsi dan katalitik molekul- molekul yang berukuran besar. Alumina banyak digunakan dalam proses industri kimia sebagai katalis dan adsorben karena mempunyai luas permukaan yang tinggi dan kestabilan termal yang baik. Menurut (Pedro, dkk, 2000) parameter standar alumina komersial yang digunakan sebagai adsorben dan katalis mempunyai luas permukaan spesifik $0,01 \text{ m}^2/\text{g} - 400 \text{ m}^2/\text{g}$, volume pori $0,1 \text{ cm}^3/\text{g} - 1,4 \text{ cm}^3/\text{g}$ dan ukuran diameter pori rata-rata $20\text{\AA} - 177 \text{\AA}$.

Bahan berpori umumnya digunakan sebagai adsorben dan katalis karena memiliki diameter pori yang besar dan luas permukaan yang besar. Menurut IUPAC bahan berpori dibagi menjadi 3 berdasarkan ukuran porinya (Bandyopadhyay, 2004) yaitu mikropori dengan ukuran pori kurang dari $20 \text{\AA}$, mesopori dengan ukuran pori $20\text{-}500 \text{\AA}$, makropori dengan ukuran pori lebih dari $500 \text{\AA}$. Alumina mesopori merupakan bahan mesopori dengan ukuran pori antara 20 sampai $500 \text{\AA}$.

Dalam penelitian-penelitian sebelumnya, alumina mesopori dilakukan dalam sistem organik, dengan bahan dasar seperti aluminium butoksida dan surfaktan non-ionik dalam pelarut non-air (Mordechai, 2003); aluminium alkoksida dengan pelarut etanol dan dietil eter (Davis, dkk, 1999); aluminium alkoksida dengan surfaktan polietilen oksida dan pelarut sekunder butanol (Pena, dkk, 2001). Dalam penelitian ini dilakukan sintesis alumina mesopori dalam sistem pelarut air dengan cara kalsinasi (pemanasan) endapan mesofasa alumina. Hal ini dilakukan untuk mengetahui sejauh mana pengaruh pelarut air yang bersifat polar terhadap karakter alumina mesopori. Sebagaimana yang telah dilakukan oleh Huo, dkk (1994a dan 1994b) berhasil mensintesis alumina mesofasa namun tidak dikalsinasi menjadi bahan mesopori karena kajian hanya sampai mesofasa.

Prekursor yang digunakan dalam penelitian ini adalah aluminium sulfat, sesuai dengan hasil penelitian yang dilakukan Luan, dkk (1995) bahwa penggunaan aluminium sulfat menyebabkan diperolehnya produk mesopori dengan kandungan Al terutama sebagai Al berkoordinasi empat. Selain itu, menurut Davis dan Sandy (1992) aluminium sulfat merupakan komponen utama limbah anodisasi, air limbah anodisasi aluminium mengandung Al sebanyak 30 g/L – 40 g/L. Anodisasi merupakan proses pelapisan oksida pada logam (pickling) dengan campuran larutan asam-asam pekat sebelum dianodisasi (Davis dan Sandy, 1992). Hasil penelitian ini diharapkan dapat menjadi dasar sintesis alumina mesopori dari limbah anodisasi.

Parameter penting dalam kajian sintesis bahan mesopori adalah pH awal dan temperatur kalsinasi. Parameter pH awal dipelajari mengingat pH berpengaruh terhadap jenis ion yang dibentuk oleh Al dalam larutan sesuai yang dikaji Barrier (1982) bahwa didalam larutan asam aluminium akan berada dalam bentuk Al^{3+} dan dalam larutan basa akan berada dalam $Al(OH)_4^-$. Jenis ion yang berbeda tersebut diperkirakan akan mempengaruhi mekanisme pembentukan alumina mesopori. Huo, dkk (1994) mensintesis alumina mesofasa pada pH 5, 6 dan 7 memberikan produk struktur mesofasa yang berbeda-beda yaitu amorf, kubus dan heksagonal. Dalam penelitian ini akan dikaji sintesis alumina mesopori dengan pH awal yang divariasi yaitu 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12 dan 13 dengan harapan dapat memberikan gambaran tentang pengaruh pH awal terhadap % adsorpsi rhodamin B oleh alumina mesopori. Parameter temperatur kalsinasi dipelajari karena menurut Hampel dan Hawley, (1982) dengan adanya kalsinasi dapat menghasilkan CO_2 , menghilangkan air serta menghilangkan senyawa-senyawa organik yang ada pada pori sehingga pori menjadi terbuka dan meningkatkan luas permukaan dan juga menurut Ory (2004) bahwa dengan variasi temperatur kalsinasi akan berpengaruh terhadap karakter alumina mesopori terutama luas permukaannya.

Karakterisasi dilakukan pada kondisi optimum sintesis (optimum pH dan temperatur kalsinasi). Untuk menentukan kondisi optimum sintesis dalam penelitian ini didasarkan pada % adsorpsi rhodamin B. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan sebelumnya bahwa % adsorpsi rhodamin B sebanding dengan keseragaman pori daerah mesopori untuk bahan mesopori. Misalnya: rhodamin B yang diadsorpsi karbon mesopori (Setianingsih, dkk,

2006) dan protein yang diadsorpsi aluminosilikat mesopori (Rosdiana,dkk, 2006). Selain itu, rhodamin B digunakan karena sifatnya yang sulit terdekomposisi pada air dan struktur molekulnya besar yaitu 13,48 Å. Struktur kristal juga perlu ditentukan guna mengetahui apakah produk hasil sintesis merupakan kristal alumina mesopori. Gugus Fungsi juga ditentukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terkait alumina mesopori.

1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas maka dapat disusun rumusan masalah sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh pH awal dan temperatur kalsinasi terhadap sintesis alumina mesopori?
2. Berapa pH awal optimum dan temperatur kalsinasi optimum sintesis alumina mesopori berdasarkan % adsorpsi rhodamin B?
3. Bagaimana karakter alumina mesopori hasil sintesis pada pH optimum dan temperatur kalsinasi optimum yang meliputi volume pori, ukuran pori, luas permukaan, struktur kristal alumina mesopori dan gugus fungsi permukaan?

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Surfaktan yang digunakan adalah CTAB
2. pH divariasi antara 4 – 13.
3. Temperatur kalsinasi dibatasi pada 600⁰C, 800⁰C dan 1000⁰C.
4. Kondisi optimum pH awal sintesis dan temperatur kalsinasi didasarkan pada % adsorpsi rhodamin B yang terbesar.
5. Senyawa alumina yang dipakai berasal dari aluminium sulfat teknis.
6. Karakter alumina didasarkan pada volume pori, ukuran pori, luas permukaan spesifik, struktur kristal dan gugus fungsi permukaan alumina, terutama gugus OH.

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan yang ingin dicapai dari penelitian ini adalah:

1. Mengetahui pengaruh pH awal dan temperatur kalsinasi terhadap sintesis alumina mesopori
2. Mengetahui kondisi optimum yaitu pH awal dan temperatur kalsinasi berdasarkan % adsorpsi rhodamin B
3. Mengetahui karakter alumina mesopori hasil sintesis yang meliputi volume pori, ukuran pori, luas permukaan spesifik, struktur kristal dan gugus fungsi permukaan alumina, terutama gugus OH pada pH optimum dan temperatur kalsinasi optimum

1.5 Manfaat Penelitian

Dengan keberhasilan dilakukannya sintesis alumina mesopori dari aluminium sulfat akan sangat mendukung perkembangan Ilmu Pengetahuan dan Teknologi (IPTEK) khususnya dalam bidang sintesis kristal dan juga sebagai dasar sintesis alumina mesopori dengan menggunakan bahan dasar limbah anodisasi.



BAB 11 TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Aluminium Sulfat Sebagai Prekursor Alumina Mesopori

Senyawa aluminium banyak digunakan dalam penelitian-penelitian sebelumnya sebagai prekursor dalam mensintesis bahan mesopori. Sebagaimana yang telah dilakukan oleh (Kim, dkk 2004) menggunakan aluminium butoksida, aluminium sulfat sebagai prekursor telah dilakukan Rosdiana, dkk (2006) pada sintesis aluminosilikat mesopori. Dalam penelitian ini prekursor yang dipakai dalam mensintesis alumina mesopori adalah senyawa aluminium sulfat karena sesuai penelitian yang dilakukan oleh Luan (1995) bahwa penggunaan aluminium sulfat menyebabkan diperolehnya Al berkoordinasi empat dan juga menurut Barrier (1982) bahwa didalam larutan asam aluminium akan berada dalam Al^{3+} dan dalam larutan basa akan membentuk $Al(OH)_4^-$. Jenis ion tersebut akan mempengaruhi dalam pembentukan alumina mesopori. Adapun senyawa aluminium sulfat mempunyai sifat-sifat sebagai berikut suatu serbuk berwarna putih dan dalam bentuk anhidrat rumus molekulnya $Al_2(SO_4)_3$ sedangkan bentuk hidratnya $Al_2(SO_4)_3 \cdot n H_2O$. Aluminium sulfat diketahui sebagai senyawa anhidrat dengan (massa jenis 2,71 g/mL, terurai pada $770^\circ C$) atau sebagai senyawa hidrat $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18 H_2O$ massa jenisnya 1,69 g/mL, terurai pada $86,5^\circ C$. Garam anhidratnya larut dalam air dan tidak larut dalam etanol, sedangkan hidratnya sangat larut dalam air dan tak larut dalam etanol (Daintith, 1994). Aluminium sulfat sangat besar kegunaannya dalam bidang industri kimia, sebagai contoh digunakan sebagai koagulan dalam proses penjernihan air minum (Anonymous, 1999).

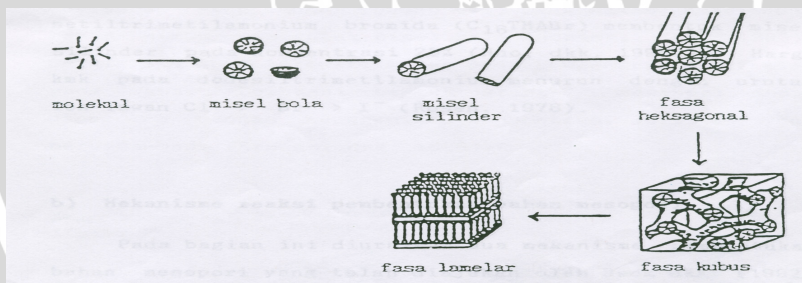
2.2 Surfaktan CTAB (*Cetyltrimethylammonium Bromide*) Sebagai *Template* Alumina Mesopori

Surfaktan CTAB digunakan sebagai *template* misalnya penelitian yang dilakukan Kawi dan Lay (1998) dalam mensintesis aluminosilikat mesopori dan Huo, dkk (1994) menggunakan surfaktan CTAB dalam mensintesis alumina mesopori. Selain CTAB ada juga surfaktan yang dapat digunakan sebagai *template* yaitu DTAB,

TTAB yang mana masing-masing surfaktan dapat memberikan karakter bahan mesopori yang berbeda-beda. Dalam penelitian ini digunakan surfaktan CTAB yang dapat membentuk bahan mesopori dengan ukuran diameter pori yang lebih besar sebagaimana yang telah berhasil dilakukan penelitian-penelitian terdahulu (Beck, dkk, 1992).

Surfaktan merupakan zat aktif permukaan yang bersifat amfifilik, artinya mempunyai bagian yang bersifat hidrofobik (rantai karbon) dan bagian hidrofilik (gugus polar atau ion). Surfaktan mempunyai sifat dapat membentuk misel, yaitu kluster berukuran koloid di dalam larutan. Di dalam air, misel dibentuk dengan gugus hidrofobik yang terkumpul di pusat sedangkan gugus hidrofilik terlokasi di permukaan misel dan berkontak dengan air (Rosen, 1978).

Bentuk misel di dalam larutan dipengaruhi oleh konsentrasi surfaktan (Gambar 2.1). Bentuk paling sederhana adalah bentuk bola dan konsentrasi terendah di mana bentuk misel diperoleh disebut konsentrasi misel kritis (kmk). Pada surfaktan ionik bentuk misel berubah-ubah dengan urutan bola, silinder, heksagonal, kubus dan lamelar sesuai dengan kenaikan konsentrasinya (Zhao, dkk, 1996). Sedangkan pada surfaktan non ionik, bentuk misel berubah dari bola langsung ke lamelar (Moroi, 1992).



Gambar 2.1 Perubahan Bentuk Misel Sesuai Dengan Perubahan Konsentrasi Surfaktan (Zhao, dkk, 1996)

CTAB termasuk garam ammonium kuartener dengan rumus molekul $[C_{16}H_{33}(CH_3)_3N^+]Br^-$ yang merupakan surfaktan kationik yang mempunyai rantai karbon panjang. Oleh karena itu CTAB mempunyai harga KKM (Konsentrasi Kritik Sel) yang rendah yaitu $9,2 \cdot 10^{-4} M$ (Chao, dkk, 1962).

Struktur CTAB adalah sebagai berikut (Schlumberger, 2003):



Gambar 2.2 Struktur CTAB

CTAB membentuk misel bola pada konsentrasi 0,83mM – 11%(b/b), silinder pada 11 - 20,5%, dan heksagonal pada 26 - 65% (Zhao, dkk, 1996). Bentuk lamelar dicapai pada konsentrasi > 70% (Monier, dkk, 1993).

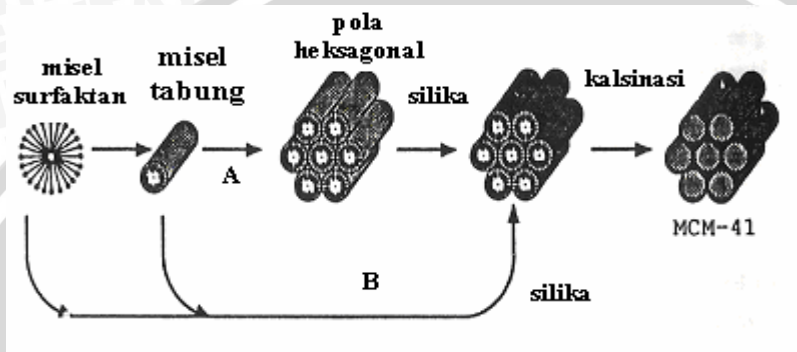
Suatu model mekanisme interaksi antara spesies anorganik dan surfaktan telah disusun oleh Firouzi, dkk (1995) yang telah diterapkan pada pembentukan kristal mesofasa dalam suasana basa. Pada mekanisme tersebut, mula-mula surfaktan membentuk bentuk misel tertentu di dalam larutan sesuai dengan konsentrasinya. Setelah aluminat ditambahkan ke dalam larutan tersebut, maka terjadi pertukaran antara ion lawan pada gugus kepala surfaktan dengan silikat. Ikatan antara surfaktan dengan anion aluminat dapat menyebabkan perubahan bentuk misel dari bentuknya yang semula.

2.3 Sintesis Alumina Mesopori Dalam Sistem Pelarut Air

Huo, dkk (1994a dan 1994b) telah melakukan sintesis alumina mesopori dalam sistem pelarut air menggunakan bahan-bahan yang meliputi aluminium nitrat, antimon oksida dan surfaktan yang dipakai yaitu CTAB dengan perbandingan 10 : 1 dicampur pada kondisi hidrotermal yaitu 100°C selama 10 hari didalam botol polipropilen kemudian disaring dan didapatkan padatan mesofasa alumina dengan 3 fasa yaitu kubus, heksagonal dan lamelar.

Mekanisme pembentukan bahan mesopori yang terjadi dalam alumina dan silikat sama seperti yang dijelaskan oleh Beck dkk (1992) dan Kresge dkk (1996) yang disebut dengan

mekanisme pembentukan cetakan kristal cair (*Liquid Crystal templating Mechanism*) terdiri atas dua jalur. Berikut merupakan gambar tahap pembentukan MCM-41 {*mobile corporation material (mesoporous silicates)*} (Bandyopadhyay, 2004):

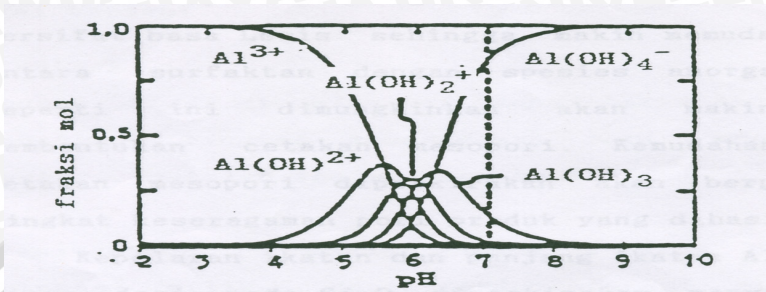


Gambar 2.3 Mekanisme pembentukan bahan mesopori (Bandyopadhyay, 2004)

Pada jalur (A), surfaktan mula-mula membentuk misel silinder yang bergabung membentuk pola heksagonal. Kemudian polimer anorganik terikat pada lapisan luar misel silinder tersebut tanpa mengubah penataan heksagonal lagi. Sedangkan pada jalur (B), polimer anorganik mulai terikat pada misel silinder sebelum terbentuk penataan heksagonal sehingga polimer anorganik ikut menentukan pola penataan yang terbentuk selanjutnya (Kresge, dkk, 1996).

2.4 Pengaruh pH Terhadap Komponen Al

Seperti pada silikat, jenis spesies Al dipengaruhi oleh variasi pH larutan. Pada pH 1 – 4, Al berada sebagai Al^{3+} . Pada pH > 6, Al terutama berada sebagai $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ atau $\text{Al}(\text{OH})_3$ bergantung pada jumlah Na_2O di dalam larutan. Jika konsentrasi Na_2O di dalam larutan > 25%, maka Al lebih cenderung membentuk $\text{Al}(\text{OH})_3$ dari pada membentuk $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ (Barrer, 1982). Dari studi dengan ^{27}Al NMR terbukti bahwa spesies penting Al pada pH 7 – 13 adalah tetrahedral $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ (Swaddle, 1994).



Gambar 2.4 pengaruh pH terhadap komponen Al

2.5 Pengaruh Temperatur Kalsinasi Terhadap Karakter Alumina

Kalsinasi merupakan proses pemanasan suatu padatan sampai temperatur di bawah titik lelehnya sehingga terjadi dekomposisi termal dari padatan tersebut (Sax dan Lewis, 1987). Dengan adanya kalsinasi pada alumina mesopori menurut Hampel dkk (2001) dapat menyebabkan hilangnya CO_2 , H_2O serta menghilangkan senyawa-senyawa organik yang ada pada pori sehingga pori menjadi terbuka dan menyebabkan meningkatnya luas permukaan pori. Ory (2004) mengkaji pengaruh temperatur kalsinasi pada alumina mesopori dengan struktur kristal heksagonal bahwa adanya kalsinasi dapat menyebabkan hilangnya surfaktan pada alumina mesopori dan dapat meningkatkan luas permukaannya. Hal ini sesuai dengan penelitian terdahulu oleh Pena (2001) yang menyatakan bahwa pada luas permukaan $100\text{-}200\text{m}^2/\text{g}$ diperoleh setelah kalsinasi pada temperatur 550°C , luas permukaan $200\text{-}300\text{m}^2/\text{g}$ setelah kalsinasi pada temperatur 600°C dan luas permukaan diatas $300\text{m}^2/\text{g}$ didapatkan setelah kalsinasi pada temperatur 700°C .

Menurut Kresge, dkk (1996) pada beberapa macam struktur kristal yaitu struktur heksagonal, kubus, kubus oktaeder dan lamelar. Dari keempatnya, yang tidak mengalami perubahan struktur selama kalsinasi adalah struktur heksagonal dan kubus karena kedua struktur tersebut stabil terhadap kalsinasi sehingga strukturnya tetap sedangkan oktaeder dan lamelar mengalami perubahan struktur menjadi amorf.

Pada alumina yang bukan mesopori adanya kalsinasi menyebabkan perubahan transisi alumina menjadi kappa alumina, gamma alumina dan alpha alumina. Kappa alumina merupakan aluminium oksida (Al_2O_3 anhidrat) yang dihasilkan pada suhu tinggi sekitar 900°C - 1000°C , gamma alumina berstruktur kubus yaitu aluminium oksida yang terbentuk pada suhu rendah di bawah 800°C sedangkan alpha alumina adalah satu-satunya alumina paling stabil pada berbagai temperatur, mempunyai struktur trigonal, merupakan aluminium oksida yang terbentuk pada suhu lebih dari 1000°C - 1200°C (Oscik, 1982).

2.6 Alumina Mesopori

Alumina mesopori merupakan alumina hasil sintesis yang memiliki ukuran pori didaerah mesopori dengan diameter antara 20-500 angstrom (Goeyne,dkk,2005). Alumina mesopori merupakan bentuk alumina yang berpori yang terbentuk setelah kalsinasi. Alumina mesopori mempunyai mempunyai sifat-sifat sebagai berikut rumus empiriknya Al_2O_3 (Oscik dan Cooper, 1982). Berbentuk kristal berwarna putih, berkilau, migroskopis, mudah menyerap air, mudah larut dalam etanol dan tidak larut dalam air struktur kristalnya heksagonal. Manfaat alumina mesopori ini dapat mengadsorpsi dan mengkatalisis molekul-molekul yang ukurannya besar (Anonymous, 1999).

