

**PENGARUH pH AWAL KRISTALISASI DAN TEMPERATUR
KALSINASI TERHADAP SINTESIS ALUMINA MESOPORI**

SKRIPSI

oleh :
MAS AMINATUZZUHRIA
0310923029-92



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

**PENGARUH pH AWAL KRISTALISASI DAN TEMPERATUR
KALSINASI TERHADAP SINTESIS ALUMINA MESOPORI**

SKRIPSI

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

oleh :

MAS AMINATUZZUHRIA

0310923029-92



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

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

**PENGARUH pH AWAL KRISTALISASI DAN TEMPERATUR
KALSINASI TERHADAP SINTESIS ALUMINA MESOPORI**

oleh :

MAS AMINATUZZUHRIA

0310923029-92

**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, MSi

NIP. 132 085 943

Dra. Sri Wardhani, MSi

NIP. 131 993 381

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

M.Farid Rahman, S.Si., MSi

NIP. 132 158 726

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini :

Nama : Mas Aminatuzzuhria
NIM : 0310923029-92
Jurusan : Kimia
Penulis skripsi berjudul :

”Pengaruh pH Awal Kristalisasi dan Temperatur Kalsinasi terhadap Sintesis Alumina Mesopori”

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, Januari 2008
Yang menyatakan,

(Mas Aminatuzzuhria)
NIM. 0310923029-92

PENGARUH pH AWAL KRISTALISASI DAN TEMPERATUR KALSINASI TERHADAP SINTESIS ALUMINA MESOPORI

ABSTRAK

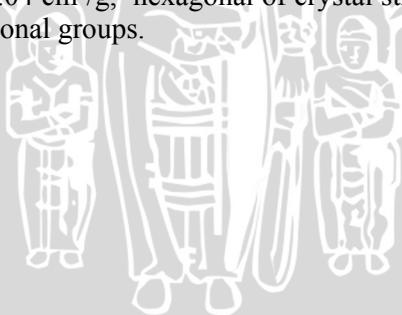
Alumina mesopori disintesis dari aluminium sulfat dengan surfaktan CTAB sebagai cetakan pori pada lama kristalisasi 48 jam, pH divariasikan dari 6 sampai 13, dan variasi temperatur kalsinasi 600°C, 800°C dan 1000°C (pada pH optimum). Kristal mesofasa yang diperoleh dikalsinasi selama 3 jam untuk menghilangkan *template* secara dekomposisi sehingga terbentuk alumina mesopori. Penentuan kondisi optimum sintesis didasarkan pada kemampuan adsorpsi rhodamin-B terbesar. Karakterisasi hasil sintesis dilakukan pada kondisi optimum dengan *surface area analyzer* untuk menentukan luas permukaan padatan, volume pori dan ukuran pori, difraktometer sinar X untuk menentukan struktur kristal, dan spektrofotometer infra merah untuk identifikasi gugus fungsi. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kondisi optimum dicapai pada pH awal 9 dan temperatur kalsinasi 800°C. Karakter hasil sintesis pada kondisi optimum mempunyai diameter mesopori 37,63 Å, luas permukaan spesifik mesopori 39,44 m²/g, volume mesopori 0,04 cm³/g, struktur kristal heksagonal dan gugus fungsi kristal Al-O dan OH.



THE INFLUENCE OF EARLIER CRYSTALIZATION pH AND CALCINED TEMPERATURE TO THE SYNTHESIZED MESOPOROUS ALUMINA

ABSTRACT

Mesoporous alumina was synthesized from aluminium sulphate with CTAB surfactant as template at crystalization periode of 48 hours, various pH from 6 to 13, and various calcination temperature (at optimum pH) 600°C, 800°C and 1000°C. The mesophase crystals were calcined for 3 hours to remove template by decomposing it thermally so that mesoporous aluminas were obtained. Optimum condition of synthesis was based on the largest adsorption performance toward rhodamine-B. Characterization of the product obtained at optimum conditions were conducted with surface area analyzer to determined surface area, pore volume, and pore size, X ray diffractometer to determined crystal structure, and infra red spectrophotometer to identify its functional groups. Result of the research showed that the optimum conditions of synthesis were achieved at pH 9 and calcination temperature at 800°C. Characters of the product obtained at the optimum condition were mesopore diameter 37.63 Å, mesopore specific surface area 39.44 m²/g, mesopore volume 0.04 cm³/g, hexagonal of crystal structure and Al-O, and OH of functional groups.



KATA PENGANTAR

Puji dan syukur kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat, taufik dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan tugas akhir yang berjudul **“Pengaruh pH Awal Kristalisasi dan Temperatur Kalsinasi terhadap Sintesis Alumina Mesopori”** 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. Dr. Atikah, Apt.MSi, M.Farid R., S.Si., MSi, Ir. B.Ismuyanto, MS, dan Arie S., S.Si., M.Kes selaku dosen penguji atas semua masukan yang telah diberikan.
3. M. Farid Rahman S.Si., MSi selaku Ketua Jurusan Kimia Universitas Brawijaya.
4. Seluruh dosen dan karyawan jurusan Kimia Universitas Brawijaya atas segala ilmu dan bantuan yang diberikan
5. BATAN dan Jurusan Kimia FMIPA Universitas Gajah Mada Yogyakarta.
6. Ayah, Ibu, kakak, dan adikku yang telah memberikan cinta, doa bantuan dan dukungan.
7. Teman-teman Kimia semua terutama 2003 kelas B atas kasih, bantuan dan kebersamaan.
8. Teman-teman UAPKM UB yang telah banyak membagi ilmunya.
9. Keluarga besar D-88 dan seluruh pihak yang belum disebutkan yang membantu penyelesaian tugas akhir penulis.

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	ix
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
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 Sintesis Alumina mesopori dalam sistem pelarut air	4
2.2 Aluminium sulfat sebagai prekursor alumina mesopori	4
2.3 Surfaktan CTAB sebagai <i>template</i> mesopori	5
2.4 Mekanisme pembentukan Bahan Mesopori	6
2.5 Pengaruh temperatur kalsinasi terhadap karakter alumina	8
2.6 Pengaruh pH terhadap komponen Al dalam larutan	10
2.7 Adsorpsi	10
2.8 Adsorpsi rhodamin-B	12
2.9 Penentuan kadar rhodamin-B dengan menggunakan metode spektrometri sinar tampak	12
2.9.1 Prinsip spektrofotometri	12
2.9.2 Penentuan rhodamin-B secara spektrofotometri sinar tampak	13
2.10 Penentuan luas permukaan padatan dan porositas dengan metode BET	15
2.11 Penentuan distribusi ukuran pori dengan metode POD...	17

2.12	Penentuan struktur kristal alumina mesopori dengan difraksi sinar-X	18
2.13	Penentuan gugus fungsional kristal dengan Spektrofotometri Infra merah	21

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1	Tempat dan waktu penelitian.....	24
3.2	Bahan dan alat penelitian.....	24
3.2.1	Bahan penelitian.....	24
3.2.2	Alat penelitian.....	24
3.3	Tahapan penelitian.....	24
3.4	Prosedur kerja.....	25
3.4.1	Sintesis alumina mesopori	25
3.4.1.1	Sintesis alumina mesopori pada berbagai pH dengan temperatur kalsinasi 600 ⁰ C..	25
3.4.1.2	Sintesis alumina mesopori pada berbagai kalsinasi pada pH optimum	25
3.4.2	Karakterisasi aluminosilikat mesopori.....	26
3.4.2.1	Penentuan % adsorpsi rhodamin-B.....	26
3.4.2.2	Penentuan struktur kristal hasil sintesis alumina dengan difraktrometer sinar-X	26
3.4.2.3	Penentuan volume pori, diameter rata-rata pori, dan luas permukaan spesifik padatan menggunakan <i>Surface Area Analyzer</i> .	27
3.4.2.4	Penentuan gugus fungsional kristal menggunakan spektrofotometer inframerah	27
3.4.3	Penentuan rhodamin-B secara spektrofotometri sinar tampak	27
a.	Penentuan λ maksimum	27
b.	Penentuan kurva baku	28
c.	Penentuan kadar rhodamin-B dalam larutan sampel	28
3.5	Analisis Data	28

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1	Penentuan pH optimum sintesis alumina mesopori.....	29
4.2	Uji pengaruh temperatur kalsinasi terhadap % adsorpsi rhodamin-B oleh alumina mesopori	33
4.3	Karakter alumina mesopori hasil sintesis pada pH	

optimum dan temperatur optimum	35
a. Karakter pori dan luas permukaan	35
b. penentuan struktur kristal hasil sintesis dengan difraktometer sinar-X	37
c. Karakterisasi gugus fungsi permukaan alumina mesopori	38

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan.....	43
5.2 Saran.....	43

DAFTAR PUSTAKA..... 44

LAMPIRAN..... 51



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 kristal heksagonal mesopori	7
Gambar 2.4 Pola difraksi sinar-X dari γ -alumina	9
Gambar 2.5 Pola difraksi sinar-X dari α -alumina standar ..	9
Gambar 2.6 Pengaruh pH terhadap komponen Al	10
Gambar 2.7 Rumus kimia rhodamin-B	14
Gambar 2.8 Grafik persamaan BET	15
Gambar 2.9 Difraksi sinar-X	19
Gambar 2.10 Pola difraksi aluminosilikat heksagonal mesopori	20
Gambar 2.11 Spektra infra merah zeolit	23
Gambar 4.1 Reaksi rhodamin-B dengan gugus permukaan alumina mesopori	31
Gambar 4.2 Pengaruh pH terhadap rhodamin-B yang teradsorpsi pada alumina mesopori hasil sintesis pH 6-13 (150 rpm, 4 jam) jumlah adsorben 0,1 g, konsentrasi rhodamin-B 100 ppm	32
Gambar 4.3 Distribusi ukuran pori alumina mesopori hasil sintesis pada kondisi optimum	36
Gambar 4.4 Spektra infra merah alumina mesopori hasil sintesis pada kondisi optimum (pH 9 dan temperatur kalsinasi 800 ⁰ C)	39
Gambar 4.5 Pola difraktogram sinar-X dari sampel pada puncak (tanpa 2 θ <5)	41
Gambar 4.6 Grafik difraktogram sinar-X dari sampel pada puncak utama dengan melibatkan sudut kecil (<50)	42
Gambar L.4.1 Grafik Panjang gelombang maksimum	63
Gambar L.5.1 Kurva Baku larutan rhodamin-B	64

DAFTAR TABEL

		Halaman
Tabel 2.1	Hubungan antara <i>d-spacing</i> . indeks Miller dan parameter sel	21
Tabel 4.1	Prediksi ikatan pada mesofasa berdasarkan jumlah fraksi dalam air menurut Swaddle (1994) dan model ikatan menurut Zhao, dkk (1996)	31
Tabel 4.2	Data persentase rhodamin-B yang teradsorpsi pada alumina mesopori hasil sintesis pH 4-13 (150 rpm, 4 jam) jumlah adsorben 0,1 g, konsentrasi rhodamin-B 100 ppm	32
Tabel 4.3	Data prosentase rhodamin-B yang teradsorpsi pada alumina mesopori hasil sintesis pada temperatur kalsinasi 600 ⁰ C, 800 ⁰ C dan 1000 ⁰ C (150 rpm, 4jam) jumlah adsorben 0,1 g, konsentrasi rhodamin-B 100 ppm	34
Tabel 4.4	Data luas permukaan spesifik, volume pori ukuran pori dengan metode POD	36
Tabel 4.5	Data spektra Infra merah	39
Tabel L.2.1	Pembuatan Larutan NaOH	59
Tabel L.2.2	Pembuatan Larutan Standar Rhodamin B	60
Tabel L.4.1	Data hubungan panjang gelombang dan absorbansi dari larutan rhodamin-B	63
Tabel L. 5.1	Data hubungan konsentrasi larutan rhodamin-B dan absorbansi	64
Tabel L.5.2	Data perhitungan hubungan konsentrasi larutan rhodamin-B dan absorbansi (A)	65
Tabel L.6 1.	Data hubungan pH larutan rhodamin-B dan absorbansi	66
Tabel L.6.2	Data hasil absorbansi kalsinasi 800 ⁰ C.....	67
Tabel L.7.1	Data hubungan pH rhodamin-B dan absorbansi	68
Tabel L.7.2	Data hasil absorbansi pH optimum (pH 9) pada berbagai kalsinasi.....	68
Tabel L.8.1	Data % rhodamin-B yang teradsorpsi oleh alumina mesopori hasil sintesis	69

Tabel L.8.2.	Analisa Ragam Pengaruh pH Terhadap % Adsorpsi	71
Tabel L.8.3	Hasil Uji BNT Pengaruh pH awal	71
Tabel L.9.1	Data P/Po dan volume (mL/g) gas N ₂ untuk alumina mesopori pada kalsinasi 800 ^o C.....	74
Tabel L.10.1.	Data luas permukaan spesifik, volume pori dan ukuran pori	75
Tabel L.10.2	pengolahan data adsorpsi gas nitrogen dengan metode POD.....	76
Tabel L.11.1	Perhitungan luas permukaan spesifik.....	77
Tabel L.11.2	Data luas permukaan spesifik, volume pori dan ukuran pori.....	78
Tabel L.12.1	Hasil penentuan indeks Miller alumina mesopori untuk $l=0$	81
Tabel L.12.2	Hasil penentuan hkl dengan $l \neq 0$	82
Tabel L.13.1	Hasil Mencocokkan harga d.....	83
Tabel L.13.2	Hasil penentuan hkl gamma alumina	84



DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
LAMPIRAN 1.	Diagram alir penelitian 51
LAMPIRAN 2.	Perhitungan dan preparasi larutan..... 57
LAMPIRAN 3.	Perhitungan reaktan pada sintesis 61
LAMPIRAN 4.	Penentuan panjang gelombang maksimum R-B 63
LAMPIRAN 5.	Penentuan kurva baku 64
LAMPIRAN 6.	Data absorbansi rhodamin-B kalsinasi 800 ⁰ C 66
LAMPIRAN 7.	Data absorbansi rhodamin-B pH optimum (pH 9) pada berbagai kalsinasi 68
LAMPIRAN 8.	Uji statistik penentuan pH awal optimum.. 69
LAMPIRAN 9.	Data adsorpsi gas N ₂ oleh aluminosilikat mesopori hasil sintesis dengan <i>surface area analyzer</i> 72
LAMPIRAN 10.	Penentuan luas permukaan mesopori, volume mesopori dan diameter mesopori dengan metode POD..... 73
LAMPIRAN 11.	Perhitungan luas permukaan spesifik, volume pori total dan diameter pori rata-rata dengan metode BET 77
LAMPIRAN 12.	Menentukan harga parameter sel dan indeks Miller alumina heksagonal mesopori 80
LAMPIRAN 13.	Pengindeksan data difraktogram sampel berdasarkan struktur gamma alumina..... 83
LAMPIRAN 14.	Menghitung panjang gelombang Al-O dan Si-O 85

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Umumnya bahan alumina didominasi daerah mikropori yang banyak digunakan sebagai katalis dan bahan adsorpsi untuk senyawa bermolekul mikro. Sedangkan pada saat ini, perkembangan ilmu pengetahuan dan industri membutuhkan alumina dengan luas permukaan yang tinggi untuk dimanfaatkan sebagai katalis, pendukung katalis, dan adsorben untuk senyawa-senyawa bermolekul besar (Pena, dkk, 2001), seperti pada adsorpsi senyawa antibiotik bermolekul besar (Goyne, dkk, 2005), dan pengembangan katalis ion sulfat pada reaksi senyawa aromatik besar (Sekit dan Onaka, 2006). Sehingga alumina mikropori dinilai kurang efektif untuk adsorpsi/katalitik molekul-molekul besar. Sebagai solusinya, mulai banyak disintesis alumina mesopori yang merupakan bahan alumina yang berorientasi pada pembentukan ukuran pori yang besar, luas permukaan yang besar, dan keseragaman pori di daerah mesopori yang berdiameter 20 sampai 500 Å.

Alumina mesopori banyak dilakukan oleh peneliti-peneliti sebelumnya 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 dietileter (Davis, dkk, 1999); aluminium alkoksida dengan surfaktan polietilen oksida dan pelarut sek-butanol (Pena, dkk, 2001). Dalam penelitian ini dilakukan sintesis alumina mesopori dalam sistem pelarut air untuk mengetahui sejauh mana pengaruh pelarut air yang bersifat polar terhadap karakter alumina mesopori. Sintesis dilakukan dengan cara kalsinasi (pemanasan) endapan mesofasa alumina (komposit alumina surfaktan) sebagaimana yang telah dilakukan oleh Huo, dkk (1994a dan 1994b).

Sintesis alumina mesopori ini digunakan prekursor 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.

Keberadaan alumina sangat dipengaruhi oleh pH, sebagaimana dijelaskan Barrer (1982) bahwa didalam larutan asam, aluminium akan berada dalam bentuk Al^{3+} dan dalam larutan basa akan berada dalam bentuk $Al(OH)_4^-$. Jenis ion yang berbeda tersebut diperkirakan akan mempengaruhi kemudahan pembentukan alumina mesopori, sehingga diperkirakan juga akan berpengaruh terhadap karakternya. Temperatur kalsinasi diperkirakan juga akan mempengaruhi karakter alumina mesopori khususnya karakter pori dan luas permukaannya. Sesuai dengan yang dijelaskan oleh Ory (2002), bahwa temperatur kalsinasi dapat berpengaruh pada peningkatan luas permukaan alumina mesopori. Oleh karena itu dalam penelitian ini pengaruh-pengaruh tersebut akan dikaji lebih lanjut.

Pada penelitian ini ditentukan kondisi optimum sintesis berdasarkan pada % adsorpsi rhodamin-B. Sesuai dengan penelitian sebelumnya bahwa % adsorpsi rhodamin-B sebanding dengan keseragaman pori daerah mesopori untuk karbon-mesopori (Setianingsih dan Hasanah, 2004) dan protein yang diadsorpsi aluminosilikat mesopori (Roosdiana,dkk.,2006).

1.2. Perumusan Masalah

Permasalahan dari penelitian ini adalah :

1. Bagaimana pengaruh pH awal optimum dan temperatur kalsinasi optimum 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 permasalahan dari penelitian ini adalah :

1. Surfaktan yang digunakan adalah CTAB (*Cetyltrimethylammonium Bromide*)
2. pH divariasi dari pH 6 sampai dengan pH 13

3. Temperatur kalsinasi dibatasi pada 600°C, 800°C, dan 1000°C
4. Kondisi optimum pH awal dan temperatur kalsinasi didasarkan pada % adsorpsi maksimum rhodamin-B
5. Senyawa alumina yang digunakan berasal dari aluminium sulfat teknis
6. Karakter alumina didasarkan pada volume pori, ukuran pori, luas permukaan, struktur kristal alumina mesopori dan gugus fungsi permukaan.

1.4. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Mengetahui pengaruh pH awal optimum dan temperatur kalsinasi optimum terhadap sintesis alumina mesopori
2. Menentukan pH awal optimum dan temperatur kalsinasi optimum sintesis alumina mesopori berdasarkan % adsorpsi rhodamin-B
3. Mengetahui karakter alumina mesopori pada kondisi optimum

1.5. Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah dapat diterapkannya metode baru pada sintesis alumina mesopori dalam sistem pelarut air sehingga dapat mendukung perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi (IPTEK), khususnya dalam bidang sintesis kristal. Metode sintesis alumina pada kondisi optimumnya diharapkan dapat digunakan sebagai dasar pengolahan limbah anodisasi Al dalam sistem pelarut air sehingga dapat mencegah pencemaran yang diakibatkan dari pembuangan langsung limbah ke lingkungan perairan.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Sintesis Alumina Mesopori Dalam Sistem Pelarut Air

Sintesis alumina mesopori didalam sistem pelarut air telah dilakukan Huo, dkk (1994a dan 1994b), dengan cara kalsinasi (pemanasan) endapan mesofasa alumina (komposit alumina surfaktan). Du, dkk (2007) dari sodium aluminat, Xu, dkk (2006) dari $Al[O(iPr)_3]/HNO_3$.

