

## Pengaruh Penambahan *Template* Polietilen Glikol Terhadap Karakter $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dari Kaolin

Sunardi<sup>1,2,\*</sup>, Lilik Nofianti<sup>1</sup>, Utami Irawati<sup>1</sup>

<sup>1</sup>)Program Studi Kimia, Fakultas MIPA Universitas Lambung Mangkurat, Banjarbaru 70714

<sup>2</sup>)Kelompok Penelitian Material Berbasis Lahan Basah, Universitas Lambung Mangkurat, Banjarbaru 70714

\*Email korespondensi: sunardi@ulm.ac.id

DOI: <https://doi.org/10.20527/flux.v17i1.6451>

Submitted: 24 Mei 2019; Accepted: 17 Oktober 2019

**ABSTRACT**–Synthesis of  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> from Tatakan, South Kalimantan kaolin using simple methods: metakaolinization, dealumination, precipitation process using polyethylene glycol (PEG-6000) as a structure directing agent, calcination steps, and characterization of its products have been presented. The purified kaolin was metakaolinized and dealuminated to get amorphous aluminum hydroxide. After that, the sample was precipitated using the various concentration of PEG and NH<sub>4</sub>OH as the precipitating agent. Calcination process was carried out at calcined at a temperature of 700°C for 3 hours. Based on the FTIR spectra and X-ray diffraction of the  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> obtained was similar to that of commercial  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. The highest crystallinity of  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> was formed when using twice of critical micelle concentration of PEG (10<sup>-3</sup> mol/L). This simple process is an industrially practicable substitute to the Bayer process.

**KEYWORDS** : kaolin, metakaolin,  $\gamma$ -alumina, polietilen glikol

### PENDAHULUAN

Alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) merupakan salah satu material oksida yang memiliki karakteristik stabilitas termal yang baik (Chatterjee, Naskar, & Ganguli, 2003). Alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) terdapat dalam bentuk alumina yang stabil ( $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dan alumina metastabil ( $\gamma$ -,  $\eta$ -,  $\delta$ -,  $\theta$ -,  $\kappa$ - dan  $\chi$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) (S. Wang, Li, Wang, Li, & Zhai, 2008; Y. Wang, Wang, Shen, & Wang, 2009). Keenam alumina metastabil tersebut seringkali digolongkan sebagai alumina transisi. Di alam alumina murni terdapat dalam bentuk  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, dikenal sebagai mineral korundum (Digne, Sautet, Raybaud, Toulhoat, & Artacho, 2002). Berbeda dari  $\alpha$ -alumina, alumina transisi (terutama  $\chi$ -,  $\eta$ - dan  $\gamma$ -alumina) memiliki struktur pori dan luas permukaan besar. Alumina transisi (terutama  $\chi$ -,  $\eta$ - dan  $\gamma$ -alumina) berkemampuan mengadsorpsi dengan baik, sehingga banyak dipakai sebagai zat pengering gas dan cairan, menghilangkan

warna, pemurnian air, kromatografi dan katalis (Afkhami, Saber-Tehrani, & Bagheri, 2010; Li, Li, Zhang, & Tao, 2004; Salahudeen et al., 2015). Produksi total alumina terus meningkat seiring dengan kebutuhan logam aluminium dan produk yang menggunakan bahan alumina terus meningkat. Sampai saat ini produksi alumina sebagian besar bersumber dari bijih bauksit, yang menyebabkan ketersediaan bauksit di alam semakin berkurang. Untuk memenuhi kebutuhan alumina tersebut, perlu dicari bahan baku alternatif selain bauksit yang terdapat melimpah di alam, kandungan alumina cukup tinggi serta proses pengolahannya tidak memerlukan biaya besar.

Selain itu, penggunaan bahan-bahan murni menyebabkan biaya produksi yang relatif sangat besar sehingga sebagai solusi adalah dengan pencarian bahan-bahan baru berbasis bahan alam yang murah dan

melimpah misalnya lempung dan kaolin. Kaolin merupakan mineral alumina silika dengan kelimpahan sangat tinggi di Indonesia termasuk di Kalimantan Selatan (Sunardi, Arryanto, & Sutarno, 2010). Kaolin ditemukan di alam berupa endapan sedimen yang merupakan lempung berkualitas tinggi, berwarna putih, abu-abu, lunak, dan tidak plastis. Selain itu, kaolin juga menjadi suatu sumber aluminium yang cukup baik (dengan kandungan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  lebih dari 25%). Pada penelitian ini dikaji pembuatan alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) dari kaolin menggunakan polietilen glikol (PEG)-6000 sebagai pengarah struktur. PEG berfungsi sebagai *template/cetakan* yang akan membungkus partikel alumina sehingga tidak teragregasi dan diperoleh partikel dengan bentuk sferis. Pada penelitian ini dilakukan variasi konsentrasi PEG-6000 sebesar 1-3 kali konsentrasi kritis misel-nya untuk mengetahui pengaruhnya terhadap  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  yang dihasilkan. Penambahan *template* pada proses sintesis diharapkan dapat menghasilkan alumina ( $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) yang memiliki ukuran yang seragam. Penelitian ini juga berguna sebagai upaya meningkatkan fungsi dan nilai jual kaolin sebagai salah satu kekayaan alam lokal dengan kelimpahan yang cukup tinggi di Kalimantan Selatan.

