

**STUDI PENGARUH PERBANDINGAN MOL CTAB/AI
TERHADAP KARAKTER ALUMINA MESOPORI HASIL
SINTESIS**

SKRIPSI

oleh :
NELLY HERLIYATI
0410920039-92



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

**STUDI PENGARUH PERBANDINGAN MOL CTAB/AI
TERHADAP KARAKTER ALUMINA MESOPORI HASIL
SINTESIS**

SKRIPSI

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

oleh :

NELLY HERLIYATI

0410920039-92



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

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

**STUDI PENGARUH PERBANDINGAN MOL CTAB/AI
TERHADAP KARAKTER ALUMINA MESOPORI HASIL
SINTESIS**

oleh:

NELLY HERLIYATI

0410920039-92

**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 : Nelly Herliyati

NIM : 0410920039-92

Jurusan : Kimia

Pennulis skripsi berjudul :

“Studi Pengaruh Perbandingan Mol CTAB/Al 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 pertanyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, November 2008

Yang menyatakan,

(Nelly Herliyati)

NIM.0410920039

STUDI PENGARUH PERBANDINGAN MOL CTAB/Al TERHADAP KARAKTER ALUMINA MESOPORI HASIL SINTESIS

ABSTRAK

Telah dilakukan sintesis alumina mesopori dengan tujuan mengetahui pengaruh perbandingan mol CTAB/Al terhadap diameter pori, volume pori dan luas permukaan spesifik alumina mesopori. Sintesis dilakukan dengan menggunakan aluminium sulfat sebagai prekursor, surfaktan *Cetyltrimethylammonium Bromide* (CTAB) sebagai cetakan pori (variasi mol CTAB/Al yaitu 1/20, 3/40, 1/10, 1/8, dan 3/20), kristalisasi pada temperatur 100°C selama 12 jam dan temperatur kamar selama 48 jam, dan kalsinasi pada temperatur 600°C selama 3 jam. Karakterisasi dilakukan dengan *surface area analyzer* dan metode POD (Pierce, Orr and Dalla Valle). Hasil sintesis menunjukkan bahwa peningkatan perbandingan mol CTAB/Al berpengaruh terhadap diameter mesopori yaitu terjadi peningkatan pada perbandingan mol CTAB/Al 1/20 sampai dengan 1/10 dan penurunan pada perbandingan mol CTAB/Al 1/10 sampai dengan 3/20, sedangkan pada volume pori dan luas permukaan spesifik mesopori berpengaruh dengan pola fluktuatif. Diameter mesopori terbesar (48,34 Å) dicapai pada perbandingan mol CTAB/Al 1/10, volume mesopori terbesar (0,01 cm³/g) dicapai pada perbandingan mol CTAB/Al 3/40 dan luas permukaan spesifik mesopori terbesar (10,89 m²/g) dicapai pada perbandingan mol CTAB/Al 1/8

STUDY OF THE INFLUENCE MOL RATIO OF CTAB/Al TOWARD CHARACTER OF SYNTHESIZED MESOPOROUS ALUMINA

ABSTRACT

Synthesis of mesoporous alumina has been done with purpose to determine influence of ratio mol CTAB/Al toward pore diameter, pore volume and specific surface area of the mesoporous alumina. Synthesis was adjusted by using aluminium sulfate as precursor, cetyltrimethylammonium bromide (CTAB) surfactant as template (variation mol CTAB/Al of 1/20, 3/40, 1/10, 1/8 and 3/20), crystallization at temperature 100°C for 12 hours and at room temperature for 48 hours, and calcination at temperature 600°C for 3 hours. Characterizations were performed with surface area analyzer and POD (Pierce, Orr and Dalla Valle) method. Result of the research showed that the mol ratio of CTAB/Al effected mesopore diameter (increased from mol CTAB/Al 1/20 to 1/10, decreased from mol CTAB/Al 1/10 to 3/20), and also effected mesopore volume and specific surface area of mesopore alumina with fluctuation pattern. The largest mesopore diameter (48.34 Å), mesopore volume (0.01 cm³/g) and mesopore specific surface area (10.89 m²/g) were achieved at mol ratio of CTAB/Al 1/10, 3/40 and 1/8 respectively.



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 Perbandingan Mol CTAB/Al 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, MSi selaku Dosen Pembimbing I dan Dra. Sri Wardhani, MSi selaku Dosen Pembimbing II atas bimbingan dan kesabaran yang diberikan selama penyusunan tugas akhir ini.
2. Qonitah Fardiah, S.Si, M. Si selaku penasehat akademik yang telah memberikan bimbingan selama kuliah.
3. Bapak/Ibu dosen penguji atas waktu dan sarannya.
4. M. Farid Rahman S.Si, M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia Universitas Brawijaya.
5. Seluruh dosen dan karyawan jurusan Kimia Universitas Brawijaya atas segala ilmu dan bantuan yang diberikan
6. BATAN dan Jurusan Kimia FMIPA Universitas Gajah Mada Yogyakarta.
7. Ibu dan keluargaku yang telah memberikan cinta dan doa
8. Teman-teman Kimia 2004 khususnya kelas A atas bantuan, kebersamaan, kekompakan dan segala kenangan indah.

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, November 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	ix
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR LAMPIRAN	xi
 BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	2
1.3 Batasan Masalah.....	2
1.4 Tujuan Penelitian.	3
1.5 Manfaat Penelitian	3
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Alumina Mesopori.....	4
2.2 Aluminium Sulfat ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$) sebagai Prekursor Alumina.....	4
2.3 Surfaktan <i>Cetyltrimethylammonium Bromide</i> ($[\text{C}_{16}\text{H}_{33}(\text{CH}_3)_3\text{N}^+]\text{Br}^-$) sebagai <i>Template</i> Alumina Mesopori.	5
2.4 Sintesis Alumina Mesopori.....	6
2.5 Kristalisasi dengan Metode Hidrotermal	7
2.6 Mekanisme Reaksi Pembentukan Bahan Mesopori	8
2.7 Pengaruh Konsentrasi Surfaktan terhadap Karakter Bahan Mesopori	9
2.8 Penentuan Distribusi Ukuran Pori dengan Metode POD	11
2.9 Hipotesis.....	12

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian.....	13
3.2 Bahan dan Alat Penelitian.....	13
3.2.1 Bahan penelitian.....	13
3.2.2 Alat penelitian.....	13
3.3 Tahapan Penelitian.....	13
3.4 Prosedur Kerja.....	14
3.4.1 Sintesis alumina mesopori.....	14
3.4.2 Penentuan volume pori, diameter rata-rata pori dan luas permukaan spesifik padatan menggunakan <i>surface area analyzer</i>	14
3.4.3 Analisa Data.....	15

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN..... 16

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan.....	23
5.2 Saran.....	23

DAFTAR PUSTAKA..... 24

LAMPIRAN..... 28

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1	Struktur CTAB..... 5
Gambar 2.2	Perubahan bentuk misel sesuai dengan perubahan konsentrasi surfaktan..... 6
Gambar 2.3	Mekanisme pembentukan bahan mesopori..... 8
Gambar 4.1	Karakteristik alumina mesopori hasil sintesis pada berbagai perbandingan mol CTAB/Al.. 18
Gambar 4.2	Volume mesopori dan luas permukaan spesifik alumina mesopori hasil sintesis pada tiga daerah mesopori..... 19
Gambar 4.3	Kurva distribusi ukuran pori alumina mesopori hasil sintesis..... 19



DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel L.3 Massa surfaktan CTAB dalam berbagai perbandingan mol CTAB/Al.....	35
Tabel L.5 Penentuan distribusi ukuran pori dengan metode POD alumina mesopori hasil sintesis dengan perbandingan mol CTAB/Al 1/20	39
Tabel L.6. Data Adsorpsi gas N ₂ oleh alumina mesopori hasil sintesis dengan <i>surface area analyzer</i> ...	41
Tabel L.7. Uji Pendukung	44
Tabel L.8.1 Data volume pori (V_{meso}) alumina mesopori hasil sintesis pada berbagai perbandingan mol surfaktan/Al dengan metode POD	44
Tabel L.8.2 Data luas permukaan spesifik (S_{meso}) alumina mesopori hasil sintesis pada berbagai perbandingan mol surfaktan/Al dengan metode POD.....	44
Tabel L.8.3 Data diameter pori (D_{meso}) alumina mesopori hasil sintesis pada berbagai perbandingan mol surfaktan/Al dengan metode POD	45

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1	Diagram alir penelitian 28
Lampiran 2	Pembuatan larutan dan perhitungan 31
Lampiran 3	Perhitungan reaktan pada sintesis 33
Lampiran 4	Penentuan volume mesopori, luas permukaan mesopori dan diameter mesopori dengan metode POD 35
Lampiran 5	Pengolahan data adsorpsi gas N ₂ dengan metode POD 38
Lampiran 6	Data adsorpsi gas N ₂ oleh alumina mesopori hasil sintesis dengan <i>surface area analyzer</i> 40
Lampiran 7	Uji pendukung 43
Lampiran 8	Data karakter alumina mesopori hasil sintesis 44

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Alumina dan kristal lainnya yang merupakan padatan mikropori banyak digunakan dalam industri sebagai adsorben dan katalis. Hal ini dikarenakan alumina mempunyai luas permukaan dan struktur pori (Wefers dan Bell, 1972). Sekarang ini sudah disintesis padatan yang memiliki pori lebih besar untuk mengadsorpsi molekul-molekul yang ukurannya besar. Dalam hal ini salah satunya adalah alumina mesopori yang merupakan alumina hasil sintesis yang memiliki ukuran pori di daerah mesopori dengan diameter pori antara 20-500 angstrom (Goyne dkk., 2005). Manfaat alumina mesopori ini yaitu dapat mengadsorpsi molekul-molekul yang ukurannya besar dan sebagai katalis (Anonim, 1999). Sebagai contoh, alumina mesopori telah digunakan untuk adsorpsi senyawa antibiotik dengan ukuran molekul yang besar (Goyne dkk., 2005) dan pengembangan katalis ion sulfat pada reaksi senyawa aromatik besar (Sakit dan Onaka, 2006).