Huo, dkk (1994a dan 1994b) mensintesis mesofasa alumina dengan cara mencampur larutan natrium alkyl fosfat ($C_{12}H_{25}OPO_3H_2$) dan larutan garam aluminium nitrat pada pH 5. Kemudian campuran dipanaskan $100^\circ C$ selama 10 hari didalam botol polipropilen lalu disaring dan didapatkan padatan mesofasa alumina. Padatan mesofasa tersebut dianalisa dengan difraksi sinar X dan menunjukkan bahwa mesofasa tersebut berfasa lamelar dengan harga d-spacing 26,4 Å. Aluminium nitrat tersebut berada dalam bentuk Al^{3+} karena berada dalam larutan asam pH 5 (Huo, dkk, 1994b).

Selain mensintesis alumina dari natrium alkyl fosfat dengan larutan garam aluminium nitrat, Huo, dkk (1994b) juga mensintesis antimon oksida dengan surfaktan $C_{18}H_{37}(CH_3)_3NBr$ pada temperatur ruang selama satu malam dan didapatkan padatan mesofasa dengan 3 fasa yaitu kubus, heksagonal dan lamelar.

2.2. Aluminium Sulfat Sebagai Prekursor Alumina Mesopori

Aluminium sulfat sebagai prekursor alumina mesopori telah dilakukan Rosdiana, dkk., (2006) pada sintesis aluminosilikat mesopori. Aluminium sulfat mempunyai rumus molekul $Al_2(SO_4)_3$ dalam bentuk anhidratnya dan $Al_2(SO_4)_3 \cdot nH_2O$ dalam bentuk hidratnya. Garam Anhidratnya larut dalam air dan tidak larut dalam etanol, sedangkan hidratnya sangat larut dalam air dan tak larut dalam etanol. Aluminium sulfat sangat besar penggunaannya didalam industri kimia. Kadang-kadang disebut sebagai alum, merupakan mineral alami, sering digunakan sebagai koagulan didalam proses penjernihan air minum (Anonymous, 2006).

Aluminium sulfat merupakan suatu kristal putih. Sebagai senyawa anhidrat mempunyai massa jenis 2,71 g/ml, terurai pada $770^\circ C$. Sedangkan sebagai senyawa hidrat mempunyai massa jenis 1,69 g/ml, terurai pada $86,5^\circ C$ (Daintith, 1994).

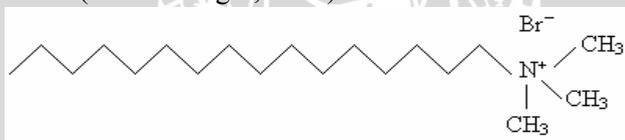
2.3. Surfaktan CTAB sebagai *Template* Mesopori

Surfaktan merupakan kelompok senyawa detergen yang mempunyai bagian polar dan nonpolar, serta mempunyai rantai alkil yang panjang (Anonymous, 2002). Menurut Daintith (1990), bagian nonpolar berada disisi luar larutan sedangkan bagian polar tertarik ke air. Surfaktan ditambahkan pada cairan untuk meningkatkan sifat penyebaran atau pembasahan dengan menurunkan tegangan permukaannya. Rosen (1978) juga menjelaskan bahwa surfaktan merupakan zat aktif permukaan yang bersifat amfifilik, artinya mempunyai bagian yang bersifat hidrofobik (biasanya rantai panjang) dan bagian hidrofilik (gugus polar atau ion).

CTAB banyak digunakan sebagai *template* mesopori karena pertikelnya yang stabil, Sutrisno, dkk (2005) mensintesis silikat dan titanium silikat mesopori dengan surfaktan CTAB, Beck, dkk (1992) mensintesis aluminosilikat mesopori juga dengan surfaktan CTAB.

CTAB (*Cetyltrimethylammonium Bromide*) termasuk garam ammonium kuarterner dengan rumus molekul $[C_{16}H_{33}(CH_3)_3N]^+Br^-$ merupakan surfaktan kationik yang mempunyai rantai karbon panjang. Oleh karena itu CTAB mempunyai harga KKM (Konsentrasi Kritik Misel) yang rendah ($9,2 \cdot 10^{-4}M$). Nilai KKM mempengaruhi ekstraksi, pada konsentrasi surfaktan yang melebihi nilai KKM dapat menyebabkan terjadinya misel (Chao, dkk, 2001).

CTAB (*Cetyltrimethylammonium Bromide*) mempunyai kelarutan yang rendah dalam fasa air (Anonymous, 2002). Struktur CTAB adalah (Schlumberger, 2003) :

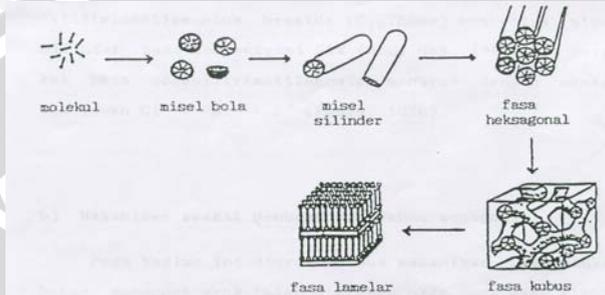


Gambar 2.1 Struktur CTAB

Setiltrimetilamonium bromida ($C_{16}TMABr$) membentuk misel bola pada konsentrasi 0,83 mM – 11%(b/b), membentuk misel silinder pada konsentrasi 11 - 20,5%, dan membentuk misel heksagonal pada konsentrasi 26 - 65% (Zhao, dkk, 1996). Bentuk misel lamelar dicapai pada konsentrasi > 70% (Monier, dkk, 1993).

Pada temperatur 70°C setiltrimetilamonium bromida ($C_{16}TMABr$) membentuk misel silinder pada konsentrasi 25% (Huo, dkk, 1994a). Bentuk misel di dalam larutan dipengaruhi oleh

konsentrasi surfaktan (Gambar 2.2). Bentuk paling sederhana adalah bentuk bola dan konsentrasi terendah di mana bentuk misel diperoleh disebut konsentrasi misel kritis (kmc). Pada surfaktan ionik, bentuk misel berubah-ubah dengan urutan bola, silinder, heksagonal, kubus dan lamelar sesuai dengan kenaikan konsentrasinya (Lawrance, 1994; Zhao, dkk, 1996).



Gambar 2.2 Perubahan Bentuk Misel Sesuai Dengan Perubahan Konsentrasi Surfaktan (Lawrance, 1994; Zhao, dkk, 1996)

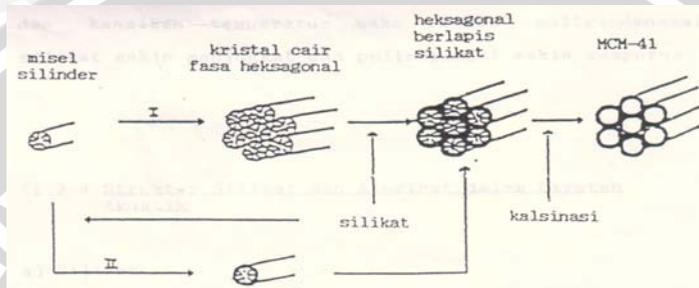
Pada surfaktan non ionik, bentuk misel berubah dari bentuk bola langsung ke bentuk lamelar (Moroi, 1992). Surfaktan mempunyai sifat dapat membentuk misel, yaitu kluster berukuran koloid di dalam larutan. Di dalam air, misel dapat dibentuk dengan gugus hidrofobik yang terkumpul di pusat, sedangkan gugus hidrofilik terlokasi di permukaan misel dan berkontak dengan air (Rosen, 1998).

Pembentukan misel dapat juga dipengaruhi oleh sifat surfaktan dan parameter lingkungannya yang dicerminkan pada harga kmc-nya. Secara umum, harga kmc menurun sesuai dengan kenaikan rantai surfaktan dan valensi ion lawan di dalam larutannya. Sebaliknya harga kmc akan meningkat jika temperaturnya juga mengalami kenaikan (Zhao, dkk, 1996), dan jika jari-jari ion lawan mengalami penurunan (Rosen, 1978).

2.4. Mekanisme Pembentukan Bahan Mesopori

Beck, dkk (1992) dan Kresge, dkk (1992 dan 1996) telah mengajukan dua mekanisme pembentukan bahan mesopori yang disebut dengan mekanisme pembentukan cetakan kristal cair (*Liquid Crystal Templating Mechanism*) pada Gambar 2.3 Mekanisme ini terdiri atas dua jalur yang mungkin. Pada jalur I, mula-mula surfaktan membentuk misel silinder yang bergabung membentuk

pola heksagonal. Kemudian polimer anorganik terikat pada lapisan luar misel silinder tersebut tanpa mengubah penataan heksagonal. Sedangkan pada jalur II spesies anorganik mulai terikat pada misel silinder sebelum terbentuk penataan heksagonal. Dalam hal ini spesies anorganik ikut menentukan pola penataan yang terbentuk selanjutnya.



Gambar 2.3 Mekanisme Pembentukan Kristal Heksagonal Mesopori (Kresge, dkk, 1996)

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

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 silikat ditambahkan ke dalam larutan, maka terjadi pertukaran antara ion lawan pada gugus kepala surfaktan dengan silikat. Ikatan antara surfaktan dengan anion silikat dapat menyebabkan perubahan bentuk misel dari bentuknya yang semula. Berdasarkan hasil percobaan Monier, dkk (1993) Firouzi menggambarkan bahwa dalam hal ini telah terjadi transformasi dari fasa lamelar ke fasa heksagonal. Pada temperatur kamar, kondensasi silikat sukar terjadi. Namun dengan pertambahan waktu dan kenaikan temperatur maka reaksi polikondensasi silikat akan semakin meningkat dan reaksi polimerisasi yang terjadi semakin sempurna (Firouzi, dkk, 1995)

2.5 Pengaruh Temperatur Kalsinasi Terhadap Karakter Alumina

Kalsinasi adalah suatu pemanasan pada temperatur dibawah titik lelehnya yang menyebabkan terjadinya perubahan fasa transisi. Jenis transisi yang termasuk kalsinasi diantaranya: Disosiasi secara termal, Transisi fasa polimorf, dan Rekrystalisasi secara termal (Sax and Lewis, 1987). Kalsinasi dapat juga didefinisikan sebagai proses pemanasan suatu senyawa atau bahan pada suhu tinggi, tetapi masih dibawah titik didihnya. Reaksi kalsinasi meliputi disosiasi termal, dan destilasi perusakan komponen organik. Salah satu contoh reaksi kalsinasi adalah pembuatan alumina dengan proses pemanasan dari bauksit. Bahan-bahan yang sering dikalsinasi adalah fosfat, aluminium oksida, manganese karbonat, dan magnesit air laut (Anonymous, 2006).

Temperatur kalsinasi dapat berpengaruh pada penghilangan surfaktan serta dapat meningkatkan luas permukaan alumina mesopori dan terbukti bahwa luas permukaan $450 - 600 \text{ m}^2/\text{g}$ diperoleh setelah kalsinasi pada 550°C selama 3 jam, diatas $300 \text{ m}^2/\text{g}$ setelah kalsinasi 600°C , dan diatas $200 \text{ m}^2/\text{g}$ setelah 700°C (Ory, 2002).

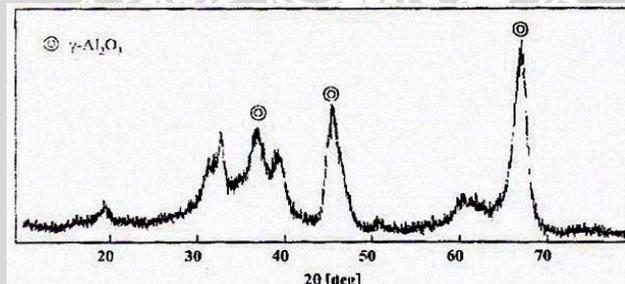
Alumina mesopori dari hasil sintesis poly(ethylene oxida) dengan surfaktan nonionik yang dilakukan oleh Pena, dkk (2001) mempunyai luas permukaan yang tinggi pada temperatur 823 K.

Proses kalsinasi menghasilkan CO_2 , menghilangkan air yang terikat serta menghilangkan senyawa-senyawa organik yang ada pada pori sehingga pori menjadi terbuka dan meningkatkan luas permukaan (McIntosh, 1999).

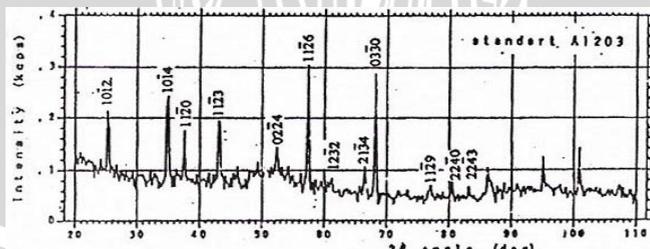
Ada beberapa bentuk klasifikasi alumina yang dibuat oleh Ginsberg dan kemudian dimodifikasi oleh Lippens berdasarkan kisaran temperatur saat alumina dihasilkan dari hidroksidanya, tiga bentuk yang paling penting adalah alpha alumina (stabil), kappa alumina (metastabil) dan gamma alumina (metastabil). Kappa alumina mempunyai struktur kristal ortorombik, yaitu aluminium oksida (Al_2O_3 anhidrat) yang dihasilkan pada suhu tinggi sekitar $900^\circ-1000^\circ\text{C}$. Kelompok ini termasuk κ -, θ -, δ -aluminium oksida. Gamma alumina berstruktur kubus, yaitu aluminium oksida yang terbentuk pada suhu rendah di bawah 600°C . Rumus empiriknya $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ dengan $x = 0-0,6$. Kelompok ini termasuk ρ -, χ -, η -, dan γ -aluminium oksida. Sedangkan alfa alumina adalah satu-satunya

alumina paling stabil pada berbagai temperatur, mempunyai struktur trigonal, merupakan aluminium oksida yang terbentuk pada suhu lebih dari 1200°C. Alfa-alumina (korundum) yang mempunyai struktur kompleks berdasar pada heksagonal tertutup dengan ion oksida dan kation sebanyak 2/3 dari lubang-lubang octahedral, dan mempunyai karakter keras dan stabil pada setiap temperatur (Oscik, 1982).

Pedro, dkk (2000), menjelaskan bahwa pemanasan pada temperatur yang berbeda akan menyebabkan struktur kristal alumina mengalami transisi. Transisi alumina dibentuk dengan pemanasan yang berkelanjutan, pada temperatur 300°C alumina yang terbentuk adalah gamma alumina, pada 750°C terbentuk alumina delta, sedangkan pada temperatur 1050 °C akan terbentuk alfa alumina (Pedro, dkk, 2000). Sea dan Lee (2001), mendapatkan γ -alumina setelah dipanaskan pada temperatur 700°C selama 1 jam dengan kenaikan suhu rata-rata 60°C perjam. Gambar 2.4 adalah gambar pola difraksi sinar-x dari γ -alumina yang diperoleh Sea dan Lee (2001) dan pola difraksi α -alumina standar (Gambar 2.5) (Safei, 1997).



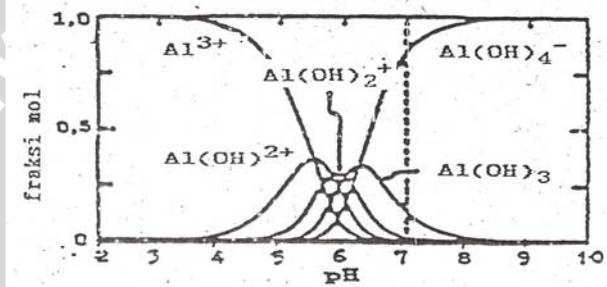
Gambar 2.4 Pola Difraksi Sinar-X dari γ -alumina (Sea dan Lee, 2001)



Gambar 2.5 Pola Difraksi Sinar-X α -alumina standar (Safei, 1997)

2.6 Pengaruh pH terhadap Komponen Al dalam Larutan

Jenis spesies Al dapat dipengaruhi oleh adanya variasi pH larutan. Pada pH 1-4, Al berada sebagai Al^{3+} sedangkan pada pH > 6, Al terutama berada sebagai $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ dan $\text{Al}(\text{OH})_3$ bergantung pada jumlah Na_2O yang ada 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). Dalam larutan asam pH 5, aluminium nitrat berada dalam bentuk Al^{3+} (Huo, dkk, 1994b).



Gambar 2.6 Pengaruh pH terhadap komponen Al (Swaddle, 1994)

Pengaruh pH juga ditunjukkan Huo, dkk (1994a) ketika melakukan sintesis mesofasa antimon oksida dengan menggunakan surfaktan amonium ($\text{C}_{18}\text{H}_{37}(\text{CH}_3)_3\text{N}^+$). Penurunan pH dari campuran $[\text{Sb}(\text{OH})_6^-]$ dengan $\text{C}_{18}\text{H}_{37}(\text{CH}_3)_3\text{N}^+$ dengan perbandingan 10:1 pada pH 6,7 – 6,8 menghasilkan mesofasa antimon kubus, sedangkan penurunan pH lebih jauh 6,2 – 6,5 menghasilkan fasa heksagonal. Ketika perbandingan $[\text{Sb}(\text{OH})_6^-]$ dengan $\text{C}_{18}\text{H}_{37}(\text{CH}_3)_3\text{N}^+$ adalah 5:1 pada range antara pH 6 – 7 hanya diperoleh fasa lamelar dan dibawah pH 5 diperoleh mesofasa amorf.

Dari analisis secara kuantitatif dapat disimpulkan bahwa dalam endapan yang diperoleh pada pH asam ternyata dibentuk oleh sistem pasangan ion SI^+ ($\text{S}^- = \text{surfaktan anion}$ dan $\text{I}^+ = \text{Al}(\text{OH})_2^+$) (Huo, dkk, 1994a).

2.7 Adsorpsi

Weber (1972), mendefinisikan adsorpsi sebagai suatu proses dimana suatu komponen bergerak dari satu fasa ke fasa yang lain. Zat yang diserap fasa menuju permukaan disebut adsorbat sedangkan

zat yang menyerap disebut adsorben. Bernasconi (1995) dan Bird (1993) menjelaskan bahwa syarat yang harus dipenuhi suatu adsorben adalah mempunyai luas permukaan yang besar, mempunyai pori atau merupakan butiran padatan yang sangat halus dan tidak bereaksi dengan adsorbat.

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, adsorpsi fisik ini biasanya reversible (dapat balik) karena dapat dilepas kembali dengan adanya penurunan konsentrasi larutan. (Castellan, 1983), Menurut Larry, dkk (1992), adsorpsi fisik berlangsung cepat reversible dengan panas adsorpsi yang kecil, kira-kira 5-10 kkal/mol, adsorbat tidak terikat secara kuat pada bagian adsorben sehingga adsorbat dapat bergerak dari bagian permukaan ke bagian lain dan dapat diganti oleh adsorbat lain.

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 tidak reversible, biasanya terjadi dalam bentuk reaksi kimia, membutuhkan energi aktivasi dan panas adsorpsi yang lebih besar daripada adsorpsi fisika, kira-kira 10-100 kkal/mol. Harga ini setingkat dengan energi reaksi kimia, sehingga pada proses ini terjadi interaksi ikatan-ikatan kimia. Adsorbat yang teradsorpsi oleh proses kimia umumnya sangat sulit untuk diregenerasi.

Faktor-faktor yang mempengaruhi adsorpsi adalah luas permukaan, jenis dan sifat adsorben, sifat adsorbat, pH larutan, temperatur, konsentrasi adsorbat, dan waktu kontak (Larry, dkk, 1992). Waktu pengocokan, ukuran partikel adsorben (Ninova, *et al.*, 2002), ikatan yang ada dalam larutan (adsorbat) serta adanya ion lain (Lee, *et al.*, 2001) konsentrasi solut, jumlah adsorben, ukuran adsorben (Vaisya dan Gupta, 2002) juga mempengaruhi proses adsorpsi.

