

## PENGARUH KOMPOSISI, pH, TEMPERATUR DAN WAKTU PENGADUKAN TERHADAP PEROLEHAN ALUMINA DARI $Al(NO_3)_3$ SECARA SOL-GEL

Yulizar Yusuf, Emriadi, Novesar Jamarun dan Silvia  
Laboratorium Elektrokimia, FMIPA Universitas Andalas,  
Padang 25163

### ABSTRAK

Pembuatan alumina secara sol-gel telah dilakukan dengan menggunakan  $Al(NO_3)_3$ , air dan  $NH_4OH$  sebagai katalis. Pengaruh komposisi, pH, temperatur dan waktu pengadukan selama pembuatan alumina diteliti secara berurutan. Berdasarkan analisis terhadap berat gel yang dihasilkan diperoleh kondisi optimum pada komposisi  $Al(NO_3)_3 : H_2O$  yaitu 2:1, pH 8 dan temperatur  $40^\circ C$  dan waktu pengadukan 30 menit. Analisa spektrum inframerah dari gel yang dihasilkan memperlihatkan bahwa perbedaan komposisi, pH, temperatur dan waktu pengadukan mempengaruhi kemurnian dari gel alumina yang dihasilkan. Analisa Scanning Electron Microscope (SEM) memperlihatkan adanya pengaruh perlakuan terhadap mikrostruktur dari gel alumina yang dihasilkan. Pada komposisi 2:1, pH 8, temperatur  $40^\circ C$  dan waktu pengadukan 120 menit didapatkan mikrostruktur yang lebih baik.

### ABSTRACT

Alumina gels were synthesized by a sol-gel method from  $Al(NO_3)_3$  and  $H_2O$  and  $NH_4OH$  as catalyst. The effect of composition, pH, temperature and stirring time were investigated. Optimal conditions were derived from weight of alumina gels at composition of 2:1, pH 8, temperature of  $40^\circ C$  and stirring time of 30 minutes. The infra-red spectra showed that different of composition, pH, temperature and stirring time influence on the alumina gels purity. SEM observation showed that a better microstructure was at composition of 2:1, pH 8, temperature of  $40^\circ C$  and stirring time of 120 minutes.

### PENDAHULUAN

Alumina merupakan salah satu bahan dasar keramik yang paling penting dan juga banyak digunakan dalam pembuatan porselin, lampu pijar, katalis, adsorben, bahan campuran semen, refraktori, dan sebagainya. Alumina biasanya dibuat secara tradisional dari mineral bauksit, lempung atau kaolin pada temperatur tinggi. Proses tradisional ini menghasilkan bahan dengan mikrostruktur yang kurang homogen, kandungan benda asing yang tinggi dan mempunyai ukuran partikel yang besar.

Untuk mengatasi permasalahan tersebut para peneliti dalam bidang keramik telah mengembangkan pembuatan alumina secara sol-gel. Proses sol-gel merupakan suatu teknik sintesa secara kimia di dalam suatu larutan pada temperatur rendah. Produk yang dihasilkan dari metoda ini mempunyai mikrostruktur yang halus

dengan tingkat kemurnian yang tinggi dan homogen.

Proses sol-gel berkembang dengan pesat setelah Dislich (1971) berhasil menyediakan gelas Borosilikat pada temperatur rendah dengan menggunakan logam alkoksida. Semenjak itu penyediaan bahan-bahan keramik dan kaca mendapat perhatian besar untuk dikembangkan melalui proses sol-gel.

Keberhasilan proses sol-gel tergantung pada faktor yang mempengaruhi proses hidrolisis dan kondensasi serta pengeringan. Proses hidrolisis ini biasanya dipengaruhi oleh pH dan suhu sistem. Berdasarkan hal di atas dicoba membuat bahan alumina dari bahan dasar aluminium nitrat secara sol-gel.

Pada penelitian ini akan dipelajari bagaimana pengaruh komposisi, pH, temperatur dan waktu pengadukan terhadap pembentukan alumina secara sol-gel sekaligus menentukan kondisi optimum dari gel yang dihasilkan dengan

menggunakan senyawa anorganik sebagai prekursor yaitu aluminium nitrat sehingga diperoleh bentuk struktur yang homogen.