Sintesis alumina mesopori dapat dilakukan dengan cara kalsinasi (pemanasan pada temperatur tinggi) endapan mesofasa alumina yang diperoleh dalam pelarut air sebagaimana telah dilakukan oleh Huo dkk. (1994). Namun demikian mesofasa yang dihasilkan Huo dkk masih berfasa lamelar. Menurut Kresge dkk. (1996), dalam kasus sintesis silika mesopori, mesofasa silika berfasa lamelar tidak stabil pada proses kalsinasi dan menyebabkan kerusakan kristal silika mesopori yang berarti juga merusak struktur porinya. Sementara itu menurut Davis dan Burket (1995), pembentukan mesofasa lamelar pada sintesis silika mesopori dapat diubah menjadi fasa heksagonal atau kubus yang stabil pada kalsinasi dengan merubah perbandingan mol surfaktan/Si. Menurut Zhao dkk. (1996), fasa kristal mesofasa dipengaruhi oleh fasa surfaktan di dalam larutan dan fasa surfaktan sangat dipengaruhi oleh konsentrasinya. Huo dkk. (1994a) juga membuktikan pada sintesis mesofasa antimon oksida dalam larutan asam bahwa penurunan konsentrasi surfaktan menyebabkan perubahan fasa lamelar menjadi heksagonal. Oleh karena itu, pada sintesis alumina mesopori dalam pelarut air perlu dilakukan kajian variasi konsentrasi surfaktan.

Dalam penelitian ini kajian variasi konsentrasi surfaktan dilakukan dengan memvariasikan perbandingan mol CTAB/Al.

Karakterisasi yang akan dilakukan pada alumina mesopori hasil sintesis meliputi penentuan diameter pori, volume pori dan luas permukaan spesifik dengan *surface area analyzer*. Karakter diameter pori berhubungan dengan ukuran adsorbat yang diadsorpsi, sedangkan volume pori berpengaruh terhadap besarnya ruang untuk ditempati adsorbat. Karakter luas permukaan spesifik dimaksudkan untuk mengoptimalkan adsorpsi, dimana semakin luas permukaan alumina mesopori maka ruang kontak adsorpsi semakin besar.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas maka dapat disusun rumusan masalah yaitu:

1. Bagaimana pengaruh perbandingan mol CTAB/Al terhadap diameter pori, volume pori dan luas permukaan spesifik alumina mesopori hasil sintesis?
2. Berapa perbandingan mol CTAB/Al yang memberikan diameter pori, volume pori dan luas permukaan spesifik alumina mesopori terbesar?

1.3 Batasan Masalah

Adapun batasan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Surfaktan yang digunakan adalah *Cetyltrimethylammonium Bromide* (CTAB)
2. Senyawa alumina yang didapat berasal dari aluminium sulfat
3. Sintesis alumina mesopori dilakukan dalam kondisi larutan NaOH pH 9
4. Kajian pengaruh konsentrasi surfaktan dilakukan dengan memvariasikan perbandingan mol CTAB/Al
5. Variasi perbandingan mol CTAB/Al yaitu 1/20 sampai dengan 3/20
6. Karakter alumina mesopori didasarkan pada diameter pori, volume pori dan luas permukaan spesifik

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan yang ingin dicapai dalam penelitian ini adalah:

1. Mempelajari pengaruh perbandingan mol CTAB/Al terhadap diameter pori, volume pori dan luas permukaan spesifik alumina mesopori hasil sintesis
2. Menentukan perbandingan mol CTAB/Al yang memberikan diameter pori, volume pori dan luas permukaan spesifik alumina mesopori terbesar

1.5 Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi tentang perbandingan mol CTAB/Al yang sesuai digunakan dalam sintesis alumina mesopori sehingga menghasilkan alumina mesopori dengan karakter yang optimum



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Alumina Mesopori

Alumina atau aluminium oksida adalah sebuah senyawa kimia dari aluminium dan oksigen dengan rumus kimia Al_2O_3 yang memiliki titik leleh 2054°C . Alumina digunakan dalam berbagai industri, misalnya sebagai bahan keramik dan bahan dasar elektrolit baterai (Page, 1991).

Alumina mesopori merupakan alumina hasil sintesis yang memiliki ukuran pori di daerah mesopori dengan diameter antara 20-500 angstrom. Manfaat alumina mesopori ini dapat digunakan sebagai katalis dan dapat mengadsorpsi molekul-molekul yang berukuran besar (Goyne dkk., 2005). Alumina mesopori merupakan bentuk alumina berpori yang terbentuk setelah kalsinasi (Oscik, 1982). Alumina mesopori mempunyai sifat-sifat sebagai berikut: berbentuk kristal, berwarna putih, berkilau, higroskopis (mudah menyerap air), memiliki struktur kristal heksagonal (Oscik, 1982).

2.2 Aluminium Sulfat ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$) sebagai Prekursor Alumina

Senyawa aluminium banyak digunakan dalam penelitian-penelitian sebelumnya sebagai prekursor dalam mensintesis bahan mesopori. 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. Selain itu menurut Barrier (1982) didalam larutan asam aluminium akan berada dalam Al^{3+} dan dalam larutan basa akan membentuk $\text{Al}(\text{OH})_4^-$. Jenis ion tersebut akan berpengaruh dalam pembentukan alumina mesopori.

Aluminium sulfat merupakan suatu kristal putih. Aluminium sulfat diketahui sebagai senyawa anhidrat (massa jenis 2,71 g/mL, terurai pada 770°C) atau sebagai senyawa hidrat $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ (bentuk kristalnya monosiklik, massa jenisnya 1.69 g/mL, terurai pada $86,5^\circ\text{C}$) (Daintith, 1994).

2.3 Surfaktan *Cetyltrimethylammonium Bromide*

($[\text{C}_{16}\text{H}_{33}(\text{CH}_3)_3\text{N}^+]\text{Br}^-$) sebagai *Template* Alumina Mesopori

Surfaktan *Cetyltrimethylammonium Bromide* (CTAB) digunakan sebagai *template* (cetakan pori), 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 *Dodecyltrimethyl Ammonium Bromide* ($(\text{C}_{10}\text{H}_{21})\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{Br}$) dan TTAB *Tetradecyl trimethyl Ammonium Bromide* ($(\text{C}_{14}\text{H}_{29})\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{Br}$) 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 CTAB termasuk surfaktan kationik karena memiliki bagian aktif permukaan bermuatan positif. Surfaktan CTAB memiliki nama IUPAC *hexadecyl-trimethyl-ammonium bromide* dengan rumus molekul $\text{C}_{19}\text{H}_{42}\text{BrN}$, membentuk misel dalam larutan pada temperatur 303 K (30 °C). Memiliki titik leleh 237-243°C dengan berat molekul 364,45 gram/mol (Buros, 2007).

Struktur CTAB disajikan pada Gambar 2.1 (Schlumberger, 2003):



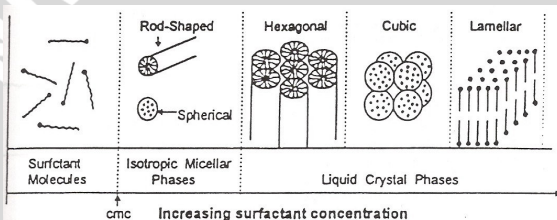
Gambar 2.1 Struktur CTAB

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).

Berdasarkan sifat bagian hidrofiliknya surfaktan dapat dikelompokkan menjadi (Anonymous, 2002):

1. Surfaktan anionik
2. Surfaktan kationik
3. Surfaktan nonionik
4. Surfaktan zwitterionik

Dalam larutan konsentrasi surfaktan mempengaruhi bentuk misel. Bentuk misel paling sederhana adalah bola. Konsentrasi terendah di mana misel terbentuk dalam larutan disebut konsentrasi kritis misel (kkm). Pada surfaktan ionik, bentuk misel berubah-ubah dengan urutan bola, silinder, heksagonal, kubus, dan lamelar sesuai kenaikan konsentrasinya (Lawrance, 1994 dan Zhao dkk., 1996).



Gambar 2.2 Perubahan bentuk misel sesuai dengan perubahan konsentrasi surfaktan (Zhao dkk., 1996)

CTAB membentuk misel bola pada konsentrasi 0,83-11%(b/b), silinder pada 11-20,5%(b/b), dan heksagonal pada 26-65%(b/b) (Zhao dkk., 1996). Bentuk lamelar dicapai pada konsentrasi >70% (Moroi dkk., 1992). Nilai kkm CTAB pada temperatur 25°C dengan pelarut air adalah $9,2 \times 10^{-4}$ M (Rosen, 1978).

2.4 Sintesis Alumina Mesopori

Huo dkk. (1994) telah mensintesis mesofasa alumina dengan cara mencampur larutan natrium alkil fosfat ($C_{12}H_{25}OPO_3HNa$) dan larutan garam aluminium nitrat pada pH 5. Campuran dipanaskan pada 100°C selama 10 hari dalam botol polipropilen dan akhirnya disaring. Padatan mesofasa yang diperoleh dianalisa dengan difraksi sinar X dan menunjukkan bahwa mesofasa tersebut berfasa lamelar dengan harga d-spacing 26,4 Å. Dari analisis secara kuantitatif disimpulkan bahwa dalam endapan yang diperoleh pada pH asam dibentuk oleh sistem pasangan ion ST^+ (S^- = surfaktan anion dan $I^+ = Al(OH)_2^+$).

Alumina mesopori juga telah berhasil disintesis oleh Wiliyasinta (2008) dengan mencampurkan aluminium sulfat dengan surfaktan CTAB dalam pelarut air pada berbagai pH dan temperatur kalsinasi. Campuran dipanaskan pada 100°C selama 12 jam dalam botol polipropilen dan disaring. Padatan yang diperoleh di kalsinasi kemudian di ayak dan dilakukan analisa dengan adsorpsi rhodamin B untuk menentukan kemampuan adsorpsinya. Dari hasil analisis didapatkan bahwa pH awal berpengaruh terhadap kemudahan pembentukan mesofasa dan temperatur kalsinasi berpengaruh terhadap peningkatan pembentukan mesopori pada alumina mesopori

Pada sintesis alumina dilakukan kalsinasi untuk menghilangkan surfaktan. Hal ini berdasarkan pada penelitian yang telah dipublikasikan di the original Mobil patent (U. S. Pat. No. 5,098,684) cetakan atau *template* dibakar dengan kalsinasi pada temperatur yang sesuai karena dari berbagai jalur pembentukan MCM-41 yang meliputi gaya elektrostatik dan pasangan ion dari *template* (surfaktan) dan anion anorganik sebagai prekursor, surfaktan sebagai template terikat dengan kuat pada prekursor sehingga sulit untuk diperoleh kembali (Anonymous, 2008).