## METODE PENELITIAN

### Konversi kaolin menjadi metakaolin

Proses metakaolinisasi sampel kaolin dilakukan dengan proses pemanasan pada temperatur 800 °C selama 3 jam sehingga terjadi dehidroksilasi. Pada perlakuan ini kaolin dikonversi menjadi metakaolin untuk mengubah kaolin menjadi fase amorf melalui proses dehidroksilasi dengan putusannya ikatan hidrogen pada antar lapis silika alumina dengan melepaskan molekul air.

### Ekstraksi Alumina

Proses ekstraksi alumina dilakukan dengan menggunakan larutan asam yang bertujuan untuk melarutkan alumina pada metakaolin. Ekstraksi alumina dilakukan dengan menggunakan larutan HCl 6 M dengan metode refluks pada temperatur 90°C selama 24 jam seperti pada penelitian sebelumnya

(Irawati, Sunardi, & Suraida, 2013; San Cristóbal, Castelló, Luengo, & Vizcayno, 2009). Filtrat hasil aktivasi asam dianalisis untuk mengetahui perubahan kandungan alumina.

### Sintesis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$

Filtrat yang diperoleh dari hasil aktivasi asam digunakan sebagai sumber alumina. Sintesis alumina ini dilakukan dengan memvariasi konsentrasi PEG-6000 (A-0 :tanpa PEG; A-1, A-2 dan A-3 masing-masing adalah 1, 2 dan 3 kali konsentrasi kritis misel dari PEG-6000; konsentrasi kritis misel PEG-6000 =  $5 \times 10^{-4}$  mol/liter (Mexal, Fisher, Osteryoung, & Reid, 1975). Setelah itu dilakukan proses pengendapan aluminium hidroksida dengan cara diaduk menggunakan magnetik stirrer selama 24 jam dan ditambahkan  $\text{NH}_4\text{OH}$  sampai pH larutan berada pada kisaran pH 7,5-8,0. Padatan hasil sintesis dicuci dengan akuades dan dikeringkan pada temperatur 60 °C. Proses selanjutnya adalah kalsinasi pada temperatur 700 °C. Hasil yang diperoleh dianalisis dengan menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*), FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectrophotometer*) dan SEM (*Scanning Electron Microscopy*) untuk karakterisasi struktur dan kristal.

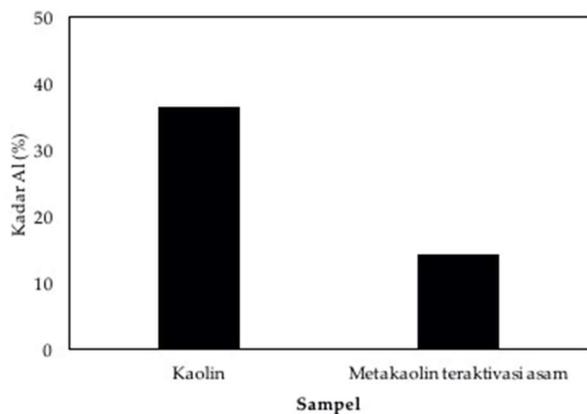
## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Metakaolinisasi

Pembentukan metakaolin merupakan tahapan yang sangat penting sebelum sintesis alumina dilakukan. Proses sintesis alumina diawali dengan mengubah struktur berlapis dari kaolin alam menjadi fase amorf yang disebut metakaolin. Metakaolin diperoleh dari hasil proses metakaolinisasi dengan cara metode kalsinasi pada temperatur 800 °C selama 3 jam. Temperatur kalsinasi yang digunakan untuk memperoleh fase metakaolin berkisar antara 550-950 °C, di bawah perlakuan kimia, akan diikuti hilangnya struktur air (dehidroksilasi) dengan penataan ulang struktur. Data hasil metakaolinisasi telah dibahas pada jurnal sebelumnya (Irawati et al., 2013).

### Aktivasi Asam

Aktivasi asam pada metakaolin bertujuan untuk melarutkan spesies  $\text{Al}(\text{OH})_4$ .



**Gambar 1** Grafik kadar Al pada kaolin dan metakaolin teraktivasi asam

Aktivasi asam pada metakaolin akan mengubah komposisi spesies Si dan Al pada metakaolin karena terlarutnya Al. Data kadar Al kaolin sebelum aktivasi asam dan metakaolin setelah aktivasi asam ditunjukkan pada Gambar 1.