## METODOLOGI PENELITIAN

### Alat dan bahan yang digunakan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah pH meter, hotplate & magnetik stirer (Fuses F6.34), oven (Galennkamp), furnace (Galennkamp), neraca analitik (Mettler PM 400), Pengukur waktu dan alat-alat gelas. Sedangkan bahan yang digunakan adalah  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{NH}_4\text{Cl}$ ,  $\text{NH}_4\text{OH}$ , aquadest.

### Prosedur Kerja

#### Pembuatan Alumina

$\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  0,1 M dicampurkan dengan aquades di dalam gelas piala sampai volume totalnya 60ml. Kemudian diaduk dengan magnetik stirer sampai homogen dengan komposisi (volume Al-nitrat:H<sub>2</sub>O), pH, temperatur dan waktu pengadukan tertentu.

Analisis dilakukan terhadap:

- Variasi komposisi (volume Al-nitrat : H<sub>2</sub>O)
- Variasi pH
- Variasi temperatur
- Variasi waktu pengadukan

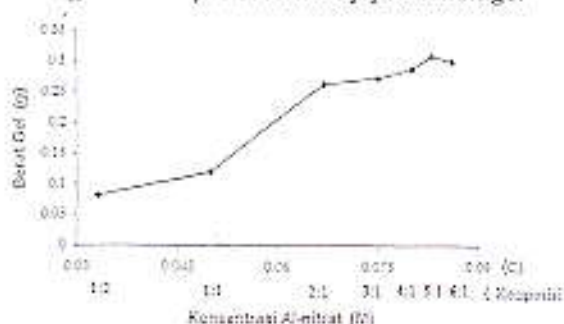
#### Analisis Alumina

- Penentuan berat gel
- Penentuan gugus fungsi gel
- Penentuan mikrostruktur gel
- Penentuan berat jenis.

## HASIL DAN DISKUSI

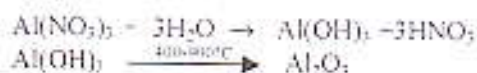
### Analisa Berat Gel

#### Pengaruh komposisi terhadap perolehan gel

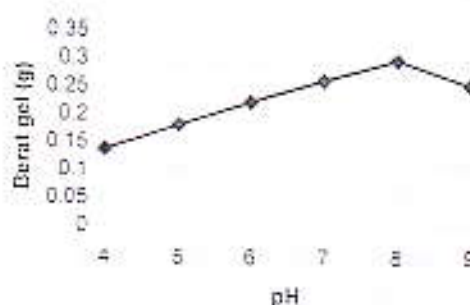


Gambar 1. Pengaruh komposisi ( $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 : \text{H}_2\text{O}$ ) terhadap perolehan gel.

Gambar 1 memperlihatkan bahwa berat gel semakin bertambah dengan semakin besarnya perbandingan komposisi antara aluminium nitrat dan H<sub>2</sub>O dimana berat gel yang dihasilkan mencapai optimum pada komposisi 2:1. Hal ini disebabkan oleh semakin banyaknya aluminium nitrat yang terdapat dalam campuran, sehingga jumlah aluminium nitrat yang terhidrolisis untuk menghasilkan suatu sol juga semakin banyak. Dengan demikian didapatkan jumlah gel yang semakin banyak pula. Hal ini sesuai dengan reaksi sebagai berikut:



#### Pengaruh pH terhadap perolehan gel

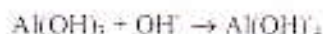


Gambar 2. Pengaruh pH terhadap perolehan gel

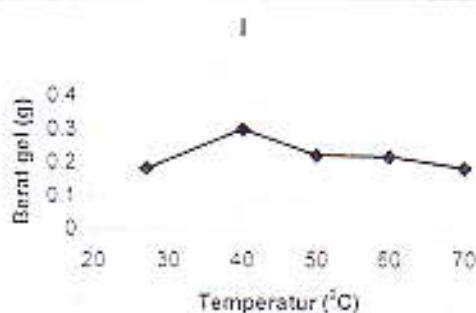
Pada Gambar 2, terlihat bahwa dari pH 4 sampai 8 berat gel meningkat dengan semakin besarnya pH. Sedangkan pada pH lebih besar dari 8 terjadi penurunan berat gel. Kenaikan berat gel pada daerah pH 4 sampai 8 disebabkan oleh semakin banyaknya ion hidroksil yang terdapat dalam campuran. Oleh karena itu jumlah ion hidroksil yang dapat menghidrolisis aluminium nitrat semakin banyak. Dengan demikian jumlah sol yang dihasilkan akan semakin banyak, sehingga didapatkan pula gel yang semakin banyak. Disamping itu, dengan semakin banyaknya jumlah ion hidroksil maka hasil kali kelarutan ion aluminium dan ion hidroksil akan semakin besar dari nilai  $K_{sp} \text{Al}(\text{OH})_3$ . Akibatnya endapan yang terbentuk semakin banyak.

Penurunan berat gel pada pH lebih besar dari 8 disebabkan oleh konsentrasi ion hidroksil yang terdapat dalam campuran lebih besar, yang diperkirakan melebihi konsentrasi yang dibutuhkan untuk menghidrolisis aluminium nitrat. Kelebihan ion hidroksil tersebut akan

bereaksi dengan sol aluminium trihidroksida dan membentuk senyawa kompleks yang larut, seperti reaksi berikut:



#### *Pengaruh temperatur pengadukan terhadap perolehan gel*



Gambar 3. Pengaruh temperatur pengadukan terhadap perolehan gel

Dari gambar 3. Terlihat bahwa terjadi kenaikan berat gel dari temperatur kamar (27°C) sampai 40°C. Sedangkan pada temperatur lebih besar dari 50°C berat gel berkurang dengan kenaikan temperatur.

Pada temperatur 40°C, energi yang dipunyai oleh molekul-molekul campuran untuk melampaui energi aktivasinya cukup besar untuk meningkatkan laju reaksi hidrolisis. Karena itu reaksi hidrolisis berjalan cepat dan sempurna. Akibatnya gel yang dihasilkan semakin banyak.

Terjadinya penurunan berat gel dari temperatur 40°C hingga temperatur 70°C disebabkan kenaikan temperatur akan memperbesar kelarutan. Dengan kenaikan temperatur, endapan yang semula terbentuk sebagian akan larut kembali. Akibatnya gel yang dihasilkan akan berkurang.

#### *Pengaruh waktu pengadukan terhadap perolehan gel*

Pada gambar 4, terlihat bahwa semakin lamanya waktu pengadukan umumnya akan meningkatkan berat gel yang dihasilkan. Hal ini terjadi karena semakin lamanya waktu pengadukan, maka hidrolisis akan sempurna. Akibatnya gel yang dihasilkan juga semakin banyak.

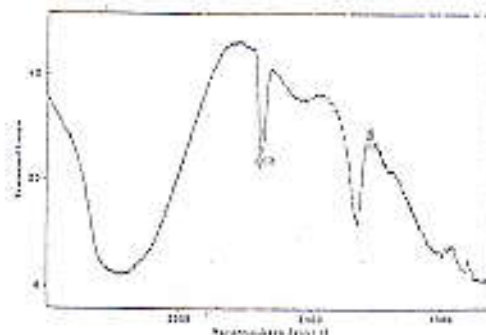


Gambar 4. Pengaruh waktu pengadukan terhadap perolehan gel

#### *Analisis Spektrum Inframerah*

Dari spektrum infra merah (Gambar 5) terlihat bahwa puncak-puncak yang dihasilkan dari analisa terhadap gel yang dihasilkan pada beberapa kondisi hidrolisis umumnya memberikan serapan yang hampir sama. Adanya puncak pada daerah angka gelombang antara 600-800  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus Al-O-Al. Puncak serapan ini terlihat lebih kuat dan jelas pada gel yang terbentuk pada pH 8 dengan komposisi 2:1, temperatur 40°C dan waktu pengadukan 30 menit (Gambar 5). Pada daerah angka gelombang 1600  $\text{cm}^{-1}$  terdapat puncak -OH dari air yang terkandung dalam pori-pori gel.