2.5 Kristalisasi dengan Metode Hidrotermal

Metode hidrotermal merupakan metode yang dapat digunakan untuk sintesis material nanofase dengan berbagai ukuran dan bentuk pada temperatur rendah. Material oksida seperti Zr, T dan beberapa logam seperti Pt, Pd, Ag, Au dan yang lainnya dapat dikristalisasi dengan menggunakan metode ini (Komarneni, 2003). Sintesis hidrotermal dapat didefinisikan sebagai metode sintesis kristal berdasarkan pada kelarutan mineral dalam air panas di bawah tekanan tinggi. Pertumbuhan kristal terjadi dalam alat yang disebut otoklaf. Kelebihan metode hidrotermal dibandingkan metode sintesis kristal lainnya adalah kemampuan membuat kristal yang tidak stabil pada titik lelehnya, juga materi yang memiliki tekanan uap yang tinggi yang dekat titik lelehnya. Tiga metode hidrotermal (Anonymous, 2008):

1. Metode perbedaan temperatur

Metode ini sangat banyak digunakan pada sintesis hidrotermal dan pertumbuhan kristal. Kondisi lewat jenuh diperoleh melalui reduksi temperatur pada pertumbuhan kristal. Materi ditempatkan di bagian bawah otoklaf yang

berisi pelarut. Pemanasan pada otoklaf bertujuan untuk membuat 2 daerah temperatur yang berbeda. Materi terlarut di daerah panas dan endapan terdapat di bagian bawah otoklaf yang ditransportasikan ke bagian atas oleh gerakan konveksi larutan. Larutan dingin dan rapat di bagian atas otoklaf bergerak ke bawah sementara larutan bergerak ke atas. Larutan menjadi lewat jenuh di bagian atas otoklaf sebagai hasil reduksi temperatur dan kristalisasi terbentuk.

2. Teknik reduksi temperatur

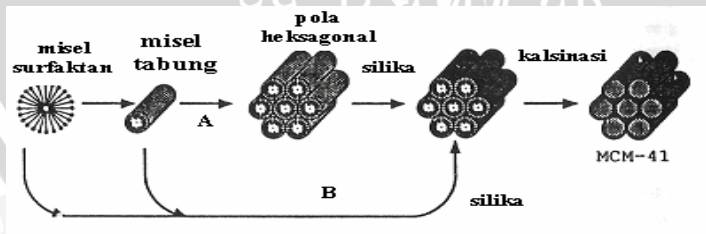
Pada teknik ini kristalisasi diperoleh tanpa perbedaan temperatur antara pertumbuhan dan pelarutan. Kondisi lewat jenuh diperoleh melalui reduksi temperatur larutan dalam otoklaf. Kelemahan teknik ini adalah sulitnya mengontrol proses pertumbuhan dan pengenalan inti kristal.

3. Fase metastabil

Teknik ini didasarkan pada perbedaan kelarutan antara produk dan materi awal. Materi terdiri dari senyawa yang tidak stabil secara termodinamika pada kondisi pertumbuhan. Kelarutan fasa metastabil menghasilkan fasa stabil dan kemudian kristal disebabkan pengendapan fasa metastabil. Teknik ini biasanya digabungkan dengan salah satu metode hidrotermal yang lain

2.6 Mekanisme Reaksi Pembentukan Bahan Mesopori

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 terdiri atas dua jalur. Gambar 2.3 merupakan gambar tahap pembentukan MCM-41 {*Mobil Corporation Material (mesoporous silicates)*} (Bandyopadhyay, 2004):



Gambar 2.3 Mekanisme pembentukan bahan mesopori

Pada jalur A, mula-mula surfaktan membentuk misel silinder yang bergabung membentuk pola heksagonal. Polimer anorganik kemudian terikat pada lapisan luar misel silinder tersebut tanpa mengubah penataan heksagonal lagi. Berbeda dengan jalur A, pada jalur B spesies anorganik mulai terikat pada misel silinder sebelum terbentuk penataan heksagonal. Dalam hal ini spesies anorganik ikut menentukan pola penataan yang terbentuk selanjutnya.

Jalur B dianggap lebih tepat setelah kristal heksagonal mesopori dapat disintesis pada konsentrasi surfaktan yang sangat rendah (1%) yang dalam larutannya hanya mampu membentuk misel bola (Monier dkk., 1993). Selain itu juga terbukti bahwa pada konsentrasi surfaktan yang sama, berbagai bentuk kristal mesopori dapat diperoleh dengan menggunakan konsentrasi silikat yang berbeda-beda (Kresge dkk., 1996).

2.7 Pengaruh Konsentrasi Surfaktan terhadap Karakter Bahan Mesopori

Struktur kristal cair (fasa) surfaktan dalam larutan dipengaruhi oleh konsentrasi, sifat surfaktan (panjang rantai hidrokarbon, gugus kepala hidrofilik, dan ion lawan), serta parameter lingkungan (pH, temperatur, kuat ion, dan aditif lain). Harga kkm akan menurun dengan kenaikan rantai surfaktan, muatan ion lawan, dan kuat ion larutan. Sebaliknya kkm akan meningkat dengan kenaikan jari-jari ion lawan, pH, dan temperatur. Hasil kajian spektra NMR menunjukkan bahwa struktur surfaktan berubah-ubah sejalan dengan kenaikan konsentrasi diatas kkm dengan urutan sebagai berikut : misel isotropik (campuran tabung tunggal dan bola), heksagonal (gabungan 7 tabung), kubus, dan lamelar ketika konsentrasi larutan surfaktan mencapai 10x atau lebih dari harga kkm, maka surfaktan tidak lagi membentuk bola, tetapi akan terbentuk lamelar atau heksagonal. Sebagai contoh, harga kkm untuk p-natrium dodesilbenzen sulfonat dalam larutan pada 60°C adalah sebesar $1,2 \times 10^{-3} \text{ M}$ (Zhao dkk., 1996).

Pengaruh konsentrasi surfaktan telah dipelajari dalam sintesis komposit antimony oksida-surfaktan oleh Huo dkk. (1994a). Larutan KSb(OH)_4 dalam air dengan surfaktan kation $\text{C}_{18}\text{H}_{37}(\text{CH}_3)_3\text{NBr}$ dalam air dicampur pada perbandingan Sb/surfaktan 10/1 dan 5/1 dengan mengubah konsentrasi surfaktan dan konsentrasi Sb tetap. Campuran pada perbandingan Sb/Surfaktan 10/1 diendapkan dengan

cara menurunkan pH sampai 6,7-6,8 dan menghasilkan fasa kubus, sedangkan yang diendapkan sampai pH 6,2-6,3 menghasilkan fasa heksagonal. Sementara campuran pada perbandingan Sb/surfaktan 5/1 hanya menghasilkan fasa lamelar pada daerah pH 6-7 dan pada pH < 7 diperoleh padatan amorf. Pembentukan mesofasa ini diperkirakan terkait dengan model ikatan S⁺T (S⁺ = surfaktan kation dan T = Sb(OH)₄⁻).

Kim dkk. (2004a) telah mensintesis alumina dari larutan Al(sec-Obu)₃ dan surfaktan asam stearat dalam pelarut sec-butyl alkohol pada perbandingan surfaktan/Al = 0,1 s/d 0,25. Al(OH)₃ diendapkan dengan cara menambahkan air sedikit demi sedikit. Sistem tersebut diaduk selama 24 jam, dikeringkan, dan dikalsinasi pada 500°C selama 3 jam. Data menunjukkan bahwa dari perbandingan surfaktan/Al 0,1 s/d 0,15 terjadi peningkatan luas permukaan dari 316 ke 380 m²/g, sementara peningkatan surfaktan/Al dari 0,15 ke 0,25 menyebabkan penurunan kembali luas permukaan alumina menjadi 340 m²/g. Pada perbandingan surfaktan/Al 0,15 keseragaman pori tertinggi dicapai pada ukuran pori 40 Angstrom.

Kresge dkk. (1996) melakukan sintesis silika mesopori dengan berbagai struktur kristal dengan melakukan variasi perbandingan mol surfaktan/Si. Dengan kondisi sintesis pemanasan 100°C selama 48 jam, pH basa, surfaktan setiltrimetilamonium hidroksida, dan senyawa tetraetilortosilikat, struktur kristal diperoleh dengan urutan sebagai berikut : heksagonal (surf/Si < 1), kubus (surf/Si = 1-1,5), lamelar atau tidak stabil secara termal (surf/Si = 1,2-2), dan kubus oktaeder (surf/Si = 2).

Chen dkk. (2005) melakukan sintesis silika mesopori dengan memvariasikan konsentrasi surfaktan anionik *sodium dioctyl tulfosuccinate* (AOT) yang merupakan co-template. F127(template) dan AOT dilarutkan dalam air dan H₂SO₄. Kemudian ditambahkan TEOS. Dilakukan pengadukan pada 45 °C selama 1 hari. Endapan dan larutan dimasukkan dalam teflon autoklaf dan dipanaskan pada 100°C selama 24 jam. Disaring kemudian dikeringkan pada temperatur kamar lalu dilakukan kalsinasi pada 550°C. Dihasilkan silika mesopori dengan 4 struktur yang berbeda dengan ukuran pori yang besar yaitu heksagonal p6m, kubus Fm3m, kubus Im3m dan kubus Ia3d.

2.8 Penentuan Distribusi Ukuran Pori dengan Metode POD (Lowell dan 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 :

$$r_k = \frac{4,15}{\log(P_0 / P)} (\text{\AA}) \quad \dots\dots\dots (2.1)$$

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 :

$$r_p = r_k + t \quad \dots\dots\dots (2.2)$$

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

$$t = \left(\frac{W_a}{W_m} \right) \tau \quad \dots\dots\dots (2.3)$$

Dimana :

W_a : berat adsorben pada tekanan relatif tertentu

W_m : bobot yang terkait dengan monolayer BET

τ : 3,54 $\text{\AA}$

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

$$t = 3,54 \left(\frac{5}{2,303 \log P_0 / P} \right)^{1/3} \quad \dots\dots\dots (2.4)$$

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 :

$$\Delta V_{liq} = \frac{\Delta V_{gas}}{22,4 \times 10^3} \times 34,6 = \Delta V_{gas} (1,54 \times 10^{-3}) \text{cm}^3 \quad \dots\dots\dots (2.5)$$

ΔV_{liq} dapat ditulis sebagai :

$$\Delta V_{liq} = \bar{\pi}_k^2 l \quad \dots\dots\dots (2.6)$$

dan jika :

$$V_p = \pi \bar{r}_p^2 l \dots\dots\dots (2.7)$$

l adalah panjang pori, dengan menggabungkan kedua persamaan diperoleh :