Pengaruh luas permukaan terhadap adsorpsi adalah semakin luas permukaan adsorben maka semakin banyak jumlah adsorbat yang terserap (Weber, 1972). Sedangkan pH dapat menentukan derajat disosiasi adsorbat. pH juga dapat mempengaruhi muatan

permukaan adsorben sehingga mengubah kemampuannya menyerap senyawa dalam bentuk ion. Senyawa yang tidak terdisosiasi lebih mudah diserap daripada senyawa terionisasi. Pada umumnya adsorpsi bertambah pada kisaran pH dimana suatu senyawa bermuatan netral. Temperatur, adsorpsi akan naik pada temperatur yang lebih rendah dan akan turun pada temperatur yang lebih tinggi (Sawyer and Carty, 1987).

2.8 Adsorpsi Rhodamin-B

Dalam adsorpsi rhodamin-B dengan adsorben abu layang batu bara atau FA (*Coal Fly Ash*), Yamada (2003) menggunakan metode *Batch*, dan larutan diukur absorbansinya pada panjang gelombang absorpsi 554 nm menggunakan spektrofotometer.

Setianingsih, dkk (2006) mengadsorpsi zat warna rhodamin-B dengan adsorben karbon mesopori hasil sintesis karbon mesopori yang telah dilakukannya menggunakan metode *Batch* pada satu kondisi. Proses adsorpsi yang dilakukan adalah dengan mengayak karbon mesopori dengan ayakan 250 mesh dan 300 mesh (diambil yang tertahan), kemudian ditimbang 0,10 g adsorben dimasukkan kedalam 25 mL larutan zat warna rhodamin-B 100 ppm dan dilakukan pengadukan dengan kecepatan 150 rpm selama 4 jam.

2.9 Penentuan Kadar Rhodamin-B Dengan Menggunakan Metode Spektrometri Sinar Tampak

2.9.1 Prinsip Spektrofotometri

Sumber sinar yang digunakan pada spektrofotometer (spektrometri- 20) adalah sinar ultraviolet dan bilangan gelombang 200- 400 nm dan sinar tampak meliputi daerah dengan bilangan gelombang berkisar 400 nm (cahaya ungu) sampai 700 nm (cahaya merah) dan terdiri dari bermacam-macam warna (polikromatis) dengan kuantitas energi yang diserap oleh suatu senyawa berbanding terbalik dengan panjang gelombang radiasi (Fessenden dan Fessenden, 1992).

Hubungan panjang gelombang dengan frekuensi adalah sebagai berikut (Bassett, dkk, 1994):

$$\lambda = \frac{c}{\nu} \quad (2.1)$$

dimana λ = panjang gelombang (nm)
 c = cepat rambat cahaya di udara ($2,99.10^8$ m/s)
 ν = frekuensi (S^{-1}/Hezt)

Planck merumuskan suatu hubungan Energi dengan frekuensi, karena selain mempunyai sifat sebagai gelombang sinar dengan memiliki energi. Sesuai dengan persamaan berikut (Bassett, dkk, 1994):

$$E = h \times \nu \quad (2.2)$$

dimana h = tetapan planck ($6,62 \times 10^{-24}$ J.s)
 ν = frekuensi (S^{-1}/Hezt)
 E = Energi tereksitasi (joule/ev)

Dengan menggunakan hukum Lambert–Beer, maka aspek kuantitatif Spektrofotometri dapat diketahui dengan menggabungkan 2 faktor yang mempengaruhi besarnya intensitas cahaya yang keluar setelah melewati medium larutan yaitu tebal kuvet dan konsentrasi larutan. Sesuai persamaan berikut (Bassett, dkk, 1994):

$$\text{Log} \left[\frac{I_o}{I_t} \right] = k \times h \times C \quad (2.3)$$

dimana k = konstanta gaya ($M^{-1} \text{ cm}^{-1}$)
 h = tebal kuvet (cm)
 C = konsentrasi (mol.L^{-1})

Hukum Lambeer- Beer juga dapat dituliskan sebagai persamaan sederhana seperti berikut (Bassett, dkk, 1994):

$$A = a \cdot b \cdot c \quad (2.4)$$

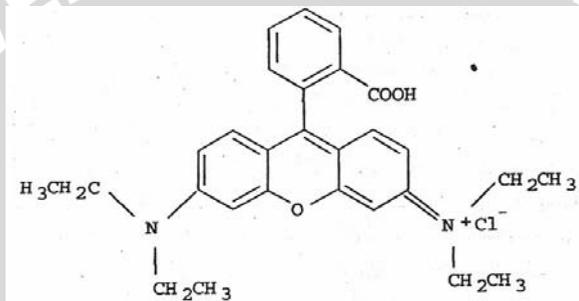
dimana a = tetapan adsorpsi ($L \text{ g}^{-1} \text{ Cm}^{-1}$)
 b = jarak tempuh optik (cm)
 c = konsentrasi (mol.L^{-1})

2.9.2 Penentuan Rhodamin-B Secara Spektrofotometri Sinar Tampak

Rhodamin-B memiliki rumus molekul $C_{28}H_{31}N_2O_3Cl$, dengan berat molekul sebesar 479.000. Rhodamin-B berbentuk kristal hijau

atau serbuk-unggu kemerah-merahan, sangat mudah larut dalam air yang akan menghasilkan warna merah kebiru-biruan dan berfluorensi kuat. Selain mudah larut dalam air juga larut dalam alkohol, HCl dan NaOH. Rhodamin-B ini biasanya dipakai dalam pewarnaan kertas, di dalam laboratorium digunakan sebagai pereaksi untuk identifikasi Pb, Bi, Co, Au, Mg, dan Th (Anonymous, 2007).

Zat warna rhodamin-B (RB) adalah salah satu dari jenis zat warna Xanthene. Rhodamin-B terkenal karena kestabilannya yang bagus sebagai sebuah zat warna laser. Zat warna rhodamin-B (RB) dapat dibeli dari pabrik tekstil lokal, sebagai reagen analitik yang berkualitas dan digunakan tanpa pemurnian lebih lanjut (Murat, dkk, 2006);



Gambar 2.7 Rumus Kimia Rhodamin-B (Murat, dkk, 2006)

Rhodamin-B adalah zat warna sintetis berbentuk serbuk kristal, berwarna hijau atau ungu kemerahan, tidak berbau, dan dalam larutan berwarna merah terang berfluoresens (Anonymous, 2003). Rhodamin-B merupakan senyawa berwarna, sehingga rhodamin-B dapat diukur absorbansinya menggunakan spektrometri 20, karena metode spektrofotometri sinar tampak selalu melibatkan senyawa berwarna. Semua reaksi kimia dapat terlibat diantaranya melalui reaksi redoks, reaksi pembentukan kompleks dan reaksi yang menggunakan senyawa organik (Day and Underwood, 1990). Metode spektrofotometri didasarkan pada interaksi antara energi radiasi elektromagnetik dengan molekul. Interaksi tersebut 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 Luas Permukaan Padatan dan Porositas dengan Metode BET (Lowell dan Shields, 1984)

Metode BET merupakan salah satu metode adsorpsi isoteremis yang ditemukan oleh Brenauer, Emmet, dan Teller (BET) sebagai metode yang dapat digunakan untuk menentukan luas permukaan padatan, volume pori dan ukuran porinya. Luas permukaan padatan berpori biasanya dinyatakan sebagai luas permukaan spesifik yaitu luas permukaan padatan persatu gram sampel padatan tersebut.

Untuk menentukan luas permukaan padatan digunakan persamaan BET, yaitu sebagai berikut :

$$\frac{1}{W_{ads} (P_o / P - 1)} = \frac{1}{W_m C} + \frac{C - 1}{W_m C} \left[\frac{P}{P_o} \right] \quad (2.5)$$

Dimana : P/P_o = Tekanan gas yang digunakan

P_o = Tekanan uap jenuh adsorbat (N_2)

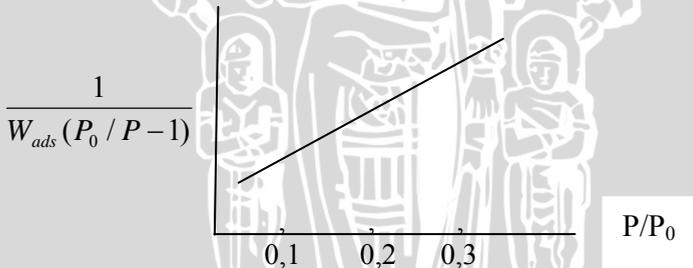
W_{ads} = Berat adsorbat pada P/P_o

W_m = Berat gas teradsorpsi pada monolayer jenuh

C = Konstanta BET

P = Tekanan gas saat pengukuran

Adsorbat yang biasa digunakan adalah N_2 . dari persamaan BET diatas, dapat dibuat grafik sebagai berikut:



Gambar 2.8 Grafik persamaan BET

Dengan $Y = \frac{1}{W(P_o / P - 1)}$ dan $x = P/P_o$. Grafik tersebut hanya

linier ketika harga P/P_o berada dalam rentang $0.05 \leq P/P_o \leq 0.35$. dengan menggunakan regresi linier diperoleh slope (s) dan intersep (i) sebagai berikut:

$$\text{Slope (s)} = \frac{(C - 1)}{W_m C}$$

$$\text{Intersep (i)} = \frac{1}{W_m C}$$

$$\text{sehingga diperoleh : } W_m = \frac{1}{(i + s)} \quad (2.6)$$

Berat adsorbat (W) diperoleh sebagai berikut :

$$W = V_{\text{ads}} \times W_{\text{sampel}} \times \rho_{N_2}$$

$$\text{Dengan : } \rho_{N_2} = 1,2506 \text{ g/L}$$

Luas permukaan padatan dapat dihitung dengan cara sebagai berikut :

$$S_t = \frac{W_m \times N \times A}{M} \quad (2.7)$$

Dimana : S_t = Luas permukaan total

N = Bilangan Avogadro ($6,022 \times 10^{23} \text{ mol}^{-1}$)

A = Penampang lintang $N_2 = 16,2 \text{ \AA}$

M = Berat molekul $N_2 = 28 \text{ g mol}^{-1}$

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

$$S_{\text{BET}} = \frac{S_t}{W_m} \quad (2.8)$$

Dimana : S_{BET} = Luas permukaan spesifik padatan
 W_s = Berat sampel

Volume pori-pori total dapat dihitung dengan perumusan sebagai berikut :

$$V_p = V_{\text{liq}} = \frac{P \times V_{\text{ads}} \times V_m}{R \times T} \quad (2.9)$$

Dimana : V_{liq} = Volume N_2 cair yang teradsorpsi

R = Konstanta untuk gas ($82,057 \text{ cm}^3 \cdot \text{atm/g} \cdot \text{mol} \cdot \text{K}$)

P = Tekanan uap N_2 cair = 1 atm

T = Temperatur N_2 cair yaitu 273 K

V_{ads} = Volume gas N_2 yang teradsorpsi

V_m = Volume N_2 cair yaitu $34,6 \text{ cm}^3 \text{ mol}^{-1}$

Dengan demikian diperoleh persamaan sebagai berikut :

$$V_p = V_{\text{gas}} \times 1,54 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^3/\text{g} \quad (2.10)$$

Dengan : V_{gas} = jumlah gas N_2 yang diadsorpsi pada $P/P_0 \approx 1$

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

$$r = \frac{2V_p}{S_{BET}} \quad (2.11)$$

Dimana : r = Jari-jari pori
 V_p = Volume pori

2.11 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. Metode ini didasarkan pada persamaan Kelvin yang ditulis pada persamaan 9 :

$$r_k = \frac{4,15}{\log(P_0 / P)} (\text{Å}) \dots\dots\dots (2.12)$$

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 sesuai persamaan 10 :

$$r_p = r_k + t \dots\dots\dots (2.13)$$

Dengan mengasumsikan bahwa tebal film teradsorpsi dalam pori adalah sama dengan pada bidang permukaannya pada berbagai nilai tekanan relatif, maka dapat ditulis sesuai persamaan 11 :

$$t = \left(\frac{W_a}{W_m} \right) \tau \dots\dots\dots (2.14)$$

W_a adalah berat adsorben pada tekanan relatif tertentu, W_m adalah bobot yang terkait dengan monolayer BET, dan nilai τ adalah $3,54 \text{ Å}$.

Kurva yang umum digambarkan oleh persamaan Halsey, dimana untuk nitrogen ditulis sesuai persamaan 12 :

$$t = 3,54 \left(\frac{5}{2,303 \log P_0 / P} \right)^{1/3} \dots\dots\dots (2.15)$$

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 sesuai persamaan 13 :

$$\Delta V_{liq} = \frac{\Delta V_{gas}}{22,4 \times 10^3} \times 34,6 = \Delta V_{gas} (1,54 \times 10^{-3}) \text{ cm}^3 \dots\dots\dots (2.16)$$

ΔV_{liq} dapat ditulis sesuai persamaan 14 :

$$\Delta V_{liq} = \pi \bar{r}_k^2 l \dots\dots\dots (2.17)$$

dan jika :

$$V_p = \pi \bar{r}_p^2 l \dots\dots\dots (2.18)$$

l adalah panjang pori, dengan menggabungkan kedua persamaan diperoleh :

$$V_p = \left(\frac{\bar{r}_p}{\bar{r}_k} \right)^2 [\Delta V_{liq}] \text{ cm}^3 \dots\dots\dots (2.19)$$

Luas permukaan dinding pori (S) dapat dihitung melalui :

$$S = \frac{2V_p}{r_p} \times 10^4 \text{ (m}^2\text{)} \dots\dots\dots (2.20)$$

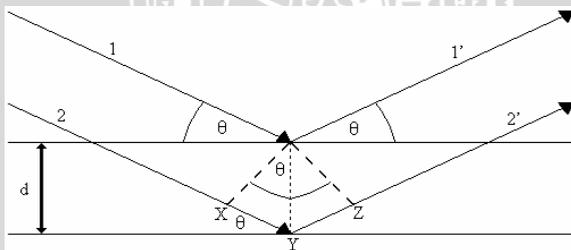
2.12 Penentuan Struktur Kristal Alumina Mesopori dengan Difraksi Sinar-X

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

Sinar X dapat dihasilkan dari dalam sebuah tabung sinar X. Didalam tabung sinar X tersebut terdapat filamen tungsten yang dipanaskan oleh aliran listrik sehingga dapat mengemisikan elektron. Elektron yang didorong oleh voltase tinggi akan bergerak lebih cepat

sehingga akan menabrak logam target, dan akan dihasilkan radiasi kontinyu dan radiasi karakteristik. Pada radiasi kontinyu, elektron yang menabrak logam target akan mengalami perlambatan atau bahkan berhenti dan sebagian energi kinetiknya diubah menjadi energi panas. Hanya <1% diubah menjadi sinar X, maka diperlukan aliran air untuk mendinginkan target agar tidak meleleh akibat panas. Pada radiasi karakteristik, akibat benturan dengan elektron berkecepatan tinggi, elektron pada 1s (tingkat energi terendah, K) akan terionisasi, dan elektron pada tingkat energi yang lebih tinggi mengisi kekosongan pada orbital tersebut. Pada proses transisi tersebut sinar X dipancarkan, dan menghasilkan spektrum yang khas. Radiasi K_{α} mempunyai panjang gelombang 1,5408 Å yang dihasilkan oleh transisi elektron dari kulit L ke K, sedangkan K_{β} mempunyai panjang gelombang 1,3922 Å yang dihasilkan oleh transisi elektron dari kulit M ke K dengan intensitas yang jauh lebih kecil (West, 1984).

Difraksi sinar-X merupakan metode analisis yang umum untuk mempelajari material kristalin (West, 1984). Metode difraksi sinar-X sering digunakan dalam mengidentifikasi kristal dengan mengamati pola difraksi pada daerah sudut difraksi (2θ) tertentu, maka dapat diketahui keterangan tentang sistem kristal secara spesifik (Klug dan Alexander, 1962). Menurut Bragg untuk dapat mengamati intensitas sinar-X, terdapat hubungan tertentu yang harus dipenuhi. Hubungan ini dikenal sebagai persamaan Bragg yang didasarkan pada gambar seperti di bawah, yaitu (West, 1994) :



Gambar 2.9 Difraksi sinar-X

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

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

$$xyz = n \lambda$$

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

$$(2.21)$$

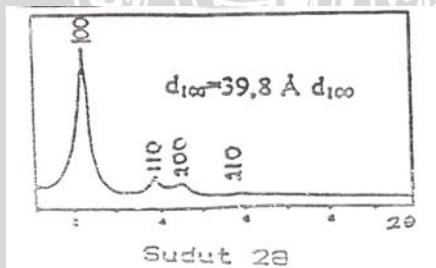
Dengan d = jarak antara bidang yang berurutan
 θ = sudut datang dan pergi sinar-X
 λ = panjang gelombang sinar-X
 n = bilangan bulat ($n = 1$).

Faktor-faktor yang dapat mempengaruhi intensitas difraktogram sinar-X adalah struktur, yaitu posisi atom-atom didalam unit sel, dan kemampuan menghamburkan oleh elektron; Kerusakan kristal-kristal; dan Nomor atom, kristal dengan struktur yang sama tetapi dengan nomor atom berbeda akan memberikan intensitas yang berbeda (West, 1984).

Menurut Willard, dkk (1988) ada dua cara yang dapat dilakukan untuk mengidentifikasi struktur kristal dengan difraksi sinar X, yaitu yang pertama adalah dengan cara membandingkan data d -spacing sampel dengan data d -spacing standar (*Joint Committee for Powder Diffraction Standard*) minimal 3 puncak standar, yaitu 3 puncak yang memberikan intensitas tertinggi, dan cara yang kedua adalah dengan mengindeks langsung, yang bisa dilakukan jika tidak ada standar.

Willard, dkk (1988) juga menjelaskan bahwa jika suatu kristal dikenai sinar-X, maka atom-atom dalam kristal yang membentuk bidang-bidang kisi akan mendifraksikan sinar-X tersebut. Dengan mengetahui indeks Miller dari bidang-bidang kisi suatu kristal, maka jarak antara bidang (d -spacing) dapat ditentukan. Kebalikan dari harga titik potong bidang terhadap ketiga sumbu koordinat merupakan bentuk triplet yang dinyatakan sebagai hkl dan disebut sebagai indeks Miller.

Huo, dkk (1994) mendapatkan pola difraksi sinar X dari hasil sintesis aluminosilikat mesopori yang ditunjukkan pada gambar 2.17 berikut ini.



Gambar 2.10 Pola Difraksi Aluminosilikat Heksagonal Mesopori (Huo, dkk, 1994)

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

No	Sistem kristal	Hubungan parameter <i>d-spacing</i> , indeks Miller dan parameter sel
1	Kubus	$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}$
2	Tetragonal	$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$
3	Heksagonal	$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left(\frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2}$
4	Ortorombik	$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}$
5	Monoklinik	$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{\sin^2 \beta} \left(\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2 \sin^2 \beta}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} - \frac{2hl \cos \beta}{ac} \right)$
6	Triklinik	$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{v^2} \left(h^2 b^2 \sin^2 \alpha + k^2 a^2 c^2 \sin^2 \beta + l^2 a^2 b^2 \sin^2 \gamma + 2hlabc^2 \{ \cos \alpha \cos \beta - \cos \gamma \} + 2hlab^2 c \{ \cos \alpha \cos \gamma - \cos \beta \} \right)$

2.13 Penentuan Gugus Fungsional Kristal Dengan Spektrofotometri Inframerah

Dalam bidang kimia anorganik, penggunaan metode spektrofotometri inframerah masih relatif sedikit, bila dibandingkan dengan bidang ilmu kimia yang lain terutama kimia organik. Hal ini

disebabkan oleh adanya molekul-molekul yang tidak bervibrasi secara bebas dalam kristalnya (Velde, 1992).