2.7 Adsorpsi

Proses adsorpsi merupakan peristiwa penyerapan suatu zat pada permukaan zat lain. Zat yang diserap disebut fase terserap atau adsorbat, Sedangkan zat yang menyerap disebut adsorben. Peristiwa adsorpsi ini disebabkan oleh gaya tarik molekul-molekul dipermukaan adsorben (Sukardjo, 1990).

Secara umum dikenal ada dua jenis adsorpsi, yaitu adsorpsi fisik atau adsorpsi Van der Waals dan adsorpsi kimia atau adsorpsi teraktivasi (Oscik, 1982). Adsorpsi fisik adalah adsorpsi yang disebabkan oleh interaksi antara adsorben dan adsorbat pada permukaan karena adanya gaya tarik Van der Waals atau ikatan hidrogen. Pada adsorpsi ini adsorbat tidak diikat dengan kuat pada permukaan adsorben sehingga mudah diganti oleh adsorbat yang lain. Adsorpsi fisik biasanya reversible (dapat balik) karena dapat

dilepas kembali dengan adanya penurunan konsentrasi larutan. Menurut Larry, dkk (1992), adsorpsi fisik berlangsung cepat reversible dengan panas adsorpsi yang kecil, kira-kira 5,9 kkal/mol.

Adsorpsi kimia adalah adsorpsi yang melibatkan ikatan valensi sebagai hasil pemakaian bersama elektron oleh adsorbat dan adsorben. Adsorpsi kimia berkaitan dengan pembentukan senyawa kimia yang melibatkan adsorben pada permukaan zat yang diserap (Oscik, 1982). Menurut Larry, dkk (1992), adsorpsi ini biasanya tidak reversible dengan panas adsorpsi lebih besar daripada adsorpsi fisika kira-kira 20-100 kkal/mol.

Faktor-faktor yang mempengaruhi adsorpsi adalah konsentrasi solut, jumlah adsorben, ukuran adsorben dan temperatur adsorpsi (Vaisya dan Gupta, 2002). Adsorpsi juga dapat dipengaruhi oleh pH, jenis adsorben, lama pengocokan, ukuran partikel adsorben (Ninova, dkk, 2002), ikatan yang ada dalam larutan (adsorbat) serta adanya ion lain (Lee, dkk., 2001).

2.8 Adsorpsi Rhodamin B

Decolourisasi dari teknik *waste water treatment* menghasilkan dua teknik untuk memisahkan polutan zat warna salah satunya menggunakan adsorpsi. Banyak faktor yang berpengaruh dalam teknik pemisahan ini yaitu interaksi zat warna dengan adsorben, sorbent surface area, ukuran partikel, temperatur, pH dan waktu kontak (Allen, 2005).

Yamada, dkk (2001) telah mengkaji adsorpsi zat warna yaitu menggunakan rhodamin B (RB). Komposisi RB dengan penggunaan 1 gram abu layang sebagai adsorben dan 50 ml larutan RB. Adsorpsi dapat dipengaruhi oleh waktu reaksi, pH larutan dan konsentrasi awal dari zat warna untuk adsorpsi. Hasil penelitian menunjukkan bahwa senyawa yang diameternya lebih besar yaitu RB lebih sulit diadsorpsi dibandingkan senyawa zat warna yang lainnya sekalipun BMnya lebih kecil.

Penelitian terdahulu yang dilakukan oleh Setianingsih, dkk (2006) dengan melakukan adsorpsi rhodamin B oleh karbon mesopori. Adsorpsi dilakukan pada kondisi sintesis optimum dan juga pada satu kondisi saja dengan menggunakan adsorben sebanyak 0,1 g dalam 25 mL larutan zat warna 100 ppm. Zat warna yang digunakan adalah zat warna jenis kation (rhodamin B). Adsorpsi dikocok dengan pengocok elektrik pada kecepatan konstan 150 rpm

pada suhu 25°C lama pengocokan dilakukan selama 3 jam. Setelah pengocokan larutan campuran tersebut disaring dan diukur pH filtratnya, kemudian diukur absorbansinya. Berdasarkan penelitian terdahulu, maka dalam penelitian ini diuji coba kemampuan alumina mesopori dalam mengadsorpsi RB untuk menentukan kondisi optimum sintesis.

2.9 Penentuan kadar Rhodamin B dengan menggunakan Metode Spektrofotometri Sinar Tampak

2.9.1 Prinsip Spektrofotometri

Metode spektrofotometri didasarkan pada interaksi antara energi radiasi elektromagnetik dengan molekul. Interaksi tersebut menyebabkan terjadinya penyerapan energi radiasi elektromagnetik dengan molekul dimana serapan karakteristik atau spesifik untuk setiap molekul (Peter, dkk, 1974).

Radiasi elektromagnetik yang digunakan sebagai sumber sinar pada spektrofotometer adalah sinar ultraviolet dan bilangan gelombang 200-400 nm dan sinar tampak meliputi daerah dengan bilangan gelombang berkisar 400 nm (cahaya ungu) sampai 100 nm (cahaya merah) dan terdiri dari bermacam-macam warna (polikromatis) dengan kuantitatif energi yang diserap oleh suatu senyawa berbanding terbalik dengan panjang gelombang radiasi (Fessenden and Fessenden, 1992).

Aspek kuantitatif Spektrofotometri diketahui menggunakan hukum Lambert–Beer dengan menggabungkan 2 faktor yang mempengaruhi besarnya intensitas cahaya yang keluar setelah melewati medium larutan yaitu tebal kuvet dan konsentrasi larutan.

$$\text{Log} \left[\frac{I_o}{I_t} \right] = k \times h \times C \quad (2.1)$$

Keterangan : k = konstanta gaya $\text{M}^{-1} \text{cm}^{-1}$

I_o = intensitas awal (cm)

I_t = intensitas akhir cahaya yang keluar (cm)

C = konsentrasi (mol.L^{-1})

Menurut hukum Lambert-Beer, absorbansi berbanding lurus dengan konsentrasi zat yang menyerap dan panjang lintasan radiasi dalam medium. Hal ini dapat dituliskan melalui persamaan (Bassett, dkk, 1994):

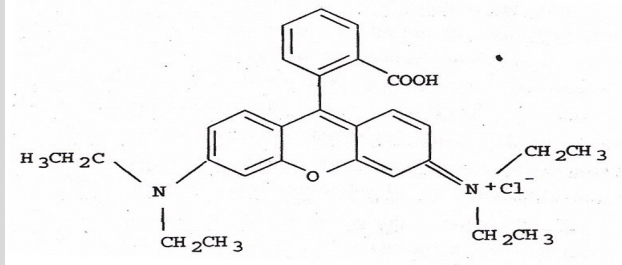
$$A = \varepsilon b C \quad (2.2)$$

Dimana, A = Absorbansi
 ε = Absorptivitas ($L \text{ g}^{-1} \text{ cm}^{-1}$)
 b = Tebal medium yang menyerap (cm)
 C = Konsentrasi larutan (mol.L^{-1})

2.9.2 Penentuan Rhodamin B Secara Spektrofotometri Sinar Tampak

Rhodamin B merupakan zat warna sintesis berupa serbuk berwarna keungu merahan, tidak berbau dan dalam larutan berwarna terang berfluoresensi (Anonimous,2003). Diantara semua jenis bahan pewarna, yang sebagian besar berasal dari industri tekstil. Rhodamin B merupakan salah satu pewarna paling Xanthene dan sering dipakai karena kestabilannya yang baik.

Struktur Rhodamin B sebagai berikut (Murat,dkk,2006)



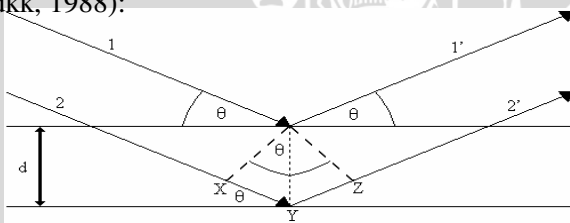
Gambar 2.5 Struktur Rhodamin B

Rhodamin B dapat diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer karena merupakan senyawa berwarna. Semua reaksi kimia dapat terlibat diantaranya melalui reaksi tereduksi, reaksi pembentukan senyawa kompleks dan reaksi yang menggunakan senyawa organik (Day and Underwood, 1990). Metode spektrofotometri didasarkan pada interaksi antara radiasi elektromagnetik dengan molekul. Interaksi inilah yang menyebabkan terjadinya penyerapan energi radiasi elektromagnetik dengan molekul (Peter, dkk, 1974). Rhodamin B mempunyai absorbansi maksimum pada panjang gelombang 554 nm (Yamada, 2003), pada panjang gelombang 553 nm (λ_{max}) (Murat, dkk, 2006).

2.10 Penentuan Struktur Kristal Dengan Difraksi Sinar-X

Sinar-X adalah gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang antara $0,5 - 2,5 \text{ \AA}$, berarti jauh lebih pendek daripada sinar tampak dan ultraviolet (λ sinar tampak = $\pm 6000 \text{ \AA}$), sehingga energinya jauh lebih besar, akibat hubungan $\Delta E = h \nu = h c / \lambda$. Sinar-X bergerak menurut garis lurus, tidak terdiri dari partikel yang bermuatan sehingga tidak dibelokkan oleh medan magnet (Klug and Alexander, 1962).

Atom-atom dalam kristal dapat dipandang sebagai unsur yang dapat membentuk susunan bidang datar yang masing-masing susunan mempunyai jarak karakterisasi, pada bidang itu disebut bidang “Bragg”. Bila sinar-X jatuh pada kisi kristal maka atom-atom dalam jarak kristal tersebut akan mendifraksikan sinar yang datang. Gambar Jalannya sinar yang didifraksikan sebagai berikut (Williard,dkk, 1988):



Gambar 2.6 Difraksi sinar-X

Keterangan:

d = jarak antara bidang yang berurutan dan memantulkan sinar-X

θ = sudut datang sinar dan yang meninggalkan bidang tertentu

λ = panjang gelombang sinar-X

n = bilangan bulat ($n = 1$)

Menurut Bragg, untuk dapat mengamati intensitas sinar-X, terdapat hubungan tertentu yang harus dipenuhi yaitu hubungan antara jarak bidang dalam kristal dan sudut yang radiasi refleksinya menunjukkan intensitas maksimum untuk panjang gelombang tertentu (λ) yaitu semua sinar-X yang sefasa. Hubungan ini dikenal sebagai persamaan Bragg yang didasarkan pada gambar (West,1984):

$$xy = yz = d \sin \theta$$

$$xyz = 2 d \sin \theta$$

$$xyz = n \lambda$$

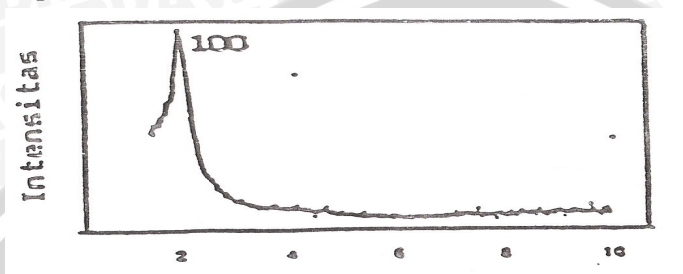
$$2 d \sin \theta = n \lambda$$

Menurut Willard dkk (1988) untuk mengidentifikasi struktur kristal dengan difraksi sinar-X dapat dilakukan dengan dua cara, yaitu : membandingkan data *d-spacing* sampel dengan data *d-spacing* standar (*Joint Committee for Powder Diffraction Standart*) minimal 3 puncak standar, yaitu 3 puncak yang memberikan intensitas tertinggi, mengindeks langsung (dilakukan jika tidak ada standar). Hubungan antara *d-spacing*, indeks Miller suatu bidang kisi dan parameter sel untuk masing-masing jenis kristal, yaitu (West, 1984):

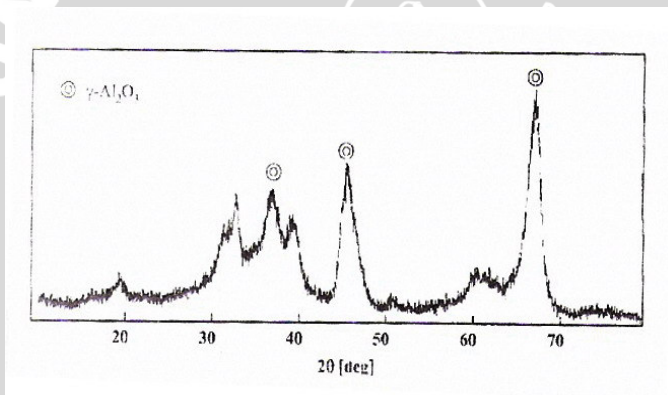
Tabel 2.1 Hubungan antara *d-spacing*, Indeks Miller dan parameter sel

Sistem kristal	Hubungan parameter <i>d-spacing</i> , indeks Miller dan parameter sel
Kubus	$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}$
Tetragonal	$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$
Heksagonal	$\frac{1}{d^2} = \left[\frac{4}{3} \frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right] + \frac{l^2}{c^2}$
Ortorombik	$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}$
Monoklinik	$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{\sin^2 \beta} \left[\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2 \sin^2 \beta}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} + \frac{2hl \cos \beta}{ac} \right]$
Triklinik	$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{v^2} \left[h^2 b^2 \sin^2 \alpha + k^2 a^2 c^2 \sin^2 \beta + l^2 a^2 b^2 \sin^2 \gamma + 2hlab c^2 \{ \cos \alpha \cos \beta - \cos \gamma \} + 2hlab^2 c \{ \cos \alpha \cos \gamma - \cos \beta \} \right]$

Pola difraksi sinar-X dapat dibandingkan dengan pola difraksi sinar-X penelitian sebelumnya, seperti ditunjukkan pada gambar pola difraksi dibawah ini :



Gambar 2.7 Spektra alumina mesopori heksagonal mesopori (Poppl, dkk, 1995)



Gambar 2.8 X-Ray Gamma alumina (Bongkuk Sea and Kew-Ho, 2001)

2.11 Penentuan Luas Permukaan Padatan, Volume pori dan Ukuran Pori Dengan Metode BET (Lowell and Shields, 1984)

Metode BET merupakan salah satu metode adsorpsi isotermis yang ditemukan oleh Brunnauer, Emmet dan Teller yang digunakan untuk menentukan luas permukaan padatan, volume pori dan ukuran porinya.

2.11.1 Penentuan Luas Permukaan Adsorben

Luas Permukaan menggambarkan permukaan aktif yang dapat kontak dengan reaktan sehingga berfungsi sebagai jembatan dalam proses reaksi. Semakin besar permukaan aktif dari suatu katalis diharapkan aktivitas katalis akan semakin baik (Setyawan, 2002). Luas permukaan merupakan parameter penyangga katalis paling penting. Pengukurannya melibatkan prinsip-prinsip adsorpsi fisika. Model teoritis yang digunakan adalah persamaan *Brenauer-Emmet-Teller* (BET). BET adalah suatu prosedur yang paling sering digunakan untuk menentukan luas permukaan suatu zat padat (padatan) *multilayer*. Metode BET merupakan teknik desorpsi gas adsorben dari campuran adsorbat yang mengalir dan gas pembawa inert yang tidak dapat didesorpsi. Nitrogen cair adalah zat yang biasa digunakan sebagai zat pendingin, nitrogen merupakan adsorbat dalam sebuah gas pembawa inert (helium).

Perhitungan Lps (luas permukaan spesifik) (Lowell dan Shield, 1984):

$$\frac{1}{W[P_o/P]-1} = \frac{1}{W_m C} + \frac{C-1}{W_m C} [P/P_o] \quad (2.3)$$

Keterangan

W : berat adsorbat pada P/Po

W_m : berat adsorbat pada monolayer jenuh

C : konstanta BET

Po : tekanan uap jenuh adsorbat

Hubungan antara $\frac{1}{W[P_o/P]-1}$ dengan P/Po adalah linier

pada kisaran $0,05 \leq P/P_o \leq 0,35$

s (slope) $\frac{C-1}{W_m C}$

$$i \text{ (intersep)} \quad \frac{1}{W_m C}$$

$$s + i \quad \frac{C-1}{W_m C} \quad \frac{1}{W_m C} \quad \frac{C}{W_m C} \quad = \quad \frac{1}{W_m}$$

$$S_t = \frac{W_m \times N \times A}{M} \quad (2.4)$$

Keterangan :

S_t = luas permukaan total $\text{\AA}$

N = Bilangan Avogadro molekul adsorbat = $6,02 \times 10^{23} \text{ mol}^{-1}$

A = Tampang Lintang = $16,2 \text{ \AA}$

M = Berat Molekul $N_2 = 28 \text{ g/mol}$

Dengan demikian luas permukaan spesifik dapat dihitung dengan cara sebagai berikut:

$$S_{BET} = S_{Spesif} \quad \frac{S_t}{W_{\text{sampel}}} \quad \text{m}^2/\text{g} \quad (2.5)$$

2.11.2 Penentuan Jari-jari Pori Rata-rata

Dengan mengasumsikan geometri pori-pori adalah silinder, sehingga diperoleh perumusan sebagai berikut :

$$r = \frac{2V_p}{S_{BET}} \quad (2.6)$$

Dengan : r = Jari-jari pori rata-rata

V_p = Volume pori spesifik

S_{BET} = luas permukaan spesifik padatan

2.11.3 Penentuan Volume pori spesifik

Volume pori spesifik ditentukan dengan menggunakan data volume gas N_2 yang teradsorpsi (V_{ads}) pada P/P_o mendekati 1 ($P/P_o \approx 1$), dengan mengsumsikan bahwa pori telah terisi penuh dengan adsorbat cair. Karena eksperimen yang diperoleh adalah data volume gas N_2 yang teradsorpsi (V_{ads}) maka perlu ditentukan volume cair adsorbat (V_{liq}) sebagai berikut (Lowell dan Shied, 1984):

$$V_p = V_{liq} = \frac{P \times V_{ads} \times V_m}{R \times T} \quad (2.7)$$

Keterangan :

P = Tekanan uap N_2 cair = 1 atm

R = Konstanta untuk gas = 82,057 mL.atm/mol.K

T = suhu N_2 cair = 273 K

V_{ads} = Volume gas N_2 yang teradsorpsi

V_m = Volume molar N_2 cair = 34,6 mL/mol

Sehingga dengan demikian diperoleh persamaan sebagai berikut :

$$V_p = V_{gas} \times 1,53 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^3/\text{g} \quad (2.8)$$

Dimana:

V_{gas} = jumlah gas N_2 yang diadsorpsi pada $P/P_o \approx 1$

2.12 Penentuan Distribusi Ukuran Pori Dengan Metode POD (Lowell and Shields, 1984)

Metode POD digunakan untuk menentukan distribusi ukuran pori, yang ditemukan oleh Pierce dan dimodifikasi oleh Orr dan Dalla Valle (POD). Metode ini didasarkan pada persamaan Kelvin yang ditulis sebagai berikut :

$$r_k = \frac{4,15}{\log(P_o / P)} (\text{\AA}) \quad (2.9)$$

r_k disebut jari-jari Kelvin atau jari-jari kritis. Jika tebal lapisan adsorpsi pada kondensasi atau evaporasi disebut t , maka jari-jari pori nyata r_p dinyatakan sebagai :

$$r_p = r_k + t \quad (2.10)$$

Dengan mengasumsikan bahwa tebal film teradsorpsi dalam pori adalah sama dengan pada bidang permukaannya pada berbagai nilai tekanan relatif, maka dapat ditulis :

$$t = \left(\frac{W_a}{W_m} \right) \tau \quad (2.11)$$

Dimana :

W_a : berat adsorben pada tekanan relatif tertentu

W_m : bobot yang terkait dengan monolayer BET

τ : 3.54 Å.

Kurva yang umum digambarkan oleh persamaan Halsey, dimana untuk nitrogen ditulis sebagai berikut :

$$t = 3,54 \left(\frac{5}{2,303 \log P_0 / P} \right)^{1/3} \quad (2.12)$$

ΔV_{liq} adalah volume cairan yang bersesuaian dengan ΔV_{gas} . Cara langsung untuk mengubah ΔV_{gas} menjadi ΔV_{liq} adalah dengan menghitung mol gas, dan dikalikan dengan volume molar cairan. Pada nitrogen pada temperatur dan tekanan standar dituliskan sebagai berikut :

$$\Delta V_{liq} = \frac{\Delta V_{gas}}{22,4 \times 10^3} \times 34,6 = \Delta V_{gas} (1,54 \times 10^{-3}) cm^3 \quad (2.13)$$

ΔV_{liq} dapat ditulis sebagai :

$$\Delta V_{liq} = \pi r_k^2 l \quad (2.14)$$

dan jika :

$$V_p = \pi r_p^2 l \quad (2.15)$$

l adalah panjang pori, dengan menggabungkan kedua persamaan diperoleh :

$$V_p = \left(\frac{r_p}{r_k} \right)^2 [\Delta V_{liq}] cm^3 \quad (2.16)$$

Luas permukaan dinding pori (S) dapat dihitung melalui :

$$S = \frac{2V_p}{r_p} \times 10^4 (m^2) \quad (2.17)$$

2.13 Penentuan Gugus Fungsional kristal Dengan Spektrofotometri Infra merah

Metode spektrofotometri inframerah merupakan metode yang dapat digunakan untuk mendeteksi gugus fungsional, mengidentifikasi senyawa, dan menganalisa campuran pada daerah inframerah 2,5 μm dan 15 μm . Daerah 0,8 hingga 2,5 μm disebut inframerah dekat dan daerah 15 hingga 200 μm disebut inframerah jauh (Sastrohamidjojo, 1992).