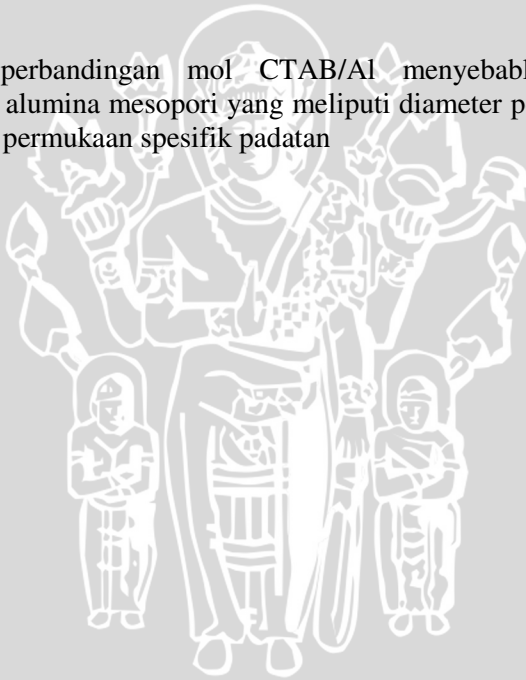
$$V_p = \left(\frac{\bar{r}_p}{\bar{r}_k} \right)^2 [\Delta V_{liq}] cm^3 \dots\dots\dots (2.8)$$

Luas permukaan dinding pori (S) dapat dihitung melalui :

$$S = \frac{2V_p}{\bar{r}_p} \times 10^4 (m^2) \dots\dots\dots (2.9)$$

2.9 Hipotesis

Pertambahan perbandingan mol CTAB/Al menyebabkan peningkatan karakter alumina mesopori yang meliputi diameter pori, volume pori dan luas permukaan spesifik padatan



BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan dalam waktu 7 bulan (Maret 2007 s/d Juni 2007 dan Februari 2008 s/d April 2008). Pelaksanaan sintesis dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik Jurusan Kimia Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya, Malang dan karakterisasi dengan *surface area analyzer* di BATAN Yogyakarta

3.2 Bahan dan Alat Penelitian

3.2.1 Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah *Cetyltrimethylammonium Bromide* ($[\text{C}_{16}\text{H}_{33}(\text{CH}_3)_3\text{N}^+]\text{Br}^-$) *pro analysis*, aluminium sulfat anhidrat teknis ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$), natrium hidroksida teknis (NaOH) dan akuades.

3.2.2 Alat Penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah alat-alat gelas, neraca analitik (Mettler AE 50), botol polipropilen, bola hisap, pengaduk magnetik (stirer), oven (Memmert U 30), kertas saring Whatman no. 42, kertas pH universal, desikator, tanur, mortar, ayakan ukuran 150 dan 250 mesh, pH meter merk Orion model 710 A dan *surface area analyzer* (merk NOVA 1000).

3.3 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dibagi menjadi 3 tahap sebagai berikut :

1. Sintesis Alumina Mesopori
2. Karakterisasi dengan penentuan volume pori, diameter pori, dan luas permukaan spesifik alumina mesopori menggunakan *surface area analyzer*.
3. Analisa Data

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Sintesis Alumina Mesopori

Metode sintesis alumina mesopori ini mengacu pada metode Huo dkk. (1994) dengan melakukan variasi konsentrasi surfaktan untuk pembuatan mesofasa alumina dan mengacu pada penelitian Ory (2002) untuk kondisi kalsinasi. Botol polipropilen diisi dengan larutan NaOH pH 9 (Lampiran 2.3) sebanyak 50 mL. Padatan aluminium sulfat dihaluskan dengan mortar dan ditimbang sebanyak 13,4118 gram kemudian dimasukkan sedikit demi sedikit ke dalam botol polipropilen yang sudah diisi larutan NaOH dan diaduk dengan pengaduk magnetik. Setelah semua aluminium sulfat larut, masing-masing botol polipropilen ditambahkan sedikit demi sedikit surfaktan CTAB 1,4287 g, 2,1430 g, 2,8574 g, 3,5717 g dan 4,2860 g sambil diaduk. Botol polipropilen masing-masing berisi larutan dengan perbandingan mol CTAB/Al 1/20, 3/40, 1/10, 1/8 dan 3/20 ditutup, lalu dipanaskan dalam oven pada suhu 100°C selama 12 jam. Larutan kemudian dibiarkan sampai dingin dan dimasukkan dalam gelas plastik yang diberi penutup dan dibiarkan pada temperatur kamar selama 48 jam. Kristal yang terbentuk disaring dan dikeringkan pada suhu 100°C selama 1 jam. Kristal yang diperoleh ditimbang dan dikalsinasi pada temperatur 600°C selama 3 jam terhitung sejak tercapainya temperatur tersebut. Sesudah kalsinasi kristal dimasukkan ke dalam desikator sampai kristal dingin, kemudian ditimbang dan diayak dengan ayakan 150 mesh yang lolos diayak lagi dengan ayakan 250 mesh dan hasil yang tertahan digunakan selanjutnya untuk karakterisasi. Perlakuan dilakukan sebanyak 2 kali. Sebelum karakterisasi kristal hasil sintesis yang diperoleh pada masing-masing konsentrasi surfaktan dihomogenisasikan menjadi satu.

3.4.2 Penentuan Volume Pori, Diameter Pori, dan Luas Permukaan Spesifik Menggunakan *Surface Area Analyzer*

Produk alumina mesopori hasil sintesis dikarakterisasi dengan menggunakan *surface area analyzer* untuk menentukan luas permukaan padatan, volume pori dan diameter pori. Sampel yang telah dihaluskan dikirimkan ke BATAN Yogyakarta lalu dilakukan pengukuran dengan *surface area analyzer*, sehingga diperoleh data volume gas N₂ yang teradsorpsi pada sampel.

3.4.3 Analisa Data

Data volume gas N_2 yang teradsorpsi pada sampel diolah dengan metode POD (Pierce, Orr dan Dalla Valle) untuk menentukan luas permukaan spesifik padatan, volume pori dan diameter pori.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis alumina mesopori yang telah dilakukan dalam penelitian ini menggunakan bahan utama aluminium sulfat sebagai prekursor dan surfaktan CTAB sebagai cetakan pori (*template*) dengan mengkaji pengaruh konsentrasi surfaktan untuk mengetahui sejauh mana konsentrasi surfaktan mempengaruhi karakter alumina mesopori hasil sintesis, yang meliputi diameter pori, volume pori dan luas permukaan spesifik.

Sintesis alumina mesopori dilakukan dengan melarutkan aluminium sulfat dalam larutan NaOH pH 9 menggunakan pengaduk magnetik untuk mempercepat pelarutan. Pelarutan aluminium sulfat sebelum surfaktan CTAB, dimaksudkan agar aluminium sulfat ikut membantu pembentukan mesofasa alumina, sehingga terjadi mekanisme jalur 2 pada pembentukan mesofasa seperti dijelaskan pada sub bab 2.6. Sintesis alumina mesopori dilakukan secara hidrotermal pada temperatur 100°C selama 12 jam dan dilanjutkan pada temperatur kamar selama 48 jam untuk mempermudah pelarutan dan penataan ulang pada pembentukan mesofasa dari amorf menjadi kristal sebagaimana dijelaskan pada sub bab 2.5, bahwa pada metode hidrotermal yang diterapkan pada penelitian ini tergolong metode hidrotermal reduksi temperatur. Pada metode tersebut, penyempurnaan pelarutan bahan-bahan terjadi selama proses pemanasan. Sedangkan kristalisasi terjadi selama proses penurunan temperatur. Pengeringan kristal mesofasa pada temperatur 100°C selama 1 jam adalah untuk menghilangkan H₂O yang menempel pada permukaan mesofasa. Kemudian kalsinasi pada temperatur 600°C selama 3 jam untuk menghilangkan cetakan pori (surfaktan CTAB). Pengayakan kristal bertujuan untuk menyeragamkan ukuran partikel. Hal ini disebabkan karena ukuran partikel mempengaruhi luas permukaan spesifik alumina. Permukaan adsorben merupakan tempat kontak adsorbat dan adsorben. Semakin besar luas permukaan adsorben, maka semakin besar pula kemampuan adsorpsinya.

Surfaktan CTAB berperan dalam pembentukan cetakan mesopori pada alumina mesopori. Adanya surfaktan CTAB pada pembentukan mesofasa berfungsi membentuk misel tabung dengan

gugus hidrofobik (bagian ekor surfaktan yang berupa hidrokarbon) berkumpul di bagian dalam tabung dan gugus hidrofilik (bagian kepala surfaktan yang bermuatan positif) di bagian luar tabung berikatan dengan anion $\text{Al}(\text{OH})_4^-$. Akibat adanya ikatan ini maka anion $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ berperan sebagai pembentuk dinding pori dan surfaktan CTAB berperan sebagai cetakan pori. Tabung-tabung tersebut bergabung membentuk padatan mesofasa. Pada saat proses kalsinasi (pada penelitian ini temperatur kalsinasi 600°C), surfaktan tersebut dihilangkan melalui proses dekomposisi termal sedangkan anion $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ membentuk polimer alumina dan tertinggal dengan rongga-rongga pori sebesar cetakan pori yang ditinggalkan surfaktan.

Sintesis dilakukan dalam larutan NaOH pH 9 karena dalam suasana basa aluminium membentuk anion $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ yang sangat efektif untuk pembentukan mesofasa. Ikatan yang terjadi antara gugus hidrofobik surfaktan CTAB dan anion $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ yaitu $[\text{C}_{16}\text{H}_{33}(\text{CH}_3)_3\text{N}]^+[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$ sehingga reaksi dekomposisi yang terjadi pada saat kalsinasi diperkirakan sebagai berikut:



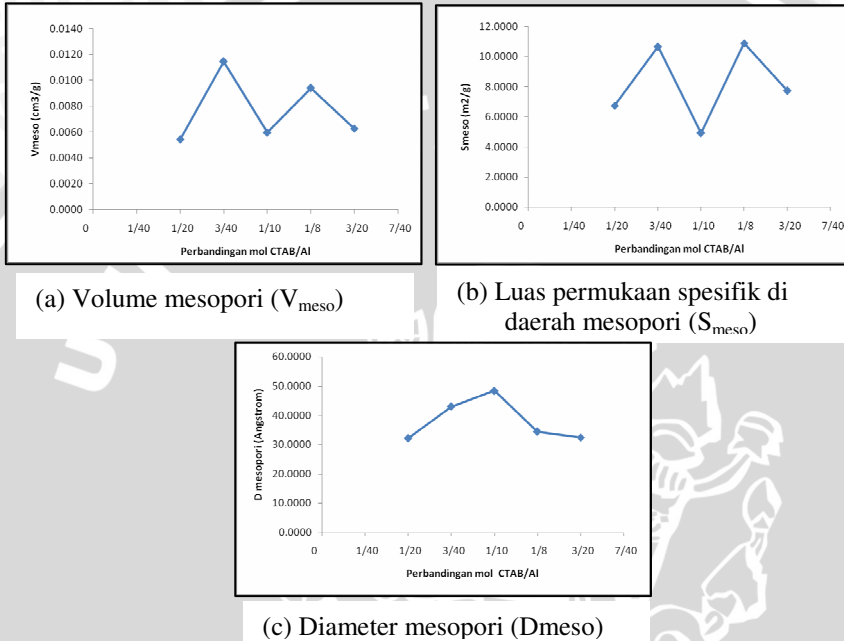
Hal ini dengan menganalogikan dekomposisi secara umum menurut Brooks (1997) bahwa semua hidrokarbon pada pemanasan akan terdekomposisi menghasilkan karbon dioksida dan air.