Metode analisis yang digunakan untuk mendeteksi gugus fungsional yang dimiliki suatu senyawa adalah metode Spektrofotometri inframerah. Setiap ikatan kovalen yang terdapat di dalam suatu molekul mengalami vibrasi, yang kisaran energi vibrasinya sama dengan kisaran energi radiasi inframerah. Apabila suatu molekul berinteraksi dengan radiasi inframerah, maka akan terjadi penyerapan terhadap radiasi inframerah yang energinya bersesuaian dengan energi vibrasi molekuler. Akibat penyerapan ini, amplitudo vibrasi akan mengalami peningkatan, sementara intensitas radiasi inframerah akan mengalami penurunan. Hal ini yang mendasari timbulnya spektra inframerah dari suatu molekul yang mengakibatkan molekul mengalami perubahan tingkat energi vibrasi dan perubahan tingkat energi rotasi (biasanya dari tingkat energi dasar) (Day dan Underwood, 1990).

Molekul yang berbeda strukturnya tidak akan mempunyai spektra inframerah yang tepat sama, karena 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, sehingga tidak ada 2 molekul yang berbeda strukturnya akan mempunyai spektra inframerah yang tepat sama, dengan membandingkan spektra inframerah dua senyawa yang diperkirakan identik, akan dapat dinyatakan apakah kedua senyawa tersebut benar-benar identik atau tidak (Sastrohamidjojo, 2001).

Dalam daerah radiasi inframerah atau *infrared spectroscopy* (IR), energi radiasi terbatas pada energi tingkat molekul. Daerah radiasi spektroskopi inframerah berkisar pada bilangan gelombang $12800 - 10 \text{ cm}^{-1}$ atau panjang gelombang $0,78 - 1000 \times 10^{-3} \text{ nm}$. Untuk tingkat molekul, perbedaan energi dalam keadaan vibrasi dan rotasi digunakan untuk mengabsorpsi sinar inframerah (Khopkar, 1990).

Tidak sama seperti dalam spektra ultraviolet, dalam spektra inframerah, Intensitas pita serapan tidak dapat diukur dengan mudah. Absorbansi suatu cuplikan pada frekuensi tertentu didefinisikan sebagai (Sastrohamidjojo, 2001) :

$$A = -\log\left(\frac{I}{I_0}\right) = -\log\left(\frac{P}{P_0}\right) = abc \quad (2.22)$$

Dimana I_0 adalah intensitas cahaya sebelum mengadakan interaksi dengan cuplikan dan I adalah intensitas cahaya sesudah mengadakan interaksi dengan cuplikan. Persamaan ini diperoleh dari hukum Beer. Transmittansi cuplikan dinyatakan dengan persamaan :

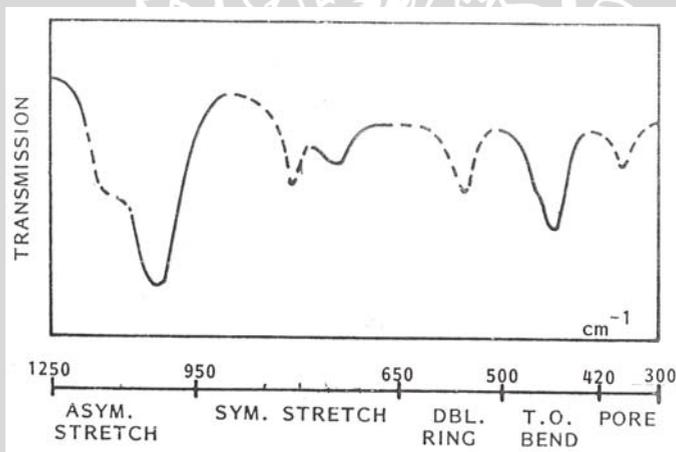
$$T = I/I_0 \quad (2.23)$$

Hubungan antara absorbansi dengan transmittansi dinyatakan dengan persamaan :

$$A = \log\left(\frac{1}{T}\right) \quad (2.24)$$

dimana A adalah Absorbansi, dan T adalah Transmittansi. Absorbansi dan Transmittansi mempunyai hubungan berbanding terbalik (Sastrohamidjojo, 2001).

Spektra IR alumina mesopori dapat dibandingkan dengan spektra IR pada zeolit yang mirip dengan spektra IR aluminosilikat, dimana pada 730 cm^{-1} muncul pita Al karena adanya vibrasi AlO_4 yang mana intensitasnya dipengaruhi jumlah Al yang terkandung (Deravane, 1992) :



Gambar 2.11 Spektra Infra Merah Zeolit (Deravane, 1992)

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan pada bulan Agustus 2006 – Maret 2007 di Laboratorium Fisik, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA), Universitas Brawijaya. Pengukuran volume pori, diameter rata-rata pori, dan luas permukaan spesifik padatan menggunakan *surface area analyzer* dilakukan di BATAN Yogyakarta. Penentuan struktur kristal dengan difraktometer dilakukan di Universitas Gajahmada Yogyakarta. Penentuan gugus fungsi permukaan dilakukan di Universitas Brawijaya.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

3.2.1 Bahan Kimia

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain : aluminium sulfat teknis, setiltrimetilamonium bromida (CTAB) p.a, natrium hidroksida (NaOH) teknis, asam sulfat teknis (H_2SO_4 97 % (b/b), $b_j = 1,84$ Kg/L), Rhodamin B p.a, akuades, dan kertas pH universal.

3.2.2 Alat Penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi : Botol polipropilen bertutup (wadah kristalisasi), botol sampel (botol film), Oven (Memmert U 30), desikator, tanur, seperangkat alat gelas, bola hisap, mortar, neraca analitik (Mettler AE 50), ayakan ukuran 150 mesh dan 250 mesh, pengaduk magnetik (*stirer*), kertas saring Watman no.42, kurs porselen bertutup, pH meter merk Orion model 710A, shaker merk Edmund Buhler SM 25, spektrometer 20 merk Bausch and Lomb, Spektrofotometer IR (merk SHIMADZU type FTIR-8400S), *Surface Area Analyser* (merk NOVA 1000). *X-Ray difraktometer* (merk SHIMADZU XRD-6000).

3.3 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dalam 3 tahap yaitu :

1. Sintesis Alumina Mesopori
2. Karakterisasi Alumina Mesopori
 - a. Penentuan % adsorpsi zat warna Rhodamin B pada satu kondisi

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

3. Analisis Data

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Sintesis Alumina Mesopori

3.4.1.1 Sintesis Alumina Mesopori pada Berbagai pH dengan temperatur Kalsinasi 600°C

Mengacu pada metode Huo dkk (1994a dan 1994b), sintesis alumina mesopori dilakukan dengan cara : aluminium sulfat dihaluskan dengan mortar dan ditimbang sebanyak 13,41 g kemudian dimasukkan sedikit demi sedikit ke dalam wadah polipropilen yang berisi 50 mL larutan pH 6 sambil diaduk menggunakan pengaduk magnetik hingga semua larut. Setelah semua aluminium sulfat larut, ditambahkan sedikit demi sedikit surfaktan setiltrimetilamonium bromida (CTAB) sebanyak 1,42 g sambil diaduk sampai larut dan homogen. Kemudian pH diukur lagi dengan kertas pH universal. Selanjutnya botol polipropilen yang berisi larutan campuran tersebut ditutup dan dibiarkan selama 48 jam. Kristal yang terbentuk disaring dan dikeringkan pada suhu 80°C selama 1 jam. Kemudian kristal tersebut dikalsinasi pada temperatur 600°C selama 3 jam terhitung sejak tercapainya temperatur tersebut. Kristal padatan mesopori yang dihasilkan (berbentuk 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 tersebut dikarakterisasi dengan uji adsorpsi rhodamin-B. Prosedur ini diterapkan untuk pH 7, 8, 9, 10, 11, 12, dan pH 13.

3.4.1.2 Sintesis Alumina Mesopori pada Berbagai Kalsinasi pada pH Optimum

Prosedur sintesis dilakukan seperti prosedur pada 3.4.1.1 dengan pH awal 9 (pH optimum) pada temperatur kalsinasi 800°C dan 1000°C.

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.

3.4.2 Karakterisasi Alumina Mesopori

3.4.2.1 Penentuan % Adsorpsi Rhodamin B

Mengacu pada penelitian Setianingsih dkk (2006), larutan rhodamin-B 100 ppm dipipet sebanyak 25 mL dimasukkan ke dalam erlenmeyer. Kemudian 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 dengan kertas saring Whatman no. 42. Konsentrasi sisa rhodamin-B dalam filtrat ditentukan secara spektrofotometri seperti pada prosedur 3.4.3. Setiap data konsentrasi sisa yang diperoleh tersebut digunakan untuk penentuan % adsorpsi rhodamin-B sebagai dasar penentuan pH optimum dan temperatur kalsinasi optimum sintesis. Data % adsorpsi diperoleh dari perhitungan dengan rumus:

$$\% \text{ adsorpsi} = \frac{C_{\text{awal}} - C_{\text{akhir}}}{C_{\text{awal}}} \times 100\%$$

dimana :

C_{awal} = konsentrasi rhodamin-B sebelum adsorpsi (ppm)

C_{akhir} = konsentrasi rhodamin-B setelah adsorpsi (ppm)

3.4.2.2 Penentuan Struktur Kristal Hasil Sintesis Alumina Mesopori Dengan Difraktrometer Sinar-X

Penentuan struktur kristal dengan difraksi sinar-X dilakukan pada sampel dengan kondisi 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. Sinar-

X diarahkan pada sampel sehingga terjadi difraksi. Identifikasi kristal dilakukan dengan cara membandingkan nilai d pada difraktogram dari sampel 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 dengan kondisi sintesis optimum dikarakterisasi dengan menggunakan *Surface Area Analyzer* untuk menentukan luas permukaan padatan, volume pori dan ukuran pori.

Dengan *Surface Area Analyzer*, diperoleh data volume gas N_2 yang teradsorpsi pada sampel. Data tersebut diolah dengan metode BET untuk menentukan luas permukaan padatan, volume pori-pori, dan jari-jari pori. Data luas permukaan spesifik (S_{BET}), volume pori (V_p) dan diameter pori (D_p) yang diperoleh, digunakan untuk menyusun grafik hubungan antara jenis surfaktan dengan masing-masing data tersebut, sehingga dapat diketahui jenis surfaktan yang memberikan harga luas permukaan spesifik (S_{BET}) tertinggi serta harga volume pori (V_p) dan diameter pori (D_p) pada luas permukaan spesifik (S_{BET}) tertinggi tersebut.

3.4.2.4 Penentuan Gugus Fungsional Kristal Menggunakan Spektrofotometer Inframerah

Karakterisasi senyawa alumina dilakukan dengan pengamatan spektrum infra merah untuk menentukan karakterisasi gugus fungsional yang terkandung dalam alumina mesopori hasil sintesis.

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

Hasil dari pengamatan spektrum infra merah diperoleh pita-pita serapan yang karakteristik, sehingga dapat ditentukan gugus fungsional yang terkandung didalam alumina mesopori hasil sintesis.

3.4.3 Penentuan Rhodamin B Secara Spektrofotometri Sinar Tampak

a. Penentuan λ_{max}

Larutan Rhodamin-B 2 ppm diukur absorbansinya dengan variasi panjang gelombang (400-600 nm) dan ditentukan nilai absorbansi yang terbesar sebagai penentuan panjang gelombang maksimum. Metode ini mengacu pada metode Yamada (2003) dan Setianingsih dkk (2006).

b. 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 1,00 mL. Kemudian masing-masing larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL dan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas. Larutan dikocok hingga homogen dan dimasukkan botol sampel untuk diukur absorbansinya dengan spektronik-20 pada $\lambda = 554$ nm. Dari hasil pengukuran dibuat kurva hubungan antara Absorbansi (x) dengan konsentrasi (y). Sehingga diperoleh persamaan regresi linier $y = ax$. Konsentrasi akhir rhodamin-B sesuai dengan lampiran.

c. Penentuan kadar Rhodamin B dalam larutan sampel

Penentuan kadar rhodamin-B dilakukan dengan cara memipet larutan filtrat rhodamin-B setelah adsorpsi sebanyak 0,5 mL dimasukkan kedalam labu ukur 25 mL dan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas. Larutan yang sudah diencerkan tersebut diukur %T-nya dengan spektronik-20 pada panjang gelombang 554 nm. %T yang didapat digunakan untuk menghitung 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 % rhodamin-B rata-rata yang diperoleh diuji statistik dengan uji F dan BNT.

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini dilakukan sintesis alumina mesopori dari aluminium sulfat berbagai pH kristalisasi dan temperatur kalsinasi untuk mempelajari pengaruhnya sekaligus mendapatkan kondisi sintesis optimum yang memberikan karakter alumina mesopori.

Proses sintesis alumina mesopori dilakukan dengan mencampurkan larutan yang mengandung CTAB (*Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide*) dan larutan aluminium sulfat pH 6-13.

Kondisi optimum pH sintesis dan temperatur kalsinasi ditentukan dengan cara uji adsorpsi zat warna bermolekul besar yaitu rhodamin-B. Pada kondisi optimum sintesis dilakukan karakterisasi volume pori, luas permukaan, dan diameter pori alumina mesopori dengan *Surface Area Analyzer*, karakterisasi struktur kristal alumina mesopori dengan difraksi sinar-X dan karakterisasi gugus fungsi permukaan alumina mesopori menggunakan spektrofotometri infra merah.

4.1. Penentuan pH optimum sintesis alumina mesopori

Kondisi pH berpengaruh terhadap harga kmk surfaktan terkait dengan pengaruh ion lawan (Rosen, 1978). Selain itu jenis komponen Al dalam larutan juga sangat berpengaruh (Swaddle, 1994) sehingga diperkirakan akan mempengaruhi kemudahan pembentukan mesofasa selama proses polimerisasi alumina serta saat kalsinasi. Kedua hal tersebut diperkirakan akan mempengaruhi karakter alumina mesopori hasil sintesis.

Produk alumina mesopori yang diharapkan pada penelitian ini adalah alumina mesopori berstruktur kristal heksagonal. Sesuai dengan mekanisme yang dijelaskan oleh Zhao, dkk (1996), pembentukan struktur kristal alumina heksagonal mesopori didahului dengan pembentukan mesofasa, dimana surfaktan membentuk misel tabung dengan bagian hidrofobik berkumpul di bagian dalam tabung, dan bagian luar tabung yang bermuatan positif berikatan dengan bagian anorganik. Tabung-tabung tersebut bergabung membentuk padatan mesofasa yang terdiri atas cetakan pori yang dibentuk surfaktan dengan dinding pori bagian anorganik, berupa anion aluminat atau kation aluminium dengan disertai pengikatan anion lain. Pada saat proses kalsinasi, surfaktan tersebut dihilangkan melalui proses dekomposisi termal,

sedangkan aluminat atau bagian anorganik membentuk padatan alumina dengan rongga-rongga pori sebesar cetakan pori yang ditinggalkan surfaktan.

Pada sintesis alumina mesopori ini pH divariasi dari kondisi asam sampai basa, yaitu pH 6 sampai pH 13. Pada kondisi asam (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 $S^+X^-M^{m+}$, dengan S^+ = surfaktan kationik, X^- = 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 Al^{3+} . Sementara itu pada kondisi netral dan basa(7-13), Al dalam larutan terutama berada sebagai kompleks anion (Tabel 4.1) sehingga jenis ikatan antara surfaktan dan bagian anorganik yang sesuai dengan yang diteorikan Zhao dkk 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 dalam air menurut Swadlle (1994) dan model ikatan menurut Zhao,dkk (1996).

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

Berdasarkan analisa data menggunakan RAL didapatkan nilai $F_{hitung} 102,907 > F_{tabel} 3,48$. Hal ini menunjukkan bahwa pH berpengaruh nyata terhadap rhodamin-B yang teradsorpsi. Kondisi 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.8.3

Hasil karakterisasi melalui uji adsorpsi rhodamin-B (pada Tabel 4.2 dan Gambar 4.2), menunjukkan bahwa pH sangat

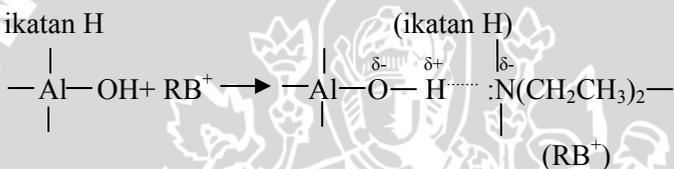
berpengaruh terhadap daya adsorpsi alumina mesopori terhadap zat warna. Mengingat bahwa rhodamin-B berukuran besar, maka diperkirakan makin optimal pembentukan daerah mesopori makin besar pula adsorpsi terhadap rhodamin-B.

Rhodamin-B adalah zat warna kation sedangkan alumina mengandung rantai Al-O-Al dan 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) seperti pada Gambar 4.1.

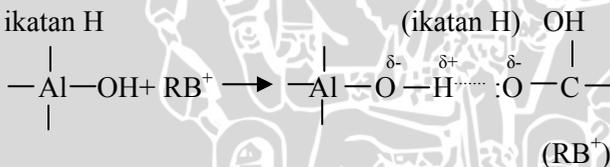
a).Reaksi tukar kation



b). ikatan H



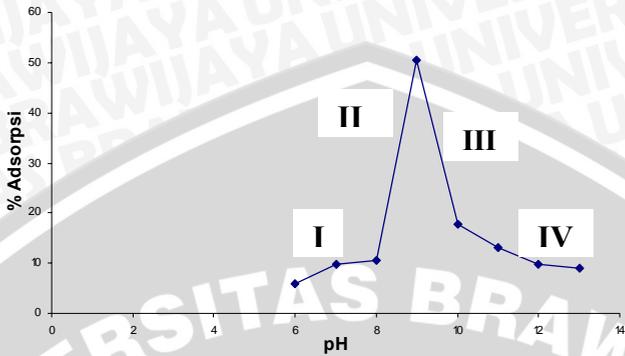
b). ikatan H



Gambar 4.1 Reaksi rhodamin-B dengan gugus permukaan alumina mesopori

Tabel 4.2 Data persentase rhodamin-B yang teradsorpsi pada alumina mesopori hasil sintesis pH 6-13, (150 rpm, 4 jam) jumlah adsorben 0,1g, konsentrasi rhodamin-B 100 ppm

pH	% Ads R-B rata2 ± SD
6	5,85 ± 4,54
7	9,73 ± 1,27
8	10,56 ± 1,91
9	50,54 ± 1,80
10	17,78 ± 1,79
11	13,02 ± 0,72
12	9,73 ± 1,27
13	8,89 ± 1,94



Gambar 4.2 Pengaruh pH terhadap rhodamin-B yang teradsorpsi pada alumina mesopori hasil sintesis pH 6-13, (150 rpm, 4 jam) jumlah adsorben 0,1 g, konsentrasi rhodamin-B 100 ppm

Pada Gambar 4.2. tampak bahwa dari pH 6 s/d 9, makin tinggi pH makin tinggi pula persen adsorpsi zat warna, sehingga diperkirakan makin tinggi pH makin optimal pembentukan daerah mesopori. Berdasarkan pola interaksi surfaktan dengan spesies Al pada Tabel 4.2, diperkirakan makin tinggi pH makin menurun kecenderungan pembentukan mesofasa melalui pola interaksi tak langsung $S^+X^m-M^{m+}$ dan makin meningkat kecenderungan pembentukan mesofasa melalui pola interaksi langsung S^+X^- . Pola kedua diperkirakan menghasilkan interaksi lebih kuat antara surfaktan dan alumina sehingga pembentukan mesofasa lebih optimal. Akibatnya pembentukan daerah mesopori juga lebih optimal, adsorpsi rhodamin-B menjadi meningkat pula. Tetapi peningkatan ini terjadi dalam 2 macam, dimana pada peningkatan I (pH 6-8), terjadi peningkatan yang landai atau tidak terlalu tajam. Hal ini diperkirakan disebabkan oleh masih adanya spesies lain berdasarkan Tabel 4.1 selain $Al(OH)_4^-$, yaitu $(SO_4^{2-})_2(Al(OH)_2^+)$, dan $(SO_4^{2-})_3Al^{3+}$ yang diperkirakan kurang efektif dalam membentuk mesofasa dengan surfaktan. Tetapi, pada peningkatan II, yaitu pada pH 9 terjadi peningkatan yang sangat tajam sekali, karena diperkirakan spesies yang ada semua $Al(OH)_4^-$ berada sebagai spesies yang efektif untuk membentuk ikatan mesofasa.