Setiap tipe ikatan yang berbeda mempunyai sifat frekuensi vibrasi yang berbeda, dan karena tipe ikatan yang sama dalam 2 senyawa berbeda terletak dalam lingkungan yang sedikit berbeda, maka tidak ada 2 molekul yang berbeda strukturnya akan mempunyai spektra inframerah yang tepat sama, sehingga dengan membandingkan spektra inframerah dua senyawa yang diperkirakan identik, akan dapat dinyatakan apakah kedua senyawa tersebut identik atau tidak (Sastrohamidjojo, 1992).

Atom-atom di dalam suatu molekul tidak diam melainkan bervibrasi (bergetar). Bila radiasi inframerah (IR) dilewatkan melalui suatu cuplikan maka molekul-molekulnya dapat mengabsorpsi (menyerap) energi dan terjadilah transisi di antara tingkat vibrasi dasar (ground state) dan tingkat vibrasi tereksitasi (excited state).

Perubahan energi vibrasi (ΔE) dapat dinyatakan sebagai $\Delta E = h\nu$ dengan h menyatakan tetapan Plunck ($6,6242 \times 10^{-27}$ ergdet) dan ν menyatakan frekuensi dalam Hertz (Hz). Hubungan antara frekuensi dengan panjang gelombang (λ) dinyatakan sebagai :

$$\nu = \frac{c}{\lambda} \quad (2.18)$$

Dimana, c = Kecepatan cahaya ($2,998 \times 10^{10}$ cm det^{-1})

λ = Panjang gelombang (cm)

Jumlah gelombang per cm dinyatakan dalam bilangan gelombang (ν), yaitu :

$$\nu = \frac{1}{\lambda} \quad (2.19)$$

Hukum hooke dapat membantu memperkirakan daerah dimana vibrasi dari dua atom dapat terjadi :

$$\nu = \frac{1}{2\pi c} \sqrt{\frac{f(m_1 + m_2)}{m_1 m_2}} \quad (2.20)$$

Setelah dilakukan akar kuadrat, memberikan persamaan :

$$\nu = \frac{7,76 \times 10^{11}}{2\pi c} \sqrt{\frac{K}{\mu}} \quad (2.21)$$

Dimana :

K = Pemindahan bilangan Avogadro ($6,02 \times 10^{23}$) dari penyebutnya pada massa tereduksi (μ) yang dirumuskan :

$$\mu = \frac{m_1 m_2}{m_1 + m_2} \quad (2.22)$$

2.14 Hipotesis

1. pH awal dan temperatur kalsinasi memberikan pengaruh terhadap karakter alumina mesopori.
2. Kemampuan adsorpsi rhodamin B oleh alumina mesopori dipengaruhi oleh pH awal dan temperatur kalsinasi yaitu akan meningkat seiring terjadi peningkatan pH dan temperatur kalsinasi sampai kondisi optimumnya.

BAB 111

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik dan Kimia Fisik Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya Malang. Pada bulan Agustus 2006 - Maret 2007. Pengukuran volume pori, diameter rata-rata pori, dan luas permukaan spesifik padatan menggunakan *surface area analyzer* dilakukan di BATAN Yogyakarta. Pengukuran struktur kristal dengan difraktometer dilakukan di Universitas Gajahmada Yogyakarta.

3.2 Bahan dan Alat Penelitian

3.2.1 Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang dipakai dalam penelitian ini adalah CTAB p.a, aluminium sulfat teknis, natrium hidroksida teknis, H_2SO_4 97% (b/b), $\text{bj}=1,1,84$ kg/L, Rhodamin B, akuades, dan kertas pH universal.

3.2.2 Alat Penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah: botol polipropilen, oven (Mommert U 30), desikator, tanur, timbangan analitik (Mettler AE 50), seperangkat alat gelas, bola hisap, mortar, ayakan ukuran 150 dan 250 mesh, pengaduk magnetik (stirer), shaker merk Edmund Buhler SM 25, kertas saring Whatman no.42, kurs porselen bertutup, pH meter Merk Orion model 710A, spectronik-20 merk Busch and Lomb, spektrofotometer inframerah (merk Shimadzu F IR-8400S) dan *Surface Area Analyzer* (merk NOVA 1000).

3.3 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dalam 3 tahap yaitu :

1. Sintesis Alumina Mesopori
2. Dilakukan Karakterisasi:
 - a. Penentuan % adsorpsi rhodamin B

- b. Penentuan volume pori, diameter rata-rata pori, dan luas permukaan spesifik padatan menggunakan *surface area analyzer*
- c. Penentuan struktur kristal dengan difraktometer
- d. Penentuan gugus fungsional kristal dengan spektrofotometer infra merah

3. Analisa Data

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Sintesis Alumina Mesopori

3.4.1.1 Sintesis Alumina Mesopori Pada Berbagai pH dan Temperatur Kalsinasi 600°C

Metode sintesis ini mengacu pada metode Huo (1994a dan 1994b). Masing masing botol polipropilen diisi dengan larutan pH 4–13 (Lampiran L.2.5) sebanyak 50 mL. Padatan aluminium sulfat dihaluskan dengan menggunakan mortar ditimbang sebanyak 13,41 g kemudian dimasukkan sedikit demi sedikit kedalam botol polipropilen yang sudah diisi larutan pH sambil diaduk dengan pengaduk magnetik hingga semua larut. Setelah semua larut, ditambahkan sedikit demi sedikit CTAB sebanyak 1,42 g sambil diaduk. Selanjutnya botol polipropilen yang berisi larutan campuran tersebut ditutup dan dipanaskan dalam oven pada temperatur 98°C selama 12 jam kemudian dibiarkan dingin selama 48 jam. Kristal yang terbentuk disaring dan dikeringkan dalam oven pada temperatur 80°C selama 1 jam dan dikalsinasi pada temperatur 600°C selama 3 jam terhitung sejak tercapainya temperatur tersebut. Hasil kristal yang telah ditanur (berupa serbuk) diayak dengan ayakan 150 mesh dan 250 mesh. Hasil ayakan yang diambil adalah yang lolos dari ayakan 150 mesh dan yang tertahan pada 250 mesh. Selanjutnya kristal hasil sintesis yang diperoleh dikarakterisasi dengan uji adsorpsi rhodamin B.

3.4.1.2 Sintesis alumina mesopori pada berbagai temperatur kalsinasi dan pH optimum

Prosedur sama seperti 3.4.1.1 tetapi dilakukan pada berbagai temperatur kalsinasi dan pH optimum sintesis (pH 9). Temperatur kalsinasi divariasi 800°C dan 1000°C.

3.4.2 Karakterisasi Alumina Mesopori

3.4.2.1 Penentuan kondisi optimum sintesis berdasarkan % Adsorpsi Rhodamin B

Larutan rhodamin B 100 ppm dipipet sebanyak 25 mL dan dimasukkan kedalam erlenmeyer. Setelah itu ditambahkan 0,10 g kristal alumina mesopori hasil sintesis. Campuran dikocok dengan pengocok elektrik pada kecepatan 150 rpm selama 4 jam pada suhu kamar. Setelah itu campuran disaring menggunakan kertas saring whatman 42. Filtrat yang diperoleh digunakan untuk penentuan konsentrasi sisa rhodamin B secara spektrofotometri (pada prosedur 3.4.3). Setiap data konsentrasi yang diperoleh tersebut digunakan untuk penentuan % adsorpsi rhodamin B sebagai dasar penentuan pH optimum sintesis dan temperatur kalsinasi optimum.

3.4.2.2 Penentuan Struktur Kristal Alumina Mesopori dengan Difraktometer Sinar-X

Penentuan struktur kristal dengan difraksi sinar-X dilakukan pada sampel dengan kondisi sintesis optimum. Karakterisasi dilakukan dengan pengamatan difraktogram sinar-X dengan tujuan mengidentifikasi struktur kristalnya.

Sampel yang telah dihaluskan dimasukkan dalam tempat sampel (*speciment*) kemudian ditekan sampai penuh dan rata pada *speciment*, hal ini bertujuan agar pada saat pengukuran tidak tumpah. Sinar-X diarahkan pada sampel sehingga terjadi difraksi. Identifikasi kristal dilakukan dengan cara membandingkan nilai d pada difraktogram dari sampel dengan data standar JCPDS (*Joint Committee for Powder Diffraction Standart*) dan jurnal penelitian terdahulu.

Data karakterisasi kristal alumina mesopori hasil sintesis tersebut diinterpretasi dengan cara mencocokkan data d -*spacing* tiap-tiap puncak padatan hasil sintesis dengan data standar dari referensi (jurnal penelitian terdahulu).

3.4.2.3 Penentuan Volume Pori, Diameter Rata-rata Pori, Dan Luas Permukaan Spesifik Padatan Menggunakan *Surface Area Analyzer*

Produk alumina mesopori hasil sintesis pada kondisi sintesis optimum dikarakterisasi dengan menggunakan *Surface Area Analyzer* untuk menentukan luas permukaan padatan, volume pori dan ukuran pori kemudian data yang terukur diolah dengan menggunakan metode BET.

3.4.2.4 Penentuan Gugus Fungsional Kristal Menggunakan Spektrofotometer Inframerah

Karakterisasi senyawa alumina mesopori hasil sintesis pada kondisi optimum dilakukan dengan pengamatan spektra inframerah untuk menentukan karakterisasi gugus fungsional yang terkandung dalam alumina mesopori hasil sintesis.

Spektra inframerah alumina mesopori hasil sintesis pada kondisi optimum diperoleh dari metode pelet KBr. Pada pembuatan pelet KBr, pengukuran spektra pada daerah bilangan gelombang antara $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$.

Hasil dari pengamatan spektra inframerah diperoleh pita-pita serapan yang karakteristik, sehingga dapat ditentukan gugus fungsional yang terkandung dalam alumina mesopori hasil sintesis.

Data spektrum IR dianalisis sebagai data pendukung yang digunakan untuk uji gugus fungsi dengan spektrofotometer inframerah. Spektra yang dihasilkan diidentifikasi berdasarkan informasi gugus fungsi pada literatur.

3.4.3 Penentuan Rhodamin B Secara Spektrofotometri

3.4.3.1 Penentuan λ maksimum

penentuan λ maksimum ini diperoleh dengan cara mengukur larutan rhodamin B 2 ppm pada berbagai variasi panjang gelombang yaitu $400 - 600 \text{ nm}$ dengan menggunakan alat spectronik-20 kemudian dari data pengukuran yang diperoleh ditentukan panjang gelombang maksimumnya.

3.4.3.2 Penentuan Kurva Baku

Larutan rhodamin B 100 ppm dipipet sebanyak 0,25 mL; 0,375 mL; 0,5 mL; 0,625 mL; 0,875 mL dan 0,1 mL. Setelah itu masing-masing larutan dimasukkan kedalam labu takar 25 mL dan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas. Larutan dikocok, hingga homogen kemudian diukur absorbansinya dengan spectronik-20 pada $\lambda = 554$ nm. Dari hasil pengukuran dibuat kurva hubungan antara konsentrasi rhodamin B (ppm) sebagai sumbu x dengan absorbansi sebagai sumbu y sehingga diperoleh persamaan regresi linier $y = ax$.

3.4.3.3 Penentuan Kadar Rhodamin B dalam larutan sampel

Larutan filtrat rhodamin B setelah diadsorpsi dipipet sebanyak 0,5 mL dimasukkan ke labu takar 25 mL dan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas. Larutan yang sudah diencerkan tersebut diukur %Tnya dengan spectronik-20 pada panjang gelombang 554 nm. Nilai % T yang diperoleh digunakan untuk menentukan nilai absorbansi dengan rumus:

$$A = -\log T$$

Absorbansi yang didapatkan digunakan untuk menentukan konsentrasi sisa rhodamin-B dengan menggunakan persamaan kurva baku.

3.4.4 Analisis Data.

Data % adsorpsi rhodamin B rata-rata yang diperoleh diuji statistik melalui uji F dan BNT.

3.4.5 Perhitungan

3.4.5.1 Perhitungan Rhodamin B yang teradsorpsi

Penentuan % rhodamin B yang teradsorpsi dapat ditentukan dengan persamaan :

$$\% \text{ Adsorpsi Rhodamin B} = \frac{(C_o - C_s)}{C_o} \times 100\% \quad (3.1)$$

Dimana : C_o = Konsentrasi rhodamin B sebelum adsorpsi (ppm)

C_s = Konsentrasi rhodamin B setelah adsorpsi (ppm)

3.4.5.2 Penentuan Persamaan Regresi Linier dari Kurva Baku

Penentuan persamaan regresi linier dari grafik kurva baku larutan Rhodamin B menggunakan hubungan konsentrasi dengan absorbansi, dengan persamaan umum :

$$y = ax \quad (3.2)$$

Dimana : y = Absorbansi

x = Konsentrasi

sedangkan nilai a dapat dihitung melalui persamaan berikut ini :

$$a = \frac{\sum X_i Y_i}{\sum X_i^2} \quad (3.3)$$



BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis alumina mesopori dari aluminium sulfat teknis dengan mengkaji pengaruh pH awal kristalisasi secara hidrotermal dan temperatur kalsinasi guna mengetahui sejauh mana pH awal kristalisasi dan temperatur kalsinasi mempengaruhi karakter alumina mesopori yang dihasilkan serta untuk mendapatkan kondisi optimum.

4.1. Penentuan pH Awal Optimum Sintesis Dengan Adsorpsi Rhodamin B oleh Alumina Mesopori

Kondisi pH berpengaruh terhadap harga k_{mc} surfaktan terkait dengan pengaruh ion lawan (Rosen, 1978) dan juga dapat berpengaruh terhadap jenis komponen Al dalam larutan (Swadlow, 1994) sehingga dengan adanya variasi pH diperkirakan akan mempengaruhi kemudahan dalam pembentukan mesofasa selama proses hidrotermal serta polimerisasi alumina saat kalsinasi yang dapat mempengaruhi karakter alumina mesopori hasil sintesis.

Pada penelitian ini produk alumina mesopori yang diharapkan adalah alumina mesopori berstruktur kristal heksagonal. Sesuai dengan mekanisme yang dijelaskan oleh Zhao, dkk (1996) bahwa awal terjadinya pembentukan kristal alumina heksagonal mesopori adalah pembentukan mesofasa. Adanya surfaktan pada pembentukan mesofasa kristal heksagonal adalah berfungsi membentuk misel tabung dengan bagian hidrofobik berkumpul di bagian dalam tabung dan bagian hidrofilik (gugus kepala surfaktan yang bermuatan positif) berikatan dengan bagian polimer anorganik. Akibat adanya ikatan antara polimer anorganik dengan misel tabung maka tabung-tabung tersebut bergabung membentuk padatan mesofasa yang terdiri atas cetakan pori yang dibentuk surfaktan dengan dinding pori bagian anorganik misalnya anion, aluminat, atau kation aluminium dengan disertai pengikatan kation anion yang lain. Pada saat proses kalsinasi surfaktan tersebut dihilangkan melalui proses dekomposisi termal sedangkan bagian anorganik membentuk aluminat atau padatan alumina dengan rongga-rongga pori sebesar cetakan pori yang ditinggalkan surfaktan.

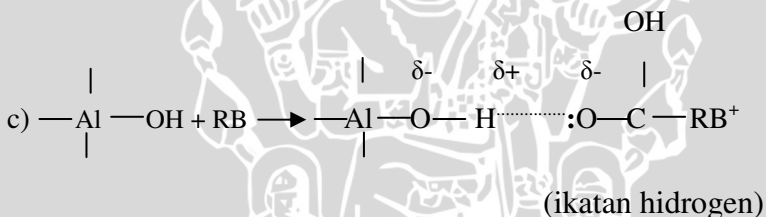
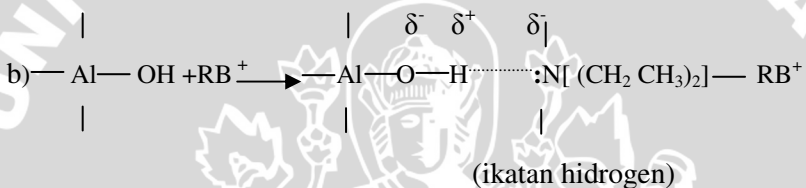
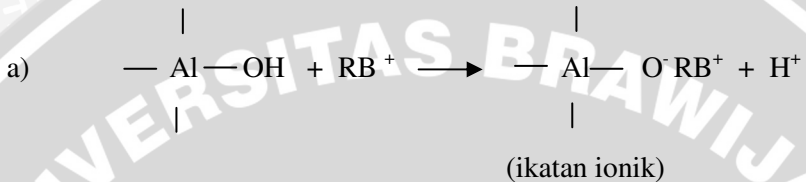
Pada sintesis ini pH divariasi dari kondisi asam sampai basa yaitu pH 4 s/d 13. Pada kondisi asam (pH 4 –pH 6), Al dalam larutan terutama berada sebagai kation (Tabel 4.1) sehingga jenis ikatan antara surfaktan dan bagian anorganik yang sesuai dengan yang diteorikan Zhao dkk (1996) adalah $S^+X^{n-}M^{m+}$, dengan S^+ = surfaktan kationik, X^{n-} = anion anorganik, serta M^{m+} kation anorganik. Pada penelitian ini surfaktan yang dipakai adalah CTA^+ , anion yang terdapat dalam larutan tersebut adalah SO_4^{2-} (berasal dari larutan asam sulfat pengatur pH dan dari senyawa aluminium sulfat, dan kation anorganik adalah spesies Al^{3+} . Sementara itu pada kondisi netral dan basa (pH 7 s/d 13), Al dalam larutan berada sebagai kompleks anion (Tabel 4.1) sehingga jenis ikatan antara surfaktan dan bagian anorganik yang sesuai dengan yang diteorikan Zhao dkk (1996) adalah S^+X^- dengan X^- kompleks anion yang dibentuk oleh Al yaitu $Al(OH)_4^-$.

Tabel 4.1. Prediksi ikatan pada mesofasa berdasarkan Jumlah fraksi Al dalam air menurut Swadlle (1994) dan model ikatan Zhao,dkk (1996)

pH	Jumlah fraksi spesies Al dalam air (Swadlle,1994)	Model ikatan mesofasa (Zhao,dkk,1996)	Prediksi ikatan pada mesofasa
4	$Al^{3+} >>> Al(OH)^{2+}$	$S^+X^{n-}M^{m+}$	$CTA^+(SO_4^{2-})Al^{3+}(SO_4^{2-})$
5	$Al^{3+} >>> Al(OH)^{2+}$	$S^+X^{n-}M^{m+}$	$CTA^+(SO_4^{2-})Al^{3+}(SO_4^{2-})$
6	$Al(OH)^{2+} > Al(OH)_3 = Al(OH)_2^+ > Al^{3+} = Al(OH)_4^-$	$S^+X^{n-}M^{m+}$	a) $CTA^+(SO_4^{2-})(Al(OH)_2^+)$ b) $CTA^+(SO_4^{2-})Al^{3+}(SO_4^{2-})$ c) $CTA^+[Al(OH)_4^-]$
7	$Al(OH)_4^- >> Al(OH)_3$	S^+X^-	$CTA^+[Al(OH)_4^-]$
8	$Al(OH)_4^- >> Al(OH)_3$	S^+X^-	$CTA^+[Al(OH)_4^-]$
9 s/d 13	$Al(OH)_4^-$	S^+X^-	$CTA^+[Al(OH)_4^-]$

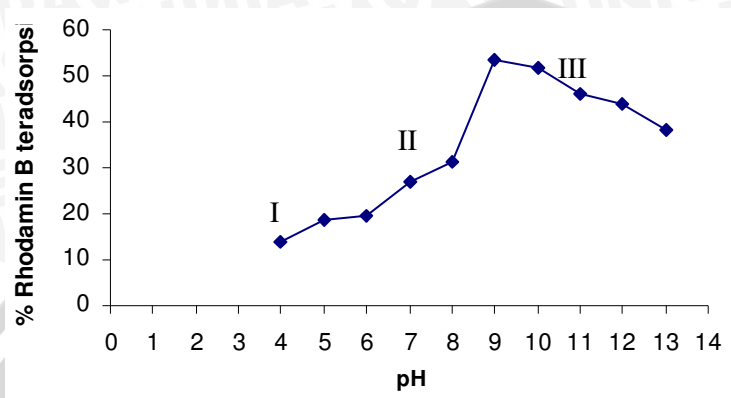
Rhodamin B dalam penelitian ini digunakan sebagai zat warna kation sedangkan alumina mengandung Al-O-Al dengan gugus terminal Al-OH, sehingga rhodamin B dapat terikat pada permukaan alumina mesopori melalui tukar kation, ikatan H atau melalui gaya Van Der Waals (Ion-ion dipol)

Reaksi Rhodamin B dengan gugus permukaan mesopori



Tabel 4.2 Data persentase rhodamin B yang teradsorpsi oleh alumina mesopori hasil sintesis pH 4-13

pH	% Rhodamin B teradsorpsi rata-rata
4	13,89 ± 0,00
5	18,82 ± 0,00
6	19,63 ± 2,18
7	26,99 ± 1,56
8	31,37 ± 1,06
9	53,47 ± 0,92
10	51,60 ± 0,94
11	45,88 ± 0,96
12	43,92 ± 0,99
13	38,16 ± 0,61



Gambar 4.1 Pengaruh pH terhadap % rhodamin B yang teradsorpsi oleh alumina mesopori hasil sintesis pada pH 4-13

Berdasarkan hasil karakterisasi melalui uji adsorpsi rhodamin B (pada Tabel 4.2 dan Gambar 4.1) menunjukkan bahwa pH sangat berpengaruh pada adsorpsi rhodamin B oleh alumina mesopori. Diperkirakan makin optimal pembentukan daerah mesopori makin besar pula adsorpsi rhodamin B mengingat bahwa rhodamin molekul yang berukuran besar.