Untuk mengetahui pengaruh surfaktan dalam pembentukan alumina mesopori dilakukan uji pendukung seperti pada Lampiran 7. Berdasarkan Tabel L.7, diketahui bahwa pada sintesis alumina mesopori tanpa surfaktan CTAB tidak terbentuk endapan setelah hidrotermal dan kristalisasi pada temperatur kamar selama 48 jam yang merupakan indikasi terbentuknya alumina mesopori. Hal ini karena aluminium di dalam larutan berada dalam bentuk anion $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ dan $\text{Al}(\text{OH})_3$ sehingga larutan keruh. Sedangkan pada penggunaan surfaktan CTAB didapatkan adanya endapan putih yang diperkirakan adalah mesofasa alumina, karena hasil kalsinasi pada penelitian sebelumnya (Wiliyasinta, 2008) terbentuk alumina mesopori heksagonal.

Untuk mengetahui pengaruh konsentrasi surfaktan terhadap karakter alumina mesopori hasil sintesis dilakukan karakterisasi dengan *surface area analyzer*. Pengolahan data dari pengukuran *surface area analyzer* dilakukan dengan metode POD (Pierce Orr and Dalla Valle) untuk seluruh data pengukuran adsorpsi gas N_2

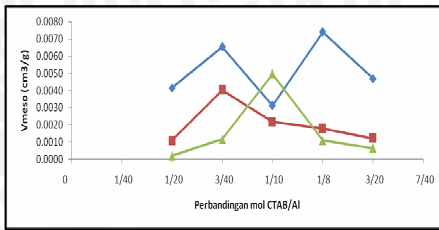
(Lampiran 6) untuk menentukan kurva distribusi ukuran pori, diameter pori, volume pori dan luas permukaan spesifik.

Karakteristik alumina mesopori hasil sintesis pada berbagai perbandingan mol CTAB/Al dapat dilihat pada Gambar 4.1, 4.2 dan 4.3.

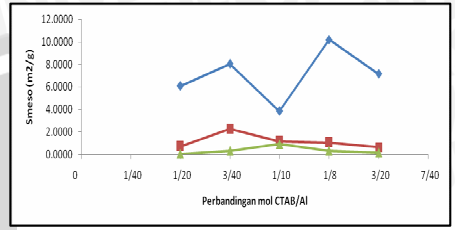


Gambar 4.1 Karakteristik alumina mesopori hasil sintesis pada berbagai perbandingan mol CTAB/Al

Gambar 4.1 (a) dan (b) menunjukkan karakteristik volume mesopori dan luas permukaan spesifik yang naik turun dengan bertambahnya konsentrasi surfaktan. Hal ini menyebabkan pengaruh dari perbandingan mol CTAB/Al pada volume mesopori (V_{meso}) dan luas permukaan spesifik di daerah mesopori (S_{meso}) sulit untuk dipelajari. Oleh karena itu, karakteristik volume mesopori dan luas permukaan spesifik alumina mesopori hasil sintesis dibagi sendiri menjadi tiga rentang diameter pori yaitu **daerah mesopori kecil** (rentang diameter pori 20-50 Å), **daerah mesopori sedang** (rentang diameter pori 50-100 Å) dan **daerah mesopori besar** (rentang diameter pori 100-360 Å) dari seluruh rentang diameter yang ditunjukkan Gambar 4.2.



(a) Volume mesopori (V_{meso})

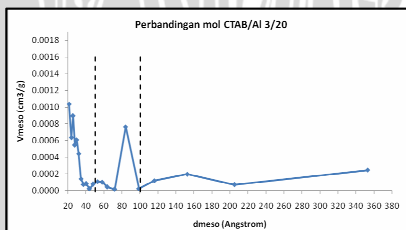
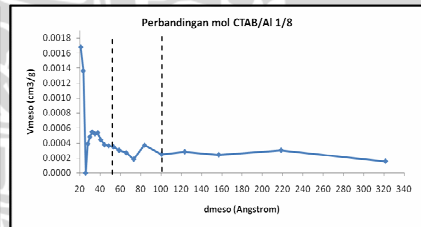
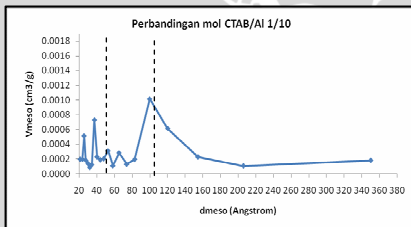
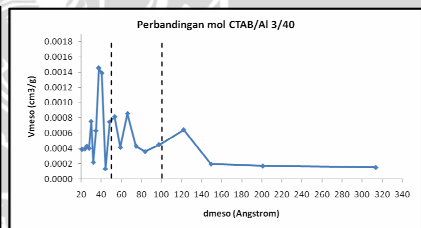
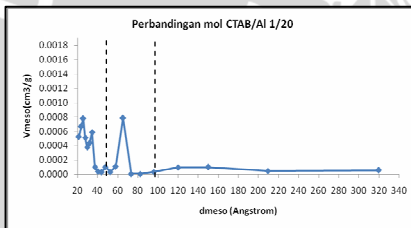


(b) Luas permukaan spesifik di daerah mesopori (S_{meso})

Keterangan :

- ◆ = Daerah mesopori kecil (20-50 Å)
- = Daerah mesopori sedang (50-100 Å)
- ▲ = Daerah mesopori besar (100-360 Å)

Gambar 4.2 Volume mesopori dan luas permukaan spesifik alumina mesopori hasil sintesis pada tiga daerah mesopori



Gambar 4.3 Kurva distribusi ukuran pori alumina mesopori hasil sintesis

V_{meso} (Gambar 4.1 (a)) dan S_{meso} (Gambar 4.1 (b)) alumina mesopori hasil sintesis pada perbandingan mol CTAB/Al 1/20 ke 3/40 mengalami kenaikan karena untuk daerah mesopori kecil, sedang dan besar, baik V_{meso} (Gambar 4.2 (a)) maupun S_{meso} (Gambar 4.2 (b)) sama-sama mengalami kenaikan. Hal ini menunjukkan bahwa pembentukan mesofasa pada perbandingan mol CTAB/Al 3/40 lebih mudah dibandingkan pada perbandingan mol CTAB/Al 1/20. Perubahan konsentrasi surfaktan menyebabkan perubahan ukuran, bentuk dan angka agregat misel (Rosen, 1978) sehingga dengan bertambahnya konsentrasi surfaktan diperkirakan menyebabkan jumlah gugus hidrofobik semakin banyak dan semakin berdekatan sehingga meningkatkan interaksi antar gugus hidrofobik, akibatnya memudahkan pembentukan misel dan meningkatkan diameter misel yang merupakan cetakan pori. Semakin mudah misel terbentuk maka memudahkan pembentukan mesofasa, akibatnya rongga mesopori semakin banyak, sehingga volume mesopori dan luas permukaan spesifik semakin besar. Adanya peningkatan diameter misel menyebabkan diameter pori semakin besar. Hal ini ditunjukkan dengan peningkatan diameter mesopori (D_{meso}) pada Gambar 4.1 (c). Terjadinya peningkatan diameter mesopori dapat dijelaskan dari pola distribusi ukuran pori Gambar 4.3. Pada pola distribusi ukuran pori untuk perbandingan mol CTAB/Al 3/40, di daerah mesopori besar ada puncak yang tinggi sedangkan pada perbandingan mol CTAB/Al 1/20 hampir tidak ada puncak. Adanya puncak yang tinggi berarti ada pembentukan pori yang cukup banyak pada diameter pori tersebut. Hal ini menunjukkan pembentukan pori lebih efektif di daerah mesopori besar sehingga D_{meso} meningkat.

Dari perbandingan mol CTAB/Al 3/40 ke 1/10, V_{meso} (Gambar 4.1 (a)) dan S_{meso} (Gambar 4.1 (b)) mengalami penurunan karena pada daerah mesopori kecil dan sedang, V_{meso} (Gambar 4.2 (a)) dan S_{meso} (Gambar 4.2 (b)) mengalami penurunan. Hal ini karena ada kecenderungan pembentukan pori di daerah mesopori besar (ditunjukkan pada Gambar 4.2 yaitu adanya peningkatan V_{meso} dan S_{meso} di daerah mesopori besar akibat penajaman puncak pada $D = 100 \text{ \AA}$ sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 4.3). Ini menunjukkan bahwa pembentukan mesofasa pada perbandingan mol CTAB/Al 1/10 semakin mudah dibandingkan perbandingan mol CTAB/Al 3/40. Kecenderungan ini terjadi karena konsentrasi surfaktan yang semakin bertambah mengakibatkan semakin banyak

gugus hidrofobik yang berdekatan dan berinteraksi sehingga pembentukan misel semakin mudah dan diameter misel semakin meningkat. Semakin mudah misel terbentuk maka memudahkan pembentukan mesofasa, akibatnya rongga mesopori semakin banyak dan besar, sehingga V_{meso} dan S_{meso} semakin besar dan semakin efektif di daerah mesopori besar. Adanya pembentukan pori yang lebih efektif di daerah mesopori besar ini juga menyebabkan D_{meso} mengalami peningkatan (Gambar 4.1 (c)).