Sebaliknya peningkatan pH dari 9 s/d 13 menyebabkan penurunan persen adsorpsi zat warna, dengan demikian diperkirakan pembentukan daerah mesopori juga makin tidak

optimal. Jika dikaitkan dengan Tabel 4.2, maka sebenarnya dari pH 9 s/d 13 mekanisme pembentukan mesofasanya sama, yaitu melalui interaksi langsung (S^+X^-), oleh karena itu penyebab penurunan pembentukan mesofasa bukanlah karena perbedaan pola interaksi surfaktan dan bahan anorganiknya, melainkan karena faktor lain. Faktor lain itu terkait dengan makin banyaknya OH^- dalam larutan. Makin banyak OH^- makin banyak pesaing $Al(OH)_4^-$ untuk berikatan dengan surfaktan sehingga menyulitkan pembentukan mesofasa. Makin banyak OH^- juga makin meningkatkan gaya tarik antara gugus kepala surfaktan yang bermuatan positif dengan daerah hidrofilik yang akan menurunkan gaya tarik antara gugus kepala surfaktan sehingga menyulitkan pembentukan misel tabung (cetakan pori pada mesofasa), akibatnya pembentukan mesofasa semakin sulit, pembentukan diameter mesopori menjadi berkurang dan adsorpsi rhodamin-B juga berkurang. Selain itu, faktor lainnya yaitu adanya Na^+ yang berpengaruh dalam pembentukan misel karena adanya gaya tolak kation tersebut dengan kepala surfaktan yang bermuatan positif dalam membentuk misel (Rosen, 1992). Dari kedua faktor yang sangat berpengaruh dalam membentuk misel adalah OH^- . Penurunan ini terjadi dalam 2 macam, dimana pada penurunan 1(III) (pH 9-10), terjadi penurunan yang tajam, sedangkan pada penurunan kedua (IV) terjadi penurunan yang landai atau tidak terlalu tajam, hal ini disebabkan karena penambahan OH^- yang sudah tidak terlalu berarti.

Dari kajian pengaruh pH ini didapatkan pH 9 sebagai pH optimum sintesis alumina mesopori.

4.2 Uji pengaruh Temperatur Kalsinasi Terhadap % Adsorpsi Rhodamin-B oleh Alumina Mesopori

Kalsinasi kristal mesofasa bertujuan untuk menghilangkan surfaktan sebagai cetakan pori pada kristal mesofasa, sehingga terbentuk kristal mesopori.

Kajian pengaruh temperatur kalsinasi pada sintesis alumina mesopori dilakukan dengan cara memvariasi temperatur kalsinasi pada $600^{\circ}C$, $800^{\circ}C$ dan $1000^{\circ}C$. Dengan variasi temperatur ini, diharapkan akan diketahui temperatur kalsinasi optimum. Hasil karakterisasi melalui uji adsorpsi rhodamin-B (pada Tabel 4.3), dapat diketahui bahwa temperatur kalsinasi sangat berpengaruh terhadap %

adsorpsi rhodamin-B sehingga diperkirakan juga mempengaruhi karakter alumina.

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



Jika dikaitkan dengan sifat termal CTAB sebagai bahan organik, maka pada saat proses pembakaran akan menghasilkan produk karbon dioksida (CO_2) dan air (H_2O) (Brooks, dkk, 1977).

Tabel 4.3 Data persentase rhodamin-B yang teradsorpsi pada alumina mesopori hasil sintesis pada temperatur kalsinasi 600°C , 800°C dan 1000°C (150 rpm, 4 jam), jumlah adsorben 0,1 g, konsentrasi Rhodamin B 100 ppm

Kalsinasi ($^\circ\text{C}$)	% Ads rata2 \pm SD
600	18,75 \pm 5,74
800	50,55 \pm 1,80
1000	12,17 \pm 1,22

Dari Tabel 4.3 tampak bahwa dari temperatur kalsinasi 600°C ke 800°C terjadi kenaikan % adsorpsi zat warna, sehingga diperkirakan kenaikan temperatur kalsinasi tersebut menyebabkan pembentukan daerah mesopori lebih optimal. Hal ini sesuai dengan penelitian Inoue dkk (1989) yang menyatakan bahwa kenaikan temperatur dari 600°C ke 800°C menyebabkan peningkatan pembentukan mesopori dan mengurangi mikropori. Hal itu dapat terjadi karena terkait peningkatan kesempurnaan polimerisasi alumina ($\text{Al-OH} + \text{Al-O} \longrightarrow \text{Al-O-Al} + \text{H}_2\text{O}$) serta kesempurnaan dekomposisi CTA^+ .

Pada temperatur 800°C ini juga terbentuk gamma alumina (Inoue, dkk, 1989). Gamma alumina dibentuk oleh polimerisasi aluminat yang tidak tergabung oleh struktur mesofasa.

Sebaliknya kenaikan temperatur kalsinasi dari 800°C ke 1000°C menyebabkan penurunan % adsorpsi zat warna, dengan demikian diperkirakan pembentukan daerah mesoporinya juga menurun. Penurunan ini diperkirakan akibat kerusakan polimer

alumina heksagonal mesopori karena rusaknya mesopori dapat diakibatkan oleh peningkatan temperatur (Inoue, dkk, 1989), selain itu penurunan % 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 menurut Inoue, dkk., (1989) pada saat pembentukan alfa alumina, mesopori yang terbentuk akan hilang dan distribusi ukuran pori yang diperoleh tidak akan mempunyai puncak yang signifikan.

4.3 Karakter Alumina Mesopori Hasil Sintesis pada pH Optimum dan Temperatur 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.

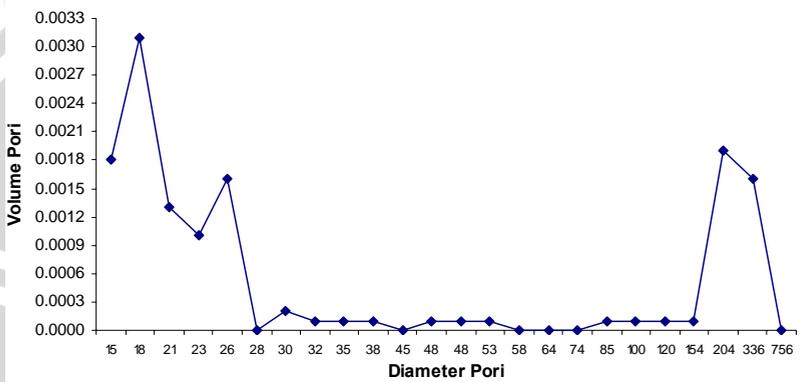
a. Karakter Pori dan Luas Permukaan

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 dengan metode BET (Brunnauer Emmet Teller) pada Lampiran 11. Data yang diolah dengan metode BET hanya data yang berada pada range P/Po 0,05 s/d 0,35 sesuai aturan BET dan dipilih yang memberikan nilai korelasi paling tinggi pada kurva BET. Sedangkan untuk menentukan kurva distribusi ukuran pori, luas permukaan spesifik mesopori, dan diameter mesopori, dilakukan pengolahan data dengan metode POD (Pierce Orr Dalla Valle) untuk data pengukuran adsorpsi gas N₂ pada lampiran 10. 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).

Dari hasil pengolahan dengan metode BET dan POD diperoleh data karakter pada Tabel 4.4 dan Gambar 4.3

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	0,04
S_{meso}	m^2/g	39,44
r_{meso}	Å	18,81
d_{meso}	Å	37,63



Gambar 4.3 Distribusi ukuran pori alumina mesopori hasil sintesis pada kondisi optimum

Pada Tabel 4.4 dapat diketahui bahwa diameter alumina hasil sintesis adalah sebesar $37,6250 \text{ \AA}$, sehingga dapat disimpulkan bahwa alumina hasil sintesis ini mempunyai daerah mesopori, karena menurut IUPAC (Bandyopadhyay, 2004) daerah mesopori adalah daerah yang berdiameter pori 20 sampai 500 Angstrom. Volume pori yang didapatkan adalah $0,04 \text{ cm}^3/\text{g}$, bila dibandingkan dengan volume pori alumina mesopori yang didapatkan Zhang, dkk (2004) yaitu $407,2 \text{ m}^3/\text{g}$, maka volume ini termasuk sangat kecil. Luas permukaan atau S_{meso} yang didapatkanpun juga termasuk sangat kecil, yaitu $39,44 \text{ m}^2/\text{g}$ sedangkan luas permukaan alumina mesopori yang didapatkan Zhang, dkk (2004) adalah $407,2 \text{ m}^2/\text{g}$. Kecilnya hasil yang diperoleh ini dapat dimungkinkan disebabkan oleh larutan yang digunakan untuk sintesis adalah larutan air yang berbeda dengan peneliti-peneliti sebelumnya (Davis, dkk, 1999; Pena, dkk, 2002; Mordechai, 2003; Zhang, dkk, 2004) yang menggunakan larutan organik sebagai pelarut. Adanya larutan dengan pelarut air ini, dimana larutan bersifat polar menyebabkan

terjadinya interaksi ionik, dimana sifat ion yang sangat suka air menyebabkan pembentukan mesofasa sulit terjadi karena $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ rentang ditarik oleh air yang kemudian akan berikatan dengan air.

Gambar 4.3 menunjukkan pola distribusi ukuran pori alumina mesopori hasil sintesis. Makin tinggi letak kurva makin besar volume pori, berarti menunjukkan makin banyak rongga pori yang terbentuk untuk diameter tertentu. Sebagai contoh rongga pori yang terbentuk dengan diameter pori 18 paling banyak diantara rongga pori dengan ukuran yang lain.

Dengan demikian dari Gambar 4.3 dapat diketahui bahwa rongga-rongga pori alumina mesopori terutama didominasi oleh rongga-rongga pori dengan ukuran 18, 26 dan 204 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 ukuran misel tabung surfaktan di dalam larutan yang juga berbeda. Perbedaan ini diperkirakan karena kesulitan penataan ulang misel akibat reaksi pembentukan mesofasa berjalan tanpa pemanasan.

Berdasarkan perhitungan dengan sistem hyperchem, panjang diameter surfaktan CTAB yaitu 23,155 Å, dan ukuran cetakan CTAB adalah 46,31 Å, sehingga dari data ini 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 Dengan Difraktometer Sinar-X

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.

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

Pola difraksi sinar-X alumina mesopori telah ditunjukkan pada Gambar 4.5 dan Gambar 4.6. Dari gambar tersebut dapat diketahui bahwa hasil sintesis merupakan campuran alumina heksagonal mesopori dengan gamma alumina. Adanya alumina heksagonal mesopori dapat diketahui dari hasil pengolahan data, yaitu saat data diindeks menunjukkan kecocokan dengan alumina mesopori (Lampiran 12). Dari penelitian-penelitian terdahulu diketahui bahwa bahan-bahan mesopori-mesopori, meliputi aluminosilikat mesopori (Poppl, 1995), silika mesopori (Johnson, dkk, 1999) semuanya mempunyai puncak diarah sudut kecil ($2\theta < 5$) dengan hkl (100).

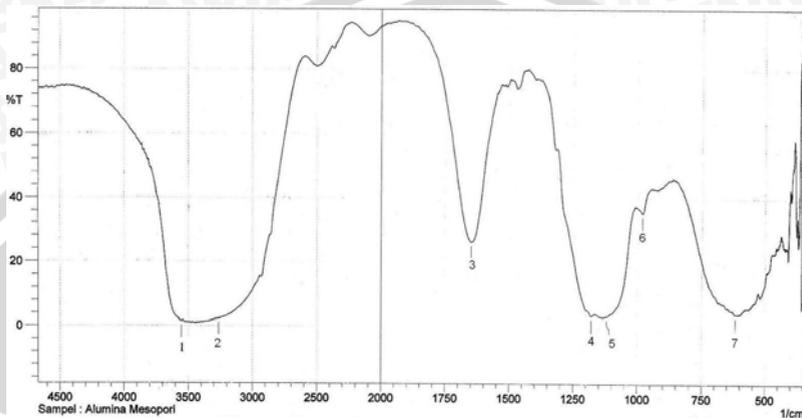
Ketika puncak dengan 2θ terendah dianggap sebagai puncak dengan hkl (100) untuk struktur heksagonal, ternyata sebagian besar puncak-puncak yang lain dengan 2θ lebih besar sesuai untuk struktur tersebut, sehingga dapat disimpulkan bahwa struktur kristal alumina mesopori hasil sintesis adalah kristal heksagonal mesopori. Begitu juga dengan adanya gamma alumina yang dapat diketahui dari hasil pencocokan data dengan data standar struktur gamma alumina (Lampiran 13).

Hasil kristalinitas yang ditunjukkan oleh ketinggian puncak serta banyaknya jumlah puncak yang dimiliki, dari Gambar 4.5 dan Gambar 4.6 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, sehingga dapat disimpulkan bahwa kristalinitas alumina heksagonal mesopori lebih baik dari pada kristalinitas gamma alumina.

c. Karakterisasi Gugus Fungsi Permukaan Alumina Mesopori

Pada penelitian ini telah dilakukan karakterisasi dengan spektrofotometri infra merah untuk mengetahui masih ada atau tidaknya sisa CTA^+ , dan juga untuk mengetahui keberadaan polimer alumina. Data pengukuran dengan spektrofotometri infra merah terdapat dalam Tabel 4.5. Untuk mengetahui ada atau tidaknya sisa CTA^+ maka spektra dicocokkan dengan data referensi terkait gugus gugus fungsi yang terdapat pada CTA^+ . Untuk mengetahui ada/tidaknya polimer alumina dilakukan pencocokan

dengan aluminosilikat. Hal ini mengingat pada kemiripan pola antara spektra alumina dan aluminosilikat.



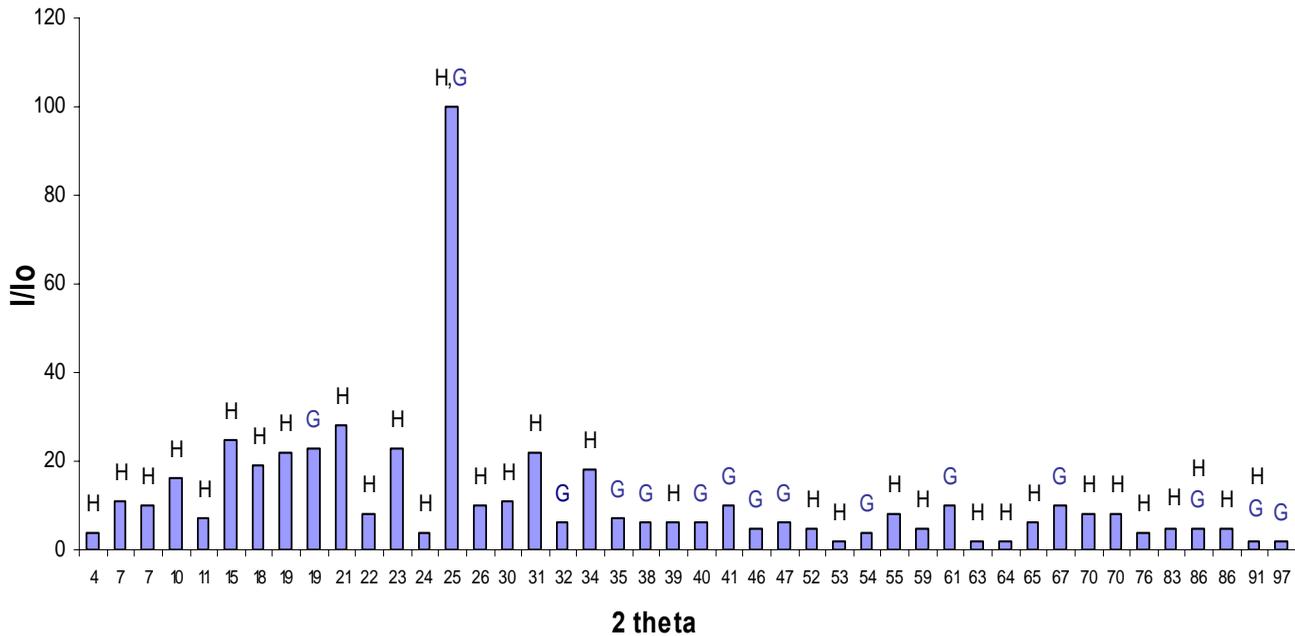
Gambar 4.4 Spektra infra merah alumina mesopori hasil sintesis pada kondisi optimum (pH 9 dan temperatur kalsinasi 800°C)

Tabel 4.5 Data Spektra Infra merah

No. pita	Alumina mesopori	Data referensi pembanding	interpretasi
	v	V	
1.	3553,60 (k,lb)	3626 (Deravane, 1992)	OH dari aluminol (Al-OH)
2.	3265,26 (k.lb)	3650-2930 (Sastrohamidjojo,1992)	Ulur OH pada Air
3.	1649,02 (k)	1635 (Sato,1981)	OH dari aluminol (Al-OH)
4.	1179,39 (l)	± 1200 (Hay dan Hema, 1998)	Rentang asimetri eksternal T-O-T
5.	1133,10 (s)	950-1100 (Hay dan Hema, 1998)	Rentang asimetri internal TO ₄
6.	981,70 (l)	980 (Pricop, dkk, 2004)	Vibrasi tekuk Al-OH
7.	618,14 (k)	615 (Pricop, dkk, 2004)	Vibrasi Al-O

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

Dari Tabel 4.5 dan Gambar 4.4 dapat diketahui bahwa spektra IR alumina mesopori tidak lagi mengandung gugus-gugus fungsi terkait CTA^+ , tapi sebaliknya mengandung gugus-gugus fungsi terkait polimer alumina. Adanya polimer alumina ditinjau dengan adanya serapan pita nomor 1 pada panjang gelombang 3553,60 yang menunjukkan adanya gugus OH dari aluminol yang merupakan OH terminal pada alumina yang tidak terpolarisasi sehingga berikatan dengan alumina. Serapan ini bisa dianalogkan dengan serapan gugus silanol (Si-OH) pada aluminosilikat, karena bilangan gelombang antara Si dan Al hampir sama hanya sedikit bergeser ke kiri (bilangan gelombang Al sedikit lebih besar dari Si). Pita serapan nomor 2 pada panjang gelombang 3265,26 menunjukkan adanya puncak serapan ulur pada air atau hidrat. Hal ini disebabkan karena sifat alumina yang mudah menyerap air dari udara pada saat preparasi pengukuran sampel, karena pengukuran tidak dilakukan diruangan yang vakum atau kedap udara. Pita nomor 3 pada panjang gelombang 1649,02 menunjukkan adanya puncak serapan OH dari OH terminal pada alumina. Panjang gelombang 1179,39 dan 1133,10 yang ditunjukkan oleh pita serapan nomor 4 dan 5 dapat diperkirakan merupakan daerah serapan rentangan asimetri eksternal T-O-T atau Al-O-Al dengan T=Al dan rentangan asimetri internal TO_4 . Adanya pita terkait TO_4 menunjukkan adanya tetrahedral AlO_4 dan pita terkait Al-O-Al menunjukkan adanya ikatan polimer antar AlO_4 . Pada panjang gelombang 981,70 (pita serapan nomor 6) menunjukkan adanya vibrasi tekuk Al-OH dan panjang gelombang 615,14 (pita serapan nomor 7) menunjukkan adanya vibrasi Al-O.



Keterangan :

G = Gamma

H = Heksagonal

Gambar 4.6. Grafik difraktogram sinar-X dari sampel pada puncak utama dengan melibatkan sudut kecil (<50)

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa :

1. pH awal optimum berpengaruh pada kemudahan pembentukan mesofasa alumina mesopori dan pembentukan daerah mesopori yang lebih optimal, pada pH <9 mesofasa sulit terjadi sedangkan pada pH >9 pembentukan mesofasa menurun. Temperatur kalsinasi optimum menyebabkan peningkatan pembentukan mesopori pada alumina mesopori
2. pH optimum sintesis alumina mesopori dicapai pada pH 9 dan temperatur kalsinasi optimum alumina mesopori dicapai pada temperatur kalsinasi 800°C dengan nilai adsorpsi rhodamin-B sebesar 50,54.
3. Alumina mesopori hasil sintesis pada kondisi optimum pada daerah mesopori mempunyai karakter : diameter pori 37,63 Å, luas permukaan spesifik 39,44 m²/g, dan volume pori 0,04 cm³/g, dengan struktur kristal heksagonal dan mempunyai gugus fungsi permukaan Al-O dan OH.