Berdasarkan analisa data menggunakan RAL didapatkan nilai F_{hitung} 827,24 > F_{tabel} 3,48. Hal ini menunjukkan kondisi pH berpengaruh nyata terhadap rhodamin B yang teradsorpsi. pH 9 merupakan pH yang paling menunjukkan beda nyata dan merupakan pH optimum karena mampu menyerap rhodamin B secara maksimum berdasarkan uji BNT pada lampiran Tabel L.5.3

Pada Gambar 4.1 mulai dari pH 4 s/d 9 terjadi peningkatan persen rhodamin B yang teradsorpsi, sehingga diperkirakan makin tinggi pH maka makin tinggi persen adsorpsi rhodamin B dan makin optimal pembentukan daerah mesopori. Berdasarkan pola interaksi surfaktan dengan spesies Al pada Tabel 4.1. Hal ini diperkirakan dalam pembentukan mesofasa makin tinggi pH makin menurun kecenderungan pola interaksi tak langsung $S^+X^nM^{m+}$. Sebaliknya terjadi peningkatan pembentukan mesofasa dengan pola interaksi langsung S^+X^- . Apabila pola keduanya terjadi interaksi yang kuat antara surfaktan dan aluminat maka pembentukan mesofasa akan

optimal dapat membentuk daerah mesopori yang optimal pula dan menyebabkan adsorpsi rhodamin B menjadi meningkat.

Pada kurva I (pH 4 s/d 8) peningkatan persen adsorpsinya agak landai, Hal ini terjadi karena adanya komponen lain selain $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ antara lain: CTA^+ , SO_4^{2-} , Al^{3+} , $\text{Al}(\text{OH})_2^+$ berdasarkan Tabel 4.1 yang diperkirakan kurang efektif untuk membentuk mesofasa dengan surfaktan. Pada Kurva II (pH 8 s/d 9) terjadi peningkatan persen adsorpsi yang sangat tajam. Hal ini diperkirakan pada pH 9 spesies yang ada semuanya $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ yang sangat efektif untuk membentuk ikatan mesofasa.

Pada kurva III (pH 9 s/d 13) terjadi penurunan persentase rhodamin B yang teradsorpsi, diperkirakan pembentukan mesoporinya tidak optimal. Jika dikaitkan dengan Tabel 4.1 menunjukkan bahwa mekanisme pembentukan mesofasanya sama yaitu melalui interaksi langsung (S^+X^-). Oleh karena itu, terjadinya penurunan pembentukan mesofasa bukanlah karena perbedaan interaksi surfaktan dan bahan anorganiknya, melainkan faktor lain. Faktor lain ini terkait dengan makin banyaknya OH^- dalam larutan. Makin banyak OH^- makin banyak pesaing $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ untuk berikatan dengan surfaktan sehingga pembentukan mesofasa menjadi sulit. Makin banyak OH^- dapat meningkatkan gaya tarik antara gugus kepala surfaktan yang bermuatan positif pada daerah hidrofilik sehingga menurunkan gaya tarik antara gugus kepala surfaktan pada daerah hidrofobik, akibatnya menyulitkan pembentukan cetakan pori pada mesofasa dan juga mengakibatkan semakin sulitnya pembentukan mesofasanya, pembentukan diameter mesopori menjadi berkurang dan adsorpsi rhodamin B juga menjadi berkurang. Selain itu, faktor lainnya yaitu adanya Na^+ yang berpengaruh dalam pembentukan misel karena adanya gaya tolak kation tersebut dengan kepala surfaktan yang bermuatan $+$ dalam membentuk misel (Rosen,1992). Dari kedua faktor yang sangat berpengaruh dalam membentuk misel adalah OH^-

Dari kajian pengaruh pH ini maka pH 9 merupakan sebagai kondisi optimum sintesis alumina mesopori.

4.2 Uji Pengaruh Temperatur Kalsinasi Terhadap Persen Adsorpsi Rhodamin B oleh Alumina Mesopori

Pada penelitian ini sintesis alumina mesopori pada berbagai temperatur kalsinasi untuk mengetahui bagaimana pengaruhnya terhadap persen adsorpsi rhodamin B dan sekaligus mengetahui karakter terbaiknya. Kalsinasi yang dilakukan bertujuan untuk menghilangkan surfaktan sebagai cetakan pori pada kristal mesofasa, sehingga terbentuk kristal mesopori.

Pengaruh temperatur kalsinasi pada sintesis alumina mesopori ini dilakukan dengan cara memvariasi temperatur kalsinasi pada 600°C, 800°C dan 1000°C. Berdasarkan pada Tabel 4.3 melalui adsorpsi rhodamin B dapat diketahui bahwa temperatur kalsinasi berpengaruh terhadap adsorpsi rhodamin B, sehingga diperkirakan juga dapat mempengaruhi karakter alumina mesopori.

Kajian temperatur kalsinasi ini khusus dilakukan pada pH optimum yaitu pH 9 yang diperoleh dari kajian sub bab 4.1. Pada pH tersebut, sesuai yang dijelaskan pada sub bab 4.1 terjadi ikatan antara surfaktan dan bagian anorganik yaitu $\text{CTA}^+ [\text{Al}(\text{OH})_4^-]$ sehingga reaksi dekomposisi yang terjadi pada saat kalsinasi adalah sebagai berikut:



Hal ini dengan menganalogikan dekomposisi secara umum menurut Brooks (1997) bahwa semua hidrokarbon dalam reaksi akan menghasilkan karbondioksida dan air yang berasal dari pengoksidasi produk.

Tabel 4.3 Data persentase rhodamin B yang teradsorpsi pada alumina mesopori hasil sintesis pada temperatur kalsinasi 600°C, 800°C dan 1000°C.

Temperatur kalsinasi	% Rhodamin B teradsorpsi rata-rata $\pm$ SD
600°C	53,47 $\pm$ 0,92
800°C	63,22 $\pm$ 1,74
1000°C	30,32 $\pm$ 2,21

Dari Tabel 4.3 dapat diketahui bahwa pada temperatur kalsinasi 600°C ke 800°C terjadi kenaikan persentase rhodamin B yang teradsorpsi, sehingga diperkirakan dari temperatur 600°C ke 800°C terjadi peningkatan pembentukan daerah mesopori yang lebih optimal. Sebagaimana yang dijelaskan oleh Inoua (1989). Pada temperatur tersebut terjadi kesempurnaan dekomposisi CTA⁺ dan juga polimerasi alumina ($\text{Al-OH} + \text{Al-OH} \rightarrow \text{Al-O-Al} + \text{H}_2\text{O}$). Selain itu, terbentuk gamma alumina pada suhu 800°C oleh polimerasi aluminat yang tidak bergabung untuk struktur mesofasa (pembahasan sub bab 4.3).

Pada temperatur kalsinasi 800°C ke 1000°C terjadi penurunan persentase rhodamin B teradsorpsi dan pembentukan daerah mesopornya juga menurun. Hal ini diperkirakan semakin tinggi temperatur kalsinasi terjadi kerusakan polimer alumina heksagonal mesopori dan dinding alumina runtuh (Inoue, dkk, 1989). Selain itu penurunan persen adsorpsi juga diperkirakan akibat perubahan struktur gamma alumina menjadi alfa alumina, dimana pada temperatur 1000°C atau lebih mulai terbentuk alfa alumina yang karakternya berbeda dengan gamma alumina karena pada saat pembentukan alfa alumina, mesopori yang terbentuk akan hilang dan distribusi ukuran pori yang diperoleh tidak akan mempunyai puncak yang signifikan (Inoue, dkk, 1989).

4.3 Karakter Alumina Mesopori Hasil sintesis Pada pH Optimum Dan Temperatur kalsinasi Optimum

Hasil sintesis pada kondisi optimum (pH 9 dan temperatur kalsinasi 800°C), dilakukan karakterisasi struktur kristal menggunakan difraksi sinar- X, ditentukan volume, diameter dan luas permukaan pori menggunakan metode BET dan ditentukan gugus fungsinya menggunakan spektrofotometri inframerah.

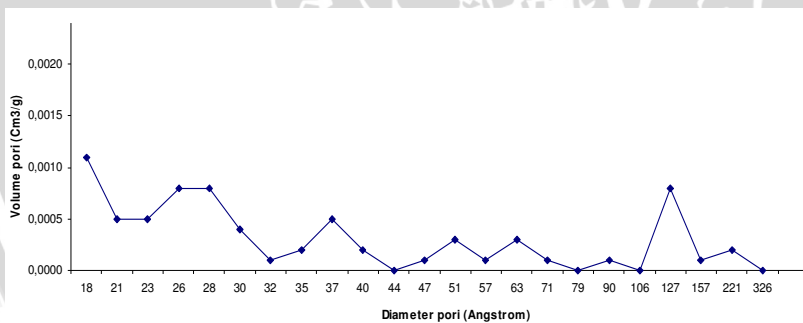
a. Karakter Pori dan Luas Permukaan

Untuk menentukan luas permukaan spesifik padatan dan diameter pori rata-rata untuk daerah total (meliputi mesopori dan mikropori), dilakukan pengolahan data hasil pengukuran dengan *surface area analyzer* dalam bentuk volume gas (V_{gas}) yang diukur pada tiap P/Po tertentu diolah dengan metode BET (Brunauer-Emmet-Teller) pada Lampiran 10. Untuk menentukan luas

permukaan spesifik padatan dan diameter pori rata-rata untuk daerah total (meliputi mesopori dan mikropori). Data yang diolah dengan metode BET hanya data yang berada pada range P/P_0 0,05 s/d 0,35 sesuai aturan BET dan dipilih yang memberikan nilai korelasi paling tinggi pada kurva BET. Selain itu, juga dilakukan pengolahan data dengan metode POD (Pierce Orr Dalla Valle) untuk seluruh data pengukuran adsorpsi gas N_2 (Lampiran L.6.2) untuk menentukan kurva distribusi ukuran pori, luas permukaan spesifik mesopori dan diameter mesopori. Metode POD menggunakan asumsi bahwa luas permukaan eksternal sama dengan nol dengan bentuk pori silinder/tabung. Metode perhitungan ini mengacu pada Lowell dan Shield (1984).

Tabel 4.4 Data luas permukaan spesifik, volume pori dan ukuran pori dengan metode POD

karakter	Satuan	Alumina mesopori
V_p (meso)	cm^3/g	0,0061
S_{meso}	m^2/g	6,8192
r_{meso}	Å	17,8907
d_{meso}	Å	35,7814



Gambar 4.2 Distribusi ukuran pori alumina mesopori hasil sintesis pada temperatur kalsinasi 800°C

Dari Tabel 4.4 dapat diketahui alumina mesopori hasil sintesis mempunyai diameter 35,7814 Å, sehingga dapat disimpulkan bahwa alumina mesopori hasil sintesis ini mempunyai daerah mesopori.

Karena menurut IUPAC Bandyopadhyay (2004) alumina mesopori mempunyai diameter antara 20 sampai 500Å. Jika dilihat dari volume pori 0,0061cm³/g, luas permukaan 6,8292 m²/g maka terlihat bahwa hasil yang didapatkan jauh lebih kecil dari penelitian terdahulu (Zhang dkk, 2004) bahwa pada alumina mesopori luas permukaan spesifiknya 407,2 m²/g dan Volume porinya sebesar 0,877 cm³/g. Perbedaan ini diperkirakan karena pada penelitian terdahulu sintesisnya alumina mesoporinya menggunakan pelarut organik sedangkan penelitian ini digunakan pelarut air. Adanya pelarut air yang bersifat polar menyebabkan terjadinya interaksi ionik, dimana sifat ion yang sangat suka air menyebabkan pembentukan mesofasa sulit terjadi karena Al(OH)₄⁻ rentang ditarik oleh air yang kemudian akan berikatan dengan air. Namun demikian luas permukaan 6,8292 m²/g dan diameter 35,7814 Å alumina mesopori yang dihasilkan dari sintesis memenuhi standar parameter apabila digunakan sebagai adsorben karena menurut (Pedro,dkk, 2000) parameter standar alumina apabila digunakan sebagai adsorben dan katalis mempunyai luas permukaan spesifik 0,01 m²/g – 400 m²/g, dan ukuran diameter pori rata-rata 20Å – 177 Å. Akan tetapi, volume pori 0,0061 cm³/g alumina mesopori hasil sintesis tidak memenuhi standar adsorben karena volume pori standar adsorben berkisar antara 0,1 cm³/g – 1,4 cm³/g. Hal ini disebabkan disebabkan rongga pori yang terbentuk pada alumina mesopori kurang optimal/ sedikit sehingga adsorpsi N₂ oleh alumina mesopori pada saat karakterisasi sedikit pula akibatnya volume pori yang terbentuk kecil.

Dari Gambar 4.2 menunjukkan pola distribusi ukuran pori alumina mesopori hasil sintesis. Makin tinggi letak kurva makin besar volume pori berarti makin banyaknya rongga pori yang terbentuk untuk diameter tertentu. Sebagai contoh rongga pori yang terbentuk di diameter pori 18 paling banyak diantara ukuran yang lain. Dengan demikian dari gambar 4.2 dapat diketahui bahwa rongga-rongga pori alumina mesopori terutama didominasi oleh rongga-rongga pori dengan diameter antara lain 18Å, 26Å, 35Å, 51 Å, 63 Å, 127 Å dan 221 Å.

Adanya dominasi ukuran rongga pori lebih dari satu menunjukkan bahwa keseragaman pori alumina mesopori masih rendah. Sebaran pori yang bervariasi ini diperkirakan karena ukuran cetakan pori yang terbentuk dalam mesofasa juga tidak sama. Ukuran

cetakan pori yang berbeda disebabkan oleh perbedaan ukuran misel tabung surfaktan didalam larutan. Pembentukan ukuran misel yang masih variatif diperkirakan akibat penataan ulang yang mudah terjadi akibat pengaruh pelarut yang polar.

Pola distribusi ukuran pori pada Gambar 4.2 menunjukkan bahwa pada diameter 46 s/d 326 menunjukkan karakter alumina mesopori. Hal ini berdasarkan data Tabel 4.5 perhitungan Hyperchem panjang surfaktan CTAB yaitu diameter CTAB 23,155 Å dan ukuran cetakan pori 46,31 Å. Dari data tersebut dapat diketahui bahwa puncak-puncak yang lebih besar dari diameter 46,31 Å adalah puncak-puncak yang kemungkinan milik alumina mesopori. Sedangkan puncak-puncak yang lebih kecil dari 46,31 Å adalah puncak-puncak yang kemungkinan milik gamma alumina.

b. Penentuan Struktur Kristal Hasil Sintesis menggunakan Difraktometer Sinar –X

Alumina mesopori hasil sintesis pada pH optimum dan temperatur kalsinasi optimum dikarakterisasi dengan difraksi sinar-X dengan tujuan untuk mengetahui jenis kristal yang terbentuk apakah benar-benar heksagonal mesopori.

Untuk mengetahui struktur dan membuktikan keakuratan kristal hasil sintesis dilakukan uji dengan difraksi sinar-X. Metode difraksi sinar-X sangat penting untuk karakterisasi senyawa padatan dalam bentuk kristal.

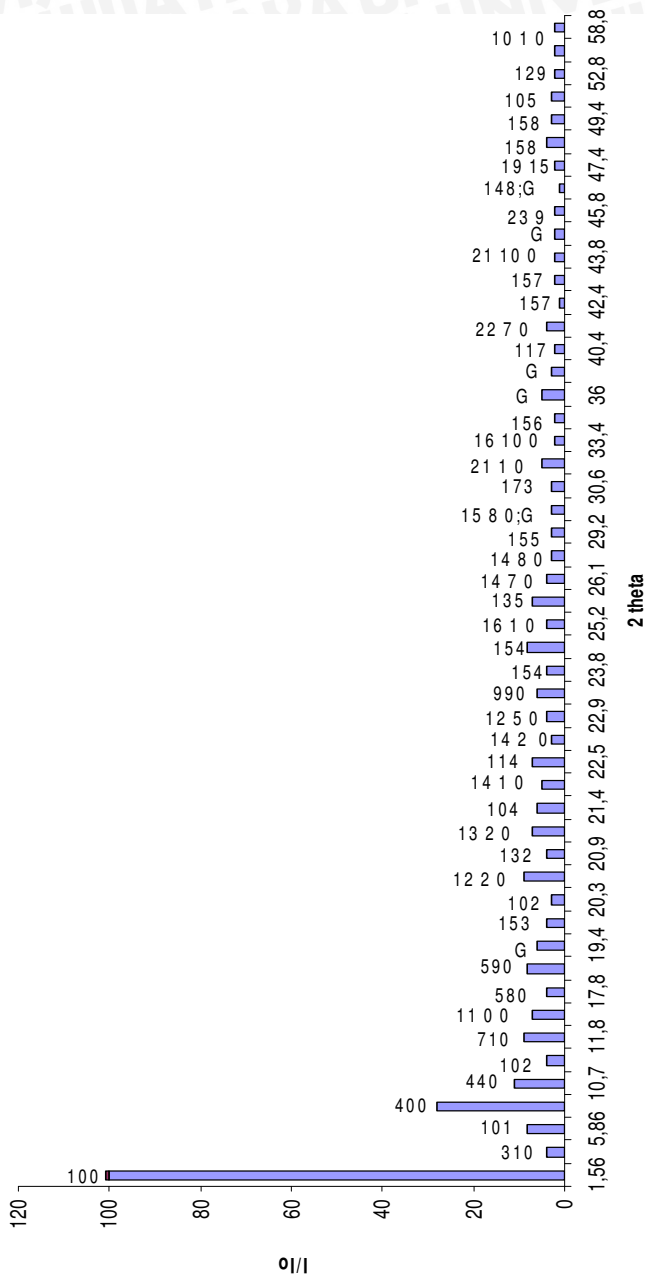
Pola difraksi sinar-X alumina mesopori telah ditunjukkan pada Gambar 4.4 dan Gambar 4.5. Dari gambar tersebut dapat diketahui bahwa hasil sintesis merupakan campuran alumina heksagonal mesopori dengan gamma alumina. Adanya alumina heksagonal mesopori dapat diketahui dari hasil pengamatan data difraktogram dan hasil pengolahan data yaitu saat melakukan pengindeksan menunjukkan kesamaan dengan karakter alumina mesopori (Lampiran 11 dan 12) Puncak utama dengan hkl 100

disesuaikan dengan pola difraktogramnya. Dari penelitian terdahulu (Poppl,1995) diketahui bahwa bahan-bahan mesopori meliputi aluminosilikat mesopori, silika mesopori (Johnson dkk, 1999)

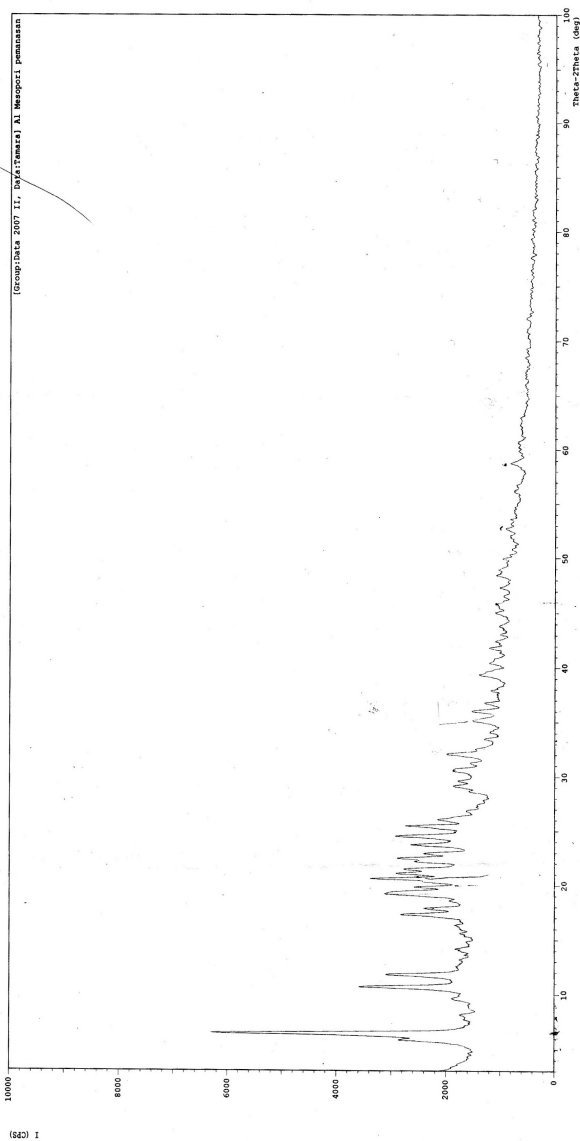
semuanya merupakan puncak utama didaerah sudut kecil ($2\theta < 5$) dengan hkl (100).