Mol CTAB/Al 1/10 ke 1/8 V_{meso} (Gambar 4.1 (a)) dan S_{meso} (Gambar 4.1 (b)) mengalami kenaikan lagi. Hal ini karena pada daerah mesopori kecil, baik V_{meso} (Gambar 4.2 (a)) maupun S_{meso} (Gambar 4.2 (b)) meningkat lagi sedangkan di daerah mesopori sedang dan besar menurun akibat penajaman puncak pada $D = 20 \text{ \AA}$ sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 4.3). Hal ini menunjukkan bahwa pembentukan mesofasa pada mol CTAB/Al 1/8 lebih sulit dibandingkan mol CTAB/Al 1/10. Sulitnya pembentukan mesofasa ini diperkirakan terjadi karena kesulitan dalam pembentukan misel. Peningkatan konsentrasi surfaktan sebenarnya meningkatkan dominasi tarik menarik antara bagian hidrofobik surfaktan sehingga memudahkan pembentukan misel, tetapi pada kasus ini konsentrasi surfaktan terlalu banyak sehingga tegangan permukaan terlalu besar mengakibatkan misel berukuran besar tidak stabil dan membentuk misel yang lebih kecil. Hal ini didukung oleh Gambar 4.2, pada V_{meso} dan S_{meso} terjadi penurunan yang tajam di daerah mesopori sedang dan besar sedangkan di daerah mesopori kecil meningkat tajam. Terbentuknya pori yang lebih dominan di daerah mesopori kecil mengakibatkan penurunan D_{meso} (Gambar 4.1(c)).

Dari mol CTAB/Al 1/8 ke 3/20, V_{meso} (Gambar 4.1 (a)) dan S_{meso} (Gambar 4.1 (b)) alumina mesopori mengalami penurunan. Hal ini karena pada daerah mesopori kecil, sedang dan besar V_{meso} (Gambar 4.2 (a)) dan S_{meso} (Gambar 4.2 (b)) sama-sama mengalami penurunan. Hal ini menunjukkan bahwa pembentukan mesofasa pada mol CTAB/Al 3/20 semakin sulit dibandingkan mol CTAB/Al 1/8. Konsentrasi surfaktan yang lebih besar dibandingkan dengan mol CTAB/Al 1/8 menyebabkan tegangan permukaan terlalu besar akibatnya pembentukan misel berukuran besar maupun kecil tidak stabil, sehingga pembentukan misel menjadi sulit baik di daerah mesopori kecil, sedang dan besar. Hal ini didukung oleh Gambar 4.2, pada V_{meso} dan S_{meso} terjadi penurunan di daerah mesopori sedang

dan besar bahkan di daerah mesopori kecil menurun dengan tajam. Dengan menurunnya pembentukan di ketiga daerah mesopori menyebabkan penurunan D_{meso} (pada Gambar 4.1 (c)).

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa:

1. Peningkatan perbandingan mol CTAB/Al berpengaruh terhadap diameter mesopori yaitu terjadi peningkatan pada perbandingan mol CTAB/Al 1/20 sampai dengan 1/10 dan penurunan pada perbandingan mol CTAB/Al 1/10 sampai dengan 3/20, sedangkan pada volume mesopori dan luas permukaan spesifik mesopori berpengaruh dengan pola fluktuatif.
2. Diameter mesopori terbesar yaitu 48,3449 Å dicapai pada perbandingan mol CTAB/Al 1/10, volume mesopori terbesar yaitu 0,0115 cm³/g dicapai pada perbandingan mol CTAB/Al 3/40 dan luas permukaan spesifik mesopori terbesar yaitu 10,8951 m²/g dicapai pada perbandingan mol CTAB/Al 1/8

5.2 Saran

Dalam penelitian ini karakterisasi produk alumina mesopori hasil sintesis hanya dilakukan dengan penentuan diameter pori, volume pori dan luas permukaan spesifik saja disarankan pada penelitian berikutnya dilakukan karakterisasi dengan penentuan kapasitas adsorpsinya.

DAFTAR PUSTAKA

- Anonim. 1999. Aluminamesopori. [Http://Wikipedia.org/wiki/Alumina.Pdf](http://Wikipedia.org/wiki/Alumina.Pdf) , tanggal akses: 23 Januari 2007
- Anonymous. 2002. Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide (CTAB). [Http://www. Fefchem.com/product assottmentcetyl bromide.htm](http://www.Fefchem.com/product_assottmentcetyl_bromide.htm)., tanggal akses: 13 Desember 2006
- Anonymous. 2008. Hydrothermal synthesis. [Http://en.wikipedia.org/wiki/Hydrothermal_synthesis](http://en.wikipedia.org/wiki/Hydrothermal_synthesis) , tanggal akses: 17 november 2008.
- Bandyopadhyay, M., 2004, Synthesis of Mesoporous MCM-48 with Nanodispersed Metal and Metal Oxide Particles Inside the Pore System, *Dissertation*, Bochum University, German
- Barier, R., 1982, Hydrothermal Chemistry of Zeolites, Academic Press. Inc, London, pp 106-109
- 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.*, pp 114: 1083-1084
- Brooks, G., 1977, Introduction to Organic Chemistry, 7th ed, Litton Education Pub Inc, New York, pp 638-639
- Buros, Jacki. 2007. Cetrimonium bromide. [http://en.wikidoc.org/index.php/Cetrimonium bromide](http://en.wikidoc.org/index.php/Cetrimonium_bromide)., tanggal akses: 26 Februari 2007
- Chen, Zhenxia., Dehong Chen, dan Zheng Li., 2005, Anionic Surfactant Induced Mesophase Transformation to Synthesize Highly Ordered Large-Pore Mesoporous Silica Structures, *Journal Of Materials Chemistry*, pp 1511-1519

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

Davis, M.E. dan Burket. L., 1995, Towards The Rational Design and Synthesis of Microporous and Mesoporous Silica Containing Materials, Vol. 12, No.2, pp 33

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*, pp 283: 160

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

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

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

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- Dichloropropane: Effect of Preparation Condition of Mesoporous Alumina, *J.of Molekul Catalyst A*; Chemical, South Korea, pp 219: 87

Komarneni, Sridhar., 2003, Nanophase Materials by Hydrothermal, Microwave-Hydrothermal and Microwave-Solvothermal Methods. University Park. USA. *Current Science*,. Vol. 85, No. 12

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, pp 11-19

Lawrence, M.J., 1994, Surfactant System : Their-Use In Drug Delivery, *Chem SocRev*, pp 417-424

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

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

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

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

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, pp 91-92

Page. 1991. Prinsip-prinsip Biokimia. Edisi kedua. Penerbit Erlangga. Jakarta.

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

Rosen, J.M., 1978, Surfactans and Interfacial Phenomena, John Wiley & sons, USA

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

Sekit, T. dan M.Onaka., 2006, Sulfated Mesoporous Alumina: A Highly Effective Solid Strong Base Catalyst for The Tischenko Reaction in Supercritical Carbon Dioxide, *Journal of Physical Chemistry*, Vol.110.No.3, pp 1240

Wefers ,K. dan G.M. Bell., 1972, Oxide and hydroxides of aluminium, *Technical paper No.19*, Aluminium company of America, Piurgh

Wiliyasinta, Tamara., 2008, Studi Pengaruh pH Awal Kristalisasi Secara Hidrotermal Dan Temperatur Kalsinasi Terhadap Karakter Alumina Mesopori Hasil Sintesis, Universitas Brawijaya, Malang

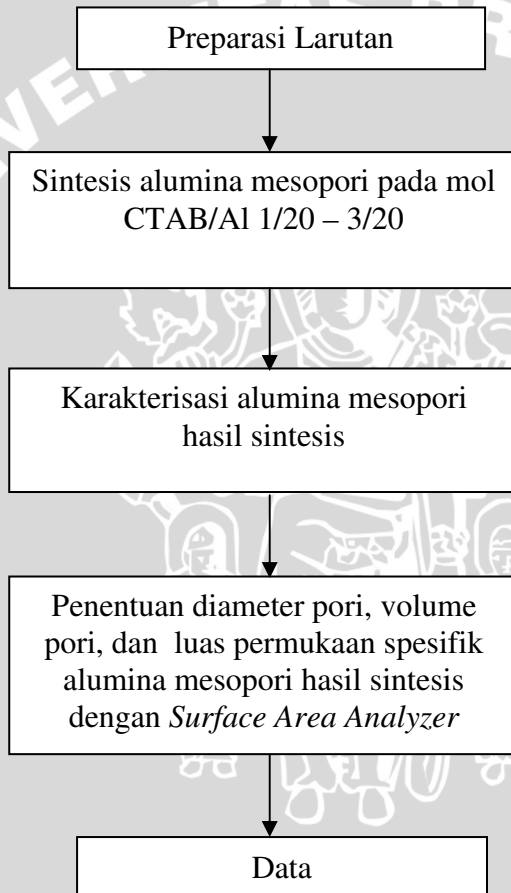
Zhao, X. S., G. Luo dan G.J. Millar., 1996, Advances in Mesoporous Molecular Sieve MCM-41, *Ind. Eng. Chem. Res*, pp 35 : 2075-2090