5.2 Saran

Dalam penelitian ini baru dikaji tentang kemampuan adsorpsi alumina mesopori terhadap rhodamin-B pada kondisi optimum, jadi disarankan untuk penelitian selanjutnya dapat dilakukan kajian pada kondisi sintesis yang lain, dengan variasi waktu kristalisasi atau waktu kalsinasi.

DAFTAR PUSTAKA

- Anonymous, 2002, Surfactant and Detergent, http://www.sigmaaldrich.com/brands/Fluka_Riedel_Home/Bio-science_Ultra/Detergents_Surfactant, tanggal akses : 13 Desember 2006.
- _____, 2006, Aluminium Sulphate, http://en.wikipedia.org/wiki/Aluminium_sulfate, tanggal akses : 13 November 2006.
- _____, 2006, Calcination, <http://en.wikipedia.org/wiki/Calcination>, tanggal akses : 13 November 2006.
- _____, 2006, Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide (CTAB), http://www.fef-chem.com/product_assortment_cetyl_bromide.htm, tanggal akses : 13 Desember 2006
- _____, 2007, Pengetahuan Keamanan Pangan: Tentang Pewarna (Rhodamin B), <http://www.halalguide.info/content/view/778/1/>, tanggal akses : 8 April 2007
- Bandyopadhyay, M., 2004, Synthesis of Mesoporous MCM-48 with Nanodispersed Metal and Metal Oxide Particles inside the Pore System, *dissertation*, Bochum
- Barrer, R. M., 1982, Hydrothermal Chemistry of Zeolites, Academic Press, Inc., London
- Bassett, J., Denney, R., C., Jeffery, dan G., H., Mendham, J., 1994, Buku Ajar Vogel Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik, Edisi 4, Alih Bahasa Dr. Hadyana Pudjaatmaka. Dan Ir. L. Setiono, Penerbit Buku Kedokteran EGC., Jakarta.
- Beck, J. S., Vartulli, J. C., dan Roth, W. J., 1992, A New Family Of Mesoporous Molecular Sieves Prepared With Liquid Crystal Template, *J. Am. Chem. Soc.*, 114, 1083-1084
- Bernasconi, G., 1995, Teknologi Kimia, Bagian 2, Cetakan 1, Alih Bahasa oleh Lienda Handojo, Penerbit PT. Pradya Paramita, Jakarta
- Brooks, G., William, E., dan Max, B., 1977, College Chemistry Seventh Edition, Litton Ed. Pub. Inc. New York

- Castellan, G.M., 1983, Physical Chemistry, 6th Ed, Addison Wisley Publishing Co., London, hal. 407-410
- Chao, K., Jonathan, D., Darid, D., dan Mark, J., 2001, Interval Physics: Contact Angel of Surfactant Solution on Rain-x Coated Substrate, J of the PGSS, 1-13.
- Daintith, dan John, 1990, A Concise Ductionary of Chemistry, Oxford University Press, United Kingdom.
- Davis, M., dan Sandy, T., 1999, Threatment Of Metal Plating An Finishing Wastes, *In Handbook Of Industrial Waste Treatment*, edited by LK Wang., MHS Wang., Mercell deker, Inc., New York
- Day, R., A., dan Underwood, A., L., 1990, Analisis Kimia Kuantitatif, Erlangga, Jakarta.
- Deravane, 1992, Zeolite Microporous Solids : Synthesis, Structure, and Reactivity, Kluwer Academic Publisher, Netherland
- Du, Tz-Bang, Shyue-Ming,J., dan Bor-Wen, C., Manufacture Of Mesoporous Alumina Of Boehmite Type Via Subcritical Drying And Application To Purify Liquid Crystal, *Chem. Eng. Science* [62,18-20](#), 4864-4868
- Fessenden,R.,J dan Fessenden, J.,S, 1992, Kimia Organik 3th Ed, Alih Bahasa Pujaatmaka, Erlangga, Jakarta. hal. 391-392
- Firouzi, D., Kumar, D., dan Bull, K. M., 1995, Cooperative Organization Of Inorganic-Surfactant And Biomumetics Assemblies, *Science*, 267, 1138-1143
- Goyne, K. W., Chorover., J., Kubicki., J. D., Zimerman, A. R. dan Brandley., S. L., 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 Hema.M. R. 1998. Solvent-Free Synthesis of Binary Inorganic Oxides. *J. Mater. Chem.* 1233–1239
- Huo, Q., Margolese., D.I., Cesla., U., Demuth., D.G., Feng., P., Gier., G.E., sieger., f.Firouzi, A., Chmelka., B.F., Schuth., F., dan Stucky.,G.D., 1994, Organization Of Organic Molecular Species Into Nanocomposites Iphase Arrays, *Chem. Materials*, 6, 1176 (a)

- Huo, Q., Margolese., D.I., Cesla., U., Demuth., D.G., Feng., P., Gier., G.E., sieger., f.Firouzi, A., Chmelka., B.F., Schuth., F., dan Stucky.,G.D., 1994, Generalized Syntsesis Of Periodic Surfactan/Inorganic Composites Material, *Nature*, 368, 317 (b)
- Inoue, M., Kazuhisa, dan K., Tomoyuki, I., 1989, Synthesis of Wide-Pore Alumina Support from Gibbsite, *J.Chem.Tech.Biotechmol*, 46, 233-247
- Khopkar, S. M., 1990, Konsep Dasar Kimia Analitik, Alih Bahasa A. Saptorahardjo, Penerbit Universitas Indonesia, Jakarta
- Klug, H. P. dan Alexander, L. E., 1962, X-Ray Diffraction Procedurs For Polycrystalline And Amourphous Material, 3rd edition, John Willey and Sons, New York. hal. 319-349
- Kresge, C.T., Leonowics, M. E., dan Roth, W. J., 1992, Ordered Mesoporous Molecular sieves Synthesized By A Liquid-Crystale Template Mechanism, *Nature*, 359, 710-712
- Kresge, Roth, W., dan Vartuli, 1996, M4IS : A New Family Of Mesoporous Molecular Sieves Prepared With Liquid Crystale Template, *Science and Tech. in catalyst*, 11-19
- Larry, D.B., J.F. Judkins, dan B.L. Weand, 1992, Process Chemistry for Water and Wastewater Treatment, Prentice-Hall, Inc, New York. hal. 202-206
- Lawrance, M. J., 1994, Surfactant System : Their – Use In Drug Delivery, *J. Chem. Soc. Rev.*, 417 – 424
- Lee, O. J; Cho, J. W dan Kang, H. C; 2001, Adsorption of Lead and Nickel Ions by a Ca-Bentonite, [www.mrs.org/publication/epubs/proceeding/fall 2001/jj](http://www.mrs.org/publication/epubs/proceeding/fall%2001/jj)
- Lowell, S., dan Shields, J.E., 1984, Power Surface Area Adn Porosity, Chapman and Hall Ltd, London. hal. 14-16.
- Luan, Z., Cheng, C. F., Zhou, W., dan Klinoswki, J., 1995, Mesopore Molecular Sieve MCM-41 Containing Framework Aluminium, *J. Phys. Chem.*, 99, 1018-1024
- McIntosh, D. J., 1999, Synthesis and Characterization of Mesoporous Sulfated Zirconia and its use as a Solid Acid Catalyst, *Thesis*, The University of Calgary, Canada

- Mohri, M., Uchida, Y., Sawabe, Y., dan Watanabe, H., 1997, Process for Producing Alpha-alumina, United States Patent 6521203
- Monnier, A., Schuth, F., dan Firouzi, A., 1993, Cooperative Formation Of Inorganic-Organic Interfaces In The Synthesis Of Silicate Mesosstructures, *Science*, 261, 1299-1303
- Mordechai, H., 2003, Multiphase And Fixed Bed Reactors And Applied Heterogenous Catalysis, http://profiler.bgu.ac.il/site/public_site/Show_user.cfm?user_id=755
- Moroi, Y., 1992, Micelles, Theoretical and Applied Aspects, Plenum Press, New York. hal. 45-46
- Murat, A., Meltem, A., Funa, S., Nadir, K., Ertugrul, A., dan Hikmet, S., 2006, A novel Approach to the Hydrothermal Synthesis of Anatase Titania nanoparticles and te Photocatalytic Degradation of Rhodamine B. *Turk J. Chem*, 30, 333-343
- Ninova, K. V., Nonokova, N. dan Morinov, M., 2002, Investigation the Adsorption Properties of the Natural Adsorbents Zeolite and Bentonite towards Copper Ions, *Mining and Mineral processing*, 44-45, (II), 93-97
- Ory, JMB., 2002, Methods Of Preparation Of Mesoporous Alumina With High Thermal Stanility, http://www.geoscopio.com/est/gmms/ott_en/producto_4980.htm
- Oscik, J. 1982, Adsorption. John Wiley and Sons Inc. British. hal. 91-92
- Pedro, K.K., Helena, S.S., Antonio, C.V., Coelho, dan Persio de Souza Santos., 2000, Stucture, 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*, 72, 4 Rio de Janeiro
- Pena, G.V., Alvarez., dan E.sastre., J.P., 2001, Improved Thermal Stability Of Mesoporous Alumina Support Of Catalyst For The Isomerazation Of Light Paraffins, *Studies In Surface Science & Catalysist*, 135, 1072

- Peter, D.G., J.M. Hayes, dan G.M. Hiefred, 1974, Chemical Separation and Measurement, 1th Ed, W.B. Sqendess Ca, Philadelphia. hal. 162.
- Poppl, A., Hartmann, M., dan Xevan, L., 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.*, 99, 17251-17258
- Pricop, A.M.K., E.J. Popovici, D. Roiban, T. Ursales, R. Grecu, dan E. Indrea, 2004, Multifuntional Skeletal Catalytic Support Alumina Based Composition for Porous Adsorbing Layer, *Journal of Optoelectronics and Advanced materials*, 6, (1), 219-224.
- Roosdiana dan Setianingsih, T., 2006. Sintesis Aluminosilikat Mesopori. Universitas Brawijaya. Malang.
- Rosen, dan J. Miller, 1978, Surfactans and Interfacial Phenomena, John Willey & sons, USA
- Safei, P., Anthonius, S., Syahfandi, A., dan Yustinus, 1997, Sintesis α -Alumina dengan Proses Sol-Gel, Prosiding pertemuan Ilmiah Sains materi.
- Sastrohamidjojo, H., 1992, Spektroskopi, Edisi pertama, Liberty, Yogyakarta
- Sastrohamidjojo, H, 2001, Dasar-dasar Spektroskopi, cetakan kedua, Liberty, Yogyakarta
- Sato, Taichi, 1981, Preparation of Aluminium Hidroksida by Reacting Sodium Aluminate Solution with Mineral Acid, *J. Chem. Tech. Biotechmol.*, 31, 670-675
- Sawyer, C. N. dan Mc Carty, P. L., 1987, Chemistry for Engineering, 3rd ed., Mc Graw Hill Book Company, New York
- Sax, N. I., dan Lewis, R. J., 1987, Hawley's Condensed Chemical Dictionary, 11th Ed., Van Ostrand Reinhold Co., New York. hal. 200.
- Schlumberger, 2003, Diagram of Quaternary Amine, Schlumberger Limited, [http://www. Glosary.Oilfield.slb.com](http://www.Glosary.Oilfield.slb.com)

- Sea, B., dan K.,H., Lee, 2001, Molecular Sieve silica Membrane Synthesized in Mesoporous γ -Alumina Layer, *Bull. Korean Chem.Soc.*, 22, 12
- Sekit, T., dan Onaka., M., 2006, Sulfated Mesoporous Alumina: A Highly Effective Solid Strong Base Catalyst For The Tishchenko Reaction In Supercritical Carbon Dioxide, *J.phys. Chem.*, 110, (3), 1240.
- Setianingsih, T dan Hasanah, U., 2004, Sintesis Karbon Mesopori dengan sTemplate Silikagel dan Natrium Silikat, Laporan penelitian DPP/SPP
- Setianingsih, T, Hasanah, U., dan Darjito, 2006, Sintesis Karbon Mesopori dari Limbah *Sludge* Industri Tekstil untuk Adsorpsi Zat Warna Bermolekul Besar, Laporan penelitian PHK A-2 Tahun 2006.
- Sutrisno, H., Retno, A., dan Ariswan, 2005, Silikat dan Titanium silikat Mesopori-mesotruktur berbasis struktur heksagonal dan kubik, *Jurnal Matematika dan Sains* 10, (2), 69-74.
- Swaddle, T. W., 1994, Aqueous Aluminat, Silicates and Aluminosilicate, *Chem. Soc. Rev.*, 23, (5), 319-325
- Vaisya, C.R dan Gupta, K. S., 2002, Modelling Arsenic (Ii) Adsorption from Water by Sulfate – Modified Iron-Coated Sand (Smiocs), *J. Chem. Tech. and Biotech*, 78, 73-80
- Velde, 1992, Introduction To Clay Minerals, Chapman and Hall, London. hal. 93-94
- Weber, Jr. W. J, 1972, Physical Chemical Processes for Water Quality Control, John Willey Interscience, New York. hal. 205
- West, A. R., 1984, Solid State Chemistry and its Application, John Willey and Sons, New York, 163, 18-19
- Williard, H., Merit, L.I., dan Dean, J. A., 1988, Intrumental Methods For Analysis, 7th Ed., Wards Wort Inc., New York. hal. 253
- Xu, B., Tiancun X., Zifeng Y., Xin S., Jeremy S., Sergio L. González Cortés., Farhan A., dan Malcolm L., Synthesis of mesoporous alumina with highly thermal stability using

glucose template in aqueous system, *Microporous and Mesoporous Materials*, 91, (1-3), 293-295

Yamada, K., Haraguchi, K., Carmel, C., Bussakorn, P., W., dan Mar, L., P., 2003, Removal of Dyes from Aqueous Solution wit coal Fly Ash. *International Ash Utilization Symposium, Center for Applied Energy research*, University of Kentucky.

Zhao, XS., Lu., GQM., dan Millar., GJ., 1996, Advances In Mesoporous Molecular Sieve MCM-41, *Industrial Engineering Chemistry Research*, 35, 2075

Zhang, X., Feng, Z., dan Kwong-Yu, C., 2004, The Synthesis of Large Mesoporous Alumina by Microemulsion Templating, Their Characterization and Properties as Catalyst Support, *Matterials Letters*, 58, 2872-2877

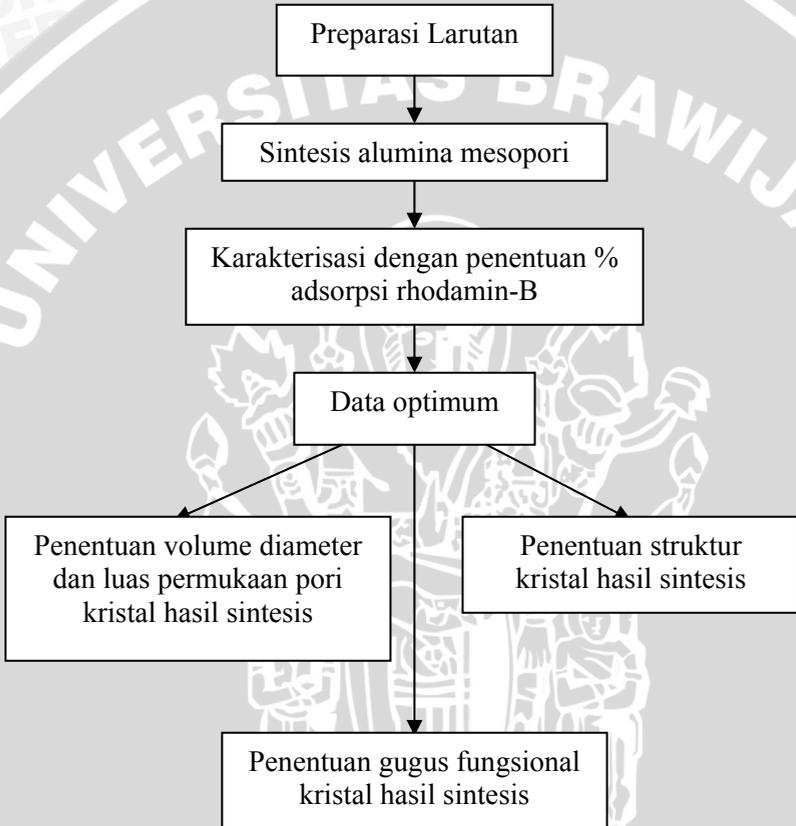


LAMPIRAN

Lampiran 1

Diagram Alir Penelitian

L.1.1 Tahapan Penelitian



L.1.2 Sintesis Alumina Mesopori pada Berbagai pH pada Kalsinasi 600°C



L.1.3 Sintesis Alumina Mesopori pada Berbagai Kalsinasi pada pH Optimum

50 mL larutan pH (optimum)

- diperlakukan sama dengan pada prosedur L.1.2 tetapi kalsinasi dilakukan pada temperatur kalsinasi 800°C dan 1000°C

Temperatur kalsinasi optimum

L.1.4 Karakterisasi kristal hasil sintesis

Kristal hasil sintesis

- diayak dengan ayakan 150 mesh dan 250 mesh (diambil yang tertahan)
- dilakukan karakterisasi
 - diuji adsorpsi zat warna Rhodamin B pada satu kondisi dan pada temperatur kamar
 - ditentukan struktur kristal* menggunakan difraksi sinar-X
 - ditentukan volume, diameter dan luas permukaan pori kristal* menggunakan metode BET
 - ditentukan gugus fungsi kristal* menggunakan spektrofotometri inframerah

Data

* dilakukan pada hasil sintesis pada pH kondisi optimum

L.1.5 Pembuatan rhodamin-B 100 ppm

Rhodamin B

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

Larutan rhodamin B 100 ppm

L.1.6 Penentuan absorbansi rhodamin-B dalam larutan sampel

Larutan Rhodamin B
100 ppm

- dipipet sebanyak 25 mL
- dimasukkan dalam erlenmeyer
- ditambahkan 0,10 g kristal alumina mesopori hasil sintesis
- ditutup dengan aluminium foil
- dikocok dengan pengocok elektrik (150 rpm, 4 jam)
- disaring dengan kertas saring Whatman no.42

Filtrat

L.1.7 Penentuan Rhodamin-B secara spektrofotometri

a. Penentuan λ maksimum

Larutan Rhodamin-B
2ppm

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

Data

b. Pembuatan 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
- dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL dan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas

Larutan rhodamin-B 1 ppm; 1,5 ppm; 2 ppm; 2,5 ppm; 3 ppm; 3,5 ppm dan 4 ppm.

- dikocok hingga homogen
- dimasukkan botol sampel dan diukur absorbansinya dengan spektrometri pada $\lambda_{maks}=554$ nm.

Persamaan kurva baku

c. 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 aquades hingga tanda batas (pengenceran 50x)
- diukur % T nya
- dihitung konsentrasi sisa rhodamin-B
- ditentukan % adsorpsinya sebagai dasar penentuan pH optimum dan temperatur kalsinasi optimum

Data

Dengan cara yang sama seperti pada prosedur L.1.7 poin c digunakan untuk mengukur filtrat larutan rhodamin-B sisa:

- hasil sintesis alumina mesopori pada berbagai pH dan kalsinasi 600°C
- hasil sintesis alumina mesopori pada pH optimum berbagai temperatur kalsinasi

Lampiran 2.

Perhitungan dan Preparasi Larutan

L.2.1 pembuatan Larutan Stok H₂SO₄

L.2.1.1 Pembuatan Larutan H₂SO₄ 0,1 M

Untuk membuat larutan H₂SO₄ 0,1 M dilakukan dengan cara memipet larutan H₂SO₄ pekat 97 % (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 ini dilakukan didalam lemari asam.