Ketika puncak dengan 2θ terendah dianggap sebagai puncak dengan hkl (100) untuk struktur heksagonal, ternyata sebagian besar puncak-puncak yang lain dengan 2θ lebih besar sesuai untuk struktur tersebut, sehingga dapat disimpulkan bahwa struktur kristal alumina mesopori hasil sintesis adalah kristal heksagonal mesopori. Begitu juga dengan adanya gamma alumina yang dapat diketahui dari hasil pencocokan data dengan data standar struktur gamma alumina (Lampiran 12).

Jika dikaitkan dengan hasil kristalinitas yang ditunjukkan oleh ketinggian puncak serta banyaknya jumlah puncak yang dimiliki Gambar 4.4 dan Gambar 4.5 dapat diketahui bahwa puncak-puncak yang tinggi lebih banyak dimiliki oleh alumina heksagonal mesopori dibandingkan dengan gamma alumina. Selain itu banyaknya jumlah puncak yang dimiliki oleh alumina heksagonal mesopori ternyata juga lebih banyak daripada gamma alumina. Kristalinitas alumina heksagonal mesopori lebih baik dari pada kristalinitas gamma alumina. Hal ini disebabkan karena sintesis dilakukan dengan pemanasan. Dengan adanya pemanasan pada temperatur 98°C selama 12 jam inilah yang menyebabkan mesofasa yang sudah terbentuk atau yang hampir terbentuk terjadi penataan ulang secara perlahan-lahan sehingga terbentuk kristal.



Gambar 4.3 Pola difraktogram Sinar-X dari sampel pada puncak utama dengan melibatkan sudut kecil pada $2\theta = 1,56$



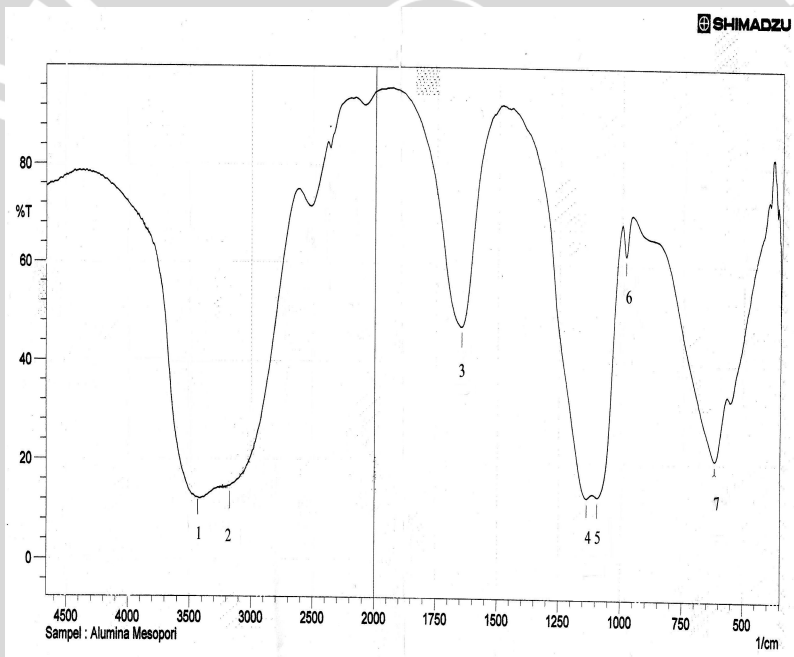
Gambar 4.4 Pola difraktogram sinar-X dari sampel pada puncak utama tanpa melibatkan sudut kecil ($G = \gamma$; $H =$ alumina heksagonal mesopori)

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



4.5 Penentuan Gugus Fungsional Kristal Hasil Sintesis menggunakan Spektrofotometri Infra Merah

Karakterisasi dengan spektrofotometer infra merah dilakukan untuk mengidentifikasi ada tidaknya sisa CTAB dan juga untuk mengetahui keberadaan polimer alumina. Data pengukuran dengan Spektrofotometri infra merah ini terdapat pada Tabel 4.5 dan Gambar 4.3. Untuk mengetahui ada tidaknya sisa CTA^+ maka spektra dicocokkan dengan data referensi terkait gugus fungsi yang terdapat pada CTA^+ . Untuk mengetahui ada tidaknya polimer alumina dilakukan pencocokkan dengan aluminosilikat. Hal ini mengingat kemiripan pola spektra alumina dan aluminosilikat.



Gambar 4.5 Spektra infra merah alumina mesopori hasil sintesis pada kondisi optimum yaitu pH 9 dan temperatur kalsinasi 800°C

Tabel 4.5 Data Spektra Infra merah

No	Alumina mesopori v	Data Referensi Pembanding	Interpretasi
1	3443,66 (k,lb)	3626 (Deravane,1992)	Al - OH
2	3173,65 (k,lb)	2930-3650 (Sastrohamidjojo,1992)	Ulur OH pada air
3	1646,13 (l)	1650 (Sato, 1981)	OH dari aluminol
4	1135,99 (l)	± 1200 (Hay dan Hema,1992)	Rentang asimetri Eksternal Al-O-Al
5	1093,56 (k,lb)	1085 (Sutrisno,2005)	Rentang asimetri internal TO ₄
6	982,66 (l)	980 (Pricob,2004)	Vibrasi tekuk Al -OH
7	618,14 (k,lb)	615 (Pricob,2004)	Vibrasi Al -O

Keterangan: k = kuat, l= lemah, s = sedang, lb= lebar

Berdasarkan hasil interpretasi spektra infra merah pada Tabel (4.5) menunjukkan bahwa spektra IR alumina mesopori tidak lagi mengandung gugus-gugus terkait CTA⁺ tapi sebaliknya mengandung gugus-gugus fungsi terkait polimer alumina. Adanya polimer alumina ditinjau dengan adanya serapan pita nomer (1) pada panjang gelombang 3443,66 cm⁻¹ dan pita nomer (3) pada panjang gelombang 1646,13 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya gugus OH dari aluminol yang merupakan OH terminal pada alumina yang tidak terpolarisasi sehingga berikatan dengan alumina. Serapan ini dianalogkan dengan serapan gugus silanol (Si-OH) pada aluminasilikat karena bilangan gelombang Si dan Al hampir sama hanya sedikit bergeser kekiri (bilangan gelombang Al sedikit lebih besar dari Si). Pita serapan nomor (2) pada panjang gelombang 3265,26 cm⁻¹ menunjukkan adanya puncak serapan ulur OH pada air atau hidrat. Hal ini disebabkan karena sifat alumina yang mudah menyerap air dari udara pada saat preparasi pengukuran sampel dan pengukuran tidak dilakukan diruangan yang vakum atau

kedap udara. Pada pita nomer (4) pada panjang gelombang 1135,95 cm^{-1} menunjukkan adanya puncak rentangan asimetri eksternal T-O-T atau Al-O-Al dengan T=Al yang merupakan ikatan polimer antar AlO_4 dan pita nomer (5) pada panjang gelombang 1093,56 cm^{-1} adanya rentang asimetri internal TO_4 . Adanya pita TO_4 terkait ikatan tetrahedral AlO_4 pada struktur alumina mesopori. Pada pita nomer (6) pada panjang gelombang 982,66 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi tekuk Al-OH dan pita nomer (7) pada panjang gelombang 618,14 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi pada ikatan Al-O pada alumina.



BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa:

1. pH awal berpengaruh terhadap kemudahan pembentukan mesofasa dan temperatur kalsinasi berpengaruh terhadap peningkatan pembentukan mesopori pada alumina mesopori.
2. pH optimum sintesis alumina mesopori dicapai pada pH 9 dan temperatur kalsinasi optimum dicapai pada 800°C
3. Alumina mesopori hasil sintesis pada kondisi optimum mempunyai karakter sebagai berikut: diameter mesopori 35,7814 Å, luas permukaan mesopori spesifik 6,8192 m²/g, volume pori 0,0061 cm³/g, dengan struktur kristal heksagonal dan mempunyai gugus fungsi permukaan Al-O dan OH

5.2 Saran

Dalam penelitian ini karakterisasi produk alumina mesopori hasil sintesis hanya dilakukan pada kondisi optimumnya saja disarankan pada penelitian berikutnya karakterisasi dilakukan pada masing-masing produk sintesis sehingga dapat diketahui perbedaan karakter dari masing-masing produk, lebih lanjut dikaji tentang variasi waktu kristalisasi, variasi konsentrasi surfaktan dan juga kapasitas adsorpsinya.

DAFTAR PUSTAKA

Anonimous. 1999. Aluminamesopori. <http://Wikipedia.org/wiki/Alumina.Pdf> , tanggal akses: 23 Januari 2007.

Anonimous. 2003. RhodaminB. <http://enWikipedia.org/wiki/Rhodamin.com.html> , tanggal diakses: 3 Maret 2007.

Anonimous. 2006. Calcination. <http://en.Wikipedia.org/wiki/Calcination.html> , tanggal akses: 26 Februari 2007.

Bandyopadhyay, M., 2004. Synthesis of Mesoporous MCM-48 with Nanodispersed Metal and Metal Oxide Particles Inside the Pore System. *Dissertation*. Bochum University. German.

Allen, J. dan B. Koumanova. 2005. Decolourisation of Water / Waste Water Using Adsorption. *J. Chem. Tech & Met.* 40 (3): 175-178.

Barrer, R., 1982. Hydrothermal Chemistry of Zeolites. Academic Press. Inc. London . 106-109.

Bongkuk, S. dan Kew-Ho. 2001. Molecular Sieve Silika Membrane Synthesized in Mesoporous Gamma Alumina Laser. Korean Research Institute of Chemical Technology, Korean Received. 2 (22): 1625-1630.

Beck, J.S., J.C. Vartulli dan Roth. 1992. A New Family of Mesoporous Molecular Sieves Prepared with Liquid Cristal Template. *J. Am. Chem. Soc.* 114: 1083-10843.

Brooks, G., 1977. Introduction to Organic Chemistry. 7th ed. Litton Education Pub Inc., New York. 638-639.

Castellan,G., 1983. Physical Chemistry. 6th ed. Addison Wisley Publishing Co. London. 407-410

Chao, K., D. Jonathan dan J. Mark. 2001. Interval Physics : Contact Angel of Surfactant Solution on a Rain-X Coated Substrate. *J. PGSS*. 1-13.

Daintith, J., 1994. Kamus Kimia Lengkap. Erlangga, Jakarta. 111.

Davis, M. dan T. Sandy 1992. Threatment of Metal Plating an Finishing Waste. Merzell deker. Inc., New York.

Day, R.J. dan A.L. Underwood 1999. Analisa Kimia Kuantitatif. 6th ed. Penerbit Erlangga. Jakarta. 467

Deravane. 1992. Zeolite Microporous Solids : Synthesis, Structure and Reactivity. Kluwer Academic Publisher. Netherland. 193-223.

Firouzi, D., Kumar dan K.M. Bull. 1995. Cooperative Organization of Inorganic-Surfactant and Bionumetics Assemblies. *Science*. 267:1138-1143

Fessenden, R.J dan J.S. Fessenden. 1952. Kimia Organik 3th ed. Alih Bahasa Pujaatmaka. Erlangga. Jakarta. 391-392

Gould, E. S., 1955. Inorganic Reaction dan Structures. Reinhold and Winston. Inc., New York. 306-311

Goyne, K.W., J. Chorover Kubicki dan S.L. Brandley. 2005. Sorption of the Antibiotic Ofloxacin to Mesoporous and Non Porous Alumina And Silica. *J of Colloid & Interface science*. 283: 160.

Hay, J.N. dan H.M. Raval. 1998. Solvent-Free Synthesis of Binary Inorganic Oxides. *J. Mater Chem. htm*, 1233–1239. tanggal akses :10 September 2006.

Hampel dan G. Hawley's. 1987. Hawley's Condensed Chemical Dictionary. 7th ed. Van Nostrdan Reinhold. New York. 870.

Huo, Q., D.I Margolese dan Cesla. 1994a. Organization of Organic Molekular Species into Nanocomposites Iphase Arrya. *J.Chem Mat. America*. 6 (8): 1176.

Huo, Q., Margolese dan D.I. Cesla. 1994b. Generalized Synthesis of Periodic Surface/ Inorganic Composites Materials. University of California.USA.368: 317.

Inoue, M., K. Kitamura dan T.Inoue. 1898. Synthesis of Wide-Pore Alumina Support from Gibbsite, Faculty of Engineering. Kyoto University.Japan. 46: 233-247.

Kawi, S. dan M.W. Lay. 1998. More Economical Synthesis of Mesoporous MCM-41. *Enabling science*. Vol.1407

Khopkar, S.M., 1990. Konsep Dasar Kimia Analitik. Alih Bahasa A. Saptorahardjo. Universitas Indonesia. Jakarta.

Kim, P., Y. Kim dan H. Kim. 2004a. Synthesis and Caracterization of Mesoporous Alumina for Use as a Catalyst Support in the Hidrodechoration of 1,2- Diclhoropropane: Effect of Preparation Condition of Mesoporous Alumina. *J.of Molekul Catalyst A*; Chemical. South Korea. 219: 87.

Kresge, C.T., J.C. Roth dan W.J. Vartuli. 1996. M4IS : A New Family of Mesoporous Molecular Sieves Prepared with Liquid Crystale Template. Science and Technology in catalyst. USA. 11-19.

Klug, H.P. dan L.E. Alexander. 1962. X-Ray Diffraction Procedures for Polycrystalline and Amorphous Material. 3th ed. John Wiley and Sons Inc., New York. 319-349.

Lowell, S. dan J.E. Shields. 1984, Power Surface Area and Porosity, Chapman and Hall Ltd.London. 14-16.

Larry, D.B., J.F. Judkins dan B.L. Weand. 1992. Process Chemistry for Water and Wastewater Treatment. Prentice-Hall. Inc., New York. 202-206.

Lee, O. J., J.W. Chao dan H.C. Kang. 2001. Adsorption of lead and Nickel Ions by a Ca-Bentonite. www.mrs.org/publication/epubs/proceeding/fall_2001/jj

Luan, Z., C. Cheng dan J. Klinowski. 1995. Thermal Stability of Structural Aluminium in the Mesoporous Molecular Sieve MCM-41. *J. Phys. Chem.* 99: 10590-10593 (b)

Monnier, A., F. Schuth dan A. Firouzi. 1993. Cooperative Formation of Inorganic-Organic Interfaces in the Synthesis of Silicate Mesosstructures Science. Germany 261: 1299-1303.

Mordechai, H., 2003. Multiphase dan Fixed Bed Reactors and Applied Heterogenous Catalysis. http://profiler.bgu.ac.il/site/public_site/Show_user.cfm?user_id=755

Moroi, A., F. Schuth dan A.firouzi. 1992.Cooperative Formation of Inorganic–Organic Interfaces in the Synthesis of Silicate Mesostructures Science. 261: 1299 – 1303

Murat, A., A. Meltem dan S.Hikmet. 2006. A novel Approach to the Hydrothermal Synthesis of Anatase Titania nanoparticles and the Photocatalytic Degradation of Rhodamine B. *J. Chem TUBITAC.* 30 : 333-343.

Ninova, K.V., N. Nonokova dan M. Morinov. 2002. Investigation The Adsorption Properties of the Natural Adsorbents Zeolite and Bentonite towards Copper Ions, mining and mineral processing, Part II. Sofia. 44: 93-97.

Ory, J. M., 2002. Methods of Preparation of Mesoporous Alumina with High Thermal Stability. http://www.geoscopio.com/est/gmms/ott_en/produce_4980.html, tanggal akses: 31 Maret 2007.

Oscik, J., 1982. Adsorption. John Wiley and Sons Inc. British. 91-92.

Priscob, K., J. Papovici dan D. Roiban. 2004. Multifunction Skeleton Catalytic Support Alumina-Based Composition for Porous Adsorbing Layer. *J. Opt & Adv. Mat*, New York. 219-224.

Poppl, A., M. Hartmann dan L. Xevan. 1995. Electron Spin Resonance and Electron Spin Echo Modulation Studies of Cu (II) Ion Coordinat and Adsorbate Interaction in Ion-Exchanged Al MCM-41 Mesoporous Materials. *J. Phys. Chem. America*. 99: 17251-17258.

Page, 1997. Prinsip-prinsip Biokimia. Edisi kedua. Penerbit Erlangga. Jakarta

Pedro, K.K., S. Helena dan C.V. Antonio. 2000. Structure, Surface Area and Morphology of Aluminas from Thermal Decomposition of $\text{Al}(\text{OH})(\text{CH}_3\text{COO})_2$ Crystals. *An Aca Bras cienc*, Rio de Janeiro, Vol.72.

Pena, G.V., A. Alvarez dan J.P. Sastre. 2001. Improved Thermal Stability of Mesoporous Alumina Support of Catalyst for the Isomerazation of Light Paraffins. *J. Studies In Surface Science & Catalysist*. Germany. 135: 1072.

Peter, D.G., J. Hayes dan G. Hiefred. 1974. Chemical Separation and Measurement, 1th ed.W.B. Sqendess Ca. Philadelphia. 162

Rosen, J.M., 1998. Surfactans and Interfacial Phenomena. john Willey & sons. USA.

Rosdiana dan T. Setianingsih. 2006. Sintesis aluminosilikat Mesopori. Universitas Brawijaya. Malang.

Shabudeen, P.S., Venckatesh dan R. Pattabhi. 2006. Preparation and Utilization of Kapok Hull Carbon for the Removal of Rhodamin B from Aqueous Solution, *J. of Chem.*11: 83.

Schlumberger. 2003. Diagram of Quartenary Amine. Schlumberger Limited. <http://www.Glosary.oilfield.slb.com/displayimage,html>., tanggal akses: 4 Maret 2007.

Sastrohamidjoyo, H., 2001. Dasar-Dasar Spektroskopi. Cetakan kedua. Liberty. Yogyakarta.

Sax N.I., dan R.J. Lewis. 1987. Hawley's Condensed Chemical Dictionary, 12th ed, Van Nostrand Reinhold Co. New York.

Setyaningsih, T dan U.Hasanah. 2005. Sintesis Karbon Mesopori dengan Metode Polimerasi Serempak. Laporan Penelitian DPP/SPP. FMIPA. UNIBRAW.

Sukardjo. 1990. Kimia Anorganik. Penerbit Rineka Cipta. Jakarta.

Swaddle,T.W., 1994. Aqueous Aluminat, Silicates and Aluminosilicate, *J.Chem. Soc. Rev.*, USA. 23 (5): 319-325.

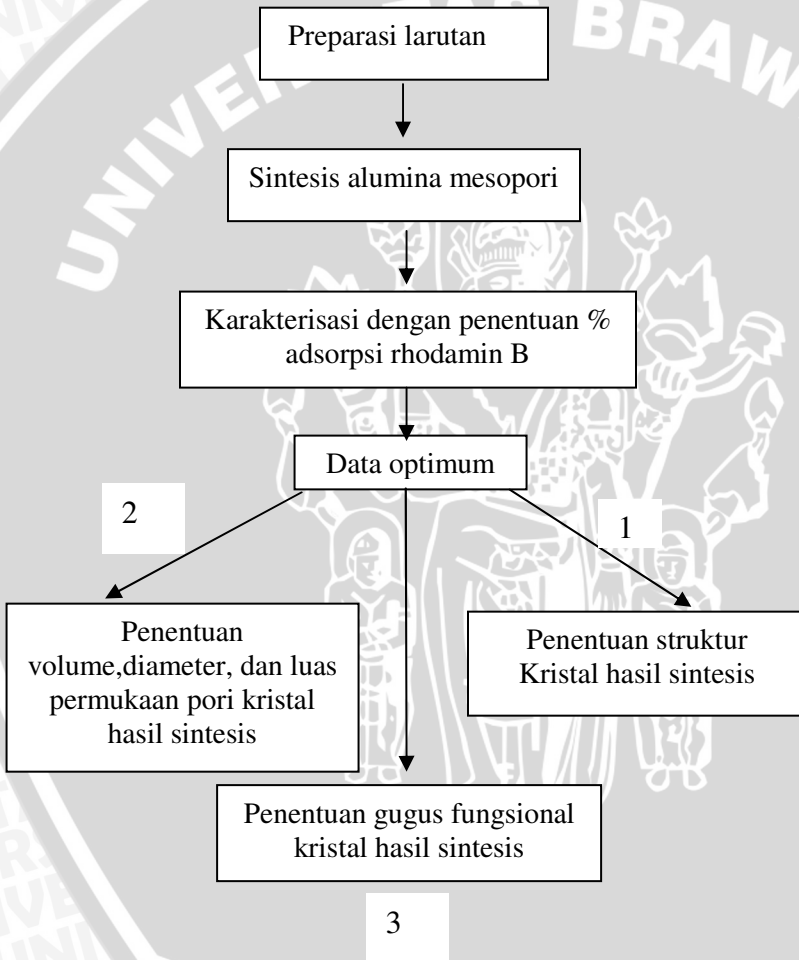
- Vaisya, C.R dan K.S. Gupta. 2002. Modelling Arsenic (Iii) Adsorption from Water by Sulphate – Modified Iron-Coated Sand (Smiocs). *J. Chem Tech & Biotech.* 78: 73-80.
- Vogel. 1991. Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik. Alih bahasa: Hadyana Pudjaatmaka dan C. Setiono. Penerbit Buku Kedokteran EGC. Jakarta.
- West, A.R., 1984. Solid State Chemistry and its Application. John Wiley and Sons. New York. 163 : 18-19.
- Williard, H.H., L.Merit dan J, A.Dean. 1988. Instrumental Methods for Analysis. 7th ed. Wards Wort Inc. New York 253.
- Yamada, K., K. Haraguchi dan C.C. Gacho. 2003. Removal of Dyes from Aqueous Solution by Sorption with Coal Fly Ash. International Ash Utilization Symposium. Center For Applied Energy Research. University of Kentucky. 116.
- Zhao, X. S., G. Luo dan G.J. Millar. 1996. Advances in Mesoporous Molecular Sieve MCM-41. *Ind. Eng. Chem. Res.* 35 : 2075-2090.
- Zhang, X., F. Zhang dan Y.Chan. 2004. The Synthesis of Large Mesoporous Alumina by Microemulsion Templating .Their Characterization and Properties as Catalyst Support. Departemen of Chemistry, Shantou University. 2872-2877.

