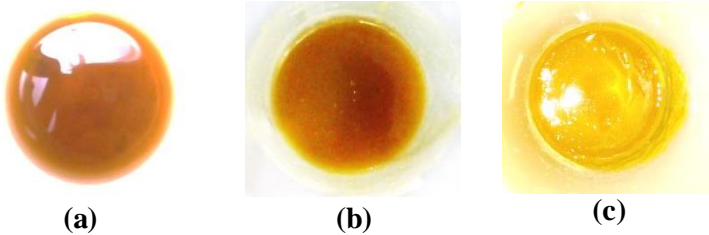


## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

### 4.1 Pengaruh Jumlah Pelarut terhadap Karakteristik Hidrogel

Pada penelitian ini mempelajari pengaruh jumlah pelarut terhadap karakteristik hidrogel. Pengaruh jumlah pelarut terhadap karakteristik hidrogel ditunjukkan pada **Gambar 4.1.** dan **Tabel 4.1.**

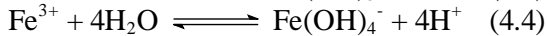
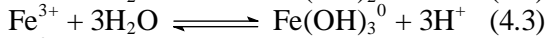
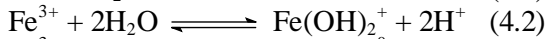
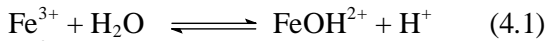


**Gambar 4.1:** Hidrogel yang terbentuk dalam berbagai perlakuan (a) Empat gram  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  di dalam 50 ml aquades, (b) Empat gram  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  di dalam 75 ml aquades, (c) Empat gram  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  di dalam 100 ml aquades

**Tabel 4.1:** Pengaruh jumlah pelarut terhadap larutan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  yang ditambahkan dan karakteristik hidrogel yang terbentuk

Perlakuan	Larutan $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ yang ditambahkan (mL)	Waktu <i>Aging</i> (jam)	Karakteristik hidrogel yang terbentuk
(a)	109,2	1	Coklat
(b)	105	3	Coklat-kekuningan
(c)	103,7	5	Kuning

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, jumlah pelarut mempengaruhi banyaknya larutan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  yang ditambahkan. Semakin banyak jumlah pelarut, maka larutan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  yang ditambahkan semakin sedikit. Hal ini disebabkan karena pada pelarut air,  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  akan terionisasi menjadi  $\text{Fe}^{3+}$  dan  $\text{NO}_3^-$  (pH larutan berkisar 1,4-1,6). Kemudian, dengan jumlah pelarut yang semakin banyak maka pH larutan  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  menjadi semakin besar akibat konsentrasi  $\text{H}^+$  yang semakin kecil. Sedangkan  $\text{Fe}^{3+}$  akan mengalami reaksi hidrolisis dengan  $\text{H}_2\text{O}$  sebagai berikut [32]:



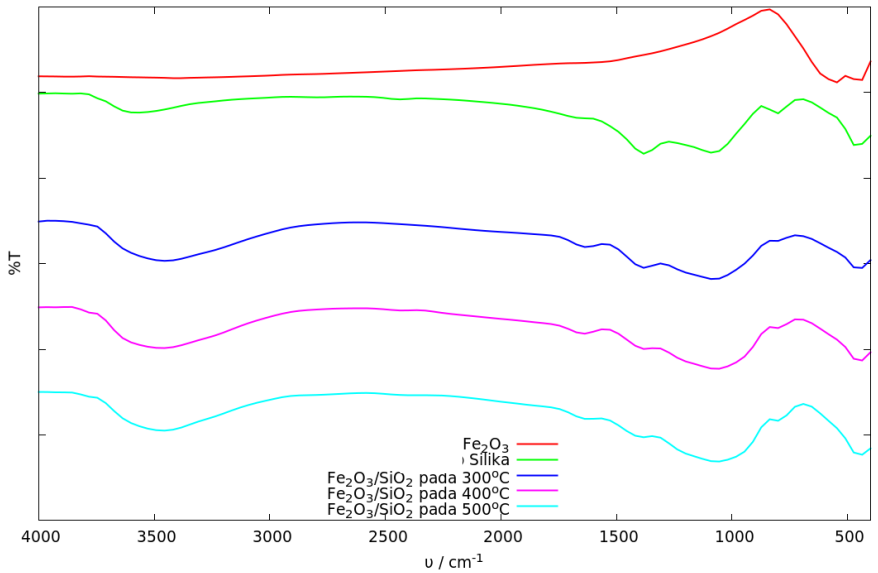
Pengaturan pH untuk membuat hidrogel ditentukan pada pH 5, karena diharapkan pada pH tersebut hidrogel dapat terbentuk. Hal ini berdasarkan jika kondisi yang terlalu asam, maka struktur hidrogel yang terbentuk adalah struktur bercabang yang lemah. Sedangkan pada kondisi terlalu basa, maka struktur yang lebih rapat dan keras [6].