Gambar 1 menunjukkan adanya perbedaan kadar Al pada kaolin dan metakaolin setelah aktivasi asam dengan menggunakan HCl 6 M. Dari grafik tersebut terlihat jelas terjadi perubahan kadar Al dari 36,53% menjadi 14,40%. Hal ini menunjukkan adanya kecenderungan peningkatan kadar Al dalam filtrat metakaolin akibat adanya perlakuan asam. Dari data tersebut diketahui bahwa HCl 6 M mampu menurunkan jumlah Al pada metakaolin lebih dari 50%. Adanya perlakuan asam pada metakaolin menyebabkan terjadinya proses dealuminasi yang berakibat pada meningkatnya jumlah ion  $Al^{3+}$  dalam filtrat (Marques et al., 2005). Perlakuan asam dapat memutuskan ikatan Al-O yang lemah yang merupakan ikatan ionik. Ikatan pada Si-O yang cenderung kovalen lebih kuat sehingga tidak mudah putus akibat aktivasi asam. Pada sintesis alumina, aktivasi asam pada metakaolin akan mengubah komposisi spesies Al pada filtrat yang digunakan pada proses sintesis alumina. Dengan demikian aktivasi asam akan menyebabkan peningkatan jumlah Al dalam filtrat yang akan digunakan sebagai bahan sintesis alumina.

### Sintesis $\gamma$ - $Al_2O_3$

Proses sintesis alumina dipengaruhi oleh sejumlah variabel seperti sumber alumina,

temperatur, pH, dan waktu retensi maupun surfaktan. Proses sintesis alumina dilakukan dengan cara mensintesis alumina dari metakaolin dengan metode sol gel.

Al dalam filtrat yang diperoleh dari hasil aktivasi asam disintesis menjadi alumina ( $Al_2O_3$ ) dengan penambahan PEG-6000. Dalam hal ini PEG berperan sebagai suatu reagen untuk mengarah struktur dan mencegah partikel-partikelnya teragregasi menjadi besar. Penghilangan PEG dapat dilakukan dengan metode kalsinasi. Setelah filtrat ditambahkan PEG kemudian dilakukan presipitasi aluminium hidroksida dari filtratnya dengan cara menambahkan larutan ammonium hidroksida ( $NH_4OH$ ) tetes demi tetes sampai pH larutan berada pada kisaran pH 7,5-8,0. Tujuan penambahan ammonium hidroksida ini adalah untuk mendapatkan sol aluminium hidroksida  $Al(OH)_3$  dari reaksi kedua reaktan tersebut, karena aluminium hidroksida merupakan titik awal dari berbagai bentuk alumina. Endapan berwarna kuning akan terbentuk pada saat larutan hasil reaksi dicampur dengan larutan basa. Selanjutnya endapan kemudian disaring dan dicuci untuk menghilangkan sisa-sisa  $NH_4OH$  dan ion-ion  $Cl^-$  yang terdapat di dalam endapan.

Setelah itu dilakukan proses pengeringan alumina yang diperoleh untuk menguapkan air yang masih terdapat pada alumina hasil sintesis, dilanjutkan dengan proses kalsinasi pada temperatur  $700^\circ C$ . Proses kalsinasi bertujuan untuk memperoleh  $Al_2O_3$  dengan menghilangkan molekul air dan senyawa-senyawa organik yang terdapat dalam struktur padatan, sehingga struktur pori lebih terbuka. Kalsinasi menghilangkan *template* PEG yang terjebak pada rongga  $Al_2O_3$  sehingga akan menghasilkan struktur pori. Kalsinasi juga bertujuan untuk mengubah fase  $Al_2O_3$  sintesis dari fase amorf menjadi kristal. Parameter konsentrasi PEG dan temperatur kalsinasi yang berbeda-beda pada proses sintesis alumina akan menghasilkan jenis alumina dengan ukuran pori yang berbeda pula. Untuk mengidentifikasi, alumina yang terbentuk dikarakterisasi untuk melihat perubahan struktur dan gugus-gugus fungsi

yang terbentuk dalam material. Karakterisasi tipe alumina hasil konversi dari kaolin ini ditentukan dengan menggunakan analisis spektroskopi inframerah, difraksi sinar-X dan SEM.

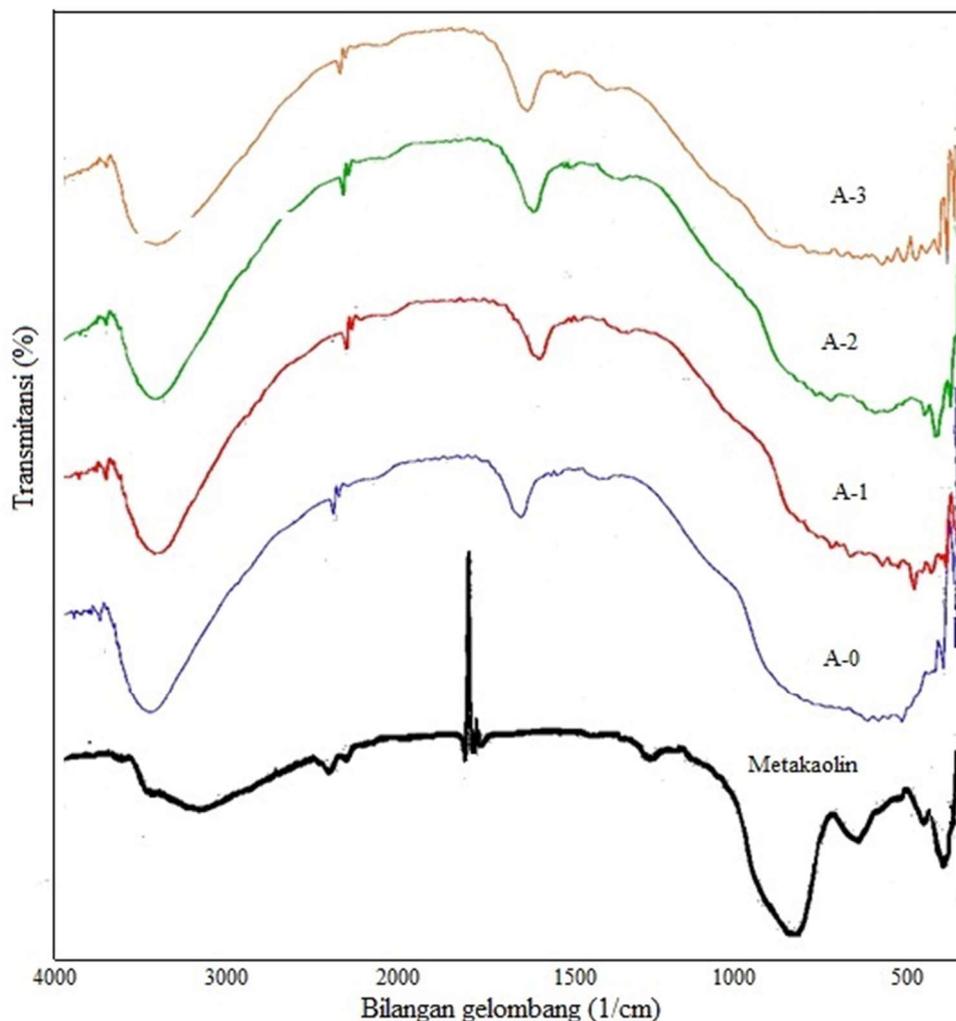
#### Analisis FTIR

Spektroskopi FTIR digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsional yang terdapat dalam alumina. Karakterisasi menggunakan FTIR berfungsi sebagai indikasi kualitatif keberhasilan sintesis alumina melalui munculnya atau perubahan serapan karakteristik untuk gugus-gugus fungsional pada alumina. Spektra inframerah hasil identifikasi untuk alumina ditunjukkan pada Gambar 2.

Pada spektra FTIR pada metakaolin terlihat daerah serapan sekitar  $3600\text{ cm}^{-1}$ . Namun, pada spektra FTIR alumina sintesis variasi penambahan PEG terjadi pergeseran

pita serapan  $3600\text{ cm}^{-1}$  menjadi  $3400\text{ cm}^{-1}$ . Daerah serapan ini menunjukkan adanya ikatan hidrogen dalam molekul  $\text{H}_2\text{O}$  yang ada dalam metakolin dan alumina. Pada Gambar 2 terlihat serapan yang cukup tajam pada daerah sekitar  $300, 400, 500, 700, 1600$  dan  $3400\text{ cm}^{-1}$ .

Spektra FTIR pada daerah serapan sekitar  $3660\text{-}3460\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi ulur gugus  $\text{-OH}$  yang dapat berupa OH yang terikat pada atom Al oktahedral yang terdapat pada antar lapis silikat atau permukaan silikat. Sedangkan serapan di daerah sekitar  $1600\text{ cm}^{-1}$  merupakan vibrasi tekuk  $\text{-OH}$ , yaitu  $\text{-OH}$  yang terperangkap dalam kisi kristal dan vibrasi ulur  $\text{-OH}$ . Vibrasi ulur  $\text{-OH}$  dimiliki oleh masing-masing sampel metakaolin, A-0, A-1, A-2 dan A-3 berturut-turut yaitu  $3448,1; 3448,72; 3433,29; 3417,86$  dan  $3448,72\text{ cm}^{-1}$ . Sedangkan vibrasi tekuk  $\text{-OH}$  berturut-turut pada daerah  $1635,34; 1635,64;$



Gambar 2 Spektra inframerah metakaolin dan alumina hasil sintesis

**Tabel 1 Serapan FTIR sampel alumina sintesis**

Bilangan gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Bilangan gelombang A-0 (cm <sup>-1</sup> )	Bilangan gelombang A-1 (cm <sup>-1</sup> )	Bilangan gelombang A-2 (cm <sup>-1</sup> )	Bilangan gelombang A-3 (cm <sup>-1</sup> )	Vibrasi
4000-1250	3448,72	3433,29	3417,86	3448,72	Vibrasi ulur OH <sup>-</sup> (Al-O-H)
	1635,64	1635,64	1635,64	1635,64	Vibrasi tekuk (-OH)
537*	516,92	-	570,93	532,35	Vibrasi Al-O
500-420	-	478,35	478,35	493,78	Vibrasi tekuk T-O
420-300	354,90	401,19	347	401,19	Vibrasi pori terbuka

1635,64; 1635,64 dan 1635,64 cm<sup>-1</sup>. Pita serapan pada daerah antara 300-1000 cm<sup>-1</sup> merupakan adanya gugus Al-OH dan -O-Al-O-Al- yang merupakan vibrasi serapan yang karakteristik dari alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) (Ma, Chang, Ye, Shang, & Wang, 2008).

Pada Gambar 2 dapat diamati perbedaan serapan khas antara metakaolin dan sampel alumina hasil sintesis. Pada spektra FTIR metakaolin, puncak-puncak serapan yang terbentuk sangat landai. Hal ini terkait dengan lepasnya air hidrat dikarenakan pemanasan pada temperatur kalsinasi tinggi pada proses metakaolinisasi. Sedangkan pada spektra FTIR sampel alumina hasil sintesis terbentuk serapan yang tajam disertai munculnya puncak serapan baru. Nilai puncak serapan spektra FTIR alumina secara ditunjukkan pada Tabel 1.

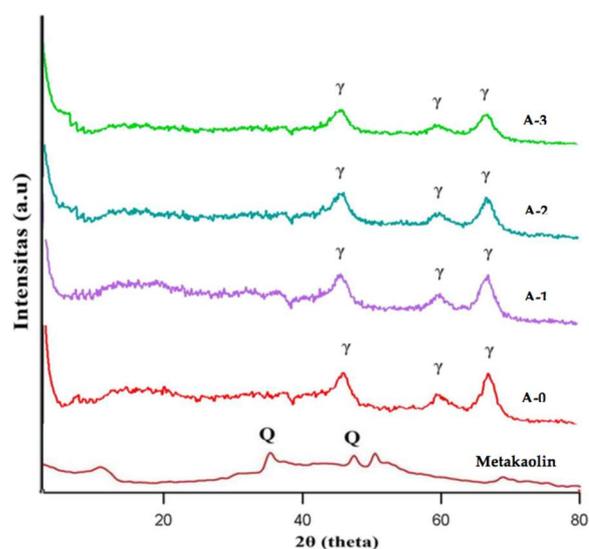
Pita serapan pada daerah antara 4000-1250 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya serapan vibrasi gugus-OH. Pada kristal alumina gugus ini berasal dari air terhidrat. Adapun pita serapan dari hidroksil asam yang terikat pada atom Al oktahedral dari kerangka alumina ada pada 3660-3460 cm<sup>-1</sup> (El-Naggar, Feltes, & Erlich, 2013). Puncak pada bilangan gelombang 532,35 cm<sup>-1</sup> merupakan daerah vibrasi Al oktahedral dan 432,05 cm<sup>-1</sup> merupakan tekuk O-Al-O dan memberikan serapan tunggal pada bilangan 478,35 cm<sup>-1</sup> (Lee & Kwon, 2013). Serapan 478,35 cm<sup>-1</sup> dengan intensitas lebih tajam dan kuat diduga berasal dari vibrasi lentur T-O. Berdasarkan hasil seluruh puncak yang ada, dapat diketahui bahwa sampel yang dianalisis terdiri dari mineral yang memiliki gugus fungsional -OH dan Al-O.

Data spektroskopi FTIR dari metakaolin dan sampel alumina hasil sintesis dengan

variasi penambahan PEG menunjukkan adanya beberapa jenis vibrasi gugus fungsional yang terdapat pada sampel. Jenis-jenis vibrasi yang khas secara kualitatif akan menunjukkan struktur metakaolin dan alumina sintesis yang terbentuk. Data spektra inframerah menunjukkan bahwa sintesis yang dilakukan dengan metode sol gel dengan variasi penambahan PEG menghasilkan serapan alumina yang tidak terlalu berbeda pada masing-masing sampel. Hal ini ditunjukkan dengan adanya serapan-serapan khas alumina pada semua variasi PEG. Hal ini menunjukkan bahwa keempat sampel memiliki gugus fungsional yang relatif sama.

#### Difraksi sinar-X

Setiap material kristalin mempunyai pola difraksi yang karakteristik sehingga dengan membandingkan difraktogram sinar-X sampel dengan alumina standar dari *database* dapat diperoleh informasi mengenai jenis alumina yang terbentuk. Penghamburan sinar-



**Gambar 3 Difraktogram sinar-X metakaolin dan alumina hasil sintesis**

(Keterangan γ= gama alumina; Q= kuarsa)

X oleh unit kristalin menghasilkan pola difraksi yang dapat digunakan untuk menentukan susunan partikel pada kisi kristal.

Analisis terhadap difraktogram sinar-X memberikan informasi tentang komposisi mineral penyusun alumina hasil sintesis. Difraktogram dari metakaolin dan alumina hasil sintesis dengan variasi konsentrasi PEG disajikan pada Gambar 3. Identifikasi komposisi mineral penyusun sampel dilakukan dengan membandingkan kecocokan harga posisi antara puncak intensitas difraktogram sampel dan harga posisi puncak intensitas difraktogram standar pada JCPDS (*Joint Commite on Powder Diffraction Standards*). Gambar 3 memperlihatkan pola-pola puncak difraktogram dari sampel alumina hasil sintesis melalui metode sol gel dengan variasi penambahan PEG. Pola-pola puncak difraktogram yang dihasilkan dari hasil analisis XRD untuk masing-masing komposisi berbentuk sangat lebar, hal ini menunjukkan bahwa alumina yang disintesis merupakan alumina dengan ukuran kristalit yang sangat halus.

Gambar 3 menunjukkan perubahan pola dan intensitas difraksi sinar-X untuk metakaolin, alumina hasil konversi dari kaolin dengan variasi konsentrasi penambahan PEG yaitu tanpa PEG (A-0), 1 kali konsentrasi kritis misel PEG (A-1), 2 kali konsentrasi kritis misel PEG (A-2) dan 3 kali konsentrasi kritis misel PEG (A-3). Pada sampel A-0 yang menunjukkan harga posisi puncak intensitas difraksi pada  $2\theta$  ( $^{\circ}$ ) = 46,00; 65,80 dan 67,06. Harga puncak-puncak tersebut kemudian dibandingkan dengan standar difraksi sinar-X (JCPDS) sehingga dapat dikategorikan sama dengan harga puncak karakteristik yang dimiliki oleh  $\gamma$ -alumina. Pada difraktogram

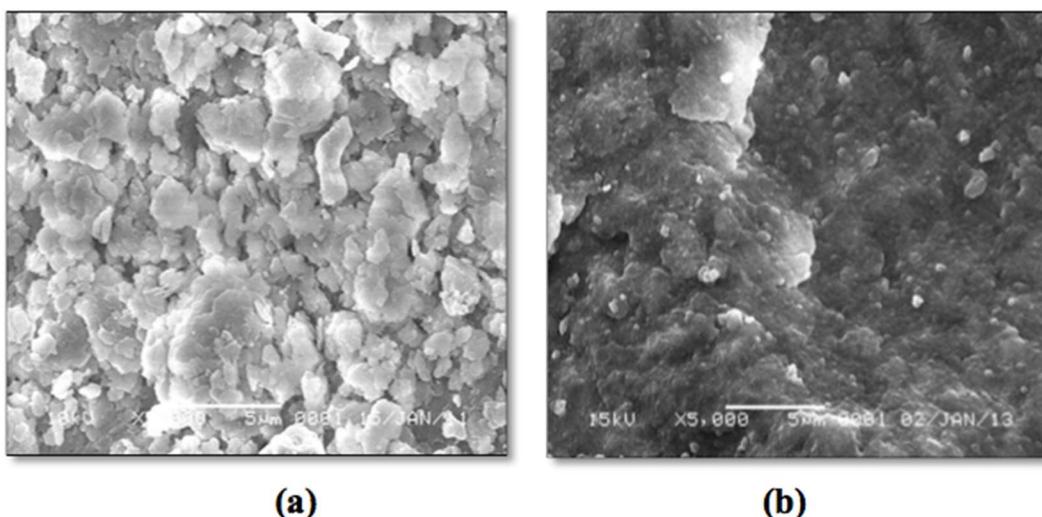
sampel A-0 dapat dikatakan homogen karena tidak ditemukannya lagi puncak-puncak selain puncak yang menyerupai  $\gamma$ -alumina. Pada difraktogram sinar-X sampel A-1, A-2 dan A-3 dimana harga posisi puncak-puncak yang dimiliki relatif sama jika dibandingkan dengan difraktogram pada sampel A-0. Pada difraktogram sampel A-1 posisi puncak-puncak yang dimiliki yaitu sekitar  $2\theta$  ( $^{\circ}$ ) = 46,06; 60,01 dan 66,93. Pada difraktogram sampel A-2 posisi puncak-puncak yang dimiliki yaitu sekitar  $2\theta$  ( $^{\circ}$ ) = 45,93; 59,96 dan 66,84. Sedangkan pada difraktogram sampel A-3 posisi puncak-puncak yang dimiliki yaitu sekitar  $2\theta$  ( $^{\circ}$ ) = 45,79; 59,74 dan 66,74. Puncak-puncak yang dimiliki oleh sampel A-2, relatif lebih tinggi intensitasnya jika dibandingkan dengan puncak-puncak sampel milik sampel A-0, A-1 dan A-3. Hal ini menandakan bahwa sampel A-2 memiliki kristalinitas yang lebih baik jika dibandingkan dengan sampel

alumina yang lainnya. Difraktogram sinar-X A-0, A-1, A-2 dan A-3 menunjukkan harga posisi puncak-puncak yang dimiliki relatif sama. Hal ini dapat dikatakan bahwa jenis alumina yang terbentuk sama yaitu  $\gamma$ -alumina (Salahudeen et al., 2015). Untuk lebih jelas difraktogram XRD alumina ditunjukkan pada Tabel 2.

Berdasarkan analisis XRD dapat diamati perbedaan difraktogram sinar-X metakaolin dan alumina hasil sintesis dengan variasi konsentrasi PEG yang ditandai dengan munculnya puncak-puncak baru. Dari difraktogram metakaolin, dapat diketahui struktur metakaolin yang hancur dan tidak beraturan akibat terjadinya dehidroksilasi. Namun, metakaolin yang telah dikonversi menjadi alumina dengan metode sol gel akan diikuti perubahan struktur. Hal ini

**Tabel 2 Intensitas difraksi sinar-X alumina hasil sintesis**

$2\theta$ (theta)	$2\theta$	Intensitas	$2\theta$	Intensitas	$2\theta$	Intensitas	$2\theta$	Intensitas
$\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> teoritis*	A-0	(a.u)	A-1	(a.u)	A-2	(a.u)	A-3	(a.u)
45.86	46.00	52	46.06	52	45.93	59	45.79	56
60.00	-		60.01	27	59.96	30	59.74	23
65.50	65.80	30	-		-		-	
66.90	67.06	79	66.93	79	66.84	93	66.74	75



Gambar 4 Foto SEM (a) metakaolin dan (b) alumina hasil sintesis

dikarenakan pada saat proses sol gel terbentuk penataan kristal kembali. Hasil analisis XRD menunjukkan bahwa hasil sintesis alumina dari kaolin asal Kalimantan Selatan dengan metode sol gel pada suhu kalsinasi 700°C terbentuk kristalin alumina fasa  $\gamma$ -alumina. Pada penambahan PEG, senyawa ini akan terdistribusi untuk terikat di permukaan aluminium hidroksida, sehingga jarak ikatan antara Al-O dengan Al-O yang lainnya akan lebih lebar dan menghambat molekul Al-O bergabung dengan Al-O yang lainnya pada saat mengalami transformasi mineral. PEG menyelimuti dan menutupi permukaan partikel-partikel alumina sehingga dapat mengurangi atau bahkan menghilangkan terjadinya aglomerasi antar sesama partikel karena adanya halangan/rintangan sterik dari molekul-molekul PEG.

Pada saat partikel-partikel  $Al_2O_3$  disintesis tanpa penambahan PEG, banyak kation aluminium yang tidak terlindungi sehingga bergabung satu sama lain, sehingga menyebabkan terjadinya aglomerasi partikel-partikel tersebut. Hal ini akan mempercepat pertumbuhan dan memperbesar ukuran kristalnya.

#### Analisis SEM

SEM (*Scanning Electron Microscope*) digunakan untuk mengamati morfologi permukaan sampel yang dianalisis. Analisis morfologi dari metakaolin dan alumina hasil sintesis berupa hasil foto menggunakan SEM

disajikan pada Gambar 4. Pada Gambar 4(a), hasil foto SEM menunjukkan morfologi dari permukaan sampel metakaolin. Hasil pemotretan memperjelas permukaan metakaolin yang nampak tidak beraturan yang berbeda dengan morfologi kaolin asal yang memiliki struktur pseudoheksagonal berlapis-lapis (Murray, 2000). Ilustrasi foto SEM metakaolin tersebut dapat memperkuat dugaan bahwa pada saat proses metakaolinisasi dengan temperatur kalsinasi 800°C, terjadi proses penghilangan gugus air (dehidroksilasi) yang membuat struktur bersifat amorf (tidak beraturan).

Gambar foto SEM metakaolin menunjukkan bahwa hasil proses metakaolinisasi pada temperatur 800 °C membuat struktur kaolin hancur/amorf Gambar 4(a). Pada gambar 4(b) merupakan morfologi permukaan sampel pada alumina hasil sintesis yaitu  $\gamma$ -alumina. Gambar 4(b) menunjukkan bahwa terjadi perbedaan struktur yang dimiliki oleh metakaolin dan  $\gamma$ -alumina yang terbentuk. Gambar foto SEM alumina hasil sintesis menunjukkan bahwa hasil sintesis alumina mengubah struktur metakaolin yang telah amorf menjadi kristalin. Penambahan PEG menyebabkan persebaran ukuran kristalnya terlihat lebih seragam/merata. Hasil pemotretan permukaan alumina sintesis dengan SEM yang ditunjukkan pada Gambar 4(b) terlihat bahwa alumina hasil sintesis memiliki struktur

dengan bentuk bulatan yang seragam. Hasil perhitungan menggunakan *Image J* menunjukkan struktur  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  memiliki ukuran 0,03-0,4  $\mu\text{m}$ .

## KESIMPULAN

Pada penelitian ini telah berhasil dilakukan sintesis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  dari kaolin asal Kalimantan Selatan dengan proses sol gel dan menggunakan PEG sebagai pencetak. Variasi konsentrasi PEG mempengaruhi keberadaan gugus fungsional, kristalinitas dan morfologi  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  yang dihasilkan. Berdasarkan analisis SEM menunjukkan bahwa penambahan PEG-6000 menyebabkan ukuran struktur kristal partikel alumina yang terbentuk terlihat lebih seragam/merata.

## DAFTAR PUSTAKA

- Afkhami, A., Saber-Tehrani, M., & Bagheri, H. (2010). Simultaneous removal of heavy-metal ions in wastewater samples using nano-alumina modified with 2,4-dinitrophenylhydrazine. *Journal of Hazardous Materials*, 181(1), 836-844. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2010.05.089>
- Chatterjee, M., Naskar, M. K., & Ganguli, D. (2003). Sol-emulsion-gel synthesis of alumina-zirconia composite microspheres. *Journal of sol-gel science and technology*, 28(2), 217-225.
- Digne, M., Sautet, P., Raybaud, P., Toulhoat, H., & Artacho, E. (2002). Structure and stability of aluminum hydroxides: A theoretical study. *The Journal of Physical Chemistry B*, 106(20), 5155-5162.
- El-Naggar, A., Feltes, C., & Erlich, I. (2013, 21-25 July 2013). *R/x ratio influence on short circuit current of doubly-fed induction generator based wind turbines*. Paper presented at the 2013 IEEE Power & Energy Society General Meeting.
- Irawati, U., Sunardi, S., & Suraida, S. (2013). Sintesis dan karakterisasi gamma alumina ( $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) dari kaolin asal tatakan, selatan berdasarkan variasi temperatur kalsinasi. *Molekul*, 8(1), 31-42.
- Lee, S. W., & Kwon, J.-H. (2013). The efficacy of imagery rescripting (ir) for social phobia: A randomized controlled trial. *Journal of Behavior Therapy and Experimental Psychiatry*, 44(4), 351-360. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jbtep.2013.03.001>
- Li, G., Li, W., Zhang, M., & Tao, K. (2004). Characterization and catalytic application of homogeneous nano-composite oxides  $\text{ZrO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ . *Catalysis Today*, 93-95, 595-601. doi:<https://doi.org/10.1016/j.cattod.2004.06.010>
- Ma, C., Chang, Y., Ye, W., Shang, W., & Wang, C. (2008). Supercritical preparation of hexagonal  $\gamma$ -alumina nanosheets and its electrocatalytic properties. *Journal of colloid and interface science*, 317(1), 148-154.
- Marques, J. P., Gener, I., Ayrault, P., Bordado, J. C., Lopes, J. M., Ribeiro, F. R., & Guisnet, M. (2005). Dealumination of hbea zeolite by steaming and acid leaching: Distribution of the various aluminic species and identification of the hydroxyl groups. *Comptes Rendus Chimie*, 8(3), 399-410. doi:<https://doi.org/10.1016/j.crci.2005.01.002>
- Mexal, J., Fisher, J. T., Osteryoung, J., & Reid, C. P. (1975). Oxygen availability in polyethylene glycol solutions and its implications in plant-water relations. *Plant physiology*, 55(1), 20-24. doi:10.1104/pp.55.1.20
- Murray, H. H. (2000). Traditional and new applications for kaolin, smectite, and palygorskite: A general overview. *Applied Clay Science*, 17(5), 207-221. doi:[https://doi.org/10.1016/S0169-1317\(00\)00016-8](https://doi.org/10.1016/S0169-1317(00)00016-8)
- Salahudeen, N., Ahmed, A. S., Al-Muhtaseb, A. a. H., Dauda, M., Waziri, S. M., & Jibril, B. Y. (2015). Synthesis of gamma alumina from kankara kaolin using a novel technique. *Applied Clay Science*, 105-106, 170-177.

doi:<https://doi.org/10.1016/j.clay.2014.11.041>

San Cristóbal, A. G., Castelló, R., Luengo, M. A. M., & Vizcayno, C. (2009). Acid activation of mechanically and thermally modified kaolins. *Materials Research Bulletin*, 44(11), 2103-2111.

Sunardi, S., Arryanto, Y., & Sutarno, S. (2010). Adsorption of gibberellic acid onto natural kaolin from tatakan, south kalimantan. *Indonesian Journal of Chemistry; Vol 9, No 3 (2009)*. doi:10.22146/ijc.21501

Wang, S., Li, X., Wang, S., Li, Y., & Zhai, Y. (2008). Synthesis of  $\gamma$ -alumina via precipitation in ethanol. *Materials Letters*, 62(20), 3552-3554. doi:<https://doi.org/10.1016/j.matlet.2008.03.048>

Wang, Y., Wang, J., Shen, M., & Wang, W. (2009). Synthesis and properties of thermostable  $\gamma$ -alumina prepared by hydrolysis of phosphide aluminum. *Journal of Alloys and Compounds*, 467(1), 405-412. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2007.12.007>