Sementara itu dalam daerah angka gelombang sekitar 3400  $\text{cm}^{-1}$  terdapat puncak -OH dari Al(OH)<sub>3</sub> atau puncak -OH yang terikat pada atom aluminium. Dari analisa spektrum ini terlihat bahwa dari gel yang dihasilkan pada pengeringan 400°C didalam furnace belum murni. Sementara itu perbedaan komposisi, pH, temperatur dan waktu pengadukan mempengaruhi lebar penyerapan dari gel yang dihasilkan. Untuk mendapatkan gel alumina yang lebih murni sebaiknya suhu pengeringan ditingkatkan lagi hingga 900°C.



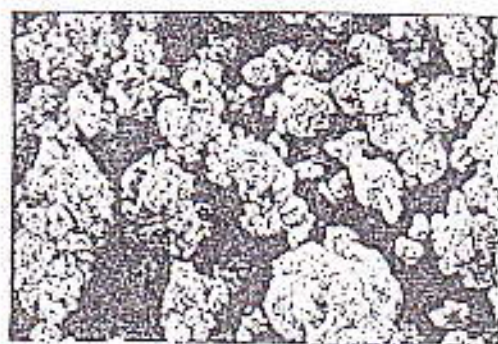
Gambar 5. Spektrum infra merah dari gel alumina pada pH 8, komposisi 2:1, temperatur 40°C, waktu pengadukan 30 menit

### Penentuan densitas (berat jenis)

Disamping analisis gugus fungsi untuk melihat kemurnian alumina dapat juga dilihat melalui berat jenis dari gel yang dihasilkan. Dari hasil perhitungan didapatkan berat jenis gel adalah  $2,205 \text{ g/cm}^3$ . Bila dibandingkan dengan alumina murni ( $3,98 \text{ g/cm}^3$ ) maka berat jenis yang dihasilkan jauh lebih kecil. Hal ini memperlihatkan bahwa alumina yang dihasilkan belum murni dan kemungkinan masih mengandung air. Jika temperatur pengeringan dinaikan lagi, kemungkinan jumlah air yang terdapat dalam gel dapat dikurangi sampai temperatur tertentu agar dihasilkan alumina yang lebih murni.

### Scanning Electron Microscope (SEM)

Analisis SEM dilakukan terhadap empat gel alumina yang dihasilkan pada kondisi yang berbeda-beda. Mikrograf SEM ini memberikan gambaran terhadap ukuran dan morfologi partikel gel yang dihasilkan.



Gambar 6. Mikrograf SEM gel pada komposisi 1:1

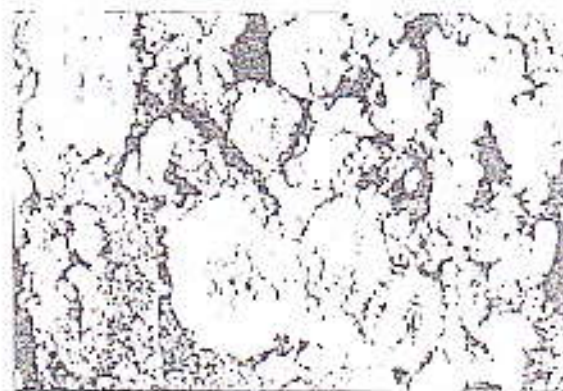
Mikrograf SEM yang diambil pada perbesaran 1000 kali memperlihatkan bahwa partikel-partikel yang terdapat didalam gel berada dalam bentuk berkelompok. Pengelompokan ini terlihat lebih jelas pada gel alumina yang dihasilkan pada komposisi 1:1, pH 7 dan temperatur  $40^\circ\text{C}$  (Gambar 6). Besarnya kelompok-kelompok yang terbentuk tidak sama. Pengelompokan ini diperkirakan terbentuk selama proses pembentukan sol dan proses pengeringan.

Pada komposisi yang lebih besar (2:1) dengan pH yang lebih rendah (pH 5, gambar 7), dihasilkan mikrostruktur yang berbentuk karang yang memiliki rongga-rongga yang besar. Dengan komposisi yang lebih besar menyebabkan partikel menjadi lebih besar dan bersambungan antara satu dengan yang lainnya.

Tetapi dengan pH yang cukup rendah dan cepatnya waktu pengadukan (30 menit) masih menyisakan rongga-rongga yang besar yang menandakan bahwa mikrostrukturnya masih jauh dari homogen.