Perhitungan Molaritas Larutan H₂SO₄ pekat 97%

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

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

BM H₂SO₄ = 98,08 g/mol

Maka konsentrasi larutan H₂SO₄ pekat :

$$\begin{aligned} M(\text{H}_2\text{SO}_4) &= \frac{1,84 \text{ g/mL}}{98,08 \text{ g/mol}} \times 0,97 \times \frac{1000 \text{ mL}}{1 \text{ L}} \\ &= 18,197 \text{ M} \end{aligned}$$

Perhitungan Volume Larutan H₂SO₄ 0,1 M

$$M_1 V_1 = M_2 V_2$$

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

$$V_1 = 10 / 18,197$$

$$V_1 = 0,549 \text{ mL}$$

Dimana :

M₁ = konsentrasi larutan H₂SO₄ pekat yang dipipet

V₁ = volume larutan H₂SO₄ pekat yang dipipet

M₂ = konsentrasi larutan H₂SO₄ akhir

V₂ = volume H₂SO₄ hasil pengenceran

L.2.1.2 Pembuatan Larutan H₂SO₄ 0,01 M

Untuk membuat larutan H₂SO₄ 0,1 M dilakukan dengan cara memipet larutan H₂SO₄ 0,1 M sebanyak 10 mL, dimasukkan dalam labu ukur 100 mL yang telah berisi akuades sekitar 50 mL kemudian diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Perlakuan ini dilakukan didalam lemari asam.

Perhitungan Volume Larutan H₂SO₄ 0,01 M

$$\begin{aligned}M_1 V_1 &= M_2 V_2 \\0,1M V_1 &= 0,01 M \times 100 \text{ mL} \\V_1 &= 1 / 0,1 \\V_1 &= 10 \text{ mL}\end{aligned}$$

Dimana :

M_1 = konsentrasi larutan H₂SO₄ awal yang dipipet
 V_1 = volume larutan H₂SO₄ awal yang dipipet
 M_2 = konsentrasi larutan H₂SO₄ akhir
 V_2 = volume H₂SO₄ hasil pengenceran

L.2.2 Pembuatan Larutan Stok NaOH

L.2.2.1 Pembuatan Larutan NaOH 5 M

NaOH ditimbang 20 g dimasukkan kedalam beaker glass dan dilarutkan dengan aquades kemudian diencerkan didalam labu takar 100 mL dengan akuades hingga tanda batas.

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

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

Jadi, massa NaOH yang ditimbang adalah 20 g.

L.2.2.2 Pembuatan Larutan NaOH 0,1 M

Untuk membuat larutan NaOH 0,1 M dilakukan dengan cara memipet 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. Masing-masing perlakuan ini dilakukan didalam lemari asam.

Perhitungan Volume Larutan NaOH 0,1 M

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

Dimana :

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 NaOH hasil pengenceran

Tabel L.2.1 Pembuatan Larutan NaOH

$[\text{NaOH}]_{\text{awal}}$ $M_1(\text{M})$	Vol_{awal} $V_1(\text{mL})$	$[\text{NaOH}]_{\text{akhir}}$ $M_2(\text{M})$	$\text{Vol}_{\text{akhir}}$ $V_2(\text{mL})$
5	2	0,10	100
0,1	10	0,01	100

L.2.3 Pembuatan Larutan pH

Untuk membuat larutan pH digunakan larutan H_2SO_4 dan NaOH. Pertama-tama beaker glass 250 mL diisi dengan akuades 100 mL, kemudian diukur pH akuades menggunakan pH meter, dan didapatkan pH akuades dengan range pH 5-6. Untuk membuat larutan pH 6-9 digunakan larutan NaOH 0,1 M dan untuk membuat larutan pH 10-13 digunakan larutan NaOH 5 M dengan cara penambahan sedikit demi sedikit sambil diaduk dengan pengaduk magnetik. Untuk menepatkan pH larutan digunakan H_2SO_4 0,01M dan NaOH 0,01M sampai didapatkan pH yang diinginkan.

L.2.4 Pembuatan Larutan Rhodamin-B 100 ppm

Rhodamin-B ditimbang sebanyak 0,01 g dimasukkan kedalam beaker glass dan dilarutkan dengan aquades kemudian diencerkan didalam labu takar 100 mL dengan akuades hingga tanda batas.

Cara Perhitungan:

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

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

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

$$W = 10 \text{ mg} \\ = 0,01 \text{ g}$$

L.2.5 Pembuatan Larutan Standar Rhodamin B

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 dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL dan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas. Larutan dikocok hingga homogen dimasukkan botol sampel.

Cara Perhitungan larutan 1 ppm

$$\begin{aligned}M_1 V_1 &= M_2 V_2 \\100 \text{ ppm } V_1 &= 1,0 \text{ ppm } 25 \text{ mL} \\V_1 &= 25 / 100 \\V_1 &= 0,25 \text{ mL}\end{aligned}$$

Dimana :

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.2.2 Pembuatan Larutan Standar Rhodamin B

$M_1(\text{ppm})$	$V_1(\text{mL})$	$M_2(\text{ppm})$	$V_2(\text{mL})$
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

Lampiran 3.

Perhitungan Reaktan pada Sintesis

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



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

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

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

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

$$\text{Massa Al}_2\text{O}_3$$

$$\text{Mol Al}_2\text{O}_3 = \frac{\text{Massa Al}_2\text{O}_3}{\text{BM Al}_2\text{O}_3}$$

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

$$= 0,03922 \text{ mol}$$

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

$$= 0,03922 \text{ mol} \times 342 \text{ g/mol}$$

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

L.3.2 Perhitungan Mol Al dalam $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$

$$\text{Diketahui : Massa Al}_2(\text{SO}_4)_3 = 13,4118 \text{ g}$$

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

$$1 \quad : \quad 2$$

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

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

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

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

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

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

L.3.3 Perhitungan Massa Surfaktan (CTAB) yang harus ditimbang

Diketahui : Mol Al = 0,0784 mol

BM CTAB = 364,46 g/mol

Perbandingan Mol CTAB : Mol Al = 1 : 10
(Huo, dkk, 1994a)

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

L.3.3 Perhitungan Mol Surfaktan (CTAB)

Diketahui : Massa CTAB = 1,4287 g

BM CTAB = 364,46 g/mol

$$\begin{aligned}\text{Mol CTAB} &= \frac{\text{Massa CTAB}}{\text{BM CTAB}} \\ &= \frac{1,4287 \text{ g}}{364,46 \text{ g/mol}} \\ &= 0,0039 \text{ mol}\end{aligned}$$

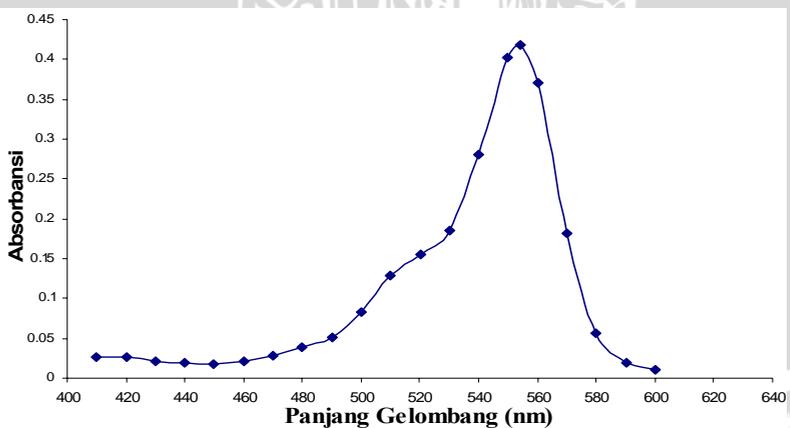
Lampiran 4.

Penentuan Panjang Gelombang Maksimum R-B

Tabel L.4.1 Data Hubungan Panjang Gelombang dan Absorbansi dari larutan Rhodamin-B

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 : * = panjang gelombang maksimum



Gambar L.4.1 Grafik Panjang Gelombang Maksimum

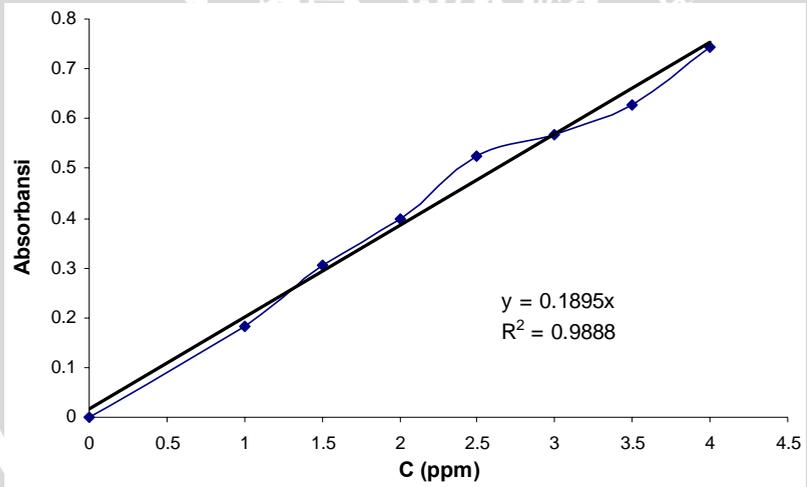
Lampiran 5.

Penentuan Kurva Baku

Tabel L.5.1 Data Hubungan Konsentrasi Larutan Rhodamin-B dan Absorbansi

C (ppm)	Absorbansi
0,0	0,0000
1,0	0,1826
1,5	0,3041
2,0	0,3979
2,5	0,5229
3,0	0,5688
3,5	0,6258
4,0	0,7452

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



Gambar L.5.1 Kurva Baku Larutan Rhodamin-B

L.5.2 Perhitungan Koefisien Regresi Persamaan Garis Kurva Baku

Tabel L.5.2 Data Perhitungan Hubungan Konsentrasi Larutan Rhodamin-B dan Absorbansi (A)

[Cr(VI)] (X_i)	Absorbansi (Y_i)	X_i^2	Y_i^2	$X_i Y_i$
0,0	0,000	0,00	0,0000	0,0000
1,0	0,1826	1,00	0,0333	0,1826
1,5	0,3041	2,25	0,0925	0,4562
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	2,9808
Σ	3,3473	50,75	1,8281	9,6194

Persamaan garis $y = 0,7589x$

Untuk mencari nilai a digunakan persamaan (3.4) :

$$a = \frac{\Sigma xy}{\Sigma x^2} = \frac{9,6194}{50,75} = 0,1895$$

Koefisien regresi dari persamaan garis $y = ax$ (3.7) :

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

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

$$R^2 = 0,9987$$

Lampiran 6.

Data Absorbansi Rhodamin-B Kalsinasi 800°C

Tabel L.6.1 Data Hubungan pH rhodamin-B dan Absorbansi

pH	% Ads R-B rata2 ± SD
6	5,8500 ± 4,5379
7	9,7383 ± 1,2675
8	10,565 ± 1,9133
9	50,5483 ± 1,8030
10	17,7866 ± 1,7877
11	13,0200 ± 0,7161
12	9,7383 ± 1,2675
13	8,8933 ± 1,9350

Contoh cara perhitungan % adsorpsi pada pH 6:

$$\begin{aligned} - \text{ C pengukuran} &= \frac{\text{Absorbansi}}{\text{Slope}} \\ &= \frac{0,3469}{0,1895} = 1,8306 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} - \text{ C sisa} &= \text{ C pengukuran} \times \text{fp} \\ &= 1,8306 \times 50 \\ &= 91,53 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} - \text{ \% adsorpsi} &= \frac{C_{\text{awal}} - C_{\text{akhir}}}{C_{\text{awal}}} \times 100\% \\ &= \frac{100 - 91,53}{100} \times 100\% \\ &= 8,47\% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} - \text{ SD} &= \sqrt{\frac{(x_1 - \bar{x})^2 + (x_2 - \bar{x})^2 + (x_3 - \bar{x})^2}{n - 1}} \\ &= \sqrt{\frac{(8,47 - 5,85)^2 + (0,61 - 5,85)^2 + (8,47 - 5,85)^2}{3 - 1}} \\ &= 4,53 \end{aligned}$$

dimana

fp = factor pengenceran = 50 X

n = jumlah pengulangan

Tabel L.6.2 Data Hasil Absorbansi Kalsinasi 800°C

pH	Abs.	fp	Slope	C pengk (ppm)	C sisa (ppm)	C awal (ppm)	% Ads	% Ads R-B rata2 ± SD
6	0,3469	50	0,1895	1,8306	91,5300	100	8,47 %	5,85 ± 4,53
	0,3767	50	0,1895	1,9878	99,3900	100	0,61 %	
	0,3469	50	0,1895	1,8306	91,5300	100	8,47 %	
7	0,3469	50	0,1895	1,8306	91,5300	100	8,47 %	9,73 ± 1,26
	0,3373	50	0,1895	1,7799	88,9950	100	11,00 %	
	0,3421	50	0,1895	1,8052	90,2600	100	9,74 %	
8	0,3373	50	0,1895	1,7799	88,9950	100	11,00 %	10,56 ± 1,91
	0,3327	50	0,1895	1,7556	87,7800	100	12,22 %	
	0,3469	50	0,1895	1,8306	91,5300	100	8,47 %	
9	0,1852	50	0,1895	0,9773	48,8650	100	51,13 %	50,54 ± 1,80
	0,1819	50	0,1895	0,9598	47,9900	100	52,01 %	
	0,1952	50	0,1895	1,0300	51,5000	100	48,50 %	
10	0,3057	50	0,1895	1,6131	80,6550	100	19,34 %	17,78 ± 1,78
	0,3101	50	0,1895	1,6364	81,8200	100	18,18 %	
	0,3190	50	0,1895	1,6833	84,1650	100	15,83 %	
11	0,3327	50	0,1895	1,7556	87,7800	100	12,22 %	13,02 ± 0,71
	0,3373	50	0,1895	1,7799	88,9950	100	11,00 %	
	0,3190	50	0,1895	1,6833	84,1650	100	15,83 %	
12	0,3421	50	0,1895	1,8052	90,2600	100	9,74 %	9,73 ± 1,26
	0,3469	50	0,1895	1,8306	91,5300	100	8,47 %	
	0,3373	50	0,1895	1,7799	88,9950	100	11,00 %	
13	0,3517	50	0,1895	1,8559	92,7950	100	7,20 %	8,89 ± 1,93
	0,3373	50	0,1895	1,7799	88,9950	100	11,00 %	
	0,3469	50	0,1895	1,8306	91,5300	100	8,47 %	



Lampiran 7.

Data Absorbansi Rhodamin-B pH Optimum (pH 9) Pada Berbagai Kalsinasi

Tabel L.7.1 Data Hubungan pH rhodamin-B dan Absorbansi

Kalsinasi (°C)	% Ads R-B rata2 ± SD
600	18,7533 ± 5,7426
800	50,5483 ± 1,803
1000	12,165 ± 1,215

Tabel L.7.2 Data Hasil Absorbansi pH Optimum (pH 9) pada Berbagai Kalsinasi

Kalsinasi (°C)	Abs.	fp	Slope	C pengk (ppm)	C sisa (ppm)	C awal (ppm)	% Ads	% Ads R-B rata2 ± SD
600	0,2810	50	0,1895	1,5039	75,1950	100	24,80 %	18,75 ± 5,74
	0,3105	50	0,1895	1,6385	81,9250	100	18,07 %	
	0,3283	50	0,1895	1,7324	86,6200	100	13,38 %	
800	0,1852	50	0,1895	0,9773	48,8650	100	51,13 %	50,54 ± 1,80
	0,1819	50	0,1895	0,9598	47,9900	100	52,01 %	
	0,1952	50	0,1895	1,000	51,5000	100	48,50 %	
1000	0,3283	50	0,1895	1,7324	86,6200	100	13,38 %	12,16 ± 1,21
	0,3375	50	0,1895	1,7810	89,0500	100	10,95 %	
	0,3329	50	0,1895	1,7567	87,8350	100	12,16 %	

Lampiran 8

Uji Statistik Penentuan pH awal Optimum

Tabel L.8.1 Data % Rhodamin B yang teradsorpsi oleh Alumina Mesopori Hasil Sintesis

pH	% Teradsorpsi			Total	Rerata %
	1	2	3		adsorpsi ±SD
6	8,47	0,61	8,47	17,55	5,85 ± 4,53
7	8,47	11,00	9,74	29,21	9,74 ± 1,26
8	11,00	12,22	8,47	31,69	10,56 ± 1,91
9	51,13	52,01	48,50	151,64	50,55 ± 1,80
10	19,34	18,18	15,83	53,35	17,78 ± 1,78
11	12,22	11,00	15,83	39,05	13,02 ± 0,71
12	9,74	8,47	11,00	29,21	9,74 ± 1,26
13	7,20	11,00	8,47	26,67	8,89 ± 1,93
			Total	378,37	126,12

Uji Statistik Pengaruh pH terhadap Adsorpsi Rhodamin B

Ada tidaknya pengaruh pH terhadap adsorpsi rhodamin B maka dilakukan uji F dengan langkah- langkah sebagai berikut :

1. Menghitung Faktor Koreksi (FK)

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

$$FK = \frac{(378,37)^2}{30}$$

$$FK = 4772,13$$

2. Menghitung Jumlah Kuadrat (JK)

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

$$JK_{total} = [(8,47)^2 + (0,61)^2 + \dots + (8,47)^2] - 4772,13$$

$$JK_{total} = 10453,34 - 4772,13$$

$$JK_{total} = 5681,21$$

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

$$= \frac{\left[(17,55)^2 + (29,21)^2 + \dots + (26,67)^2 \right]}{3} - 4772,13$$

$$JK_{\text{perlakuan}} = 10365,27 - 4772,13$$

$$JK_{\text{perlakuan}} = 5593,14$$

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

$$JK_{\text{galat percobaan}} = 5681,21 - 5593,14$$

$$JK_{\text{galat percobaan}} = 88,07$$

3. Menghitung Kuadrat Tengah (KT) setiap Sumber Keragaman

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

$$KT_{\text{perlakuan}} = \frac{5593,14}{7}$$

$$KT_{\text{perlakuan}} = 799,02$$

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

$$KT_{\text{galat percobaan}} = \frac{88,07}{16}$$

$$KT_{\text{galat percobaan}} = 5,50$$

4. Menghitung Nilai F

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

$$F_{\text{hitung}} = \frac{799,02}{5,50}$$

$$F_{\text{hitung}} = 142,23$$

Tabel L.8.2. Analisa Ragam Pengaruh pH Terhadap % Adsorpsi

Sumber keragaman	dB	JK	KT	F _{hitung}	F	
					hitung	tabel
Perlakuan	7	5593,14	799,02	102,907	142,23	3,48
Galat	16	88,07	5,50			
Total	23	5681,21				

Karena F hitung > F tabel maka Ho ditolak yang artinya ada pengaruh pH terhadap adsorpsi rhodamin B.

Untuk mengetahui perlakuan mana saja yang berpengaruh berbeda satu dengan yang lain maka dilakukan uji Beda Nyata Terkecil (BNT) dengan taraf nyata $\alpha = 0,05$ yang nantinya akan dibandingkan dengan nilai tengah tiap perlakuan.