LAMPIRAN

Lampiran 1

Diagram Alir Penelitian

L.1.1 Tahapan penelitian



L.1.2 Sintesis Alumina Mesopori

L.1.2.1 Sintesis Alumina Mesopori Pada Berbagai pH Dan Temperatur Kalsinasi 600°C

Larutan pH 4 -13

- dipipet sebanyak 50 mL dan dimasukkan kedalam masing-masing botol polipropilen
- ditambahkan sedikit-demi sedikit serbuk aluminium sulfat sebanyak 13,41 g sambil diaduk dengan pengaduk magnetik, sampai semua larut
- ditambahkan sedikit-demi sedikit 1,42 g CTAB sambil diaduk sampai terlarut sempurna
- dipanaskan dalam oven pada temperatur 98°C selama 12 jam dalam keadaan tertutup
- dibiarkan dingin selama 48 jam
- disaring kristal hasil sintesis
- dikeringkan dalam oven pada temperatur 80°C selama 1 jam
- dikalsinasi selama 3 jam pada temperatur 600°C
- didinginkan
- ditimbang
- diayak dengan ayakan ukuran 150 dan 250 mesh (diambil yang tertahan)

Serbuk kristal

L.1.2.2 Sintesis Alumina Mesopori Pada Berbagai Temperatur Kalsinasi dan pH Optimum

Prosedur sama seperti L.1.2.1 tetapi dilakukan pada berbagai temperatur kalsinasi yaitu 800°C dan 1000°C pada pH optimum sintesis (pH 9).

L.1.3 Karakterisasi Kristal Hasil Sintesis

Serbuk alumina
mesopori

- diayak dengan ayakan 150 dan 250 mesh
- ditimbang sebanyak 0,10 g
- dilakukan karakterisasi antara lain:
 - Penentuan % adsorpsi dengan rhodamin B
 - Penentuan struktur kristal menggunakan difraksi sinar-X *
 - Penentuan volume, diameter dan luas permukaan pori menggunakan metode BET *
 - Penentuan gugus fungsi kristal menggunakan spektrofotometri inframerah *

Data

Keterangan:

- * Karakterisasi dilakukan pada pH optimum sintesis dan temperatur kalsinasi optimum yang didasarkan pada nilai % adsorpsi optimumnya

L.1.4 Penentuan % Adsorpsi Rhodamin B

Larutan rhodamin B 100 ppm

- dipipet sebanyak 25 mL
- dimasukkan kedalam erlenmeyer
- ditambahkan 0,10 g alumina hasil sintesis
- ditutup dengan aluminium foil
- dikocok dengan pengocok elektrik (150 rpm, 4 jam)
- disaring dengan kertas saring whatman 42

Filtrat

L.1.5 Penentuan Rhodamin B Secara Spektrofotometri

a. Pembuatan Larutan Rhodamin B 100 ppm

Rhodamin B

- ditimbang 0,01 g
- dilarutkan dalam beaker glass
- dimasukkan dalam labu takar 100 mL
- diencerkan dengan akuades sampai tanda batas

Larutan rhodamin B 100 ppm

b. Penentuan λ Maksimum

Larutan rhodamin B 2 ppm

- diukur absorbansinya dengan variasi panjang gelombang (400-600 nm)
- ditentukan nilai adsorpsi yang terbesar sebagai penentuan panjang gelombang maksimum

Data panjang gelombang maksimum

c. Penentuan Kurva Baku

Larutan rhodamin B 100 ppm

- dipipet sebanyak 0,25 mL; 0,375 mL; 0,5 mL; 0,625 mL; 0,875 mL; 1 mL
- dimasukkan dalam labu takar 25 mL
- diencerkan dengan akuades sampai tanda batas

Larutan rhodamin B 1 ppm; 1,5 ppm; 2 ppm; 2,5 ppm; 3 ppm; 3,5 ppm; 4 ppm

- diukur absorbansinya dengan spectronik 20 pada $\lambda = 554$ nm
- dibuat kurva baku hubungan absorbansi Vs konsentrasi

Persamaan kurva baku

d. Penentuan Kadar Rhodamin B Dalam Larutan Sampel

Larutan rhodamin B
setelah adsorpsi

- dipipet sebanyak 0,5 mL
- dimasukkan dalam labu takar 25 mL
- diencerkan dengan akuades hingga tanda batas (untuk mendapatkan pengenceran 50 kali)
- diukur % Tnya
- dihitung konsentrasi sisa rhodamin B
- ditentukan % adsorpsi

Data

Catatan:

Cara yang sama sesuai prosedur diatas digunakan untuk mengukur filtrat larutan rhodamin B sisa baik pada:

- Sintesis alumina mesopori pada berbagai pH dan kalsinasi 600°C
- Sintesis alumina mesopori pada berbagai temperatur kalsinasi dan pH 9 (pH optimum)

Lampiran 2

Pembuatan Larutan dan Perhitungan

L.2.1 Pembuatan Larutan Stok Rhodamin B 100 ppm

Ditimbang sebanyak 0,01 g serbuk rhodamin B dan dilarutkan dalam beaker glass 50 mL dengan akuades. Larutan dipindahkan dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan sampai tanda batas. Perlakuan dilakukan dilemari asam.

Cara Perhitungan:

$$100 \text{ ppm} = 100 \text{ mg/L}$$

$$\text{Ketika } V = 100 \text{ mL} = 0,1 \text{ L}$$

$$\frac{100 \text{ mg}}{1 \text{ L}} = \frac{W}{0,1 \text{ L}}$$

$$\begin{aligned} W &= 10 \text{ mg} \\ &= 0,01 \text{ g} \end{aligned}$$

L.2.2 Pembuatan Larutan Kurva Baku Rhodamin B 1; 1,5; 2; 2,5; 3; 3,5; 4 ppm

Disiapkan labu ukur 25 mL, masing-masing diisi dengan larutan stok rhodamin B 100 ppm sebanyak 0,25 mL; 0,375 mL; 0,5 mL; 0,625 mL; 0,75 mL; 0,875 mL; 1 mL kemudian diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

Cara Perhitungan Larutan

$$M_1 V_1 = M_2 V_2$$

$$100 \text{ M} \times V_1 = 1 \text{ M} \times 25 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,25 \text{ mL}$$

Dengan:

M_1 = Konsentrasi larutan rhodamin B awal yang dipipet

V_1 = Volume larutan rhodamin B awal yang dipipet

M_2 = Konsentrasi larutan rhodamin B akhir

V_2 = Volume larutan rhodamin B hasil pengenceran

Sehingga:

Tabel L.2.1 Pembuatan larutan rhodamin B

[RB] Awal (M)	Volume RB Awal (mL)	[RB] Akhir (M)	Volume RB Akhir (mL)
100	0,250	1,0	25
100	0,375	1,5	25
100	0,500	2,0	25
100	0,625	2,5	25
100	0,750	3,0	25
100	0,875	3,5	25
100	1,000	4,0	25

L.2.3 Pembuatan Larutan Stok H₂SO₄

L.2.3.1 Perhitungan Molaritas larutan H₂SO₄ 97 %

Berat jenis larutan H₂SO₄ pekat = 1,84 g/mL

Kadar larutan H₂SO₄ pekat = 97 % (b/b)

BM H₂SO₄ = 98,08 g/mol

Maka konsentrasi larutan H₂SO₄ :

$$M(H_2SO_4) = \frac{1,84 \text{ g / mL}}{98,08 \text{ g / mol}} \times 0,97 \times \frac{1000 \text{ mL}}{1 \text{ L}} = 18,197 \text{ M}$$

L.2.3.2 Pembuatan Larutan H₂SO₄ pada berbagai konsentrasi

Dipipet larutan H₂SO₄ 18,197 M sebanyak 0,55 mL, dimasukkan dalam labu ukur 100 mL yang telah berisi akuades sekitar 50 mL kemudian diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Perlakuan dilakukan dilemari asam.

Cara Perhitungan

$$M_1 V_1 = M_2 V_2$$

$$18,197 \text{ M} \times V_1 = 0,1 \text{ M} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,55 \text{ mL}$$

Dengan:

M₁ = Konsentrasi larutan H₂SO₄ pekat yang dipipet

V₁ = Volume larutan H₂SO₄ pekat yang dipipet

M₂ = Konsentrasi larutan H₂SO₄ akhir

V₂ = Volume hasil pengenceran

Tabel L.2.2 Pembuatan larutan H_2SO_4

$[\text{H}_2\text{SO}_4]$ Awal (M)	Volume H_2SO_4 Awal (mL)	$[\text{H}_2\text{SO}_4]$ Akhir (M)	Volume H_2SO_4 Akhir (mL)
18,197	0,55	0,10	100
0,100	10	0,01	100

L.2.4 Pembuatan Larutan Stok NaOH

L.2.4.1 Pembuatan Larutan NaOH 5 M

Ditimbang sebanyak 20 g NaOH padat, dilarutkan dalam beaker glass, kemudian diencerkan dalam labu ukur 100 mL hingga tanda batas.

$$\begin{aligned}\text{Mol NaOH} &= [\text{NaOH}] \times \text{volum NaOH} \\ &= 5 \text{ mol/L} \times 0,1 \text{ L} \\ &= 0,5 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa NaOH} &= \text{mol NaOH} \times \text{Mr NaOH} \\ &= 0,5 \text{ mol} \times 40 \text{ g/mol} \\ &= 20 \text{ g}\end{aligned}$$

Jadi, massa NaOH yang ditimbang adalah 20 g

L.2.4.2 Pembuatan Larutan NaOH pada berbagai konsentrasi

Dipipet larutan NaOH 5 M sebanyak 2 mL, dimasukkan dalam labu ukur 100 mL yang telah berisi akuades sekitar 50 mL kemudian diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

Cara Perhitungan Larutan

$$\begin{aligned}M_1 V_1 &= M_2 V_2 \\ 5 \text{ M} \times V_1 &= 0,1 \text{ M} \times 100 \text{ mL} \\ V_1 &= 2 \text{ mL}\end{aligned}$$

Dengan:

M_1 = konsentrasi larutan NaOH awal yang dipipet

V_1 = volume larutan NaOH awal yang dipipet

M_2 = konsentrasi larutan NaOH akhir

V_2 = volume hasil pengenceran

Tabel L.2.3 Pembuatan Larutan NaOH

[NaOH] Awal (M)	Volume NaOH Awal (mL)	[NaOH] Akhir (M)	Volume NaOH Akhir (mL)
5	2	0,10	100
0,1	10	0,01	100

L.2.5 Pembuatan Larutan pada berbagai pH

Untuk membuat larutan pH digunakan larutan H_2SO_4 dan larutan NaOH. Pertama-tama beaker glass 250 mL diisi dengan akuades sebanyak 100 mL kemudian diukur pH akuades menggunakan pH meter dan didapatkan range pH 5-6. Pembuatan larutan pH 4 dan 5 ditambahkan larutan H_2SO_4 0,1 M. Untuk membuat larutan pH 6 s/d 9 digunakan larutan NaOH 0,1 M dan larutan pH 10 s/d 13 digunakan larutan NaOH 5 M. Penambahan sedikit demi sedikit sambil diaduk menggunakan pengaduk magnetik. Untuk menepatkan dipakai larutan NaOH 0,01 M sampai diperoleh pH yang diinginkan.

Lampiran 3

Perhitungan Reaktan Pada Sintesis

L.3.1 Perhitungan $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$

- Perhitungan massa $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$



$$\text{Mol Al}_2(\text{SO}_4)_3 = \text{Mol Al}_2\text{O}_3$$

Diketahui: BM $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 = 342 \text{ g/mol}$

$$\text{BM Al}_2\text{O}_3 = 102 \text{ g/mol}$$

Massa kristal Al_2O_3 yang diharapkan = 4 g

Massa $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ dalam Al_2O_3 :

$$= \frac{\text{massa Al}_2\text{O}_3}{\text{BM Al}_2\text{O}_3} \times \text{BM Al}_2(\text{SO}_4)_3$$

$$= \frac{4 \text{ g}}{102 \text{ g/mol}} \times 342 \text{ g/mol}$$

$$= 13,4118 \text{ g}$$

- Perhitungan mol $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$

$$\text{Mol Al}_2(\text{SO}_4)_3 = \frac{\text{massa Al}_2(\text{SO}_4)_3}{\text{BM Al}_2(\text{SO}_4)_3}$$

$$= \frac{13,4118 \text{ g}}{342 \text{ g/mol}}$$

$$= 0,0392 \text{ mol}$$

L.3.2 Perhitungan Al

- Perhitungan massa Al

Diketahui : Massa $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 = 13,41 \text{ g}$

$$\text{BM Al}_2(\text{SO}_4)_3 = 342 \text{ g/mol}$$

$$\begin{array}{ccc} \text{Mol Al}_2(\text{SO}_4)_3 & : & \text{Mol Al} \\ 1 & : & 2 \end{array}$$

$$\text{Mol Al} = 2 \times \text{mol Al}_2(\text{SO}_4)_3$$

$$= 2 \times 0,0392 \text{ mol}$$

$$= 0,0784 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa Al} &= \text{mol Al} \times \text{Ar Al} \\
 &= 0,0784 \text{ mol} \times 27 \text{ g/mol} \\
 &= 2,1168 \text{ g}
 \end{aligned}$$

L.3.3 Perhitungan Surfaktan (CTAB)

- Perhitungan massa Surfaktan

Diketahui :

$$\text{BM CTAB} = 364,46 \text{ g/mol}$$

$$\text{Perbandingan Mol Al : Mol CTAB (Huo, 1994a)} \\ 10 : 1$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa Surfaktan} &= \frac{1}{10} \times \text{mol Al} \times \text{BM CTAB} \\
 &= \frac{1}{10} \times 0,0784 \text{ mol} \times 364,46 \text{ g/mol} \\
 &= 1,4287 \text{ g}
 \end{aligned}$$

- Perhitungan Mol Surfaktan (CTAB)

Diketahui : Massa CTAB = 1,429 g

$$\text{BM Surfaktan} = 364,46 \text{ g/mol}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Mol Surfaktan} &= \frac{\text{Massa CTAB}}{\text{BM CTAB}} \\
 &= \frac{1,4287 \text{ g/mol}}{364,64 \text{ g/mol}} \\
 &= 0,0039
 \end{aligned}$$

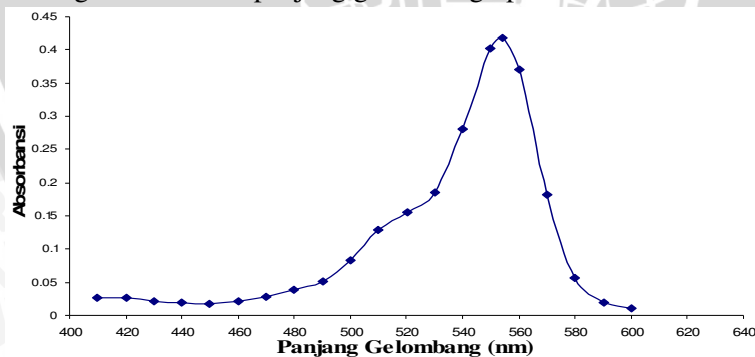
Lampiran 4

Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Rhodamin B

Tabel L.4.1 Data absorbansi larutan rhodamin B, konsentrasi 2 ppm pada berbagai panjang gelombang

λ (nm)	Absorbansi
410	0,027
420	0,026
430	0,022
440	0,019
450	0,018
460	0,021
470	0,028
480	0,038
490	0,052
500	0,083
510	0,129
520	0,156
530	0,185
540	0,281
550	0,403
554*	0,418
560	0,370
570	0,182
580	0,056
590	0,02
600	0,011

Keterangan * = adalah panjang gelombang optimum



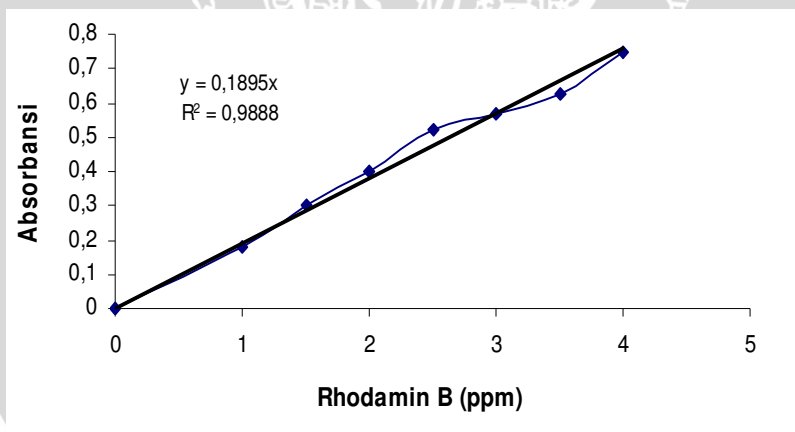
L.4.1 Kurva panjang gelombang maksimum

Penentuan Kurva Baku Larutan Rhodamin B

Tabel L.4.2 Data Penentuan Kurva Baku Larutan Rhodamin B pada berbagai konsentrasi dengan 3 kali pengulangan

RB (ppm)	Absorbansi			Absorbansi rata-rata
	1	2	3	
0,0	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
1,0	0,1804	0,1804	0,1871	0,1826
1,5	0,2924	0,3010	0,3188	0,3040
2,0	0,3979	0,3979	0,3979	0,3979
2,5	0,5229	0,5229	0,5229	0,5229
3,0	0,5686	0,5528	0,5850	0,5688
3,5	0,6197	0,6197	0,6382	0,6258
4,0	0,7212	0,7447	0,7696	0,7452

Dari kurva baku larutan Rhodamin B diperoleh persamaan $y = 0,1895x$



Gambar L.4.2 Kurva Baku Larutan Rhodamin B

Perhitungan Koefisien Regresi Persamaan Garis Kurva Baku

Tabel L.4.3 Data Perhitungan Hubungan Konsentrasi Larutan Rhodamin B dan Absorbansi (A)

[RB) (X _i)	Absorbansi (Y _i)	X _i ²	Y _i ²	X _i Y _i
0,0	0,0000	0,00	0,0000	0,0000
1,0	0,1826	1,00	0,0333	0,1826
1,5	0,3040	2,25	0,0924	0,4561
2,0	0,3979	4,00	0,1583	0,7958
2,5	0,5229	6,25	0,2734	1,3073
3,0	0,5688	9,00	0,3235	1,7064
3,5	0,6258	12,25	0,3916	2,1903
4,0	0,7452	16,00	0,5553	2,9788
Σ	3,3472	50,75	1,8278	9,6193

Persamaan garis $y = 0,1895x$

Untuk mencari nilai a digunakan persamaan (4.1) :

$$a = \frac{\sum X_i Y_i}{\sum X_i^2} = \frac{9,6193}{50,75} = 0,1895$$

Koefisien regresi dari persamaan garis $y = ax$ (4.2) :

$$R^2 = \frac{\sum xy}{\sqrt{\sum x^2 y^2}}$$

$$R^2 = \frac{9,6194}{9,6319}$$

$$R^2 = 0,9987$$

Lampiran 5

Uji Statistik Penentuan pH awal Optimum

Tabel L.5.1 Data % rhodamin B yang teradsorpsi oleh alumina mesopori hasil sintesis pada variasi pH 4 s/d 13

pH	% teradsorpsi			Total	Rerata % adsorpsi $\pm$ SD
	1	2	3		
4	13,89	13,89	13,89	41,67	13,89 $\pm$ 0,00
5	18,82	18,82	18,82	56,43	18,82 $\pm$ 0,00
6	20,05	18,82	20,03	58,90	19,63 $\pm$ 2,18
7	25,19	28,13	26,99	80,31	26,99 $\pm$ 1,56
8	34,65	32,54	33,59	100,78	33,59 $\pm$ 1,06
9	54,38	52,54	53,49	160,41	53,47 $\pm$ 0,92
10	52,54	50,66	51,61	154,81	51,60 $\pm$ 0,94
11	45,89	44,91	46,84	137,64	45,88 $\pm$ 0,96
12	44,91	42,93	43,91	131,75	43,92 $\pm$ 0,99
13	37,81	38,87	37,81	114,49	38,16 $\pm$ 0,61
	Total			1037,19	345,95