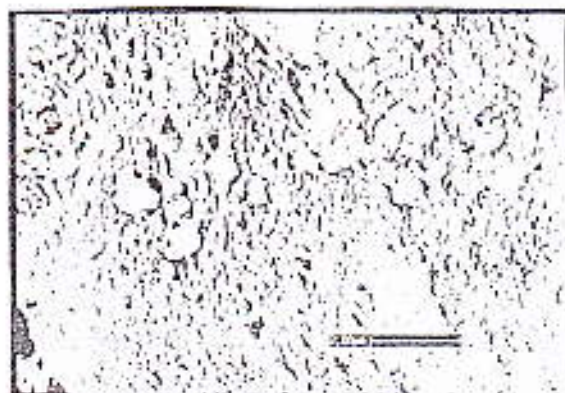
Gambar 7. Mikrograf SEM gel pada komposisi 2:1 dan pH 5



Gambar 8. Mikrograf SEM gel pada pH 8 dan temperatur  $70^\circ\text{C}$

Gambar 8 memperlihatkan bahwa pada temperatur  $70^\circ\text{C}$  partikel-partikel alumina tidak menyatu dengan baik. Suhu yang tinggi menyebabkan pengelompokan menjadi pecah karena kondensasi terjadi secara mendadak. Belum homogenya mikrostruktur tersebut juga dipengaruhi oleh belum sempurnanya pengadukan.

Mikrostruktur dari gel yang dihasilkan pada pH 8 dan waktu pengadukan 120 menit (Gambar 9) terlihat lebih halus dan homogen. Hal ini terjadi karena hidrolisis berlangsung lebih sempurna. Masih adanya pori-pori yang terlihat pada permukaan mungkin disebabkan oleh belum sempurnanya pengeringan yang dilakukan.



Gambar 9. Mikrograf SEM gel pada pH 8 dan waktu pengadukan 120 menit.

Keempat mikrograf SEM tersebut memperlihatkan bahwa ukuran partikel berkisar dalam daerah satuan mikrometer dengan morfologi yang tidak seragam. Ukuran dan morfologi partikel sangat dipengaruhi oleh komposisi, pH, temperatur dan waktu pengadukan. Perbandingan komposisi yang lebih besar menyebabkan ukuran partikel menjadi lebih besar. Sementara itu semakin lama pengadukan maka morfologi partikel semakin bagus sehingga mikrostruktur semakin homogen.

#### KESIMPULAN

Penelitian mengenai pengaruh komposisi, pH, temperatur dan waktu pengadukan terhadap pembuatan alumina telah menghasilkan kondisi optimum pada komposisi 2:1, pH 8,

temperatur 40°C dan waktu pengadukan 30 menit berdasarkan berat gel yang dihasilkan. Sementara itu spektrum IR memperlihatkan bahwa komposisi, pH, temperatur dan waktu pengadukan mempengaruhi kemurnian dari gel yang dihasilkan. Dan dari analisis SEM, pada komposisi 2:1, pH, temperatur 40°C dan waktu pengadukan 120 menit didapatkan mikrostruktur yang lebih halus dan homogen.

#### DAFTAR PUSTAKA

1. J.D., Mickenzie, *Ultrastructure Processing of Ceramic, Glasses and Composit*, John Willey & Sons, 1984, pp. 15-21.
2. C.J., Brinker, and G. W. Scherer, *Sol-Gel Science*, Academic Press New York, 1990, pp.908.
3. G.C., Phillips, *A Concise Introduction to Ceramics*, VNR, New York, 1991, pp.116-117.
4. L., Siew Bee, *Penghasilan Serbuk Alumina Secara Pengubahsuaian Aluminium-sek-butoksida*, PPSK-USM, Malaysia, 1997, hal 4-55.
5. A.R., West, *Solid State Chemistry and Application*, John Willey & Sons, New York, 1984, pp. 65-75.
6. J.C., Anderson, et al., *Material Science*, Fourth Edition, Chopman and Hall, London, 1990, pp.294-295.
7. C.J., Cresswel, et al., *Analisis Spektrum Senyawa Organik*, Edisi ke-2, Penerbit ITB, Bandung, 1982, hal. 59-77.