LAMPIRAN

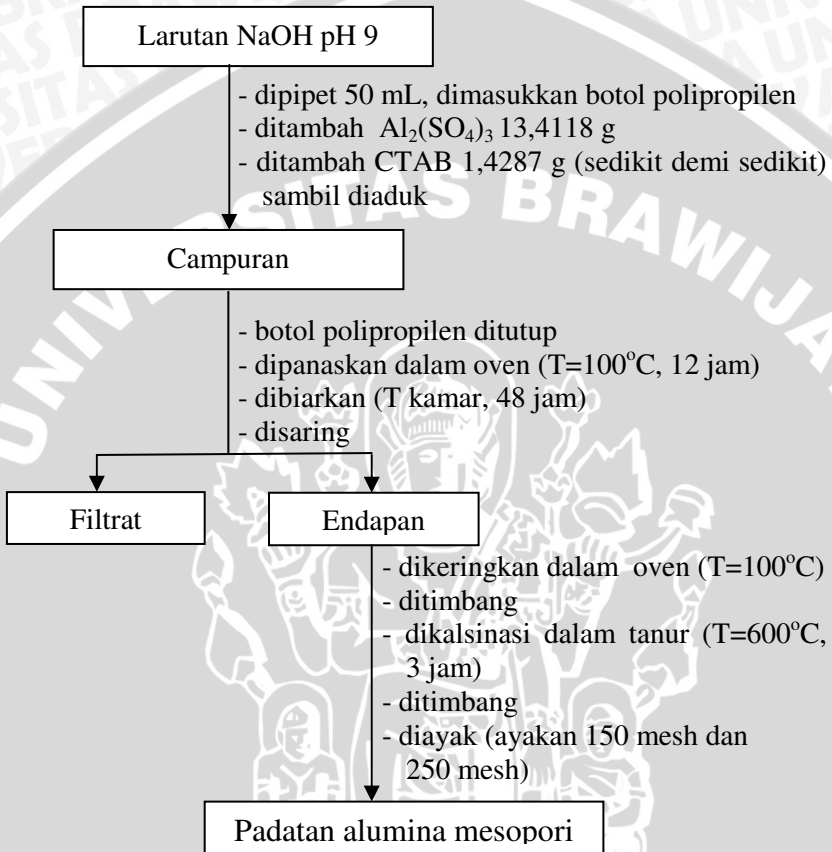
Lampiran 1

DIAGRAM ALIR PENELITIAN

L.1.1 Tahapan Penelitian



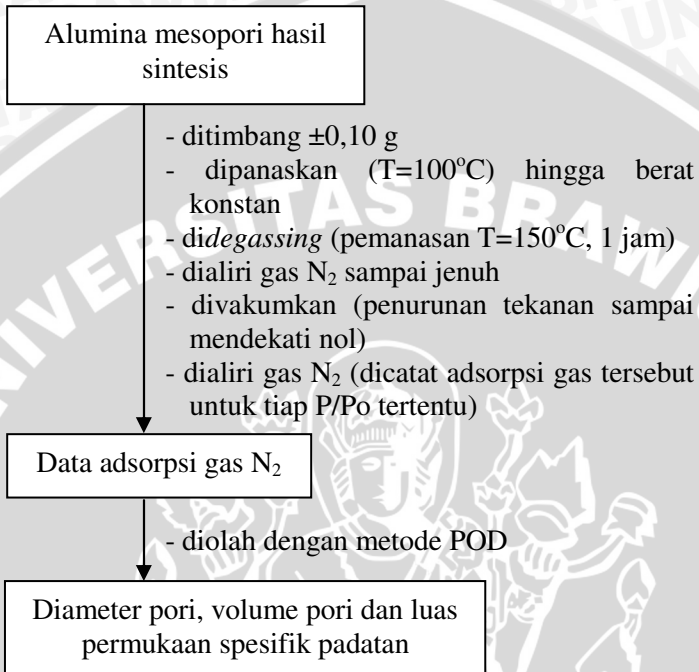
L.1.2 Sintesis Alumina Mesopori pada Perbandingan Mol CTAB/Al 1/20 – 3/20



Catatan :

Prosedur yang sama untuk sintesis alumina mesopori pada perbandingan mol CTAB/Al 3/40 – 3/20

L.1.3 Karakterisasi Kristal Alumina Mesopori Hasil Sintesis



Lampiran 2

PEMBUATAN LARUTAN DAN PERHITUNGAN

L.2.1 Pembuatan Larutan Stok NaOH 1 M

Ditimbang padatan NaOH sebanyak 1 g dan dilarutkan dalam gelas kimia 50 mL dengan akuades 10 mL. Larutan dipindahkan dalam labu ukur 25 mL dan ditambahkan akuades sampai tanda batas.

Cara Perhitungan:

$$\begin{aligned}\text{Mol NaOH} &= [\text{NaOH}] \times \text{volum NaOH} \\ &= 1 \text{ mol/L} \times 0,025 \text{ L} \\ &= 0,025 \text{ mol} \\ \text{Massa NaOH} &= \text{mol NaOH} \times \text{Mr NaOH} \\ &= 0,025 \text{ mol} \times 40 \text{ g/mol} \\ &= 1 \text{ g}\end{aligned}$$

L.2.2 Pembuatan Larutan NaOH 0,1 M

Dipipet larutan NaOH 1 M sebanyak 10 mL, dimasukkan dalam labu ukur 50 mL yang telah berisi akuades sekitar 50 mL kemudian ditambahkan akuades sampai tanda batas.

Cara Perhitungan:

$$\begin{aligned}M_1 V_1 &= M_2 V_2 \\ 1 \text{ M} \times V_1 &= 0,1 \text{ M} \times 50 \text{ mL} \\ V_1 &= 5 \text{ mL}\end{aligned}$$

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

L.2.3 Pembuatan Larutan NaOH pH 9

Untuk membuat larutan NaOH pH 9 digunakan larutan NaOH 0,1 M. Pertama-tama gelas kimia 250 mL diisi dengan

akuades sebanyak 100 mL kemudian diukur pH akuades menggunakan pH meter dan didapatkan rentang pH 5-6. Untuk membuat larutan pH 9 digunakan larutan NaOH 0,1 M. Penambahan sedikit demi sedikit sambil diaduk menggunakan pengaduk magnetik sampai didapatkan pH 9.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



Lampiran 3

PERHITUNGAN REAKTAN PADA SINTESIS

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

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



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

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

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

$$\text{Massa kristal Al}_2\text{O}_3 \text{ yang diharapkan} = 4 \text{ g}$$

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

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

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

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

Jadi, massa $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ yang ditimbang untuk mendapatkan 4 g Kristal Al_2O_3 adalah sebanyak 13,4118 g

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

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

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

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

L.3.2 Perhitungan Mol Al

- Perhitungan massa Al

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

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

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

$$\begin{aligned} \text{Mol Al} &= 2 \times \text{mol Al}_2(\text{SO}_4)_3 \\ &= 2 \times 0,0392 \text{ mol} \\ &= 0,0784 \text{ mol} \end{aligned}$$

L.3.3 Perhitungan Massa Surfaktan CTAB

- Perhitungan massa Surfaktan

Diketahui :

Mr CTAB($[\text{C}_{16}\text{H}_{33}(\text{CH}_3)_3\text{N}^+\text{Br}^-]$) = 364,46 g/mol

Perbandingan Mol Al :Mol CTAB (Huo, 1994a)

$$10 : 1$$

$$\begin{aligned} \text{Massa Surfaktan} &= \frac{1}{10} \times \text{mol Al} \times \text{BM CTAB} \\ &= \frac{1}{10} \times 0,0784 \text{ mol} \times 364,46 \text{ g/mol} \\ &= 2,8574 \text{ g} \end{aligned}$$

Dengan perhitungan seperti di atas maka didapatkan massa CTAB(Tabel L.3) dalam berbagai perbandingan mol Al dengan CTAB.

Tabel L.3 Massa surfaktan CTAB dalam berbagai mol surfaktan CTAB/Al

Perbandingan		Massa CTAB (g)
Mol Al	Mol surfaktan CTAB	
20	1	1,4287
40	3	2,1430
10	1	2,8574
8	1	3,5717
20	3	4,2860

Lampiran 4

PENENTUAN VOLUME MESOPORI, LUAS PERMUKAAN MESOPORI DAN DIAMETER MESOPORI DENGAN METODE POD

Contoh perhitungan untuk alumina mesopori hasil sintesis
dengan mol CTAB/Al 1/20

a. Perhitungan Jari-jari Kelvin

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

$$= \log \frac{1}{0,1508}$$

$$= 0,8217$$

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

$$= \frac{4,15}{0,8217}$$

$$= 5,0503 \text{ \AA}$$

$r_{k(\text{rata-rata})}$ diperoleh dari rata-rata r_k pada 2 baris yang berdekatan
dalam kolom r_k pada Tabel L.5.1

$$\begin{aligned} r_{k(\text{rata-rata})} &= \frac{r_{k1} + r_{k2}}{2} \\ &= \frac{5,0503 + 6,0119}{2} \\ &= 5,5311 \text{ \AA} \end{aligned}$$

b. Perhitungan Jari-jari pori nyata

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

$$= 3,54 \left(\frac{5}{2,303.0,8217} \right)^{1/3}$$

$$= 4,8898$$

$$r_p = r_k + t$$

$$= 5,0503 + 4,8898$$

$$= 9,9401 \text{ \AA}$$

$r_{p(\text{rata-rata})}$ diperoleh dari rata-rata r_p pada 2 baris yang berdekatan dalam kolom r_p pada Tabel L.5.1

$$\begin{aligned} r_{p(\text{rata-rata})} &= \frac{r_{p1} + r_{p2}}{2} \\ &= \frac{9,9401 + 11,1941}{2} \\ &= 10,5671 \text{ \AA} \end{aligned}$$

c. Perhitungan Volume pori

ΔV_{gas} diperoleh dari selisih V_{gas} pada 2 baris yang berdekatan dalam kolom V_{gas} pada Tabel L.5

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

$$\Delta V_{\text{gas}(1)} = V_2 - V_1$$

$$= 0,1535 - 0,0608$$

$$= 0,0926 \text{ cm}^3 / g$$

$$\Delta V_{\text{liq}(1)} = \Delta V_{\text{gas}(1)} \times 1,54.10^{-3} \text{ cm}^3 / g$$

$$= 0,0926 \times 1,54.10^{-3} \text{ cm}^3 / g$$

$$= 0,0001 \text{ cm}^3 / g$$

$$V_p = \left(\frac{r_p}{r_k} \right)^2 (\Delta V_{\text{liq}}) \text{ cm}^3 / g$$

$$= \left(\frac{10,5671}{5,5311} \right)^2 \times 0,0001$$

$$= 0,0005 \text{ cm}^3 / \text{g}$$

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

$$V_{p \text{ meso}} = 0,0054 \text{ cm}^3/\text{g}$$

d. Perhitungan Luas Permukaan Mesopori

$$S = \frac{2V_p}{r_p} \times 10^4$$

$$= \frac{2,0,0005}{10,5671} \times 10^4 \text{ m}^2 / \text{g}$$

$$= 0,9855 \text{ m}^2 / \text{g}$$

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

$$S_{\text{meso}} = 6,7389 \text{ m}^2/\text{g}$$

e. Perhitungan Diameter Mesopori

$$r_{\text{meso}} = 2 \frac{V_{\text{meso}}}{S_{\text{meso}}}$$

$$r_{\text{meso}} = 2 \frac{0,0054 \cdot 10^4 \text{ m}^2 / \text{g}}{6,7389 \text{ m}^2 / \text{g}}$$

$$= 16,0559 \text{ \AA}$$

$$D_{\text{meso}} = 2 \times r_{\text{meso}}$$

$$= 2 \times 16,0559 \text{ \AA}$$

$$= 32,1117 \text{ \AA}$$

Dari pengolahan data adsorpsi gas nitrogen untuk sampel alumina mesopori hasil sintesis pada mol CTAB/Al 1/20 dengan metode POD maka diperoleh data diameter, volume, dan luas permukaan pori pada Tabel L.5