Lampiran 5.2 Uji Statistik Penentuan pH awal Optimum

Ada tidaknya pengaruh pH terhadap jumlah rhodamin B yang teradsorpsi oleh alumina mesopori maka dilakukan uji F dengan langkah- langkah sebagai berikut :

1. Menghitung Faktor Koreksi (FK)

$$FK = \frac{\left[\sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^n (y_{ij}) \right]^2}{\sum_{i=1}^p n_i}$$

$$FK = \frac{(1037,19)^2}{30}$$

$$FK = 35858,77$$

2. Menghitung Jumlah Kuadrat (JK)

a) Jumlah Kuadrat_{Total}

$$\begin{aligned}
 JK_{\text{total}} &= \left[\sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^n (Y_{ij})^2 \right] - FK \\
 &= [(13,89)^2 + (13,89)^2 + \dots + (37,81)^2] - 36274,85 \\
 &= 41382,88 - 35858,77 \\
 JK_{\text{total}} &= 5524,11
 \end{aligned}$$

b) Jumlah Kuadrat_{perlakuan}

$$\begin{aligned}
 JK_{\text{perlakuan}} &= \frac{\left[\sum_{i=1}^p \left(\sum_{j=1}^n Y_{ij} \right)^2 \right]}{n_i} - FK \\
 &= \frac{[(41,67)^2 + (56,43)^2 + \dots + (114,49)^2]}{3} - 35858,77 \\
 JK_{\text{perlakuan}} &= 41368,18 - 35858,77 \\
 JK_{\text{perlakuan}} &= 5509,41
 \end{aligned}$$

c) Jumlah Kuadrat_{Galat percobaan}

$$\begin{aligned}
 JK_{\text{galat percobaan}} &= JK_{\text{total}} - JK_{\text{perlakuan}} \\
 &= 5524,11 - 5509,41 \\
 &= 14,70
 \end{aligned}$$

3. Analisa Sidik Ragam (Uji F)

a) Kuadrat Tengah_{perlakuan}

$$\begin{aligned}
 KT_{\text{perlakuan}} &= \frac{JK_{\text{perlakuan}}}{dB_{\text{perlakuan}}} \\
 &= \frac{5509,41}{9} \\
 &= 612,16
 \end{aligned}$$

b) Kuadrat Tengah Galat perlakuan

$$KT_{\text{galat perlakuan}} = \frac{JK_{\text{galat percobaan}}}{dB_{\text{galat percobaan}}}$$

$$KT_{\text{galat percobaan}} = \frac{14,70}{20}$$

$$KT_{\text{galat percobaan}} = 0,74$$

c) Menghitung Nilai F

$$F_{\text{hitung}} = \frac{KT_{\text{perlakuan}}}{KT_{\text{galat percobaan}}}$$

$$F_{\text{hitung}} = \frac{612,16}{0,74}$$

$$F_{\text{hitung}} = 827,24$$

Tabel L.5.2. Hasil analisa sidik ragam pengaruh pH

Sumber keragaman	dB	JK	KT	F _{hitung}	F	
					hitung	tabel
Perlakuan	9	5509,41	612,16	827,24	827,24	3,48
Galat	20	14,70	0,74			
Total	29	5524,11				

Berdasarkan tabel L.5.2 menunjukkan bahwa F hitung > F tabel maka Ho ditolak, berarti ada perbedaan yang nyata antar perlakuan. Untuk mengetahui perlakuan yang berbeda dilakukan uji BNT dengan taraf kesalahan 5%

$$BNT_{(\alpha)} = t_{\left(\frac{\alpha}{2}, dB\right)} \sqrt{\frac{2 KT_{GP}}{r}}$$

$$BNT_{(0,05)} = t_{(0,025; 20)} \sqrt{\frac{2 \times 0,74}{3}} = 2,086 \times 0,70 = 1,46$$

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



Tabel L.5.3 Hasil Uji BNT pengaruh pH awal

pH	%	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
		13,89	18,82	19,63	26,99	33,59	53,47	51,60	45,88	43,92	38,16
4	13,89	0,00	4,93*	5,74*	14,82*	19,70*	39,58*	37,71*	31,99*	30,03*	24,27*
5	18,82		0,00	0,81*	8,17*	14,77*	34,65*	32,78*	27,06*	25,1*	19,34*
6	19,63			0,00	7,36*	13,96*	33,84*	31,97*	26,25*	24,29*	18,53*
7	26,99				0,00	6,60*	26,48*	24,61*	18,89*	16,93*	11,17*
8	33,59					0,00	19,88*	18,01*	12,29*	10,33*	4,57*
9	53,47						0,00	tn	tn	tn	tn
10	51,60							0,00	tn	tn	tn
11	45,88								0,00	tn	tn
12	43,92									0,00	tn
13	38,16										0,00

Keterangan : * = beda nyata pada taraf 5 %

^{tn} = beda tidak nyata pada taraf uji 5 %

Tabel L.5.4 Pengolahan data variasi pH terhadap adsorpsi rhodamin B oleh alumina mesopori

pH	C awal (ppm)	Fp	Absorbansi	slope	C pengukuran	C sisa (ppm)	% adsorpsi	Rerata % adsorpsi $\pm$ SD
4	100	50	0,3264	0,1895	1,7224	86,1200	13,8900	13,8900 $\pm$ 0,000
	100	50	0,3264	0,1895	1,7224	86,1200	13,8900	
	100	50	0,3264	0,1895	1,7224	86,1200	13,8900	
5	100	50	0,3077	0,1895	1,6237	81,1850	18,8150	18,8150 $\pm$ 0,000
	100	50	0,3077	0,1895	1,6237	81,1850	18,8150	
	100	50	0,3077	0,1895	1,6237	81,1850	18,8150	
6	100	50	0,3031	0,1895	1,5990	79,9500	20,0500	19,6300 $\pm$ 2,1785
	100	50	0,3077	0,1895	1,6200	81,1850	18,8150	
	100	50	0,3031	0,1895	1,6000	79,9750	20,0300	
7	100	50	0,2810	0,1895	1,4828	74,1400	25,8600	26,9917 $\pm$ 1,5649
	100	50	0,2724	0,1895	1,4375	71,8750	28,1250	
	100	50	0,2767	0,1895	1,4602	73,0100	26,9900	
8	100	50	0,2557	0,1895	1,3493	67,4650	32,5350	31,3650 $\pm$ 1,0550
	100	50	0,2641	0,1895	1,3937	69,8950	30,1050	
	100	50	0,2598	0,1895	1,3709	68,5450	31,4550	
9	100	50	0,1729	0,1895	0,9124	45,6200	54,3810	53,4667 $\pm$ 0,9226
	100	50	0,1799	0,1895	0,9493	47,4650	52,5350	
	100	50	0,1763	0,1895	0,9303	46,5150	53,4850	
10	100	50	0,1799	0,1895	0,9493	47,4650	52,5350	51,6017 $\pm$ 0,9375
	100	50	0,1870	0,1895	0,9868	49,3400	50,6600	
	100	50	0,1834	0,1895	0,9678	48,3900	51,6100	
11	100	50	0,2051	0,1895	1,0823	54,4500	45,8850	45,8767 $\pm$ 0,9625
	100	50	0,2088	0,1895	1,1018	55,0900	44,9100	
	100	50	0,2015	0,1895	1,0633	53,1650	46,8350	
12	100	50	0,2088	0,1895	1,1018	55,0900	44,9100	43,9150 $\pm$ 0,9906
	100	50	0,2163	0,1895	1,1414	57,0700	42,9300	
	100	50	0,2126	0,1895	1,1219	56,0950	43,9050	
13	100	50	0,2357	0,1895	1,2438	62,1900	37,8100	38,1616 $\pm$ 0,6120
	100	50	0,2317	0,1895	1,2227	61,1350	38,8650	
	100	50	0,2357	0,1895	1,2441	62,1900	37,8100	

Tabel L.5.5 Pengolahan data variasi kalsinasi terhadap adsorpsi rhohamin B oleh alumina mesopori

Kalsinasi	Cawal (ppm)	Fp	Absorbansi	slope	C pengukuran	C sisa (ppm)	% adsorpsi	Rerata % adsorpsi $\pm$ SD
600	100	50	0,1729	0,1895	0,9124	45,6200	54,3810	53,4667 $\pm$ 0,9226
	100	50	0,1799	0,1895	0,9493	47,4650	52,5350	
	100	50	01763	0,1895	0,9303	46,5150	53,4850	
800	100	50	0,1330	0,1895	0,7018	35,0500	64,9500	63,2167 $\pm$ 1,7350
	100	50	0,1460	0,1895	0,7704	38,5200	61,4800	
	100	50	0,1394	0,1895	0,7356	36,7800	63,2200	
1000	100	50	0,2724	0,1895	1,4375	35,0500	28,1250	30,3150 $\pm$ 2,2050
	100	50	0,2557	0,1895	1,3493	38,5200	32,5350	
	100	50	0,26641	0,1895	1,3937	36,7800	30,3150	

Lampiran 6

Cara perhitungan persen adsorpsi pH 4 pada Tabel L.5.4

- $F_p = \frac{25}{0,5} = 50x$
- $C \text{ Pengukuran} = \frac{A}{\text{slope}}$
 $= \frac{0,3264}{0,1895} = 1,7220$

- $C \text{ sisa} = C \text{ pengukuran} \times F_p$
 $= 1,7220 \times 50$
 $= 86,11$

- $\% \text{ teradsorpsi} = \frac{C_o - C}{C_o} \times 100\%$

Dimana: C_o = Konsentrasi rhodamin B sebelum adsorpsi (ppm)

C = Konsentrasi rhodamin B setelah adsorpsi (ppm)

$$\% \text{ teradsorpsi} = \frac{100 - 86,11}{100} \times 100\%$$
$$= 13,89 \%$$

- SD

$$= \frac{\sqrt{(X_1 - X_{rata2})^2 + (X_2 - X_{rata2})^2 + (X_3 - X_{rata2})^2}}{n - 1}$$
$$= \frac{\sqrt{(13,89 - 13,89)^2 + (13,89 - 13,89)^2 + (13,89 - 13,89)^2}}{3 - 1}$$
$$= 0$$

Catatan:

Untuk perhitungan pH 5-13 pada Tabel L.5.4 dan Tabel L.5.5 sama dengan cara perhitungan diatas

Lampiran 7

Uji Statistik Penentuan Temperatur Kalsinasi Optimum

Tabel L.7.1 Data % rhodamin B yang teradsorpsi pada variasi temperatur kalsinasi

Kalsinasi	% teradsorpsi			Total	Rerata % adsorpsi $\pm$ SD
	1	2	3		
600 ⁰ C	54,38	52,54	53,49	160,40	53,47 $\pm$ 0,92
800 ⁰ C	64,95	61,48	63,22	189,65	63,22 $\pm$ 1,74
1000 ⁰ C	28,95	32,54	30,32	90,95	30,32 $\pm$ 2,21
			Total	441	147,01

Lampiran 7.2 Uji Statistik Penentuan Temperatur Kalsinasi Optimum

Ada tidaknya pengaruh temperatur kalsinasi terhadap jumlah rhodamin B yang teradsorpsi oleh alumina mesopori maka dilakukan uji F dengan langkah- langkah sebagai berikut :

1. Menghitung Faktor Koreksi (FK)

$$FK = \frac{\left[\sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^n (Y_{ij}) \right]^2}{\sum_{i=1}^p ni}$$

$$FK = \frac{(441)^2}{9}$$

$$FK = 21609$$

2. Menghitung Jumlah Kuadrat (JK)

a) Jumlah Kuadrat Total

$$JK_{\text{total}} = \left[\sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^n (Y_{ij})^2 \right] - FK$$

$$= [(54,38)^2 + (52,54)^2 + \dots + (30,32)^2] - 21609$$

$$= 23330,59 - 21609$$

$$JK_{\text{total}} = 1721$$

b) Jumlah Kuadrat perlakuan

$$JK_{\text{perlakuan}} = \frac{\sum_{i=1}^p \left(\sum_{j=1}^n Y_{ij} \right)^2}{n_i} - FK$$

$$= \frac{[(160,40)^2 + \dots + (90,95)^2]}{3} - 21609$$

$$= 23322,4 - 21609$$

$$= 1713,4$$

c) Jumlah Kuadrat Galat Percobaan

$$JK_{\text{galat percobaan}} = JK_{\text{total}} - JK_{\text{perlakuan}}$$

$$= 1721 - 1713,40$$

$$= 7,6$$

3. Analisa Sidik Ragam (Uji F)

a) Kuadrat Tengah perlakuan

$$KT_{\text{perlakuan}} = \frac{JK_{\text{perlakuan}}}{dB_{\text{perlakuan}}}$$

$$= \frac{1713,4}{2}$$

$$= 856,7$$

b) Kuadrat Tengah Galat perlakuan

$$KT_{\text{galat percobaan}} = \frac{JK_{\text{galat percobaan}}}{dB_{\text{galat percobaan}}}$$

$$= \frac{8,20}{6}$$

$$= 1,37$$

c) Menghitung Nilai F

$$F_{\text{hitung}} = \frac{KT_{\text{perlakuan}}}{KT_{\text{galat percobaan}}}$$

$$F_{\text{hitung}} = \frac{856,7}{1,37}$$

$$F_{\text{hitung}} = 625,33$$

Tabel L.7.2. Hasil analisa sidik ragam pengaruh temperatur kalsinasi

Sumber keragaman	dB	JK	KT	F _{hitung}	F	
					hitung	tabel
Perlakuan	2	1713,4	625,33	625,33	625,33	3,48
Galat	6	7,6	1,37			
Total	8	1721				

Berdasarkan tabel L.7.2 menunjukkan bahwa F hitung > F tabel maka Ho ditolak, berarti ada perbedaan yang nyata antar perlakuan. Untuk mengetahui perlakuan yang berbeda dilakukan uji BNT dengan taraf kesalahan 5%

$$BNT_{(\alpha)} = t_{\left(\frac{\alpha}{2}, dB\right)} \sqrt{\frac{2KT_{GP}}{r}}$$

$$BNT_{(0,05)} = t_{(0,025;6)} \sqrt{\frac{2 \times 1,37}{3}} = 2,447 \times 0,96 = 2,35$$

Tabel L.7.3 Hasil uji BNT pengaruh temperatur kalsinasi

kalsinasi	% adsorpsi	600 ⁰ C	800 ⁰ C	1000 ⁰ C
		53,47	63,22	30,32
600 ⁰ C	53,47	0,00	9,75*	tn
800 ⁰ C	63,22		0,00	tn
1000 ⁰ C	30,32			0,00

Keterangan : * = beda nyata pada taraf 5 %

tn = beda tidak nyata pada taraf uji 5 %

Lampiran 8

Data Adsorpsi Gas N₂ Oleh Alumina Mesopori Hasil Sintesis Dengan *Surface Area Analyzer*

Tabel L.8 Data P/Po dan volume (mL/g) gas N₂ untuk alumina mesopori hasil sintesis dengan template CTAB

P/Po	Volume (mL/g)
0,150007	0,935663
0,201412	1,028601
0,251362	1,126133
0,300472	0,949368
0,326028	0,779948
0,370766	0,674544
0,394824	0,655385
0,438732	0,694890
0,463967	0,558194
0,509398	0,621880
0,544580	0,616960
0,568222	0,577726
0,611775	0,669796
0,646549	0,692003
0,680216	0,786487
0,720142	0,831250
0,739905	0,825968
0,785666	0,877119
0,812554	0,856480
0,852428	1,196364
0,879481	1,172429
0,923795	1,263081
0,947013	1,249841
0,991986	1,413883

Lampiran 9

Penentuan Luas Permukaan Mesopori, Volume Mesopori dan Diameter Mesopori Dengan Metode POD

Contoh perhitungan untuk alumina mesopori hasil sintesis dengan temperatur kalsinasi 800°C

a. Perhitungan Jari-jari Kelvin

$$\log \frac{p_0}{P} = \log \frac{1}{p/p_0}$$

$$= \log \frac{1}{0,1500}$$

$$= 0,8239$$

$$r_k = \frac{4,15}{\log p_0/p}$$

$$= \frac{4,15}{0,8239}$$

$$= 5,0371 \text{ \AA}$$

$r_{k(\text{rata-rata})}$ diperoleh dari rata-rata r_k pada 2 baris yang berdekatan dalam kolom r_k pada Tabel 3.1

$$\begin{aligned} r_{k(\text{rata-rata})} &= \frac{r_{k1} + r_{k2}}{2} \\ &= \frac{5,0371 + 5,9634}{2} \\ &= 5,5002 \text{ \AA} \end{aligned}$$

b. Perhitungan Jari-jari pori nyata

$$t = 3,54 \left(\frac{5}{2,303 \log p/p_0} \right)^{1/3}$$

$$= 3,54 \left(\frac{5}{2,303 \cdot 0,8239} \right)^{1/3}$$

$$= 4,8853$$

$$\begin{aligned}
 r_p &= r_k + t \\
 &= 5,0370 + 4,8855 \\
 &= 9,9226 \text{ \AA}
 \end{aligned}$$

$r_{p(\text{rata-rata})}$ diperoleh dari rata-rata r_p pada 2 baris yang berdekatan dalam kolom r_p pada Tabel 3.1

$$\begin{aligned}
 r_{p(\text{rata-rata})} &= \frac{r_{p1} + r_{p2}}{2} \\
 &= \frac{9,9226 + 11,1317}{2} \\
 &= 10,5271 \text{ \AA}
 \end{aligned}$$

c. Perhitungan Volume pori

ΔV_{gas} diperoleh dari selisih V_{gas} pada 2 baris yang berdekatan dalam kolom V_{gas} pada Tabel 3.1

$$\Delta V_{\text{gas}(n)} = V_{n+1} - V_n$$

$$\begin{aligned}
 \Delta V_{\text{gas}(1)} &= V_2 - V_1 \\
 &= 1,10286 - 0,9357 \\
 &= 0,16716 \text{ cm}^3 / g
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \Delta V_{\text{liq}(1)} &= \Delta V_{\text{gas}(1)} \times 1,54 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^3 / g \\
 &= 0,0929 \times 1,54 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^3 / g \\
 &= 0,00025 \text{ cm}^3 / g
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 V_p &= \left(\frac{r_p}{r_k} \right)^2 (\Delta V_{\text{liq}}) \text{ cm}^3 / g \\
 &= \left(\frac{10,5271}{5,5002} \right)^2 \times 0,0001 \\
 &= 0,00092 \text{ cm}^3 / g
 \end{aligned}$$

$V_{p \text{ meso}}$ = total V_p pada tabel POD untuk $D \geq 20$

$$V_{p \text{ meso}} = 0,0061 \text{ cm}^3 / g$$

d. Perhitungan Luas Permukaan Mesopori

$$\begin{aligned} S &= \frac{2V_p}{r_p} \times 10^4 \\ &= \frac{2.0,0005}{10,5271} \times 10^4 \text{ m}^2 / g \\ &= 1,7477 \text{ m}^2 / g \end{aligned}$$

S_{meso} = total S pada tabel POD untuk $D \geq 20$

$$S_{\text{meso}} = 6,8192 \text{ m}^2/g$$

e. Perhitungan Diameter Mesopori

$$\begin{aligned} r_{\text{meso}} &= 2 \frac{V_{\text{meso}}}{S_{\text{meso}}} \\ r_{\text{meso}} &= 2 \frac{0,0061 \cdot 10^4 \text{ m}^3 / g}{6,8192 \text{ m}^2 / g} \\ &= 17,8907 \text{ \AA} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} D_{\text{meso}} &= 2 \times r_{\text{meso}} \\ &= 2 \times 17,8907 \text{ \AA} \\ &= 35,7814 \text{ \AA} \end{aligned}$$

Dari pengolahan data adsorpsi gas nitrogen untuk sampel alumina mesopori hasil sintesis pada temperatur kalsinasi 800°C dengan metode POD maka diperoleh data luas permukaan spesifik, volume pori dan ukuran pori pada Tabel L.9.1

Tabel L.9.1 Data karakter alumina mesopori hasil sintesis dengan metode POD

karakter	Satuan	Alumina mesopori
V_p (meso)	cm^3/g	0,0061
S_{meso}	m^2/g	6,8192
r_{meso}	$\text{\AA}$	17,8907
d_{meso}	$\text{\AA}$	35,7814