Banyaknya jumlah pelarut dapat mempengaruhi waktu *aging* dari hidrogel. Hal ini disebabkan semakin banyak pelarut maka semakin rendah konsentrasi silikat. Konsentrasi silikat yang rendah menyebabkan reaksi kondensasi semakin lambat. Oleh karena itu, waktu *aging* akan semakin lambat.

Ditinjau dari warna hidrogel yang terbentuk, warna hidrogel semakin terang dengan peningkatan jumlah pelarut. Terbentuknya warna pada hidrogel tersebut disebabkan terbentuknya oksida besi(III) hidrat ( $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  atau  $\text{FeOOH}$ ) yang mempunyai warna coklat-kekuningan ( $\alpha$ - $\text{FeOOH}$ ) dan jingga ( $\gamma$ - $\text{FeOOH}$ ) [33]. Kemungkinan oksida besi hidrat yang terbentuk pada hidrogel dengan jumlah pelarut yang banyak adalah  $\gamma$ - $\text{FeOOH}$ . Sedangkan kemungkinan oksida besi(III) hidrat yang terbentuk pada hidrogel dengan jumlah pelarut yang sedikit adalah  $\alpha$ - $\text{FeOOH}$ .

## 4.2 Analisis dengan FTIR

Analisis dengan FTIR bertujuan untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terdapat di dalam katalis  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ . Selain itu, gugus-gugus fungsi yang teridentifikasi di dalam katalis  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  dibandingkan dengan gugus fungsi  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dan  $\text{SiO}_2$  (pembanding). **Gambar 4.2** menunjukkan gabungan dari spektra FTIR masing-masing spektra FTIR yang terdapat di **Lampiran C**.



**Gambar 4.2:** Spektra FTIR dari  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (pembanding), silika (pembanding), katalis  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  dengan variasi temperatur kalsinasi 300 °C, 400 °C dan 500 °C

**Tabel 4.2:** Interpretasi spektra FTIR dari  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (pembanding), silika (pembanding), katalis  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  dengan variasi temperatur kalsinasi 300 °C, 400 °C dan 500 °C

v (cm <sup>-1</sup> )					Interpretasi	
Blanko $\text{Fe}_2\text{O}_3$	Blanko silika	$\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ (300 °C)	$\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ (400 °C)	$\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ (500 °C)	v (cm <sup>-1</sup> )	Gugus fungsi
442,3	461,72	454,00	454,00	450,15	463-465	Fe(III)-O [5], [29]
					461	$\delta$ Si-O-Si [34], [35]
533,08	-	-	-	-	538	Fe-O [5]
-	799,24	795,38	793,45	793,45	700-800	Vibrasi ulur simetrik Si-O-Si