Lampiran 5

PENGOLAHAN DATA ADSORPSI GAS N₂ DENGAN METODE POD

Tabel L.5 Penentuan Distribusi Ukuran Pori Dengan Metode POD Alumina mesopori hasil sintesis dengan mol CTAB/AI 1/20

p/p0	$\frac{V}{V_0}$ (ml/g)	$\log \frac{p}{p_0}$	$r_k(\text{\AA})$	$\log \frac{p}{p_0}$	t	ΔV_{gas} (cm ³ /g)	ΔV_{liq} (cm ³ /g)	$r_p(\text{\AA})$	$r_p \text{ rata}$ (\AA)	$r_k \text{ rata}(\text{\AA})$	V_p (cm ³ /g)	S_2 (m ² /g)	$D \text{ rata}$ (\AA)
0,7588	0,5302	0,1198	34,6282	0,4930	9,2895	0,0139	0,0000	9,9401	17,8504	38,2568	0,0000	0,0140	95,7098
0,7588	0,5302	0,8217	5,0593	0,9566	4,8898	0,0926	0,0001	9,9401	16,5671	5,5311	0,0005	0,9855	21,1343
0,7260	0,5163	0,0991	41,8854	0,4627	9,8978	0,0429	0,0001	51,7832	60,0918	49,6458	0,0001	0,0322	120,1836
0,7260	0,5163	0,6903	6,0119	0,8838	5,1823	0,1310	0,0002	11,1941	11,8136	6,4985	0,0007	1,1286	23,6272
0,8467	0,4734	0,0723	57,4061	0,4166	10,9943	0,0457	0,0001	68,4004	75,0330	63,6651	0,0001	0,0260	150,0661
0,8467	0,4734	0,5941	6,9850	0,8407	5,4480	0,1629	0,0003	12,4331	12,7750	7,2579	0,0008	1,2167	25,5501
0,8723	0,5190	0,0594	69,9241	0,3901	11,7415	0,0230	0,0000	81,6656	104,8158	92,0326	0,0000	0,0088	209,6316
0,8723	0,5190	0,5511	7,5307	0,8199	5,5863	0,1126	0,0002	13,1170	13,7600	8,0506	0,0005	0,7364	27,5199
0,9197	0,4960	0,0364	114,1410	0,3313	13,8249	0,0298	0,0000	127,9660	159,8550	144,9599	0,0001	0,0070	319,7099
0,9197	0,4960	0,4842	8,5705	0,7853	5,8324	0,0882	0,0001	14,4029	14,7731	8,8751	0,0004	0,5694	29,5503
0,9471	0,5258	0,0236	175,7789	0,2869	15,9651	0,0271	0,0000	191,7440	95,8720	339,2163	0,0000	0,0007	191,7440
0,9471	0,5258	0,4521	9,1798	0,7675	5,9675	0,1080	0,0002	15,1474	15,9564	9,8335	0,0004	0,5482	31,8728
0,9812	0,5529	0,0083	502,6537	0,2021	27,6607								
0,9812	0,5529	0,5957	10,4871	0,7342	6,2383	0,1520	0,0002	16,7254	17,2024	10,8867	0,0006	0,6796	34,4048
0,4288	0,7318	0,3677	11,2864	0,7164	6,3929	0,0270	0,0000	17,6793	18,5832	12,0518	0,0001	0,1062	37,1663
0,4745	0,7588	0,3238	12,8172	0,6867	6,6698	0,0108	0,0000	19,4870	20,0746	13,3198	0,0000	0,0375	40,1492
0,5009	0,7695	0,3002	13,8224	0,6696	6,8398	0,0084	0,0000	20,6622	21,8713	14,5672	0,0000	0,0256	43,7426
0,5485	0,7612	0,2608	15,9120	0,6389	7,1684	0,0316	0,0000	23,0805	23,8382	16,5731	0,0001	0,0845	47,6764
0,5744	0,7928	0,2408	17,2342	0,6221	7,3617	0,0109	0,0000	54,5959	26,2171	18,6623	0,0000	0,0253	52,4342
0,6215	0,7819	0,2066	20,0904	0,5911	7,7478	0,0379	0,0001	27,8383	28,9677	21,0948	0,0001	0,0760	57,9354
0,6489	0,8198	0,1878	22,0992	0,5727	7,9979	0,2842	0,0004	30,0971	32,5119	24,2679	0,0008	0,4833	65,0238
0,6967	0,5355	0,1570	26,4365	0,5394	8,4902	0,0026	0,0000	34,9267	36,6132	27,9653	0,0000	0,0037	73,2265
0,7233	0,5330	0,1407	29,4941	0,5201	8,8056	0,0028	0,0000	38,2997	41,1087	32,0611	0,0000	0,0034	82,2174

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



Lampiran 6

DATA ADSORPSI GAS N₂ OLEH ALUMINA MESOPORI HASIL SINTESIS DENGAN SURFACE AREA ANALYZER

a.) Mol CTAB/Al 1/20

p/po	v (mL/g)
0,1508	0,0608
0,2040	0,1535
0,2546	0,2844
0,2811	0,4473
0,3280	0,5600
0,3531	0,4718
0,4020	0,5798
0,4288	0,7318
0,4745	0,7588
0,5009	0,7695
0,5485	0,7612
0,5744	0,7928
0,6215	0,7819
0,6489	0,8198
0,6967	0,5355
0,7233	0,5330
0,7588	0,5302
0,7960	0,5163
0,8467	0,4734
0,8723	0,5190
0,9197	0,4960
0,9471	0,5258
0,9812	0,5529

b.) Mol CTAB/Al 3/40

p/po	v (mL/g)
0.0599	0.2768
0.0923	0.3575
0.1511	0.4703
0.1995	0.5390
0.2503	0.6159
0.2892	0.7074
0.3262	0.7972
0.3631	0.9750
0.4003	1.0293
0.4379	1.1956
0.4738	1.5944
0.5106	1.3667
0.5478	1.4081
0.5853	1.6459
0.6226	1.9156
0.6597	2.0601
0.6972	2.3721
0.7327	2.5368
0.8469	3.1547
0.8706	3.2468
0.9144	3.3329
0.9475	3.4148
0.9930	3.4527

c.) Mol CTAB/Al 1/10

p/po	v (mL/g)
0.0527	0.2775
0.0733	0.1900
0.1506	0.2679
0.2041	0.3023
0.2540	0.3414
0.2795	0.4482
0.3277	0.4888
0.3548	0.4562
0.4017	0.4775
0.4280	0.5098
0.4744	0.7094
0.5006	0.7743
0.5495	0.8300
0.5765	0.8946
0.6222	0.9979
0.6496	1.0357
0.6978	1.1383
0.7264	1.1880
0.8375	1.4193
0.8843	1.5270
0.9112	1.5794
0.9569	1.6762
0.9835	1.6821

d.) Mol CTAB/Al 1/8

p/po	v (mL/g)
0.0517	0.3220
0.0705	0.4339
0.1458	0.8484
0.1999	1.1446
0.2503	1.4101
0.2900	1.4101
0.3271	1.4960
0.3640	1.6095
0.4011	1.7461
0.4373	1.8829
0.4751	2.0289
0.5122	2.1568
0.5479	2.2695
0.5847	2.3843
0.6219	2.4991
0.6584	2.6032
0.6959	2.7010
0.7221	2.7688
0.8468	3.1454
0.8822	3.2588
0.9210	3.4095
0.9470	3.4917
0.9816	3.5670

e.) Mol CTAB/Al 3/20

p/po	v (mL/g)
0.0534	0.1566
0.0727	0.1673
0.1502	0.1852
0.2036	0.0006
0.2542	0.1253
0.2816	0.3128
0.3286	0.4338
0.3549	0.5769
0.4023	0.6864
0.4274	0.7232
0.4758	0.7434
0.5013	0.7674
0.5491	0.7742
0.5751	0.7985
0.6235	0.7631
0.6481	0.7982
0.6859	0.8140
0.7222	0.8199
0.8336	0.5570
0.8837	0.6502
0.9107	0.6862
0.9576	0.8193
0.9823	0.8852



Lampiran 7

UJI PENDUKUNG

Perlakuan	Sebelum hidrotermal	Sesudah hidrotermal	Setelah 48 jam
1. $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ + larutan NaOH pH 9	- pH 4 - larutan keruh - berwarna putih	- pH 3 - larutan lebih keruh - berwarna putih ($\text{Al}(\text{OH})_3$)	- pH 3 - kekeruhan berkurang - Tidak ada endapan
2. $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ + surfaktan + larutan NaOH pH 9	- pH 4 - larutan keruh + berbusa - berwarna putih	- pH 3 - larutan lebih keruh	- pH 3 - kekeruhan berkurang - ada endapan berwarna putih*
3. $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ + surfaktan + larutan NaOH pH 9	- pH 4 - larutan keruh + berbusa - berwarna putih	-	<u>Setelah 60 jam</u> - pH 3 - kekeruhan berkurang - ada endapan berwarna putih (lebih sedikit dari*)

Lampiran 8

DATA KARAKTER ALUMINA MESOPORI HASIL SINTESIS

Tabel L.8.1 Data volume pori (V_{meso}) alumina mesopori hasil sintesis pada berbagai perbandingan mol CTAB/Al dengan metode POD

Perbandingan mol CTAB/Al	$V_{\text{meso}}(\text{cm}^3/\text{g})$			
	Daerah mesopori kecil (rentang diameter pori 20-50 Å)	Daerah mesopori sedang (rentang diameter pori 50-100 Å)	Daerah mesopori besar (rentang diameter pori 100-360 Å)	Daerah mesopori (rentang diameter pori 20-360 Å)
1/20	0,0042	0,0011	0,0002	0,0054
3/40	0,0065	0,0040	0,0012	0,0115
1/10	0,0031	0,0022	0,0050	0,0060
1/8	0,0074	0,0018	0,0011	0,0094
3/20	0,0047	0,0012	0,0006	0,0063

Tabel L.8.2 Data luas permukaan spesifik padatan di daerah mesopori (S_{meso}) alumina mesopori hasil sintesis pada berbagai perbandingan mol CTAB/Al dengan metode POD

Perbandingan mol CTAB/Al	$S_{\text{meso}}(\text{m}^2/\text{g})$			
	Daerah mesopori kecil (rentang diameter pori 20-50 Å)	Daerah mesopori sedang (rentang diameter pori 50-100 Å)	Daerah mesopori besar (rentang diameter pori 100-360 Å)	Daerah mesopori (rentang diameter pori 20-360 Å)
1/20	6,0848	0,7041	0,0425	6,7389
3/40	8,0579	2,2366	0,3183	10,6728
1/10	3,8410	1,1531	0,9001	4,9296
1/8	10,2068	1,0430	0,3133	10,8951
3/20	7,1394	0,6258	0,1370	7,7238

Tabel L.8.3 Data diameter mesopori (D_{meso}) alumina mesopori hasil sintesis pada berbagai perbandingan mol CTAB/Al dengan metode POD

Perbandingan mol CTAB/Al	D_{meso} (Å)
1/20	32,1117
3/40	42,9379
1/10	48,3449
1/8	34,4641
3/20	32,4692