Tabel L.9.2 Penentuan Distribusi Ukuran Pori Dengan Metode POD Alumina mesopori hasil sintesis dengan temperatur kalsinasi 800°C

p/po	po/p	v (mL/g)	Log po/p	rk	(log po/p)1/3	t	ΔV_{gas} (cm ³)	ΔV_{liq} (cm ³)	rp(Å)	Rp rata (Å)	rk rata(Å)	Vp cm ³	S cm ³	D rata (m ²)
0,1500	6,6664	0,9357	0,8239	5,0371	0,9375	4,8855	0,0929	0,0001	9,9226	10,5271	5,5002	0,0005	0,9961	21,0543
0,2014	4,9649	1,0286	0,6959	5,9634	0,8862	5,1683	0,0975	0,0002	11,1317	11,7414	6,4417	0,0005	0,8500	23,4829
0,2514	3,9783	1,1261	0,5997	6,9201	0,8433	5,4311	0,1768	0,0003	12,3512	12,9930	7,4337	0,0008	1,2801	25,9859
0,3005	3,3281	0,9494	0,5222	7,9472	0,8053	5,6875	0,1694	0,0003	13,6347	13,9915	8,2366	0,0008	1,0762	27,9831
0,3260	3,0672	0,7799	0,4867	8,5260	0,7866	5,8223	0,1054	0,0002	14,3484	15,0216	9,0785	0,0004	0,5917	30,0431
0,3708	2,6971	0,6745	0,4309	9,6310	0,7553	6,0637	0,0192	0,0000	15,6947	16,0874	9,9568	0,0001	0,0958	32,1748
0,3948	2,5328	0,6554	0,4036	10,2825	0,7390	6,1975	0,0395	0,0001	16,4800	17,2650	10,9406	0,0002	0,1755	34,5300
0,4387	2,2793	0,6949	0,3578	11,5986	0,7099	6,4514	0,1367	0,0002	18,0500	18,5488	12,0210	0,0005	0,5404	37,0976
0,4640	2,1553	0,5582	0,3335	12,4433	0,6935	6,6043	0,0637	0,0001	19,0476	20,0552	13,3049	0,0002	0,2222	40,1103
0,5094	1,9631	0,6219	0,2929	14,1666	0,6641	6,8961	0,0049	0,0000	21,0627	21,9630	14,9450	0,0000	0,0149	43,9261
0,5446	1,8363	0,6170	0,2639	15,7234	0,6415	7,1400	0,0392	0,0001	22,8634	23,5418	16,3144	0,0001	0,1069	47,0835
0,5682	1,7599	0,5777	0,2455	16,9055	0,6261	7,3146	0,0921	0,0001	24,2201	25,6653	18,1759	0,0003	0,2203	51,3306
0,6118	1,6346	0,6698	0,2134	19,4463	0,5976	7,6641	0,0222	0,0000	27,1104	28,4985	20,6789	0,0001	0,0456	56,9970
0,6465	1,5467	0,6920	0,1894	21,9115	0,5743	7,9752	0,0945	0,0001	29,8866	31,4978	23,3547	0,0003	0,1681	62,9955
0,6802	1,4701	0,7865	0,1674	24,7979	0,5511	8,3110	0,0448	0,0001	33,1089	35,4909	26,9520	0,0001	0,0674	70,9818
0,7201	1,3886	0,8313	0,1426	29,1061	0,5224	8,7669	0,0053	0,0000	37,8729	39,3085	30,4140	0,0000	0,0069	78,6169
0,7399	1,3515	0,8260	0,1308	31,7220	0,5076	9,0220	0,0512	0,0001	40,7440	45,0365	35,6678	0,0001	0,0558	90,0731
0,7857	1,2728	0,8771	0,1048	39,6136	0,4714	9,7155	0,0206	0,0000	49,3291	52,7895	42,8246	0,0000	0,0183	105,5790
0,8126	1,2307	0,8565	0,0901	46,0355	0,4484	10,2144	0,3399	0,0005	56,2499	63,6230	52,9418	0,0008	0,2376	127,2460
0,8524	1,1731	1,1964	0,0693	59,8480	0,4108	11,1481	0,0239	0,0000	70,9961	78,6957	67,1280	0,0001	0,0129	157,3915
0,8795	1,1370	1,1724	0,0558	74,4080	0,3821	11,9873	0,0907	0,0001	86,3954	110,5143	97,4810	0,0002	0,0325	221,0280
0,9238	1,0825	1,2631	0,0344	120,5541	0,3253	14,0792	0,0132	0,0000	134,6332	163,0534	148,0352	0,0000	0,0030	326,1067
0,9470	1,0560	1,2498	0,0236	175,5164	0,2870	15,9571	0,1640	0,0003	191,4735	95,7368	681,5557	0,0000	0,0010	191,4735
0,9920	1,0081	1,4139	0,0035	1187,5951	0,1517	30,1814						0,0061	6,8192	

Lampiran 10

Penentuan Luas Permukaan Spesifik, Volume Pori Total dan Diameter Pori Rata-Rata Dengan Metode BET

- Perhitungan alumina mesopori hasil sintesis pada temperatur kalsinasi 800°C

a. Perhitungan luas permukaan spesifik

Pada metode BET digunakan persamaan sebagai berikut :

$$\frac{1}{W_{ads} [(P_0 / P) - 1]} = \frac{1}{W_m C} + \frac{C-1}{W_m C} \left(\frac{P}{P_0} \right)$$

Tabel L.10.1 Data Hasil Perhitungan luas permukaan Spesifik

p/po	V (ml/g)	V x bj	W	Po/p	1/(W(po/p-1))
0,1500	0,9357	0,0012	0,0001	6,6667	1273,7
0,2014	1,0286	0,0013	0,0002	4,9652	1655,8
0,2514	1,1261	0,0014	0,0002	3,9777	2014
0,3005	0,9494	0,0012	0,0001	3,3278	3055,9
0,3260	0,7799	0,0010	0,0001	3,0675	4188,4

P_o : 749,73mmHg

W_{sampel} : 0,1219 g

bj_{nitrogen} : 1,25 x 10⁻³

P/P_o : tekanan relatif

V_{gas} : volume gas N₂ yang teradsorpsi

W_{gas} : berat gas N₂ yang teradsorpsi (V gas x η N₂)

$$\text{Jika } Y = \frac{1}{W_{ads} [(P_0 / P) - 1]} \text{ dan } X = P/P_o$$

Maka diperoleh persamaan garis lurus sebagai berikut :

$$Y = 1027,9673X + 43,0946$$

Sehingga diketahui :

Slope, s = 1027,9673

Intersep, i = 43,0946

R² = 0,958769

Dengan demikian diperoleh :

$$W_m = \frac{1}{s+i} = \frac{1}{833,4866 + 28,2377} = 0,00093g$$

Luas permukaan total padatan dihitung dengan cara :

$$S_t = \frac{W_m \cdot x \cdot N \cdot A}{M}$$

Keterangan

N	: bilangan Avogadro	= $6,23 \cdot 10^{23}$
A	: luas permukaan nitrogen cair	= $16,2 \text{ \AA}^2$
M	: berat molekul N_2	= 28 g/mol

$$S_t = \frac{0,00093g \times 6,23 \cdot 10^{23} / \text{mol} \times 16,2 \text{ \AA}^2 \times 10^{-20} \text{ m}^2 / \text{ \AA}^2}{28 \text{ g/mol}}$$

$$= 3,3654 \text{ m}^2$$

Dengan demikian luas permukaan spesifik (S) diperoleh :

$$S = \frac{S_t}{W_s} = \frac{3,3654 \text{ m}^2}{0,1219 \text{ g}} = 27,6075 \text{ m}^2/\text{g}$$

b. Perhitungan volume pori

$$\text{Diketahui } V_{\text{gas}} (P/P_o = 0,9920) = 1,4139 \text{ cm}^3/\text{g}$$

$$\text{Sehingga } V_{\text{liq}} = 1,4139 \text{ cm}^3/\text{g} \times 1,54 \times 10^{-3}$$

$$= 0,00218 \text{ cm}^3/\text{g}$$

$$\text{Volume pori} = V_{\text{liq}} = 0,00218 \text{ cm}^3/\text{g}$$

c. Perhitungan jari pori rata-rata

$$\bar{r}_p = \frac{2 V_p}{S} = \frac{2 \times 0,0022 \text{ cm}^3 / \text{g} \times 10^{-6} \text{ m}^3 / \text{cm}^3}{27,6075 \text{ m}^2 / \text{g}}$$

$$= 1,5774 \cdot 10^{-10} \text{ cm}^3/\text{m}^2 = 1,5774 \text{ \AA}$$

$$D_p = 2 \times 1,5774 \text{ \AA} = 3,1548 \text{ \AA}$$

Dari pengolahan data adsorpsi gas nitrogen untuk sampel Alumina mesopori hasil sintesis pada temperatur kalsinasi 800°C dengan metode BET maka diperoleh data luas permukaan spesifik, volume pori dan ukuran pori sebagai berikut:

Tabel L.10.2 Data karakter alumina mesopori hasil sintesis dengan metode BET

karakter	Satuan	Alumina mesopori
V_p	cm^3/g	0,00218
S	m^2/g	27,6075
r_p	$\text{\AA}$	1,4139
d_p	$\text{\AA}$	3,1548



Lampiran 11

Menentukan Harga Parameter Sel dan Indeks Miller Alumina Heksagonal Mesopori

a) Penentuan parameter sel a dan indeks Miller untuk $l = 0$ untuk struktur heksagonal mesopori

Untuk puncak tertinggi difraktogram:

$$2\theta = 1,56$$

$$d = 56,58$$

h k l = 100 (hasil mencocokkan dengan jurnal)

Rumus hubungan d, Parameter sel dan Indeks Miller Struktur Hexagonal adalah sebagai berikut:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left(\frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2}$$

Dari rumus hubungan tersebut maka dapat dihitung nilai a ketika (h k l) = (100) sebagai berikut:

$$\frac{1}{(56,58)^2} = \frac{4}{3} \left(\frac{1^2 + 1 \cdot 1 + 1^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2}$$

$$\frac{1}{(56,58)^2} = \frac{4}{3a^2}$$

$$3a^2 = \frac{4}{\frac{1}{(56,58)^2}}$$

$$a^2 = 4268,3952$$

$$a = 65,3329$$

Dengan harga a ini maka dapat dilakukan indeks untuk kristal heksagonal dalam penentuan harga l dan hkl untuk $l = 0$ dengan cara sebagai berikut:

Misal untuk:

$$d = 15,6017$$

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left(\frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2}$$

$$\frac{1}{(15,6017)^2} = \frac{4}{3} \left(\frac{h^2 + hk + k^2}{(65,3329)^2} \right) + 0$$

$$3 \times (65,3329)^2 = (15,6017)^2 \times 4 \times (h^2 + hk + k^2)$$

$$(h^2 + hk + k^2) = \frac{3 \times (65,3329)^2}{4(15,6017)^2}$$

$$(h^2 + hk + k^2) = 13,1517$$

maka h k l coba-coba adalah h =1, k =1, l =0

Dengan cara yang sama maka dapat diperoleh data hkl untuk puncak-puncak yang sebagaimana dituliskan pada Tabel L.11.1 sebagai berikut:

Tabel L.11.1 Hasil penentuan Indeks Miller alumina mesopori untuk l=0

2 Ø	d (Å)	I/I ₀	a	h k l
1,5600	56,5800	100	65,3329	1 0 0
5,6600	15,6017	4	65,3329	3 1 0
6,4301	13,7348	28	65,3329	4 0 0
10,6676	8,2865	11	65,3329	4 4 0
11,7622	7,5177	9	65,3329	7 1 0
17,2752	5,1290	7	65,3329	11 0 0
17,8216	4,9730	4	65,3329	5 8 0
19,2000	4,6190	8	65,3329	5 9 0
20,5768	4,3129	9	65,3329	1 2 0
22,1600	4,0082	5	65,3329	13 2 0
22,7800	3,9005	3	65,3329	14 1 0
23,7000	3,7512	6	65,3329	14 2 0
23,8200	3,7325	4	65,3329	12 5 0
24,4743	3,6342	7	65,3329	9 9 0
26,0637	3,4161	3	65,3329	16 1 0
29,1800	3,0580	3	65,3329	14 7 0
30,4800	2,9304	5	65,3329	14 8 0
32,0127	2,7935	5	65,3329	15 8 0
34,0000	2,6334	2	65,3329	21 1 0
41,8000	2,1587	4	65,3329	22 7 0
43,8000	2,0649	2	65,3329	21 10 0
45,8000	1,9789	1	65,3329	23 9 0
47,4000	1,9159	4	65,3329	19 15 0
58,8000	1,6190	2	65,3329	10 10 0

b) Menentukan harga c dan hkl untuk $l \neq 0$

Untuk struktur heksagonal meso pada puncak-puncak tertinggi.

Untuk puncak-puncak yang tidak memiliki indeks Miller h k 0 maka dicari nilai hkl yang sesuai dengan cara mencari nilai hkl coba-coba sedemikian, sehingga memberikan nilai c yang relatif sama.

Tabel L.11.2 Hasil penentuan hkl dengan nilai $l \neq 0$

2θ	$d (\text{\AA})$	I/I_0	a	hkl	C
5,86	15,0697	8	65,3329	1 0 1	15,6345
11,56	7,6488	4	65,3329	1 0 2	15,4393
19,8072	4,4787	4	65,3329	1 5 3	14,9685
20,28	4,3754	3	65,3329	1 8 3	15,2296
20,9	4,2470	4	65,3329	1 7 3	15,4639
21,04	4,2190	7	65,3329	1 7 3	15,3147
21,44	4,1412	6	65,3329	1 7 3	14,9063
22,46	3,9554	7	65,3329	1 0 4	15,8603
22,9	3,8804	4	65,3329	1 1 4	15,6321
25,2	3,5312	4	65,3329	1 5 4	15,0634
25,42	3,5011	3	65,3329	1 5 4	14,9178
29,08	3,0682	3	65,3329	1 3 5	15,6432
30,62	2,9174	4	65,3329	1 5 5	15,2278
33,4	2,6792	2	65,3329	1 10 5	15,4572
36	2,4919	5	65,3329	1 5 6	15,0799
36,8	2,4398	3	65,3329	1 5 6	15,0799
40,4	2,2299	3	65,3329	1 1 7	15,6458
42,4	2,1294	1	65,3329	1 5 7	15,2443
43	2,1010	2	65,3329	1 5 7	15,0314
46,6	1,9469	2	65,3329	1 4 8	15,7725
48,5	1,8748	3	65,3329	1 5 8	15,2604
49,4	1,8425	32	65,3329	1 5 8	14,9884
50,4	1,8084	2	65,3329	1 10 8	15,3646
52,8	1,7319	2	65,3329	1 2 9	15,6385
C rata-rata					15,32768

Contoh Perhitungan:

Diket:

$$a = 65,3329$$

$$d = 5,8434$$

$$h \text{ k l coba-coba} = 1 \ 0 \ 1$$

Ditanyakan harga c

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left(\frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2}$$

$$\frac{1}{(15,0610)^2} = \frac{4}{3} \left(\frac{1^2 + 1.0 + 0^2}{65,3329^2} \right) + \frac{1^2}{c^2}$$

$$0,0044 = 3,1240 \cdot 10^{-4} + \frac{1^2}{c^2}$$

$$\frac{1^2}{c^2} = 0,0044 - 3,1240 \cdot 10^{-4}$$

$$\frac{1^2}{c^2} = 0,0041$$

$$\frac{1^2}{c^2} = 0,0041$$

$$c^2 = 244,4372$$

$$c = 15,6345$$

Dengan cara yang sama maka diperoleh data hkl untuk puncak-puncak yang seperti pada Tabel L.11.2

Lampiran 12

Pengindeksan Data Difraktogram Sampel Berdasarkan Struktur Gamma Alumina

a. Mencocokkan harga d

Untuk mengetahui apakah alumina mesopori hasil sintesis mengandung struktur gamma alumina maka dilakukan pencocokan.

Tabel L.12.1 Standar gamma dengan sampel

Sampel		Standar gamma alumina	
2θ	d	2θ	d
19,44	4,563	19,43	4,56
32,0127	2,7924	31,94	2,8
*37,8	2,3773	*37,6	2,39
*39,4	2,2842	*39,49	2,28
45	2,012	45,38	1,997
		60,9	1,552
		*67,03	1,395
		85,02	1,14
		97,19	1,027
		102,31	0,989
		121,24	0,884
		145,77	0,806

b. Menentukan h k l secara perhitungan

Diket: parameter sel gamma alumina

$$a = 3,41$$

Struktur gamma alumina = kubus

Rumus hubungan d, parameter sel dan indeks Miller untuk struktur kubus adalah :

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}$$

Dengan demikian dapat dihitung hkl secara coba-coba berdasarkan informasi tersebut sbb:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}$$

$$h^2 + k^2 + l^2 = \frac{a^2}{d^2}$$

Contoh perhitungan :

Diket : a = 3,41

d = 3,4161

$$h^2 + k^2 + l^2 = \frac{a^2}{d^2}$$

$$h^2 + k^2 + l^2 = \frac{3,41^2}{3,4161^2}$$

$$= \frac{11,6281}{11,6697}$$

$$= 0,9964$$

$$\approx 1$$

maka, hkl coba-cobanya adalah h=1, k=0, l=0

Dengan cara yang sama maka diperoleh data hkl untuk puncak-puncak yang sebagaimana dituliskan pada Tabel L.12.2 berikut

Tabel L.12.2 Hasil penentuan hkl gamma alumina

2θ	d	I/I_o	Hkl coba-coba
26,0637	3,4161	4	100
36,8	2,4398	3	110
46,6	1,9469	1	111

Tabel L.12.3 Data hasil interpretasi secara keseluruhan alumina mesopori hasil sintesis pada temperatur kalsinasi 800⁰C

2 θ	d	Interpretasi		I/Io
		Struktur	h k l	
1,5600	56,5800	Heksagonal	1 0 0	100
5,6600	15,60173	Heksagonal	3 1 0	4
5,8600	15,06969	Heksagonal	1 0 1	8
6,4301	13,73481	Heksagonal	4 0 0	28
10,6676	8,28654	Heksagonal	4 4 0	11
11,5600	7,64877	Heksagonal	1 0 2	4
11,7622	7,51773	Heksagonal	7 1 0	9
17,2752	5,12904	Heksagonal	11 0 0	7
17,8216	4,97299	Heksagonal	5 8 0	4
19,2000	4,61897	Heksagonal	5 9 0	8
19,4400	4,56248	Gamma	-	6
19,8072	4,47872	Heksagonal	1 5 3	4
20,2800	4,37536	Heksagonal	1 0 2	3
20,5768	4,31292	Heksagonal	12 2 0	9
20,9000	4,24695	Heksagonal	1 1 2	4
21,0400	4,219	Heksagonal	1 2 2	7
21,4400	4,14118	Heksagonal	1 3 2	6
22,1600	4,00823	Heksagonal	13 2 0	5
22,4600	3,95537	Heksagonal	1 0 4	7
22,7800	3,90052	Heksagonal	14 1 0	3
22,9000	3,88036	Heksagonal	1 1 4	4
23,7000	3,75115	Heksagonal	14 2 0	6
23,8200	3,73253	Heksagonal	12 5 0	4
24,4743	3,6342	Heksagonal	9 9 0	8
25,2000	3,53117	Heksagonal	1 5 4	4
25,4200	3,5011	Heksagonal	1 5 4	7
26,0637	3,41608	Heksagonal,gamma	16 1 0; 1 0 0	4
29,0800	3,06824	Heksagonal	1 3 5	3

30,4800	2,93043	Heksagonal	14 8 0	3
30,6200	2,91735	Heksagonal	1 5 5	3
32,0127	2,79335	Heksagonal;Gamma	15 8 0	5
33,4000	2,6792	Heksagonal	1 7 3	2
34,0000	2,6334	Heksagonal	21 1 0	2
36,0000	2,4919	Heksagonal	16 10 0	5
36,8000	2,4398	Heksagonal;Gamma	1 5 6; 1 0 0	5
37,8	2,3773	Gamma	-	2
39,4	2,2842	Gamma	-	1
40,4000	2,2299	Heksagonal	1 1 7	2
41,8000	2,1587	Heksagonal	22 7 0	4
42,4000	2,1294	Heksagonal	1 5 7	1
43,0000	2,10095	Heksagonal	1 5 7	2
43,8000	2,0649	Heksagonal	21 10	2
45,00	1,0889	Gamma		2
45,8000	1,9789	Heksagonal	23 9 0	2
46,6	1,9469	Gamma		2
47,4000	1,9159	Heksagonal	1 9 15 0	2
48,5000	1,8748	Heksagonal	1 5 8	4
49,4000	1,8425	Heksagonal	1 5 8	3
50,4000	1,8084	Heksagonal	1 0 5	3
52,8000	1,7319	Heksagonal	1 2 9	2
58,8000	1,5685	Heksagonal	1 0 10 0	2

Lampiran 13

Perhitungan Bilangan Gelombang Al-O dan Si-O menggunakan Hukum Hooke

Diketahui:

Massa atom Al = 27

Si = 28

O = 16

Rumus umum bilangan gelombang:

$$\bar{\nu} = \frac{1}{2\pi} \left(\sqrt{\frac{K}{\mu}} \right) \quad \text{dimana } \mu = \frac{m_1 \times m_2}{m_1 + m_2}$$

$$\begin{aligned} \mu_{\text{Al-O}} &= \frac{m_1 \times m_2}{m_1 + m_2} & \mu_{\text{Si-O}} &= \frac{m_1 \times m_2}{m_1 + m_2} \\ &= \frac{27 \times 16}{27 + 16} & &= \frac{28 \times 16}{28 + 16} \\ &= \frac{432}{43} & &= \frac{448}{44} \\ &= 10,05 & &= 10,18 \end{aligned}$$

Perbandingan Bilangan Gelombang Al-O dengan Si-O adalah:

$$\begin{aligned} \bar{\nu}_{\text{Si-O}} : \bar{\nu}_{\text{Al-O}} &= \frac{\frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{K}{\mu}}}{\frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{K}{\mu}}} \\ &= \sqrt{\frac{1}{\mu_1}} : \sqrt{\frac{1}{\mu_2}} \\ &= \sqrt{\frac{1}{10,18}} : \sqrt{\frac{1}{10,05}} \\ &= \sqrt{0,098} : \sqrt{0,099} \\ &= 0,31 : 0,32 \\ &= 1 : 1,03 \end{aligned}$$

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