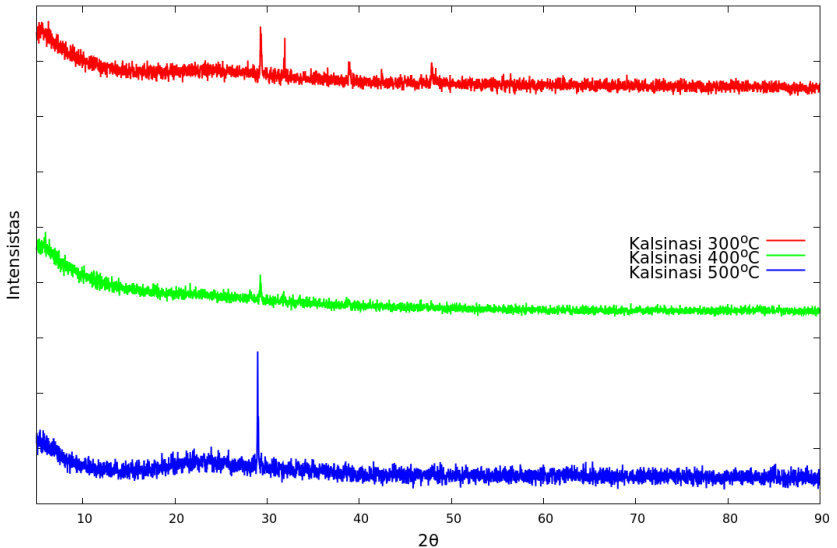
						[5], [34]– [36]
-	1088,54	1075,0 4	1073,1 1	1073,1 1	1089	Vibrasi ulur asimetrik Si-O-Si [34]
-	1383,63	1383,6 3	1383,6 3	1383,6 3	1200	Vibrasi ulur asimetrik Si-O-Si [5], [34]
-	1645,93	1630,5 0	1634,3 6	1634,3 6	1637	Vibrasi tekuk OH [37]
-	3663,04	3424,1 8	3464,6 8	3464,6 8	3400	Vibrasi ulur OH [37]

Berdasarkan interpretasi spektra FTIR, kemungkinan terdapat Fe(III)-O dari katalis Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SiO<sub>2</sub> karena terdapat vibrasi pada bilangan gelombang 450-454 cm<sup>-1</sup> walaupun pada bilangan gelombang yang mendekati juga terdapat vibrasi dari ikatan Si-O-Si. Sedangkan vibrasi untuk ikatan Fe-O pada bilangan 533,08 cm<sup>-1</sup> tidak ditemukan pada katalis Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SiO<sub>2</sub> karena kemungkinan Fe-O berikatan dengan Si membentuk ikatan Fe-O-Si yang menyebabkan vibrasi pada bilangan gelombang 533,08 cm<sup>-1</sup> menghilang. Vibrasi Fe-O-Si terjadi pada bilangan gelombang 1000 cm<sup>-1</sup> [5].

Vibrasi pada daerah bilangan gelombang sekitar 795, 1075, 1383,63 cm<sup>-1</sup> pada katalis Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SiO<sub>2</sub> menunjukkan bahwa pada katalis tersebut ditemukan adanya SiO<sub>2</sub> karena vibrasi-vibrasi pada daerah bilangan gelombang tersebut merupakan vibrasi yang menunjukkan ikatan Si-O-Si. Jika spektra blanko silika dibandingkan dengan spektra dari katalis Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SiO<sub>2</sub> dengan variasi temperatur kalsinasi terlihat hampir menyerupai, tetapi pada spektra FTIR dari katalis Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SiO<sub>2</sub>, vibrasi pada bilangan gelombang 1000 cm<sup>-1</sup> terlihat melebar. Hal ini menunjukkan adanya ikatan Fe-O-Si (vibrasi ulur asimetrik Fe-O-Si) yang tumpang tindih dengan ikatan Si-O-Si [5].

### 4.3 Analisis dengan XRD

Analisis dengan XRD bertujuan untuk mengidentifikasi spesi  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  yang terbentuk di dalam katalis  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  merupakan  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  (hematit) dan  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  (maghemit). Pada **Gambar 4.3** menunjukkan gabungan dari spektra XRD pada **Lampiran D**.



**Gambar 4.3:** Spektra XRD katalis  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  dengan variasi temperatur kalsinasi

**Tabel 4.3:** Interpretasi Spektra XRD Katalis  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  dengan variasi temperatur kalsinasi

T kalsinasi 300 °C		T kalsinasi 400 °C		T kalsinasi 500 °C		$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$	
d (Å)	I (%)	d (Å)	I (%)	d (Å)	I (%)	d (Å)	I (%)
3,05	100	3,05	100	3,08	100	2,70	100
2,80	75,69	-	-	-	-	2,52	70
-	-	-	-	2,29	3,21	2,29	3
2,31	33,43	-	-	-	-	2,20	20
1,89	48,54	-	-	-	-	1,84	40