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

$$BNT_{(0,05)} = t_{(0,025; 20)} \sqrt{\frac{2 \times 5,50}{3}} = 2,086 \times 1,92 = 4,01$$

Tabel L.8.3 Hasil Uji BNT Pengaruh pH awal

pH	%	6	7	8	9	10	11	12	13
		5,85	9,74	10,56	50,55	17,78	13,02	9,74	8,89
6	5,85	0,00	3,89*	4,71*	44,7*	11,93*	7,17*	3,89*	3,04*
7	9,74		0,00	0,82*	40,81*	8,04*	3,28*	0,00	tn
8	10,56			0,00	39,99*	7,22*	2,46*	tn	tn
9	50,55				0,00	tn	tn	tn	tn
10	17,78					0,00	tn	tn	tn
11	13,02						0,00	tn	tn
12	9,74							0,00	tn
13	8,89								0,00

Keterangan : * = beda nyata pada taraf 5 %

tn = beda tidak nyata pada taraf uji 5 %

Lampiran 9

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

Tabel L.9.1 Data P/Po dan volume (mL/g) gas N₂ untuk alumina mesopori pada kalsinasi 800°C

p/po	v (mL/g)
0.1450	1.7898
0.2004	2.0126
0.2507	2.2071
0.2899	1.8766
0.3267	1.8816
0.3635	1.9174
0.4003	1.9450
0.4383	1.9804
0.4742	2.0065
0.5824	2.0169
0.5495	1.9938
0.5855	2.0122
0.6224	1.9844
0.6480	1.9809
0.6927	1.9723
0.7346	1.9742
0.7632	2.0039
0.8094	2.0295
0.8363	1.9862
0.8837	2.0217
0.9098	1.0549
0.9544	1.9263
0.9815	1.9503

Lampiran 10

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

A. Contoh perhitungan untuk alumina mesopori hasil sintesis pada kondisi optimum (pH awal 9, 800°C)

a. Perhitungan Jari-jari Kelvin

$$\begin{aligned}\log \frac{p_0}{P} &= \log \frac{1}{p/p_0} \\ &= \log \frac{1}{0,1450} \\ &= 0,8386\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}r_k &= \frac{4,15}{\log p_0/p} \\ &= \frac{4,15}{0,8386} = 4,9487 \text{ \AA}\end{aligned}$$

$r_{k(\text{rata-rata})}$ diperoleh dari rata-rata r_k pada 2 baris yang berdekatan dalam kolom r_k pada Tabel 9.1

$$\begin{aligned}r_{k(\text{rata-rata})} &= \frac{r_{k1} + r_{k2}}{2} \\ &= \frac{3,1534 + 3,5661}{2} \\ &= 3,3598 \text{ \AA}\end{aligned}$$

b. Perhitungan Jari-jari pori nyata

$$\begin{aligned}t &= 3,54 \left(\frac{5}{2,303 \log p_0/p} \right)^{1/3} \\ &= 3,54 \left(\frac{5}{2,303 \cdot 0,8386} \right)^{1/3} \\ &= 3,0549 \text{ \AA}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}r_p &= r_k + t \\ &= 3,3598 + 3,0549 \\ &= 6,4147 \text{ \AA}\end{aligned}$$

$r_{p(\text{rata-rata})}$ diperoleh dari rata-rata r_p pada 2 baris yang berdekatan dalam kolom r_p pada Tabel 9.1

$$\begin{aligned} r_{p(\text{rata-rata})} &= \frac{r_{p1} + r_{p2}}{2} \\ &= \frac{7,3327 + 7,9203}{2} \\ &= 7,6265 \text{ \AA} \end{aligned}$$

c. Perhitungan Volume pori

ΔV_{gas} diperoleh dari selisih V_{gas} pada 2 baris yang berdekatan dalam kolom V_{gas} pada Tabel 9.1

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

$$\begin{aligned} \Delta V_{\text{gas}(1)} &= V_2 - V_1 \\ &= 1,3189 - 1,0894 \\ &= 0,2295 \text{ cm}^3 / \text{g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \Delta V_{\text{liq}(1)} &= \Delta V_{\text{gas}(1)} \times 1,54 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^3 / \text{g} \\ &= 0,2295 \times 1,54 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^3 / \text{g} \\ &= 0,0004 \text{ cm}^3 / \text{g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} V_p &= \left(\frac{r_p}{r_k} \right)^2 (\Delta V_{\text{liq}}) \text{ cm}^3 / \text{g} \\ &= \left(\frac{7,6265}{3,3598} \right)^2 \times 0,0004 \\ &= 0,002 \text{ cm}^3 / \text{g} \end{aligned}$$

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

$$V_{p \text{ meso}} = 0,0371 \text{ cm}^3 / \text{g}$$

d. Perhitungan Luas Permukaan Mesopori

$$\begin{aligned} S &= \frac{2V_p}{r_p} \times 10^4 \\ &= \frac{2.0,002}{7,6265} \times 10^4 \text{ m}^2 / \text{g} \\ &= 5,2448 \text{ m}^2 / \text{g} \end{aligned}$$

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

$$S_{\text{meso}} = 39,4418 \text{ m}^2/\text{g}$$

e. Perhitungan Diameter Mesopori

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

$$\begin{aligned} r_{\text{meso}} &= 2 \frac{0,0371 \cdot 10^4 \text{ m}^2 / \text{g}}{39,4418 \text{ m}^2 / \text{g}} \\ &= 18,8125 \text{ \AA} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} D_{\text{meso}} &= 2 \times r_{\text{meso}} \\ &= 2 \times 18,8125 \text{ \AA} \\ &= 37,625 \text{ \AA} \end{aligned}$$

Dari pengolahan data adsorpsi gas nitrogen untuk alumina mesopori hasil sintesis pada kondisi optimum (pH awal 9, 800°C) dengan metode POD diperoleh data luas permukaan spesifik, volume pori dan ukuran pori pada Tabel L.10.1

Tabel L.10.1 Data luas permukaan spesifik, volume pori dan ukuran pori

Karakter	Satuan	Alumina mesopori
V_p (meso)	cm^3/g	0,0371
S_{meso}	m^2/g	39,4418
r_{meso}	\AA	18,8125
d_{meso}	\AA	37,6250

Tabel L.10.2 PENGOLAHAN DATA ADSORPSI GAS NITROGEN DENGAN METODE POD Alumina Mesopori (pH 9, 800°C)

p/po	po/p	v (mL/g)	logpo/p	rk	logpo/p)1/3	t	ΔV gas	ΔV liq	rp	rp rata	rk rata	Vp	S	D rata
0.1450	6.8984	1.7898	0.8387	4.9479	0.9431	4.8565	0.2228	0.0003	9.8043	10.4554	5.4459	0.0013	2.4192	20.9109
0.2004	4.9911	2.0126	0.6982	5.9439	0.8871	5.1626	0.1944	0.0003	11.1065	11.7209	6.4257	0.0010	1.7000	23.4418
0.2507	3.9884	2.2071	0.6008	6.9075	0.8438	5.4278	0.3305	0.0005	12.3353	12.8426	7.3126	0.0016	2.4448	25.6852
0.2899	3.4493	1.8766	0.5377	7.7176	0.8132	5.6322	0.0050	0.0000	13.3498	13.8583	8.1293	0.0000	0.0322	27.7166
0.3267	3.0612	1.8816	0.4859	8.5410	0.7862	5.8258	0.0358	0.0001	14.3668	14.9169	8.9920	0.0002	0.2034	29.8337
0.3635	2.7509	1.9174	0.4395	9.4430	0.7603	6.0240	0.0276	0.0000	15.4670	16.0660	9.9399	0.0001	0.1383	32.1321
0.4003	2.4982	1.9450	0.3976	10.4368	0.7353	6.2283	0.0354	0.0001	16.6651	17.3485	11.0101	0.0001	0.1561	34.6970
0.4383	2.2818	1.9804	0.3583	11.5833	0.7102	6.4485	0.0261	0.0000	18.0318	18.7545	12.1960	0.0001	0.1013	37.5089
0.4742	2.1086	2.0065	0.3240	12.8088	0.6868	6.6683	0.0104	0.0000	19.4771	22.2887	15.2425	0.0000	0.0308	44.5775
0.5824	1.7170	2.0169	0.2348	17.6762	0.6169	7.4241	0.0231	0.0000	25.1004	24.1168	16.8170	0.0001	0.0606	48.2335
0.5495	1.8200	1.9938	0.2601	15.9579	0.6383	7.1753	0.0183	0.0000	23.1332	24.2152	16.9034	0.0001	0.0479	48.4304
0.5855	1.7081	2.0122	0.2325	17.8490	0.6149	7.4483	0.0277	0.0000	25.2973	26.6031	19.0011	0.0001	0.0630	53.2063
0.6224	1.6067	1.9844	0.2059	20.1531	0.5905	7.7559	0.0035	0.0000	27.9090	28.9594	21.0873	0.0000	0.0071	57.9189
0.6480	1.5433	1.9809	0.1885	22.0214	0.5733	7.9885	0.0085	0.0000	30.0099	32.2410	24.0237	0.0000	0.0147	64.4820
0.6927	1.4436	1.9723	0.1595	26.0261	0.5423	8.4460	0.0019	0.0000	34.4721	37.2015	28.5029	0.0000	0.0027	74.4029
0.7346	1.3613	1.9742	0.1340	30.9797	0.5117	8.9511	0.0297	0.0000	39.9308	42.3252	33.1722	0.0001	0.0352	84.6505
0.7632	1.3102	2.0039	0.1173	35.3647	0.4896	9.3549	0.0256	0.0000	44.7196	50.0281	40.2751	0.0001	0.0243	100.0562
0.8094	1.2355	2.0295	0.0918	45.1854	0.4512	10.1512	0.0433	0.0001	55.3366	59.7709	49.3269	0.0001	0.0328	119.5418
0.8363	1.1957	1.9862	0.0776	53.4683	0.4266	10.7370	0.0355	0.0001	64.2053	76.8216	65.3828	0.0001	0.0197	153.6432
0.8837	1.1316	2.0217	0.0537	77.2974	0.3772	12.1405	0.9669	0.0015	89.4379	101.9156	89.2065	0.0019	0.3814	203.8312
0.9098	1.0991	1.0549	0.0410	101.1156	0.3449	13.2777	0.8714	0.0013	114.3933	167.8879	152.8522	0.0016	0.1929	335.7757
0.9544	1.0478	1.9263	0.0203	204.5888	0.2727	16.7936	0.0241	0.0000	221.3824	378.1260	358.3286	0.0000	0.0022	756.2521
0.9815	1.0188	1.9503	0.0081	512.0684	0.2009	22.8013								

Catatan : data P/Po dan V gas merupakan data pengukuran dengan *surface area analyzer*

LAMPIRAN 11

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

A. Contoh perhitungan untuk alumina mesopori hasil sintesis pada kondisi optimum (pH awal 9, 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.11.1 Perhitungan luas permukaan spesifik

p/po	V (ml/g)	V x bj	W =Ws xVx Bj	Po/p	Y=1/(W(Po/P-1))
0.1450	1.7898	0.0022	0.00021	6.8984	788.5475
0.2004	2.0126	0.0025	0.00024	4.9911	1036.3740
0.2507	2.2071	0.0028	0.00027	3.9884	1262.1351
0.2899	1.8766	0.0023	0.00023	3.4493	1811.1437
0.3267	1.8816	0.0024	0.00023	3.0612	2146.4420

P_0 : 747,66 mmHg

W_{sampel} : 0,0961 g

bj_{nitrogen} : $1,25 \times 10^{-3}$

P/P_0 : tekanan relatif

V_{gas} : volume gas N_2 yang teradsorpsi

W_{gas} : berat gas N_2 yang teradsorpsi ($V_{\text{gas}} \times \eta_{N_2}$)

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

Maka diperoleh persamaan garis lurus sebagai berikut :

$$Y = 7549x - 422.02$$

Sehingga diketahui :

Slope, s = 7549

Intersep, i = - 422.02

R^2 = 0.9422

Dengan demikian diperoleh :

$$W_m = \frac{1}{s+i} = \frac{1}{7549 - 422,02} = 0,00014 \text{ g}$$

Luas permukaan total padatan dihitung dengan cara :

$$S_t = \frac{W_m \times N \times A}{M}$$

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

$$S_t = \frac{0,00014 \times 6,23 \cdot 10^{23} \times 16,2 \cdot 10^{-20}}{28}$$
$$= 0,5046 \text{ m}^2$$

Dengan demikian luas permukaan spesifik (S) diperoleh :

$$S = \frac{S_t}{W_s} = \frac{0,5046 \text{ m}^2}{0,0961 \text{ g}} = 5,2508 \text{ m}^2/\text{g}$$

b. Perhitungan volume pori

Diketahui $V_{\text{gas}} (P/P_o = 0.9815) = 1.9503 \text{ cm}^3/\text{g}$

Sehingga $V_{\text{liq}} = 1,9503 \text{ cm}^3/\text{g} \times 1,54 \times 10^{-3}$
 $= 0,003 \text{ cm}^3/\text{g}$

Volume pori = $V_{\text{liq}} = 0,003 \text{ cm}^3/\text{g}$

c. Perhitungan jari pori rata-rata

$$r_p = \frac{2V_p}{S} = \frac{2 \times 0.003 \text{ cm}^3 / \text{g} \times 10^{-6} \text{ m}^3 / \text{cm}^3}{5.2508 \text{ m}^2 / \text{g}}$$

$$= 1,1426 \cdot 10^{-9} \text{ cm}^3/\text{m}^2$$

$$= 11,426 \text{ \AA}$$

$$D_p = 2 \times 11,426 \text{ \AA} = 22,852 \text{ \AA}$$

Dari pengolahan data adsorpsi gas nitrogen untuk alumina mesopori hasil sintesis pada kondisi optimum (pH awal 9, 800°C) dengan metode BET diperoleh data luas permukaan spesifik, volume pori dan ukuran pori pada Tabel L.11.2.

Tabel L.11.2 Data luas permukaan spesifik, volume pori dan ukuran pori

Karakter	Satuan	Alumina mesopori
V_p	cm^3/g	0,003
S	m^2/g	5,2508
r_p	Å	11,426
d_p	Å	22,852



Lampiran 12

Menentukan Harga Parameter Sel dan Indeks Miller Alumina Heksagonal Mesopori

- a. Penentuan harga parameter sel a dan indeks Miller untuk $l=0$ untuk struktur heksagonal mesopori.

Untuk puncak tertinggi difraktogram :

$$2\theta = 3,62$$

$$d = 24,388$$

$hkl = 100$ (hasil mencocokkan dengan jurnal)

Rumus hubungan d , parameter sel dan indeks miller untuk struktur heksagonal adalah:

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

dari rumus hubungan tersebut dapat dihitung nilai a ketika $hkl=100$ sbb :

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

$$\frac{1}{24,388^2} = \frac{4}{3} \left(\frac{1^2 + 1 \times 0 + 0^2}{a^2} \right)$$

$$\frac{1}{24,388^2} = \frac{4}{3} \left(\frac{1}{a^2} \right)$$

$$3a^2 = 4(24,388^2)$$

$$a^2 = \frac{4}{3}(24,388^2)$$

$$a = 28,16$$

Dengan harga a ini maka dapat dilakukan pengindeksan puncak-puncak dengan $hkl = (hk0)$ untuk kristal heksagonal dengan cara sebagai berikut :

$$h^2 + hk + k^2 = \frac{3a^2}{4d^2}$$

contoh perhitungan pada $hkl = 200$ dengan $d = 12,2338$

$$h^2 + hk + k^2 = \frac{3 \times 28,16^2}{4 \times 12,2338^2} = 2,0$$

maka, hkl coba-cobanya adalah $h=2, k=0, l=0$

Dengan cara yang sama maka diperoleh data hkl untuk puncak-puncak yang sebagaimana dituliskan pada Tabel L.12.1 berikut.

Tabel L.12.1 Hasil penentuan indeks Miller alumina mesopori untuk $l = 0$

2θ	d(Å)	I/I ₀	a ²	hkl
3,6200	24,3880	4	793,03	1 0 0
7,2200	12,2338	10	793,03	2 0 0
9,9350	8,8959	16	793,03	1 2 0
11,1300	7,9433	7	793,03	3 0 0
17,9600	4,9349	19	793,03	5 0 0
18,7200	4,7363	22	793,03	3 3 0
21,7100	4,0903	8	793,03	6 0 0
22,8400	3,8904	23	793,03	2 5 0
23,9500	3,7126	4	793,03	6 1 0
25,3275*	3,5137	100	793,03	4 4 0
26,1900	3,3999	10	793,03	6 2 0
29,9800	2,9785	11	793,03	7 2 0
33,5633	2,6679	18	793,03	8 2 0
39,1000	2,3019	6	793,03	8 4 0
52,1000	1,7541	5	793,03	9 7 0
52,9700	1,7273	2	793,03	13 2 0
55,4100	1,6569	8	793,03	9 8 0
59,1300	1,5612	5	793,03	10 8 0
62,6450	1,4818	2	793,03	10 9 0
64,1500	1,4506	2	793,03	13 6 0
65,2100	1,4295	6	793,03	14 5 0
70,1050	1,3412	8	793,03	11 10 0
75,9500	1,2519	4	793,03	15 7 0
83,4400	1,1575	5	793,03	20 2 0
85,6400	1,1333	5	793,03	21 1 0
86,1800	1,1276	5	793,03	18 6 0

- b. Menentukan harga c dan hkl untuk $l \neq 0$ untuk struktur heksagonal mesopori.
 Untuk puncak-puncak yang tidak memiliki indeks Miller $hk0$ maka dicari nilai hkl yang sesuai dengan cara mencari hkl coba-coba sedemikian sehingga memberikan nilai c yang relatif sama.

Tabel L.12.2 Hasil penentuan hkl dengan $l \neq 0$

2θ	d	1/Io	a	hkl	c
15,1500*	5,8434	25	28,16	1 0 4	24,0749
20,7950*	4,2682	28	28,16	1 2 4	24,0776
30,5100	2,9276	22	28,16	1 1 4	23,9442
c rata-rata =					24,0322

Contoh perhitungan :

Diket : $a = 28,16$

$d = 5,8434$

hkl coba-coba = 104

hk harga c ditentukan dengan cara sbb:

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

$$\frac{1}{5,8434^2} = \frac{4}{3} \left(\frac{1^2 + 1 \times 0 + 0^2}{28,16^2} \right) + \frac{1}{c^2}$$

$$0,0293 = \frac{4}{3} \left(\frac{1}{792,9856} \right) + \frac{1}{c^2}$$

$$0,0293 = \frac{4}{3} (0,0013) + \frac{1}{c^2}$$

$$0,0293 = 0,0017 + \frac{1}{c^2}$$

$$\frac{16}{c^2} = 0,0293 - 0,0017$$

$$c^2 = \frac{16}{0,0276} = 579,6014$$

$$c = \sqrt{579,6014} = 24,0749$$

Dengan cara yang sama maka diperoleh data hkl untuk puncak-puncak yang lain seperti pada tabel L.12.2

Lampiran 13

Pengindeksan Data Difraktogram Sampel Berdasarkan Struktur Gamma Alumina

- a. Mencocokkan harga d

Tabel L.13.1 Hasil Mencocokkan harga d

Alumina Mesopori Tanpa Pemanasan Kasinasi 800 C		Standar Gamma Alumina	
2 θ	d (Å)	2 θ	d (Å)
19,3200	4,5906	19,43	4,560
32,1883	2,7787	31,94	2,800
38,0950	2,3603	37,60	2,390
39,6400	2,2718	39,49	2,280
45,5100	1,9915	45,38	1,997
60,5600	1,5277	60,90	1,520
66,9000	1,3975	67,03	1,395
85,6400	1,1333	85,02	1,140
96,9200	1,0291	97,19	1,027

- b. Menentukan hkl 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 = 3,5137

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

$$h^2 + k^2 + l^2 = \frac{3,41^2}{3,5137^2}$$

$$= \frac{11,6281}{12,3461}$$

$$= 0,9418$$

$$\approx 1$$

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.13.1

Tabel L.13.1 Hasil penentuan hkl Gamma alumina

2θ	d	I/I_o	Hkl coba-coba
25,3275*	3,51368	100	1 0 0
34,5400	2,59470	7	1 1 0
46,6000	1,94744	6	1 0 1
54,0000	1,69673	4	1 1 1

Lampiran 14

Menghitung Panjang Gelombang Al-O dan Si-O

Diket : massa atom Al = 27 g/mol

Si = 28 g/mol

O = 16 g/mol

Rumus umum bilangan gelombang mengikuti hukum Hook (Khopkar, 2003):

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

Si-O	Al-O
$\mu = \frac{m_1 \times m_2}{m_1 + m_2}$	$\mu = \frac{m_1 \times m_2}{m_1 + m_2}$
$\mu = \frac{28 \times 16}{28 + 16}$	$\mu = \frac{27 \times 16}{27 + 16}$
$= \frac{448}{44}$	$= \frac{432}{43}$
$= 10,18$	$= 10,05$

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