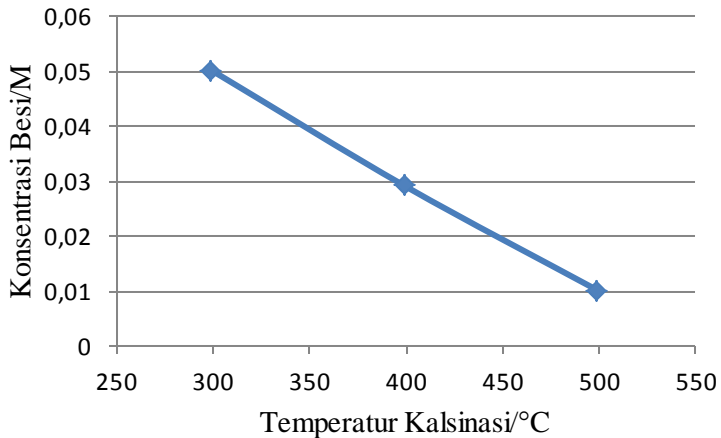
Spektra XRD yang diperoleh dari katalis  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  dengan variasi temperatur kalsinasi hanya menghasilkan sedikit puncak-puncak difraksi yang menunjukkan kristalinitas dari katalis  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ . Pada variasi temperatur kalsinasi 300 °C hanya ditemukan 4 puncak difraksi, sedangkan pada variasi temperatur

kalsinasi 400 °C dan 500 °C hanya ditemukan 1 dan 2 puncak difraksi. Hal ini dikarenakan pada saat proses kalsinasi berlangsung, temperatur tanur yang dihasilkan tidak konsisten sehingga kemungkinan struktur kristal Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tidak terbentuk atau rusak (menjadi amorf). Selain itu, kemungkinan kadar Fe di dalam katalis Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SiO<sub>2</sub> terlalu sedikit, sehingga hanya sedikit Fe yang terbentuk menjadi oksidanya.

Berdasarkan nilai  $d$  (Å) dan  $I$  (%) yang diperoleh dari katalis Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SiO<sub>2</sub> dengan variasi temperatur kalsinasi 300 °C, kemungkinan besi oksida yang terbentuk adalah  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan simetri heksagonal (d disesuaikan dengan JCPDS No. 33-664). Sedangkan katalis dengan variasi temperatur kalsinasi 400 °C dan 500 °C tidak dapat dipastikan apakah spesi besi oksida yang terbentuk adalah  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> karena terlalu sedikit puncak difraksi yang dihasilkan. Selain itu, spesi  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> juga tidak terlihat dari spektra XRD yang diperoleh, hal serupa untuk nilai  $d$  (Å) dan  $I$  (%) yang tidak dapat disesuaikan dengan JCPDS  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (JCPDS No. 39-1346). Sehingga di dalam katalis Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SiO<sub>2</sub> kemungkinan tidak terdapat spesi  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, yang mungkin disebabkan akibat temperatur pada proses kalsinasi dan kadar Fe di dalam katalis yang telah disebutkan sebelumnya.

#### 4.4 Analisis dengan AAS

Analisis dengan AAS bertujuan untuk mengetahui konsentrasi besi di dalam filtrat katalis  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ . Hal ini berguna untuk mengetahui apakah terdapat besi di dalam katalis  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ . Data pengukuran AAS ini dapat menguatkan argumen bahwa terdapat besi oksida di dalam katalis  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ .

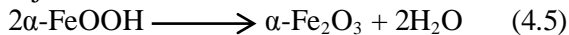


**Gambar 4.4:** Konsentrasi besi dalam filtrat katalis  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  dengan variasi temperatur kalsinasi (perhitungan konsentrasi besi dalam filtrat terdapat pada **Lampiran B.3**)

Hasil yang diperoleh dari pengukuran dengan AAS dapat diketahui bahwa di dalam katalis  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  terdapat besi. Hal tersebut dapat memperkuat pernyataan bahwa di dalam katalis  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  terbentuk senyawa besi oksida. Walaupun tidak dapat dipastikan apakah besi oksida yang terdapat dalam katalis tersebut berupa  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  atau  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ .

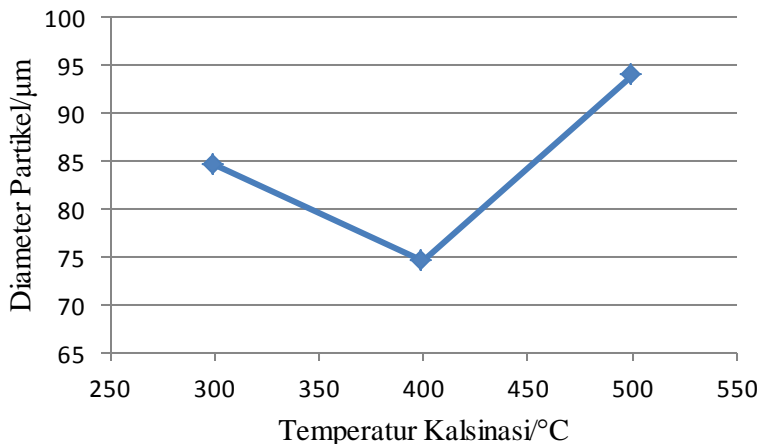
Berdasarkan **Gambar 4.4** dapat terlihat semakin tinggi temperatur kalsinasi, konsentrasi besi di dalam katalis  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  semakin berkurang. Hal ini dapat dimungkinkan bahwa ikatan Fe-O dan Fe-O-Si semakin kuat dengan meningkatnya temperatur kalsinasi. Sehingga, besi semakin sulit untuk diekstraksi dengan  $\text{HNO}_3$  1 M. Selain itu, kemungkinan semakin sedikitnya konsentrasi besi dalam filtrat katalis dengan semakin meningkatnya temperatur kalsinasi disebabkan karena terbentuknya  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ . Terbentuknya  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  dikarenakan  $\text{H}_2\text{O}$  yang lepas dari  $\alpha\text{-FeOOH}$  (yang terdapat di dalam hidrogel) akibat meningkatnya temperatur. Lepasnya  $\text{H}_2\text{O}$  ini terjadi pada rentang temperatur 292-355 °C [38]. Pada  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  terdapat

ikatan Fe-O-Fe yang akan semakin banyak akibat naiknya temperatur kalsinasi. Semakin banyak ikatan tersebut maka Fe akan semakin susah terlepas jika dilarutkan di dalam asam.



#### 4.5 Analisis dengan PSA

Analisis dengan PSA bertujuan untuk mengetahui ukuran partikel dari katalis  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  dengan variasi temperatur kalsinasi. Data ukuran partikel katalis dinyatakan dalam diameter partikel ( $\mu\text{m}$ ).



**Gambar 4.5:** Rata-rata ukuran partikel katalis  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  dengan variasi temperatur kalsinasi (data ukuran partikel masing-masing katalis terdapat pada **Lampiran E.**)

Pengaruh temperatur kalsinasi terhadap ukuran partikel katalis  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  adalah semakin tinggi temperatur kalsinasi yang digunakan maka ukuran partikel akan semakin besar. Hal ini disebabkan karena semakin tinggi temperatur kalsinasi maka struktur kristal akan semakin kompak sehingga dengan metode penggerusan yang sama akan menyebabkan katalis susah digerus sehingga menghasilkan ukuran partikel katalis yang besar.

Rata-rata ukuran partikel katalis  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  dengan variasi temperatur kalsinasi 500 °C lebih besar dibandingkan variasi temperatur kalsinasi 300 °C. Tetapi, pada variasi temperatur kalsinasi 400 °C terjadi penurunan ukuran partikel katalis yang mungkin disebabkan karena proses penggerusan yang tidak rata. Meskipun kecepatan *shaker* yang digunakan untuk menggerus semua



katalis (300 °C, 400 °C, dan 500 °C) sama dan dengan waktu penggerusan yang sama, kemungkinan ada sebagian katalis yang tergerus secara kontinyu dan ada pula yang tidak tergerus dengan baik.

Berdasarkan histogram pada **Gambar E.1** hingga **Gambar E.3** menunjukkan profil kurva yang hampir mirip. Selain itu, distribusi ukuran partikel katalis dengan variasi temperatur kalsinasi menunjukkan keseragaman. Meskipun berdasarkan rata-rata ukuran partikel katalis (**Gambar 4.5**) menunjukkan penurunan pada variasi temperatur kalsinasi 400 °C, tidak dapat dinyatakan bahwa variasi temperatur kalsinasi mempengaruhi secara signifikan terhadap ukuran partikel katalis  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ .