



**SINTESIS γ -Al₂O₃ MESOPORI MENGGUNAKAN METODE
EVAPORATION-INDUCED SELF-ASSEMBLY (EISA)
DENGAN VARIASI pH DAN RASIO MASSA
PREKURSOR TERHADAP SURFAKTAN
NATRIUM-ALGINAT**

SKRIPSI

Oleh

Firda Marta Safitri

NIM 161810301044

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2021**



**SINTESIS γ -Al₂O₃ MESOPORI MENGGUNAKAN METODE
EVAPORATION-INDUCED SELF-ASSEMBLY (EISA)
DENGAN VARIASI pH DAN RASIO MASSA
PREKURSOR TERHADAP SURFAKTAN
NATRIUM-ALGINAT**

SKRIPSI

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat untuk menyelesaikan Program Studi Kimia (S1) dan mencapai gelar Sarjana Sains

Oleh

Firda Marta Safitri

NIM 161810301044

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2021**

PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk:

1. Ayah Khamid dan Ibu Khusnol Hotimah. Terimakasih untuk semua dukungan dan pengorbanannya selama ini. Terimakasih untuk segala kasih sayang, doa, nasihat dan semangat yang tiada henti dengan tulus dan ikhlas;
2. Keluarga besar yang selalu memberikan semangat, doa serta dukungannya;
3. Almamater TK PGRI 1, SDN 1 Mimbaan, SMPN 1 Situbondo, SMAN 1 Situbondo, serta dosen-dosen di Jurusan Kimia FMIPA UNEJ yang telah memberikan ilmu dan bimbingan dengan penuh kesabaran serta keikhlasan;

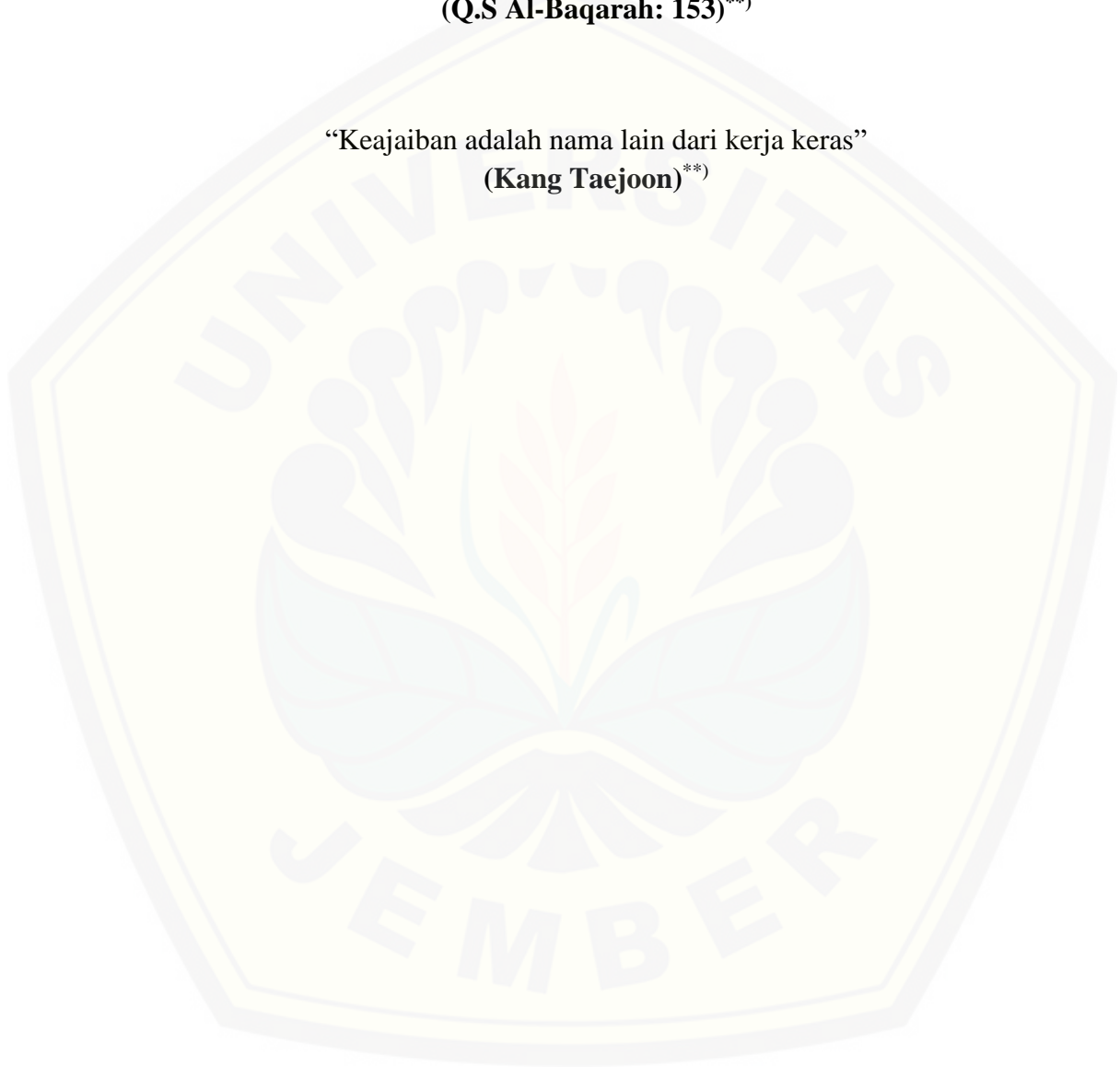
MOTTO

“Wahai orang-orang yang beriman, jadikanlah sabar dan shalat sebagai penolongmu, sesungguhnya Allah bersama orang-orang yang sabar.”

(Q.S Al-Baqarah: 153))**

“Keajaiban adalah nama lain dari kerja keras”

(Kang Taejoon))**



*) Departemen Agama Proyek Pengabdian Kitab Suci Al-Qur'an. 1975. *Al Qur'an dan Terjemahannya*. Jakarta: PT. Bumi Restu.

**) Ki-Sang, Jeon. 2012. *To The Beautiful You*. Korea Selatan: S.M. Entertainment

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Firda Marta Safitri

NIM : 161810301044

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul “*Sintesis γ - Al_2O_3 Mesopori Menggunakan Metode Evaporation-Induced Self-Assembly (EISA) Dengan Variasi pH Dan Rasio Massa Prekursor Terhadap Surfaktan Natrium-Alginat*” adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali jika dalam pengutipan substansi disebutkan sumbernya, dan belum pernah diajukan pada institusi mana pun, dan bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini Saya buat dengan sebenarnya, tanpa adanya tekanan dan paksaan dari pihak mana pun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata di kemudian hari pernyataan ini tidak benar

Jember, Januari 2021

Yang menyatakan,

Firda Marta Safitri

NIM 161810301044

SKRIPSI

**SINTESIS γ -Al₂O₃ MESOPORI MENGGUNAKAN METODE
EVAPORATION-INDUCED SELF-ASSEMBLY (EISA)
DENGAN VARIASI pH DAN RASIO MASSA
PREKURSOR TERHADAP SURFAKTAN
NATRIUM-ALGINAT**

Oleh

Firda Marta Safitri

NIM 161810301044

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : Suwardiyanto, S.Si., M.Si., Ph.D.

Dosen Pembimbing Anggota : Yudi Aris Sulistiyo, S.Si., M.Si.

PENGESAHAN

Skripsi yang berjudul “Sintesis γ -Al₂O₃ Mesopori Menggunakan Metode *Evaporation-Induced Self-Assembly* (EISA) Dengan Variasi pH Dan Rasio Massa Prekursor Terhadap Surfaktan Natrium-Alginat” karya Firda Marta Safitri telah diuji dan disahkan pada:

hari, tanggal :

tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas
Jember

Tim Penguji:

Ketua,

Anggota I,

Suardiyanto, S.Si., M.Si., Ph.D.
NIP. 197501191998021001

Yudi Aris Sulistiyo, S.Si., M.Si.
NIP. 198809242014041001

Anggota II,

Anggota III,

Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si.
NIP. 197107031997021001

Novita Andarini, S.Si., M.Si.
NIP. 197211122000032001

Mengesahkan,
Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,

Drs. Achmad Sjaifullah, M.Sc., Ph.D
NIP. 195910091986021001

RINGKASAN

Sintesis γ -Al₂O₃ Mesopori Menggunakan Metode Evaporation-Induced Self-Assembly (EISA) Dengan Variasi pH Dan Rasio Massa Prekursor Terhadap Surfaktan Natrium-Alginat: Firda Marta Safitri. 161810301044;2021: 49 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Aluminium oksida atau alumina (Al₂O₃) memiliki ciri dalam berbagai struktur metastabil, yang disebut alumina transisi (seperti γ -, η -, δ -, θ -, κ - dan χ -) dan α -Al₂O₃ sebagai fase alumina stabil. Fase alumina yang paling baik digunakan dalam *support* katalis yaitu gamma alumina (γ -Al₂O₃). Gamma alumina (γ -Al₂O₃) digunakan sebagai *support* katalis karena memiliki luas permukaan yang besar (diatas 250 m²/g) dan memiliki distribusi pori yang seragam. Sintesis γ -Al₂O₃ dengan struktur mesopori yang seragam telah banyak dilakukan dengan berbagai metode. Metode sintesis γ -Al₂O₃ dengan penambahan surfaktan menggunakan proses *evaporation-induced self-assembly* (EISA) menghasilkan luas permukaan yang besar dengan ukuran pori dalam bentuk meso. Oleh karena itu, metode EISA merupakan metode yang paling tepat untuk menghasilkan γ -Al₂O₃ mesopori yang seragam.

Penelitian dilakukan dengan menggunakan dua tahapan. Tahapan pertama dilakukan variasi pH untuk mengetahui pH optimum. Tahapan kedua menggunakan variasi rasio massa prekursor terhadap surfaktan alginat dengan menggunakan pH optimum yang diperoleh dari variasi pertama. Variasi pH pada penelitian ini yaitu pH 7, pH 8 dan pH 9, sedangkan variasi rasio massa prekursor terhadap surfaktan alginat yaitu 1:0,00 ; 1:0,75 ; 1:1 ; 1:1,25. Sintesis γ -Al₂O₃ dilakukan dengan waktu evaporasi pada suhu 60°C selama 4 hari dan dikasinasi pada suhu 500°C selama 3 jam. Hasil sintesis γ -Al₂O₃ dikarakterisasi struktur kristalnya menggunakan XRD dan luas permukaan, ukuran pori serta volume pori yang diukur dengan isothermal adsorpsi-desorpsi N₂.

Hasil karakterisasi sintesis pada variasi pH yang diukur menggunakan isothermal adsorpsi-desorpsi N₂ menunjukkan kurva isothermal adsorpsi-desorpsi N₂ menunjukkan model tipe IV yang ditandai *hysteresis loop* yang termasuk jenis H2b. Model isothermal dan *hysteresis loop* menunjukkan material alumina memiliki struktur mesopori. Hasil sintesis juga menunjukkan pH 7 memiliki luas permukaan, ukuran pori dan volume pori yang paling besar yaitu S_{bet} 676,4 m²/g, $r_p = 7,94$ nm dan V_p total = 0,460 cm³/g). Sedangkan pH 8 memiliki S_{bet} 218,5 m²/g, $r_p = 1,65$ nm dan V_p total = 0,355 cm³/g) dan pH 9 memiliki S_{bet} 207,6 m²/g, $r_p = 1,64$ nm dan V_p total = 0,351 cm³/g). Hal ini terjadi akibat prekursor Aluminium dalam spesies Al(OH)₃ yang tidak bermuatan berinteraksi dengan gugus karboksilat (COO⁻) dari surfaktan alginat. Semakin banyak interaksi prekursor aluminium dan surfaktan menghasilkan agregat mesostruktur yang semakin besar. Selanjutnya pada saat pH dinaikkan menjadi 8 dan 9, jumlah spesies aluminium akan bergeser menjadi Al(OH)₄⁻ dan surfaktan alginat semakin bermuatan negatif, sehingga interaksi elektrostatisnya menjadi tolak menolak.

Penelitian variasi rasio massa dilakukan menggunakan pH optimum yaitu pH 7. Rasio massa surfaktan mengalami kenaikan luas permukaan, jari-jari pori dan volume pori pada variasi 0,75 dan 1,00 g. Pada variasi 0,75 g memiliki luas permukaan, volume pori dan ukuran pori yang lebih rendah yaitu S_{bet} 215,9 m²/g, $r_p = 2,18$ nm dan V_p total = 0,335 cm³/g dibanding pada variasi 1,00 g. Hal tersebut terjadi karena surfaktan tidak sepenuhnya mengisi kerangka mesostruktur alumina, sehingga terdapat ruang kosong didalamnya. Namun, ketika penambahan surfaktan pada 1,25 g (S_{bet} 108,3 m²/g, $r_p = 1,63$ nm dan V_p total = 0,251 cm³/g) terjadi penurunan luas permukaan, jari-jari pori dan volume pori. Keadaan ini terjadi karena agregat mesostruktur akan semakin besar, maka bentuk amorf yang tidak stabil akan menyebabkan kerangka mesopori alumina menjadi *collapse* setelah kalsinasi. Hasil sintesis yang diperoleh berdasarkan karakterisasi XRD menunjukkan struktur kristal γ -Al₂O₃ pada penambahan surfaktan optimum (MA-1,00-7) dan tanpa penambahan surfaktan (MA-0,00-7) menghasilkan struktur α -Al₂O₃.

PRAKATA

Puji syukur kehadirat Allah SWT atas segala rahmat serta hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Sintesis γ -Al₂O₃ Mesopori Menggunakan Metode *Evaporation-Induced Self-Assembly* (EISA) Dengan Variasi pH Dan Rasio Massa Prekursor Terhadap Surfaktan Natrium-Alginat”. Skripsi ini disusun sebagai salah satu syarat menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan moril maupun materil dari berbagai pihak, sehingga penulis menyampaikan terima kasih kepada:

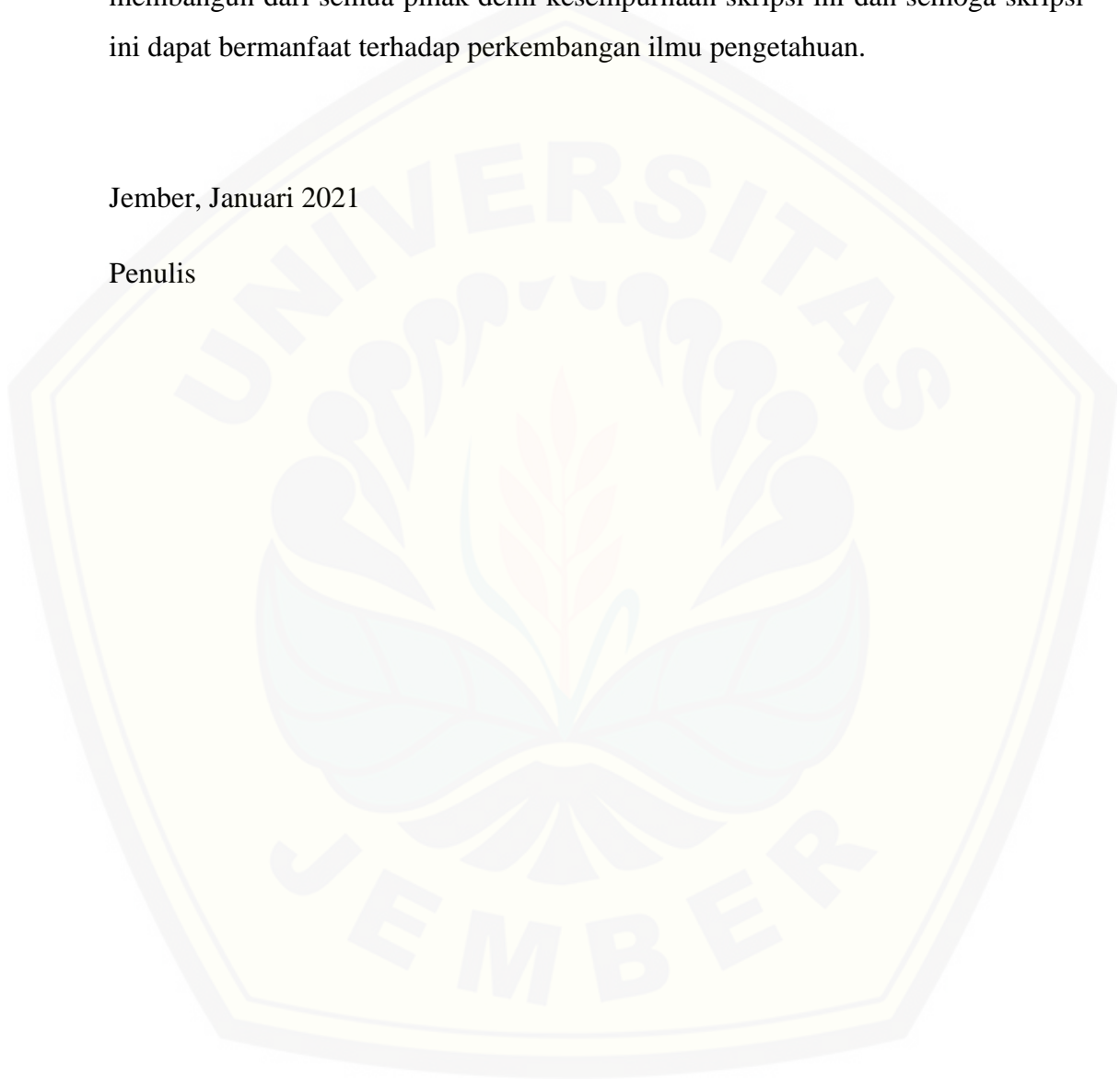
1. Drs. Achmad Sjaifullah, M.Sc., Ph.D., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
2. Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si, selaku ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
3. Suwardiyanto, S.Si., M.Si., Ph.D., selaku Dosen Pembimbing Utama dan Yudi Aris Sulistiyo, S.Si., M.Si., selaku Dosen Pembimbing Anggota yang telah meluangkan waktu, tenaga, dan pikiran dalam penyusunan skripsi ini;
4. Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si, selaku Dosen Penguji I dan Novita Andarini, S.Si., M.Si., selaku Dosen Penguji II yang telah meluangkan waktunya guna menguji serta memberikan kritik dan saran demi kesempurnaan skripsi ini;
5. Ika Oktavianawati, S.Si., M.Sc., selaku Dosen Pembimbing Akademik yang telah membimbing dan selalu memberikan motivasi serta dukungan kepada penulis selama menjadi mahasiswa;
6. Keluarga kedua Jangkrik’s Family, Ikatan Cewe Magadir, Kos u cp, Demis Bolo-Bolo serta Teman – Teman EXTASY 2016 yang selalu memberikan kebahagiaan, kehangatan, bantuan serta semangat selama masa kuliah hingga studi penulis terselesaikan dengan baik;

7. Teman seperjuangan Amalia Anggreini yang selalu bekerjasama untuk terselesainya penelitian dengan baik;
8. Semua pihak yang selalu mendoakan dan tidak dapat disebutkan satu persatu.

Penulis juga menerima segala bentuk kritik dan saran yang bersifat membangun dari semua pihak demi kesempurnaan skripsi ini dan semoga skripsi ini dapat bermanfaat terhadap perkembangan ilmu pengetahuan.

Jember, Januari 2021

Penulis



DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSEMBAHAN	ii
HALAMAN MOTTO	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
HALAMAN PEMBIMBINGAN	v
HALAMAN PENGESAHAN	vi
RINGKASAN	vii
HALAMAN PRAKATA	ix
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xv
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Batasan Masalah	4
1.5 Manfaat Penelitian	4
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Alumina	5
2.1.1 Struktur γ -Al ₂ O ₃	6
2.1.2 γ -Al ₂ O ₃ sebagai katalis support	7
2.2 Mesopori γ-Al₂O₃	8
2.3 <i>Hard-Template</i> dan <i>Soft-Template</i>	10
2.4 <i>Evaporation-induced self-assembly</i> (EISA)	15
2.5 Alginat	17
2.6 Uji Karakterisasi	20
2.6.1 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	20
2.6.2 <i>Brauner-Emmet-Teller</i> (BET) dan <i>Barret-Joiner-Halenda</i> (BJH).....	23
2.6.2 Loop Histeresis.....	26
BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN	29
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	29
3.2 Alat dan Bahan	29
3.2.1 Alat.....	29
3.2.2 Bahan.....	29
3.3 Diagram Alir Penelitian	30
3.4 Prosedur Penelitian	31
3.4.1 Preparasi Larutan.....	31
3.4.2 Sintesis mesopori γ -Al ₂ O ₃	31

3.4.3 Karakterisasi <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	31
3.4.4 Karakterisasi <i>Gas Sorption Analyzer</i> (GSA).....	31
3.4.5 Tabulasi Data.....	32
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN	33
4.1 Sintesis γ -Al ₂ O ₃ mesopori	33
4.2 Pengaruh Variasi pH Antara Alumina dan Surfaktan Natrium-Alginat terhadap Luas Permukaan Dan Pori γ -Al ₂ O ₃	34
4.3 Pengaruh Variasi Rasio Massa Surfaktan terhadap Luas Permukaan Dan Pori γ -Al ₂ O ₃	37
BAB 5. PENUTUP	44
5.1 Kesimpulan	44
5.2 Saran.....	44
DAFTAR PUSTAKA	45
LAMPIRAN	52



DAFTAR TABEL

	Halaman
1.1 Hubungan kondisi sintesis γ -Al ₂ O ₃ mesopori.....	8
2.1 Perbedaan <i>Hard-Template</i> dan <i>Soft-Template</i>	11
2.3 Beberapa Jenis <i>Soft-Template</i>	13
3.1 Tabulasi Data	30
4.1 Data luas permukaan spesifik, ukuran pori dan volume pori dengan variasi pH.....	35
4.2 Data luas permukaan spesifik, ukuran pori dan volume pori dengan variasi rasio massa surfaktan alginat	38

DAFTAR GAMBAR

2.1	Transisi alumina vs suhu kalsinasi.....	5
2.2	Transisi alumina vs luas permukaan	6
2.3	Struktur spinel γ -Al ₂ O ₃	7
2.4	Model pori pada material berpori.....	9
2.5	Mesopori γ -Al ₂ O ₃ yang dikarakterisasi dengan TEM.....	10
2.6	Skema metode <i>hard-template</i>	12
2.7	Mekanisme Pembentukan Mesopori menggunakan <i>Soft-Template</i>	15
2.8	Sintesis mesopori alumina dengan metode EISA menggunakan template P123 ...	16
2.9	Efek potensial mekanisme PEG1000 pada sintesis mesopori alumina.....	17
2.10	Komponen alginat: blok G – G, M – M dan M – G.....	18
2.11	Sodium Alginat yang teroksidasi.....	19
2.12	Skema Alat Uji XRD.....	20
2.13	Difraksi Sinar X pada kisi kristal	21
2.14	Karakterisasi XRD Mesopori γ -Al ₂ O ₃ menggunakan template PEG1000...	22
2.15	a. Sudut kecil karakterisasi XRD mesopori alumina b. Sudut panjang karakterisasi XRD mesopori alumina.....	23
2.16	Tipe Kurva Isoterm Adsorpsi	25
2.17	Klasifikasi Loop Histeresis	27
3.1	Diagram Alir Penelitian	30
4.1	a. Kurva Isoterm Adsorpsi-Desorpsi N ₂ ; b. Distribusi Pori pada Variasi pH	35
4.2	Distribusi spesies aluminium sebagai fungsi pH	36
4.3	Ilustrasi hipotesis interaksi prekursor aluminium dengan alginat dalam variasi pH	36
4.4	a. Kurva Isoterm Adsorpsi-Desorpsi N ₂ ; b. Distribusi Pori pada Variasi pH	38
4.5	Difraktogram Sinar-X	40
4.6	Diagram fasa Al ₂ O ₃ -H ₂ O.....	41

DAFTAR LAMPIRAN

3.1	Preparasi Sampel.....	52
4.1	Proses Sintesis γ -Al ₂ O ₃ Mesopori	53
4.2	Kurva BET	54
	4.2.1 Kurva BET Variasi pH	54
	4.2.2 Kurva BET Variasi Rasio Masa	55
4.3	Data Karakterisasi Adsorpsi-Desorpsi N ₂ MA-1,00-7.....	56
	4.3.1 Data Luas Permukaan Spesifik (<i>Multi-Point</i> BET).....	56
	4.3.2 Data Isoterm.....	56
	4.3.3 Data Distribusi Pori Adsorpsi.....	57
	4.3.4 Data Distribusi Pori Desorpsi	57
	4.3.5 Data Ukuran Jari-Jari Pori Rata-Rata	57
	4.3.6 Data Volume Pori Total.....	58
4.4	Data Karakterisasi Adsorpsi-Desorpsi N ₂ MA-1,00-8.....	58
	4.4.1 Data Luas Permukaan Spesifik (<i>Multi-Point</i> BET).....	58
	4.4.2 Data Isoterm.....	58
	4.4.3 Data Distribusi Pori Adsorpsi.....	59
	4.4.4 Data Distribusi Pori Desorpsi	59
	4.4.5 Data Ukuran Jari-Jari Pori Rata-Rata	59
	4.4.6 Data Volume Pori Total.....	59
4.5	Data Karakterisasi Adsorpsi-Desorpsi N ₂ MA-1,00-9.....	60
	4.5.1 Data Luas Permukaan Spesifik (<i>Multi-Point</i> BET).....	60
	4.5.2 Data Isoterm.....	60
	4.5.3 Data Distribusi Pori Adsorpsi.....	61
	4.5.4 Data Distribusi Pori Desorpsi	61
	4.5.5 Data Ukuran Jari-Jari Pori Rata-Rata	61
	4.5.6 Data Volume Pori Total.....	61
4.6	Data Karakterisasi Adsorpsi-Desorpsi N ₂ MA-0,75-7	62
	4.6.1 Data Luas Permukaan Spesifik (<i>Multi-Point</i> BET).....	62
	4.6.2 Data Isoterm.....	62

4.6.3	Data Distribusi Pori Adsorpsi.....	63
4.6.4	Data Distribusi Pori Desorpsi	63
4.6.5	Data Ukuran Jari-Jari Pori Rata-Rata	63
4.6.6	Data Volume Pori Total.....	63
4.7	Data Karakterisasi Adsorpsi-Desorpsi N ₂ MA-1,25-7	64
4.7.1	Data Luas Permukaan Spesifik (<i>Multi-Point</i> BET).....	64
4.7.2	Data Isoterm.....	64
4.7.3	Data Distribusi Pori Adsorpsi.....	65
4.7.4	Data Distribusi Pori Desorpsi	65
4.7.5	Data Ukuran Jari-Jari Pori Rata-Rata	65
4.7.6	Data Volume Pori Total.....	65
4.8	Data Karakterisasi XRD MA-0,00-7.....	66
4.9	Data Karakterisasi XRD MA-1,00-7.....	67
4.10	Data ICSD #14045 α -Al ₂ O ₃	68
4.11	Data ICSD #95302 γ -Al ₂ O ₃	69

BAB 1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Aluminium oksida atau alumina (Al_2O_3) memiliki ciri dalam berbagai struktur metastabil, yang disebut alumina transisi (seperti γ -, η -, δ -, θ -, κ - dan χ -) dan α - Al_2O_3 sebagai fase alumina stabil (Boumaza *et al.*, 2009). Alumina transisi sering digunakan sebagai *support* katalis, dimana permukaannya dapat dimodifikasikan dengan senyawa aktif (Trueba dan Trasatti, 2005). Material *support* katalis yang baik memiliki syarat luas permukaan spesifik, ukuran pori, volume pori yang besar dan memiliki fase kristalin (Taromi dan Kaliaguine, 2018). Namun demikian, alumina memiliki luas permukaan dan volume pori yang relatif rendah (Renuka *et al.*, 2012).

Fase alumina yang paling baik digunakan dalam *support* katalis yaitu gamma alumina (γ - Al_2O_3) (Elliott, 2007). Gamma alumina (γ - Al_2O_3) digunakan sebagai *support* katalis tidak hanya karena memiliki luas permukaan yang besar (diatas $250 \text{ m}^2/\text{g}$), tetapi memiliki distribusi pori yang seragam (Pan *et al.*, 2013). Selain itu, gamma alumina (γ - Al_2O_3) memiliki permukaan yang menjadi tempat terdispersinya senyawa aktif yang dapat memperbesar kemungkinan interaksi antara antara situs aktif dan reaktan tanpa mengurangi aktivitas instrinsiknya (Liherlinah, 2009). *Support* katalis γ - Al_2O_3 juga memiliki banyak sifat menguntungkan seperti stabilitas termal yang tinggi. Aktivitas katalitik dari material *support* γ - Al_2O_3 sebagian besar tergantung pada sifat tekstural. *Support* katalis γ - Al_2O_3 dengan distribusi ukuran mesopori memiliki luas permukaan dan volume pori lebih besar (Yuan *et al.*, 2008).

Sintesis γ - Al_2O_3 dengan struktur mesopori yang seragam telah banyak dilakukan dengan berbagai metode (Liu *et al.*, 2008). Kordouli *et al* (2018) melakukan sintesis nanopartikel γ - Al_2O_3 dengan metode co-presipitasi menghasilkan luas permukaan $262 \text{ m}^2/\text{g}$ yang harus distabilisasi untuk mencegah timbulnya kristal berukuran mikro. Ameen *et al* (2019) menggunakan metode sonokimia dengan modifikasi impregnasi basah pada sintesis γ - Al_2O_3

menghasilkan luas permukaan yang rendah yaitu 134 m²/g. Metode sintesis pada penelitian Zhang *et al* (2002) dengan variasi surfaktan menggunakan proses *evaporation-induced self-assembly* (EISA) menghasilkan luas permukaan yang tinggi yaitu 367 m²/g dengan ukuran pori dalam bentuk meso yaitu 5,6 nm. Oleh karena itu, metode EISA merupakan metode yang paling tepat untuk menghasilkan γ -Al₂O₃ mesopori yang seragam.

Metode sol-gel dengan menggunakan proses EISA merupakan proses penambahan surfaktan sebagai agen pengarah struktur mesopori (Liu *et al.*, 2008). Macam-macam template pada proses EISA dibedakan menjadi dua, yaitu *hard* dan *soft template* (Brandhuber *et al.*, 2005). Karbon merupakan salah satu jenis *hard template* yang memiliki kelemahan yakni proses pembuatannya rumit dan membutuhkan waktu yang lama (Yuan *et al.*, 2008). Sedangkan, jenis *soft template* yang sintesis mesopori γ -Al₂O₃ terdiri dari surfaktan, polimer dan biopolimer (Xie *et al.*, 2016). Zhang dan Pannavia (2002) menggunakan template blok kopolimer dengan Pluronik (P-123) menghasilkan luas permukaan spesifik 367 m²/g. Selain itu, penggunaan jenis template blok kopolimer dilakukan oleh Zhang *et al* (2016) menggunakan PEG (polietilenglikol) dengan berat molekul 1000 dan menghasilkan luas permukaan sebesar 464 m²/g. Namun, jenis sintesis dengan template blok kopolimer membutuhkan waktu reaksi yang panjang (lebih dari 3 hari). Sedangkan, Shen *et al* (2018) menggunakan surfaktan berupa biopolimer jenis protein kolagen yaitu berupa gelatin, menghasilkan luas permukaan mesopori γ -Al₂O₃ sebesar 262 m²/g. Kekurangan gelatin merupakan biopolimer rantai pendek sehingga luas permukaan yang dihasilkan relatif rendah. Sehingga, jenis *soft template* yang baik digunakan untuk sintesis mesopori γ -Al₂O₃ dengan metode EISA yaitu jenis biopolimer dengan rantai panjang.

Senyawa biopolimer turunan selulosa dengan rantai panjang memiliki kesamaan struktur dengan blok kopolimer, tetapi lebih ramah lingkungan. Senyawa biopolimer turunan selulosa memiliki potensi sebagai template untuk sintesis mesopori γ -Al₂O₃. Salah satu senyawa biopolimer turunan selulosa yang memiliki potensi tersebut yakni alginat. Alginat pada penelitian Cheryl-Low *et al* (2015) menunjukkan terjadi interaksi crosslinking yang kuat pada Al³⁺ dan alginat

membentuk *beads*. Ion Al^{3+} bertindak sebagai ion khelat yang baik untuk mengkhelat alginat. Selain itu, alginat digunakan sebagai template sintesis CeO_2 dapat menghasilkan luas permukaan $187 \text{ m}^2/\text{g}$ pada suhu kalsinasi $450 \text{ }^\circ\text{C}$ (Lavorato *et al.*, 2014). Suhu kalsinasi mempengaruhi luas permukaan mesopori $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (Zhang dan Pinnavaia, 2002).

Suhu kalsinasi mesopori $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ menggunakan template gelatin yaitu $600 \text{ }^\circ\text{C}$ menghasilkan luas permukaan $262 \text{ m}^2/\text{g}$ dengan perbandingan rasio massa gelatin 0, 0,07, 0,27, 0,81, dan 1,9 g (Shen *et al.*, 2018). Variasi suhu kalsinasi mesopori $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ menggunakan template PEG1000 yaitu $600 \text{ }^\circ\text{C}$, $750 \text{ }^\circ\text{C}$ dan 850°C . Hasil tersebut menunjukkan bahwa suhu $600 \text{ }^\circ\text{C}$ memiliki luas permukaan terbesar $464 \text{ m}^2/\text{g}$ (Zhang *et al.*, 2016). Selain suhu kalsinasi, pH juga mempengaruhi proses terbentuknya material berpori. Hal ini dibuktikan pada penelitian (Kim *et al.*, 2002) menghasilkan luas permukaan terbesar $392 \text{ m}^2/\text{g}$ pada pH 7 dan dengan bentuk struktur mesopori yang teratur (*relatively well organized mesostructured*). Hasil penelitian Shen *et al* (2018) pada sintesis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ mesopori juga menjelaskan pengaruh pH terhadap luas permukaan. Semakin tinggi pH semakin rendah luas permukaannya. Data yang dihasilkan pada pH 8, pH 9 dan pH 10 berturut-turut menghasilkan luas permukaan $262 \text{ m}^2/\text{g}$, $190 \text{ m}^2/\text{g}$ dan $124 \text{ m}^2/\text{g}$.

Berdasarkan uraian diatas, penelitian tentang sintesis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ mesopori dengan metode EISA dapat dilakukan. Surfaktan yang digunakan yaitu alginat dengan variasi pH pada 7,8, dan 9, serta variasi perbandingan rasio massa surfaktan 0; 0,25; 0,75; dan 1,25. Suhu kalsinasi yang digunakan untuk sintesis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ mesopori yaitu $600 \text{ }^\circ\text{C}$ selama 3 jam.

1.2 Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah dalam penelitian ini adalah :

1. Bagaimana pengaruh pH campuran antara alumina dengan surfaktan natrium-alginat terhadap luas permukaan dan pori $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$?
2. Bagaimana pengaruh rasio massa surfaktan natrium-alginat terhadap luas permukaan, pori dan stuktur kristal $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$?

1.3 Tujuan

Adapun tujuan dalam penelitian ini adalah :

1. Mempelajari pengaruh pH campuran antara alumina dengan surfaktan natrium-alginat terhadap luas permukaan dan pori $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$
2. Mempelajari pengaruh rasio massa surfaktan natrium-alginat terhadap luas permukaan, pori dan stuktur kristal $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$

1.4 Batasan masalah

Adapun batasan masalah dalam penelitian ini adalah :

1. Surfaktan biopolimer yang digunakan adalah natrium-alginat ($M_w \sim 600000$ g/mol)
2. Prekursor yang digunakan adalah aluminium nitrat nonahidrat $\text{Al}(\text{NO})_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$

1.5 Manfaat Penelitian

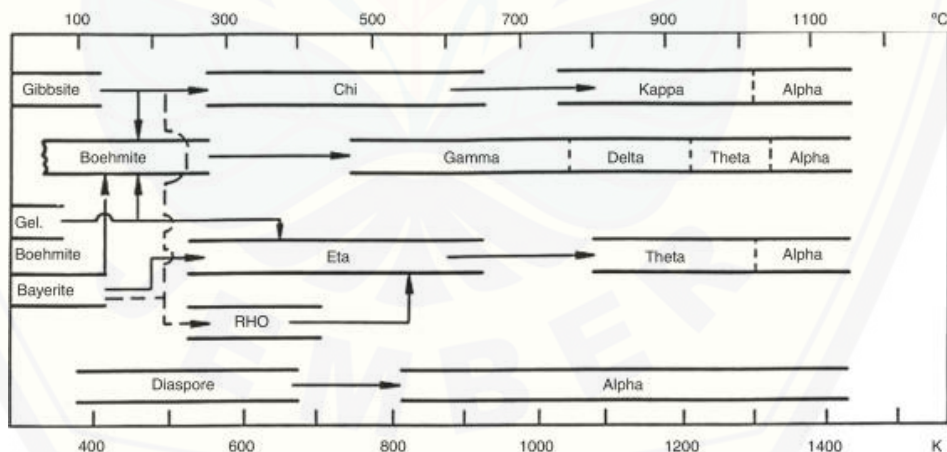
Manfaat dalam penelitian ini yaitu memberikan informasi mengenai surfaktan biopolimer natrium-alginat sebagai *soft template* sintesis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ mesopori menggunakan metode *evaporation-induced self-assembly* (EISA).

BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Alumina (Al_2O_3)

Aluminium oksida atau biasa disebut alumina (Al_2O_3) merupakan material keramik yang digunakan sebagai al ini digunakan misalnya sebagai katalis support, fabrikasi perangkat elektronik, bahan pahat, pelindung terhadap korosi pada paduan pembentuk alumina, dan bisa digunakan sebagai alternatif untuk implan. Alumina memiliki fase yang khas yang berada pada struktur metastabil, yang disebut alumina transisi (γ -, η -, δ -, θ -, κ - dan χ -) dan fase α - Al_2O_3 yang stabil (Boumaza *et al.*, 2009).

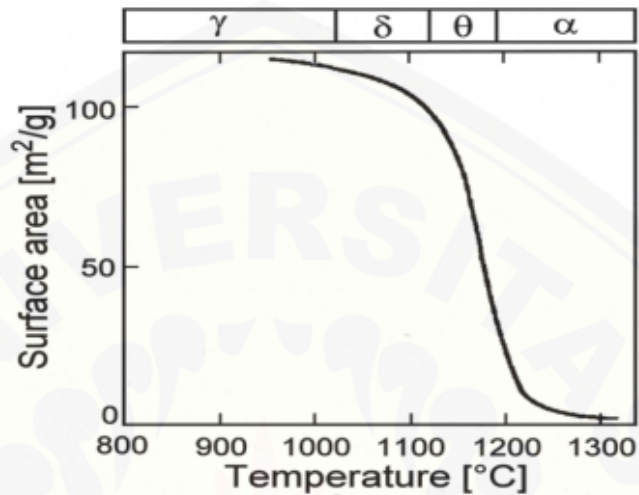
Alumina sebelum mencapai fase yang paling stabil, berbagai alumina transisi terbentuk, terutama fase γ , δ , dan θ yang dapat terbentuk secara bersamaan. Tahap pembentukan alumina yang pertama yaitu tahap oksidasi dan kemudian terbentuk fase-fase transisi pada sifat alumina tidak dipahami dengan jelas. Fase-fase alumina sangat sulit dicirikan transisi strukturnya pada waktu tertentu dan tegan metode yang klasik (Favaro *et al.*, 2010).



Gambar 2.1 Transisi alumina vs suhu kalsinasi
(Sumber : Lamouri *et al.*, 2016)

Material γ - Al_2O_3 konvensional diperoleh dengan penggunaan dehidrasi termal dari boehmite di atas 400–450 °C. γ - Al_2O_3 konvensional memiliki luas permukaan dan volume pori masing-masing di bawah 250 m^2/g dan 0,50 cm^3/g . Luas permukaan juga dipengaruhi faktor kalsinasi. Transformasi fase γ - Al_2O_3 menjadi

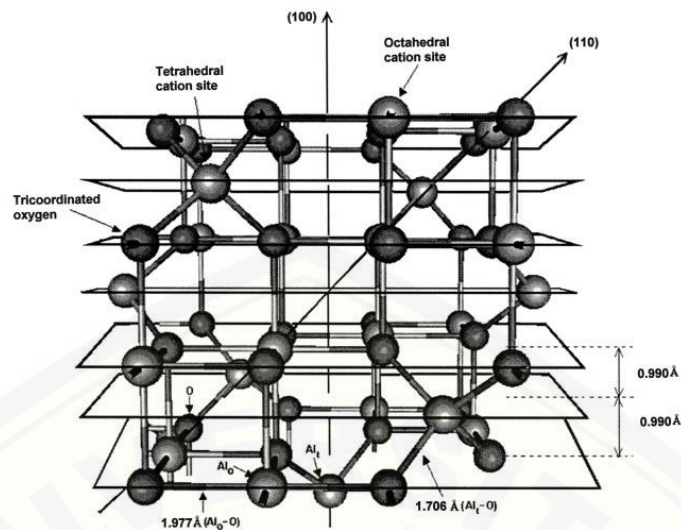
α -Al₂O₃ ditandaidengan penurunan luas permukaan akibat peningkatan suhu kalsinasi yang ditunjukkan pada Gambar 2.2. Material γ -Al₂O₃ yang memiliki luas permukaan yang besar sering digunakan sebagai kataali penyangga (Pradhan, 2014).



Gambar 2.2 Transisi alumina vs Luas permukaan
(Sumber :Pradhan, 2014)

2.1.1 Struktur γ -Al₂O₃

Fase γ -alumina (γ -Al₂O₃) merupakan transisi alumina yang sering digunakan sebagai katalis dan support katalis dalam industri otomotif dan perminyakan (Samain *et al.*, 2014). Sifat tekstural yang diinginkan pada γ -alumina seperti luas permukaan, volume pori, distribusi ukuran pori, dan karakteristik asam/basa utamanya disebabkan oleh komposisi permukaan, struktur mikro, dan komposisi fase (Digne *et al.*, 2002). Struktur mikro dan stabilitas termal material sangat bergantung pada metode dan kondisi proses sintesis, namun penjelasan strukturalnya meragukan karena kesamaan struktur dari alumina transisi (Trueba dan Trasatti, 2005). Struktur Al₂O₃ secara konvensional dianggap sebagai cacat kristal tipe spinel, dimana atom-atom oksigen disusun dalam *close packaging* kubik dan atom-atom Al menempati situs oktahedral dan tetrahedral. Struktur γ -Al₂O₃ tipe spinel dapat dilihat pada Gambar 2.3



Gambar 2.3 Struktur spinel γ - Al_2O_3 (Sumber : Ionescu *et al.*, 2002)

Struktur γ - Al_2O_3 yang berasal dari alumina amorf memiliki kisi kubik (Samain *et al.*, 2014). Kisi kubik dan distorsi tetragonal ditemukan pada boehmite $\text{AlO}(\text{OH})$ atau gibbsite $\text{Al}(\text{OH})_3$ yang berasal dari turunan γ - Al_2O_3 (Peintinger *et al.*, 2014). Keberadaan struktur tetragonal pada struktur γ - Al_2O_3 telah dilakukan oleh Paglia *et al.* (2004). Struktur tetragonal γ - Al_2O_3 yang diperoleh dari kristalin boehmite berkisar pada suhu 450-750 °C (Paglia *et al.*, 2004). Proses reduksi distorsi tetragonal dihasilkan dengan meningkatkan suhu, tetapi tidak diperoleh pada tahap γ - Al_2O_3 kubik. Fase baru telah diidentifikasi dengan urutan kation yang lebih jelas di atas 750 °C. Fase tersebut yang disebut sebagai γ' - Al_2O_3 . Fase γ' - Al_2O_3 yang mendekati struktur δ - Al_2O_3 di atas 900 °C (French *et al.*, 2005).

2.1.2 γ - Al_2O_3 sebagai katalis support

γ - Al_2O_3 digunakan sebagai katalis *support* dalam proses pengilangan minyak dan proses kimia. Karakteristik *support* yang berbeda memiliki dampak langsung pada aktivitas akhir katalis, di antaranya adalah luas permukaan, kekuatan mekanik dan sifat transfer massa. Optimalisasi sisi aktif katalis misal pada optimalisasi selektivitas dan laju kinetik kimia yang sering digunakan dalam aplikasi pembuatan katalis *support* (Kolitcheff *et al.*, 2017). Alumina transisi sering digunakan sebagai *pra-shaped support* untuk menyiapkan katalis multi fase yang terdiri dari fase aktif yang didispersikan pada carrier atau support (Schwarz, Contescu dan Contescu, 1995). Sifat-sifat fase aktif tergantung terutama pada cara

di mana komponen aktif katalis (prekursor) dimasukkan ke dalam *support* (Spanos *et al.*, 1992).

Tabel 1.1 Hubungan kondisi sintesis γ -Al₂O₃ mesopori dengan luas permukaan, ukuran pori dan volume pori

Kondisi sintesis			Luas permukaan (m ² /g)	Ukuran Pori (nm)	Volume pori (cm ³ /g)	Sumber referensi
Suhu (°C)	kalsinasi	550	367	5.6	0.51	Zhang <i>et al.</i> , 2002
		600	464	7.8	1.7	Zhang <i>et al.</i> , 2016
		750	296	12.2	1.2	Zhang <i>et al.</i> , 2016
		850	246	12.4	1.2	Zhang <i>et al.</i> , 2016
Rasio surfaktan (g)	massa	0.0	337	7.8	1.2	Zhang <i>et al.</i> , 2016
		0.27	242	6.3	0.51	Shen <i>et al.</i> , 2018
		0.3	394	9.6	1.3	Zhang <i>et al.</i> , 2016
		0.81	262	6.3	0.53	Shen <i>et al.</i> , 2018
		1.35	239	7.3	0.55	Shen <i>et al.</i> , 2018
		1.8	457	6.6	1.7	Zhang <i>et al.</i> , 2016
		3.6	461	6.6	1.8	Zhang <i>et al.</i> , 2016
		7.2	398	6.6	1.4	Zhang <i>et al.</i> , 2016
pH		8	367	5.6	0.51	Zhang <i>et al.</i> , 2002
		9	190	5.8	0.45	Shen <i>et al.</i> , 2018
		10	124	5.3	0.38	Shen <i>et al.</i> , 2018

2.2 Mesopori γ -Al₂O₃

Sebagian besar katalis merupakan padatan berpori. Tekstur pori muncul dari metode beberapa preparasi padatan :

1. Presipitasi dari larutan berasal dari partikel prekursor yang menggumpal dan membentuk struktur berpori;
2. Kristalisasi hidrotermal menghasilkan senyawa mikropori kristal lainnya, yang memiliki susunan yang khas pada unit kerangka intrakristalin dengan ukuran rongga molekul;
3. Eliminasi material yang mudah menguap selama proses termal (pembakaran, penguapan) yang menghasilkan rongga sebagai hasil dari penataan ulang padatan dan cara untuk menghilangkan material
4. Disolusi selektif beberapa komponen dapat menghasilkan pori

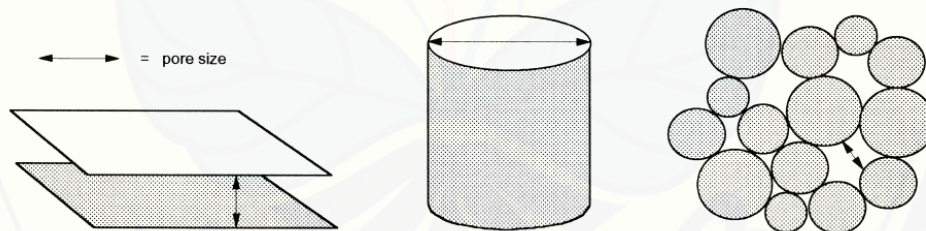
5. Prosedur pembentukan yang berbeda, digunakan untuk memperoleh katalis yang cocok untuk reaktor industri (tableting, ekstrusi, pengeringan semprot), menghasilkan agregat partikel yang stabil yang mengandung struktur berpori yang sesuai dengan rongga intrapartikel

(Rouquerol *et al.*, 1994).

Katalis yang mengandung satu atau lebih kelompok pori-pori, yang ukuran dan volumenya tergantung pada metode pembuatan pori. Pori dikelompokkan dalam kelas yang berbeda tergantung pada ukurannya :

1. mikropori (ukuran < 2 nm), ultramikropori (ukuran $< 0,7$ nm),
2. mesopori (2 nm $<$ ukuran < 50 nm),
3. makropori (ukuran > 50 nm).

Bentuk pori memiliki bentuk teratur dan tidak teratur. Bentuk geometris yang paling mirip digunakan yaitu bentuk pori: silinder (dalam beberapa oksida seperti alumina dan magnesia), celah (dalam karbon aktif dan lempung) dan celah antara bola padat yang terhubung (dalam silika dan banyak padatan yang diperoleh dari gel), seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.2. Silinder (ukuran = diameter) dan celah (ukuran = jarak antar dinding) adalah model yang paling banyak digunakan.

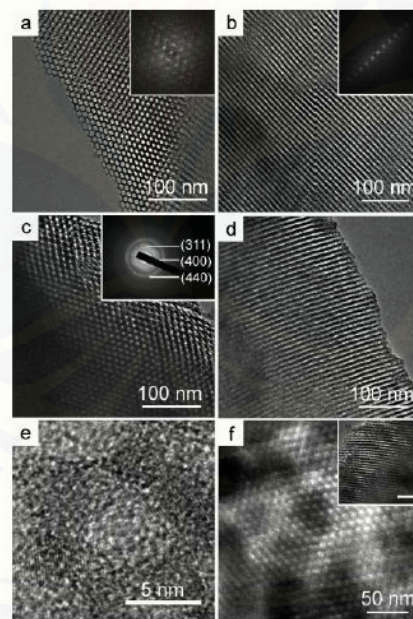


Gambar 2.4 Model pori pada material berpori
(Sumber : Leofanti *et al.*, 1998)

Alumina berpori merupakan material sintetis yang banyak digunakan dalam katalisis, adsorpsi, dan pemisahan. Transisi alumina atau alumina aktif secara komersial telah digunakan sebagai alumina berpori, tetapi terdapat masalah penonaktifan dalam katalisis dengan memasukkan sumbat pori untuk pembentukan kokas dalam mikropori. Sintesis alumina mesopori dengan terkontrol porositas dan stabilitas termal yang tinggi (Yuan *et al.*, 2008).

Alumina mesopori yang disintesis sebagian. Sintesis alumina mesopori dengan dinding amorf menggunakan metode sol-gel yang dikontrol dengan reagen

hidrolisis serta kondensasi (Zhang *et al.*, 2002). Penelitian Route *et al.*, (2006) mengembangkan penelitian mengenai alumina mesoporous berbentuk kristal yang dibuat dengan template CMK-3 sebagai *hard template*. Namun, prosedur sintesis ini membutuhkan banyak metode dan memakan waktu yang lama. Sintesis mesopori γ -Al₂O₃ dengan yang diharapkan yaitu dengan mesostruktur tinggi. Sifat stabilitas termal dan sifat katalisis mesopori γ -Al₂O₃ yang dipesan belum dipelajari secara rinci. Penelitian Yuan *et al.*, (2008) melakukan sintesis yang mudah diakses, untuk mensintesis alumina mesopori yang sangat tertata dengan dinding kerangka fase amorf γ -Al₂O₃ dan kristalin melalui metode sol-gel sederhana dengan kopolimer blok sebagai *soft template*. Kerangka γ -Al₂O₃ tersebut yang ditunjukkan pada Gambar 2.5 menggunakan karakterisasi TEM. Mesopori γ -Al₂O₃ memiliki luas permukaan tinggi, ukuran pori yang seragam, dan sejumlah besar situs aktif asam Lewis pada permukaan, dan menunjukkan selektivitas ukuran reaktan dalam hidrogenasi aseton, D-glukosa, dan D - (+) - cellobiose.



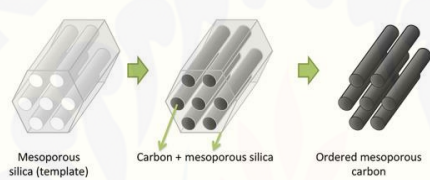
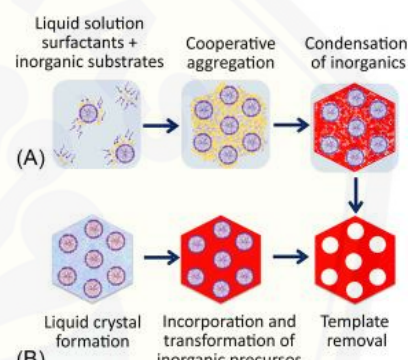
Gambar 2.5 Mesopori γ -Al₂O₃ yang dikarakterisasi dengan TEM
(Sumber :Yuan *et al.*, 2008)

2.3 *Hard-Template* dan *Soft-Template*

Metode sintesis menggunakan template tidak membutuhkan kondisi preparasi khusus, mudah dilakukan serta mudah diimplementasikan. Metode template ini

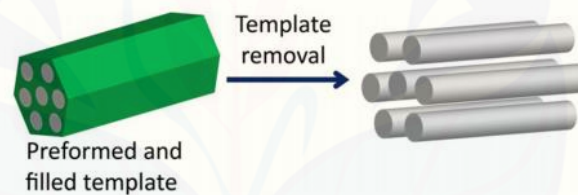
dapat mengontrol morfologi, ukuran partikel, dan struktur material secara efektif selama proses sintesis nanomaterial. Berdasarkan perbedaannya, jenis template dapat dibedakan menjadi dua, yakni *soft-template* dan *hard-template* (Xie *et al.*, 2016). Metode sintesis tersebut dapat dibedakan seperti pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2 Perbedaan *Hard-Template* dan *Soft-Template*

	<i>Hard-Template</i>	<i>Soft-Template</i>
Metode Sintesis	<ol style="list-style-type: none"> 1. Sintesis dari cetakan mesopori 2. Infiltrasi atau logam metal 3. Kristalisasi 4. Penghilangan <i>hard-template</i> 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Perakitan (<i>co-assembly</i>) dari surfaktan atau polimer dengan prekursor logam membentuk mesopori 2. Kristalisasi dan pembakaran template
Ilustrasi	 <p>(Sumber : Sierra <i>et al.</i>, 2019)</p>	 <p>(Sumber : Marcos <i>et al.</i>, 2019)</p>
Kelebihan	<ol style="list-style-type: none"> 1. Metode yang banyak digunakan untuk pembentukan kristalin oksida (<i>crystalline oxide</i>) 2. Menghasilkan pori yang seragam 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Struktur dan ukuran pori hasil sintesis dapat dikendalikan 2. Mudah membentuk <i>framework</i> dan dihilangkan templatnya dibandingkan <i>hard-template</i> 3. Tidak membutuhkan banyak peralatan dan kondisi yang ketat (<i>strict</i>) 4. Reaksi yang ada dapat diontrol atau dikendalikan
Kekurangan	<ol style="list-style-type: none"> 1. Ukuran dan struktur pori sulit dikendalikan 2. Memungkinkan terjadinya nukleasi di luar pori, sehingga menghasilkan <i>yield</i> yang rendah 3. Membutuhkan biaya tinggi dan preparasi yang rumit 4. Pemisahan antara template dan produk dapat menyebabkan kerusakan pada struktur <i>nanotube</i>, <i>nanowire</i>, atau <i>hollow balls</i> 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Stabilitas termal rendah untuk <i>soft-template</i> yang berbasis hidrokarbon 2. Memungkinkan terjadinya kerusakan (<i>collapse</i>) kerangka pori selama proses kristalisasi dan penghilangan <i>soft-template</i>

(Sumber: He *et al.*, 2018).

Hard-template merupakan material yang memiliki struktur kaku (*rigid*), dimana kestabilan strukturnya ditentukan oleh ukuran dan morfologi dari partikel sampel. Beberapa contoh dari *hard-template* yaitu: membran berpori, busa plastik, serat karbon, dan aluminium anodik berpori oksida. Pembuatan *hard-template* memiliki keuntungan karena struktur dan pengaruhnya terhadap ukuran partikel. Morfologi merupakan parameter yang penting untuk karakterisasi dari sifat material, khususnya pada material mesopori. Morfologi, bersama dengan ukuran partikel, luas permukaan, dan struktur pori menentukan sifat dari material mesopori dan pengaplikasinya secara tepat (Xie *et al.*, 2016). Jalur sintesis *hard-template*, juga dikenal sebagai *nanocasting*. *Nanocasting* merupakan teknik langsung lainnya untuk mendapatkan struktur mesopori. Teknik ini didasarkan pada penggunaan template yang dibentuk sebelumnya dibuat dari agregat nanopartikel, karbon atau silika mesopori (Marcos *et al.*, 2019). Teknik *nanocasting* menggunakan silikamesopori ditunjukkan pada Gambar 2.6



Gambar 2.6 Skema metode *hard-template* (Sumber : Marcos *et al.*, 2019)

Metode sintesis *hard-template* dapat menggunakan template dengan ukuran dan struktur *nanohole* yang berbeda. Hal tersebut dapat dilakukan melalui pertumbuhan fisik atau kimia maupun pengendapan material dalam nanopori untuk fabrikasi nanomaterial. *Hard-template* sering digunakan sebagai "reaktor mikro" dalam sintesis nanomaterial karena stabilitas strukturnya. Prekursor dapat dimasukkan ke dalam pori-pori maupun permukaan pori dari *hard-template* melalui proses impregnasi. Struktur *hard-template* yang *rigid* (kaku) membatasi kristalisasi atau agregasi prekursor. Partikel dengan morfologi yang berbeda dapat diperoleh dengan memilih *hard-template* dengan struktur yang berbeda pula (Xie *et al.*, 2016).

Soft-template tidak memiliki struktur kaku (*rigid*) seperti halnya *hard-template*. Proses sintesis material dengan menggunakan *soft-template* lebih sederhana dengan tingkat kepresisian yang tinggi, sehingga memiliki prospek yang baik pada pengembangan sintesis nanomaterial. *Soft-template* pada umumnya berupa surfaktan, polimer dan biopolimer (Lee *et al.*, 2006). Beberapa contoh dari *soft-template* dapat dilihat pada Tabel 2.3.

Tabel 2.3 Beberapa Jenis *Soft-Template*

Keterangan	Kegunaan	Sumber Referensi
Surfaktan 1. Bersifat amphifilik (hidrofilik dan lipofilik pada kepala dan ekor surfaktan) 2. Dapat berupa anionik, kationik, non-ionik dan <i>zwitterionic</i> 3. Gugus fungsi dari molekul amphifilik mudah membentuk struktur <i>liquid crystal</i> , misel, mikroemulsi, dan <i>self-assembled film</i> di dalam larutan Contoh: CTAB (<i>cetyltrimethylammonium bromide</i>)	Dapat digunakan untuk mensintesis silika mesopori, mikrosphere silika	(Huo <i>et al.</i> , 1994; Barrabino., 2011; Rida <i>et al.</i> , 2014)
High Polymer 1. Memiliki berat molekul yang besar 2. Memiliki stabilitas yang baik, memiliki struktur molekular yang beragam 3. Dapat berperan sebagai template maupun prekursor organik dan membentuk struktur <i>liquid crystal</i> melalui metode <i>self-assembly</i> Contoh: Kopolimer blok (Pluronic-123, PEG)	Banyak digunakan untuk sintesis material mesopori	(Xie <i>et al.</i> , 2016; Zhang dan Pinnavia., 2002)
Biopolimer 1. Keadaanya melimpah di alam 2. Strukturnya kompleks, tidak beracun, templatanya <i>easy removal</i> 3. Sangat potensial digunakan sebagai template untuk sintesis material Contoh: DNA, Protein, Polisakarida, dll	Dapat digunakan sebagai template untuk sintesis nanomaterial	(Xie <i>et al.</i> , 2016; Liu <i>et al.</i> 2013)

Jalur sintesis metode *soft-template* untuk membentuk mesopori melalui dua jalur yang berbeda : perakitan sendiri (*co-assembly*) dan proses templating pada *liquid crystal*. Proses perakitan sendiri (*co-assembly*) melibatkan interaksi spesies anorganik dengan surfaktan melalui ikatan kovalen, gaya elektrostatik, atau ikatan

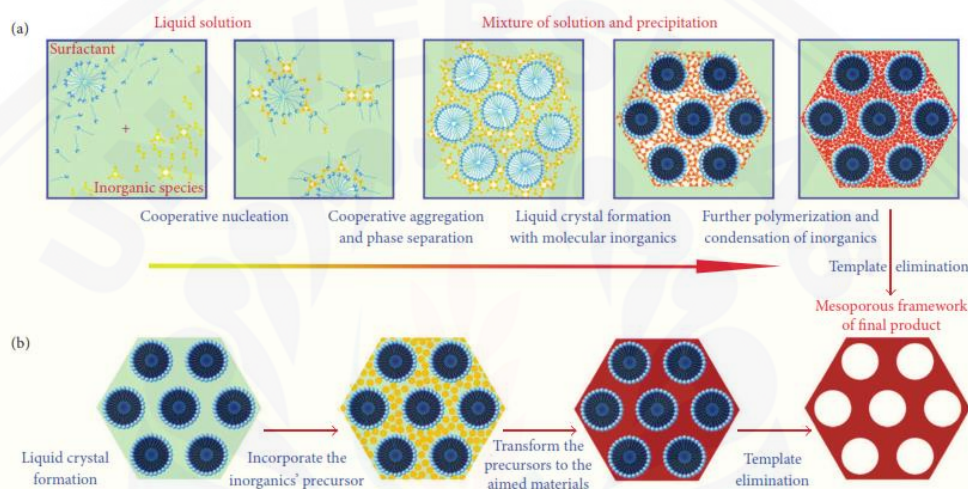
hidrogen, interaksi polimerisasi dan ikatan *cross-linking*. Selama sintesis terjadi proses *matching* antara kerapatan muatan pada permukaan anorganik dan antarmuka surfaktan mengatur proses perakitan. Pemisahan fase dan reorganisasi yang dihasilkan menghasilkan penataulangan tiga dimensi yang berenergi terendah. Hal tersebut saling ketergantungan proses terhadap pengaruh kerapatan muatan antar spesies, komposisi hibrida anorganik atau organik. Sedangkan proses templating *liquid crystal* didasarkan pada pembentukan template yang diperoleh dari misel mesofasa semi-cair yang diproduksi oleh surfaktan. Pertumbuhan kristal dan kondensasi terjadi ketika prekursor anorganik ditambahkan dan meningkat. Proses pertumbuhan kristal yang terus meningkat mengakibatkan ruang terbatas di sekitar surfaktan membentuk *ceramic-like frameworks*. Setelah kondensasi, templat organik dihilangkan dan struktur meso dapat terbentuk (Marcos *et al.*, 2019)

Polimer dengan berat molekul yang besar (*high polymer*) sebagai template dan prekursor organik membentuk struktur mesopori tertentu dengan metode *self-assembly*. Selektivitas dari polimer dan fase kristal tertentu berinteraksi satu sama lain dalam fase awal nukleasi kristal. Interaksi ini dapat mempercepat atau menghambat pertumbuhan kristal, sehingga akan mengontrol dan meningkatkan morfologi, ukuran, dan distribusi partikel (Xie *et al.*, 2016).

Kopolimer blok merupakan salah satu jenis *high polymer*. Kopolimer blok dihubungkan oleh rantai polimer dengan dua atau lebih sifat yang berbeda. Ikatan hidrogen terjadi ketika bagian hidrofilik dari surfaktan dan prekursor berinteraksi satu sama lain yang akan menghasilkan fase mesoskopik selama proses sintesis dari material mesopori. Diameter pori dari fase mesoskopik ditentukan oleh ikatan hidrofobik dari kopolimer blok, sehingga semakin besar berat molekul yang memiliki bagian hidrofobik, semakin kuat sifat hidrofobiknya dan semakin besar pula diameter pori yang dihasilkan dari proses sintesis (Yu *et al.*, 2002).

Senyawa biopolimer juga dapat digunakan sebagai *soft-template* untuk sintesis material berpori. Senyawa ini mudah diperoleh, memiliki struktur yang kompleks, tidak beracun, serta mudah dihilangkan (*easy removal*). Biopolimer yang umum digunakan sebagai template adalah DNA, protein, serta polisakarida. *Soft-template* dapat berperan sebagai material anorganik sekaligus surfaktan yang secara langsung

mengalami *supramolecular self-assembly*, membentuk fase organik-anorganik. Ikatan yang terdapat pada fase tersebut yaitu ikatan elektrostatik, ikatan hidrogen, dan ikatan kovalen. Ikatan antara material anorganik dan surfaktan bersifat lemah (saling tolak-menolak) karena memiliki sifat elektrik yang sama, sehingga perlu ditambahkan fase intermediet sebagai *link* (penghubung) antara keduanya, membentuk fase organik-anorganik (Xie *et al.*, 2016). Skema pembentukan material mesopori menggunakan *soft-template* seperti pada Gambar 2.7.

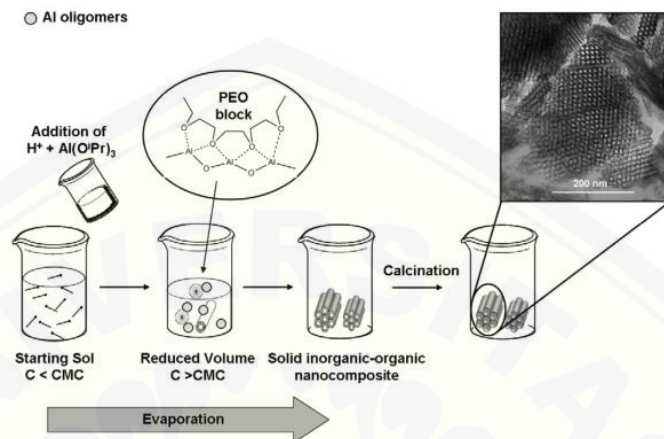


Gambar 2.7 Mekanisme Pembentukan Mesopori menggunakan *Soft-Template* (Sumber: Xie *et al.*, 2016)

2.4 *Evaporation-induced self-assembly* (EISA)

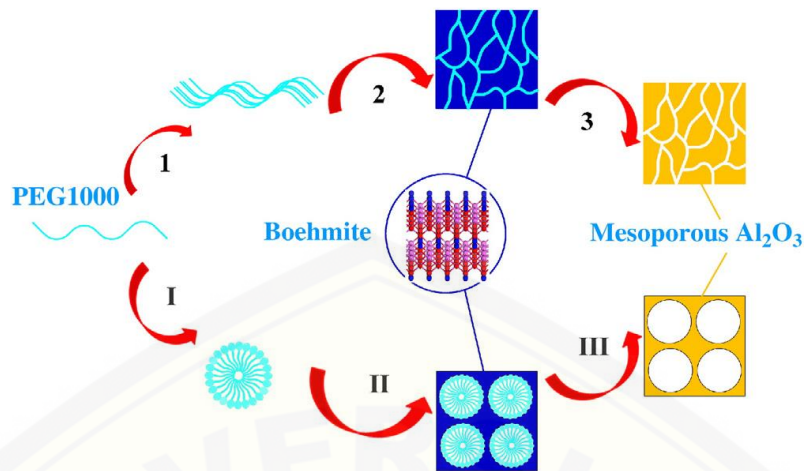
Proses *evaporation-induced self-assembly* (EISA) merupakan salah satu metode sintesis yang paling penting untuk material mesopori dengan bantuan surfaktan dan diperantarai supramolekul material mesopori. Proses *evaporation-induced self-assembly* merupakan proses perakitan dari molekul organik amfifilik yang melekat pada anorganik. Reaksi kompleks yang menghasilkan larutan dan berat molekul spesies anorganik dapat larut dan terus berubah seiring waktu. Spesies yang terionisasi kuat tidak dapat berinteraksi dengan kelompok hidrofilik molekul surfaktan, dan terjadi sebagai ion bebas dalam larutan prekursor. Semua spesi, termasuk ion bebas seperti itu, ditampung dalam kerangka yang dihasilkan di sekitar rakitan surfaktan (Kimura, 2016). Perakitan menggunakan molekul organik amfifilik juga disebut dengan perakitan menggunakan surfaktan. Template surfaktan yang sering digunakan dalam sintesis mesopori alumina berupa triblok

kopolimer Pluronik123 (P123). Pluronik123 membentuk gugus etilen-oksida(EO) dan propilen-oksida (PO) pada proses EISA. Proses sintesis mesopori alumina ditunjukkan pad Gambar 2.8



Gambar 2.8 Sintesis mesopori alumina dengan metode EISA menggunakan template P123 (Sumber: (Hartmann, Sachse and Galarneau, 2012)).

Proses pelepasan surfaktan pada template dilakukan dengan menguapkan pelarut dalam proses pengeringan. Pembentukan tersebut menghasilkan "zona organik" seperti cairan di dalam struktur alumina, yang nantinya akan menghasilkan pembentukan pori (Caragheorghopol *et al.*, 2010). Gambar 2.9 menunjukkan efek potensial dan mekanisme PEG1000 ditambahkan pada sintesis mesopori alumina. Konsentrasi PEG1000 rendah, sebagai pengarah struktur PEG1000 tersebar secara seragam ke dalam pelarut pada langkah 1. Perlakuan selanjutnya yaitu hidrolisis aluminium isopropoksida, molekul PEG1000 dapat teradsorpsi pada permukaan lapisan boehmite yang terbentuk melalui hidrogen obligasi. Mesopori alumina seperti menunjukkan pori yang lebih sempit karena pori-pori ukuran lebih seragam terbentuk dengan menghapus PEG1000. Peningkatan konsentrasi PEG1000 dilakukan dengan bagian dari molekul PEG1000 yang ditransfer ke misel dan hanya molekul PEG1000 yang bekerja pada langkah 1 ke 3. Misel PEG1000 mendistribusikan di antara lapisan boehmite pada dan pori-pori terbentuk dengan membakar misel PEG1000 dalam langkah ke II yang ditunjukkan pada Gambar 2.9.

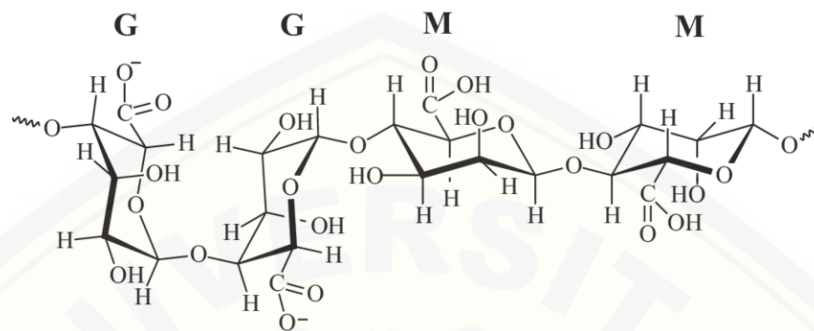


Gambar 2.9 Efek potensial mekanisme PEG1000 pada sintesis mesopori alumina
(Sumber : (Zhang *et al.*, 2017))

2.5 Alginat

Alginat adalah jenis polisakarida yang berasal dari kelompok alga coklat dan bakteri. Rumus molekul natrium alginat adalah $(C_6H_7O_6Na)_n$. Alginat mengandung 2 unit monomer yaitu asam 1,4-linked β -D-mannuronat (M) dan asam residu α -L-guluronat (G) (Abdalla *et al.*, 2015). Alginat, yang diekstraksi dari rumput laut coklat menarik untuk disintesis sebagai material terstruktur dalam skala besar karena bersifat non-toksitas Alginat sebagai sejenis biopolimer alami, terdiri dari rantai linier (1-4) monomer asam β -D-mannuronat dan asam α -L-guluronat yang dapat dihubungkan silang dengan kation logam multivalen dengan ikatan elektrostatis yang kuat (Yu *et al.*, 2016). Alginat dalam bentuk komersil sering dijumpai dalam bentuk natrium alginat (*sodium alginate*, SA) yaitu suatu garam natrium dari asam alginat yang larut dalam air (Andrawina and Kurniawati, 2012). Natrium alginat merupakan garam natrium dari asam alginat, yang merupakan kopolimer dari asam β -D-mannuronat (M) dan asam α -L-guluronat (G) memiliki ikatan 1,4-glikosidik. Ikatan 1,4-glikosidik terjadi akibat adanya kation multivalen seperti Ca^{2+} , Cd^{2+} , Ba^{2+} , Zn^{2+} , Al^{3+} (Sinha *et al.*, 2015). Ikatan alginat dengan kation multivalen mengakibatkan interaksi cross-linking antar ion molekul gugus COO^- yang terletak pada *backbone* pada natrium alginat dan kation logam (Goh *et al.*, 2012). Konformasional isomer pada alginat berbeda dalam susunan struktural cincin hexopyranose. Alginat membentuk setidaknya tiga berbagai bentuk segmen

polimer: segmen yang mengandung MM dan GG diselingi dengan daerah segmen MG bergantian seperti ditunjukkan pada Gambar 2.10. Distribusi ukuran polydisperse alginat diamati menggunakan metode kromatografi permeasi gel (Berth, 1992).



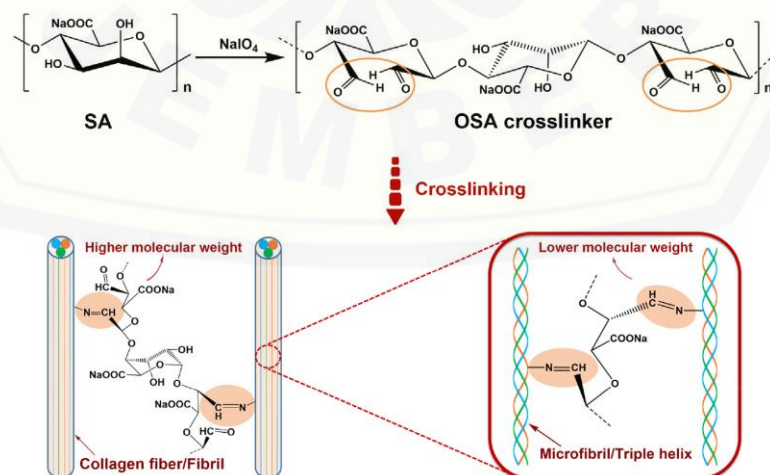
Gambar 2.10 Komponen alginat: blok G – G, M – M dan M – G
(Sumber :Goh *et al.*, 2012)

Alginat diproduksi dari dua sumber, yaitu alga dan bakteri. Alginat yang tersedia secara komersial terutama berasal dari alga cokelat. Spesies alga yang memproduksi alginat yaitu, *Laminaria hyperborea*, *Ascophyllum nodosum* dan *Macrocystis pyrifera* (Sutherland, 1991). Alginat bukan merupakan kopolimer acak, tetapi mengandung bagian-bagian dari polymannuronate (-MMMMM-), polyguluronate (-GGGGG-) serta daerah bolak-balik G dan M. Rasio G : M tergantung pada sumber rumput laut dan dapat bervariasi mulai dari B 30 % G hingga B 70% G (Danks *et al.*, 2016).

Biopolimer alginat telah ditunjukkan untuk memberikan tingkat kontrol pada pertumbuhan nukleasi dan pertumbuhan oksida logam kristalin (Schnepp *et al.*, 2010). Alginat merupakan biopolimer struktural yang ditemukan dalam rumput laut dan mengandung blok-blok monomer gluronat yang dapat diikat oleh ikatan elektrostatik yang kuat dengan kation logam multivalen. Stabilitas termal yang tinggi dan struktur jaringan gel yang diperpanjang dalam media air membuat biopolimer mampu mempertahankan dispersi kation logam yang diatur sebelumnya pada suhu yang relatif tinggi. Suhu yang relatif tinggi tersebut dapat mempengaruhi nukleasi dan pertumbuhan fase kristal (Said and Hassan, 1993).

Parameter yang akan menentukan dan membatasi kelarutan alginat dalam air yaitu: pH, total *ionic strength* dan total *gelling ions*. Disosiasi konstanta untuk monomer asam manuronat dan guluronat masing-masing adalah 3,38 dan 3,65. Nilai pKa dari polimer alginat hanya berbeda sedikit dari residu monomer. Larutan alginat dapat berperilaku dalam dua cara yang berbeda ketika pH dalam larutan diturunkan. Penurunan pH yang tiba-tiba menyebabkan pengendapan molekul asam alginat, sementara pelepasan proton yang lambat dan terkontrol dapat menghasilkan pembentukan gel asam alginat. Pengendapan molekul asam ke dalam larutan alginat mengarah ke presipitasi dalam kisaran pH yang relatif sempit. Kisaran pH ini tergantung pada berat molekul alginat tetapi juga pada komposisi dan urutan kimianya; alginat yang mengandung lebih banyak struktur bolak-balik (blok-MG) akan mengendap pada nilai pH yang lebih rendah dibandingkan dengan alginat yang mengandung lebih banyak struktur blok homogen (poli-M dan poli-G) memiliki nilai pH yang tinggi.

Blok-blok homopolimerik lebih mudah terjadi pengendapan dengan pembentukan daerah kristal yang distabilkan oleh ikatan hidrogen. Hal tersebut terjadi peningkatan derajat *disorder* dalam rantai alginat (Draget, 2009). Alginat dalam bentuk garamnya juga memiliki derajat oksidasi. Reaktan yang diperoleh untuk menghasilkan sodium alginat yang teroksidasi dapat menggunakan natrium periodat untuk mengurangi berat molekulnya dan meningkatkan kemampuan biodegradasi. Hal tersebut dapat dilihat pada Gambar 2.11.

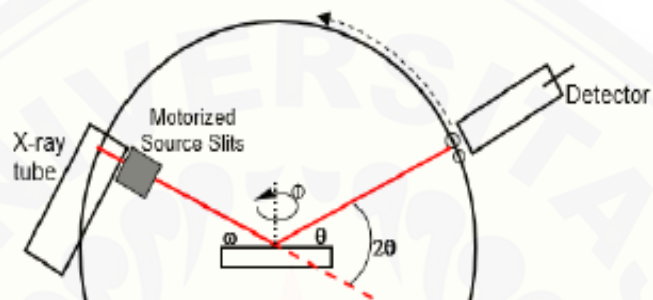


Gambar 2.11 Sodium Alginat yang teroksidasi (Sumber : (Ding *et al.*, 2017)

2.6 Uji Karakterisasi

2.6.1 X-ray Diffraction (XRD)

Difraksi sinar-X (XRD) merupakan metode yang digunakan untuk menentukan struktur kristal dari suatu padatan. Sampel ditempatkan pada titik fokus hamburan sinar-X tepat ditengah *plate* dengan perekat pada sisi baliknya. Skema alat uji XRD dipaparkan dalam Gambar 2.13



Gambar 2.12 Skema Alat Uji XRD (Sumber: Nurhayati, 2011)

Prinsip kerja XRD secara umum (Nurhayati,2011), seperti yang ditunjukkan Gambar 2.13, sebagai berikut :

- Generator tegangan tinggi berfungsi sebagai catu daya sumber sinar-X.
- Sampel berbentuk pelet diletakkan diatas tatakan yang dapat diatur.
- Berkas Sinar-X didifraksikan oleh sampel dan difokuskan melewati celah, kemudian masuk kealat pencacah. Apabila sampel berputar sebesar 2θ maka alat berputar sebesar θ .
- Intensitas difraksi sinar-X direkam dalam bentuk kurva terhadap jarak antara bidang d

Seberkas Sinar-X yang menumbuk permukaan bidang kristal *Miller*, akan menyebabkan sebagian sinar dihamburkan atau diteruskan kelapisan atom atau molekul yang lainnya. Sinar-X yang dihamburkan bersifat koheren, dapat berinteraksi secara konstruktif atau dekstruktif. Interferensi konstruktif terjadi apabila berkas sinar-X yang dihamburkan berada dalam keadaan satu fasa. Kondisi satu fasa tercapai apabila jarak $AB+BC$ sama dengan harga bilangan bulat (n) dari panjang gelombang.

$$AB+BC= n\lambda$$

$AB + BC = 2d \sin \theta$, sehingga interferensi konstruktif dari berkas sinar-X pada sudut θ , adalah :

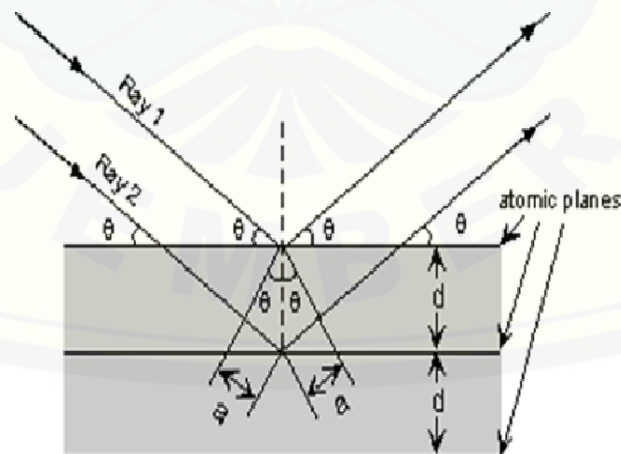
$$n\lambda = 2d \sin \theta$$

Persamaan tersebut dikenal sebagai persamaan *Bragg*, sedangkan sinar-X akan dipantulkan jika sudut datang sinar-X sama dengan:

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

Dimana n merupakan orde difraksi, d jarak antar kisi kristal, θ sudut difraksi dan λ merupakan panjang gelombang sinar-X. Dari hasil uji akan didapatkan nilai d , sudut 2θ dan intensitasnya yang dibandingkan dengan data standar maka akan dapat diketahui senyawa dan struktur kristal sampel yang di uji (Cullity, 1956).

Persamaan *Bragg* tidak dapat menentukan struktur secara lengkap, tetapi hanya dapat menentukan parameter sel kristal saja, tidak seperti metode komputasi kristalografik yang dapat menentukan posisi-posisi atomnya dengan menggunakan data intensitas. Difraksi sinar-X hanya memprediksi ukuran kristalin. Ukuran kristal yang semakin kecil maka puncak difraksi yang dihasilkan akan semakin lebar, karena bidang pantul sinar-X yang terbatas. Hal tersebut merupakan dasar dari metode *Scherrer* (Abdullah, 2008). Difraksi sinar-X pada suatu kisi kristal ditunjukkan pada Gambar 2.14.

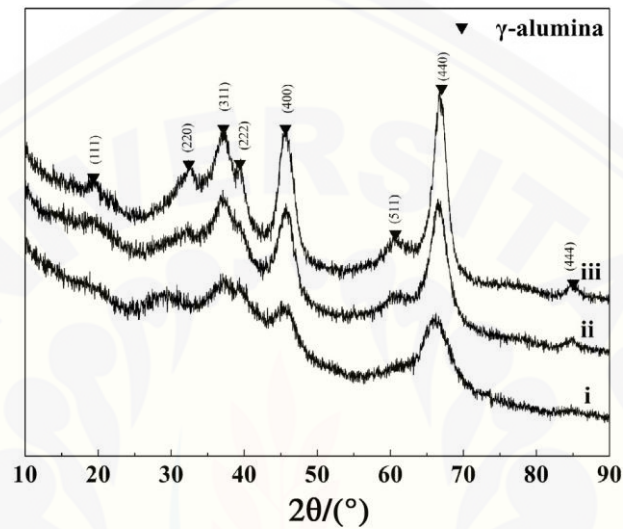


Gambar 2.13 Difraksi Sinar X pada kisi kristal (Sumber: Cullity, 1956)

Hubungan antara lebar puncak difraksi sinar-X dan ukuran kristal dapat di tuliskan dengan persamaan scherrer :

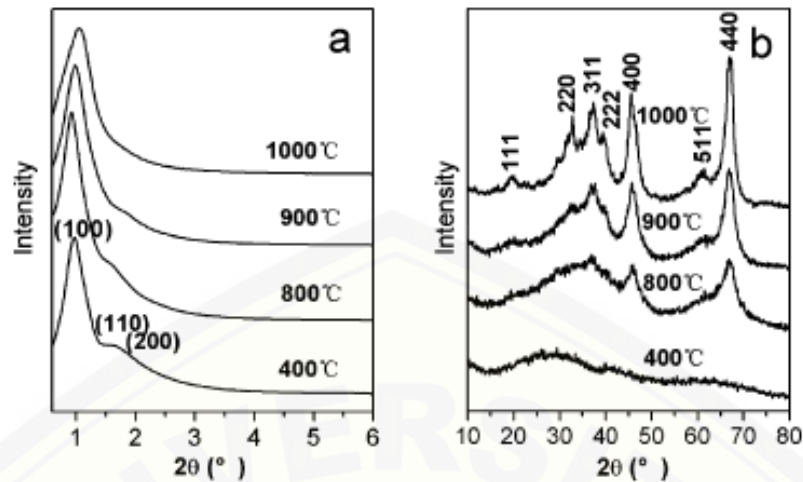
$$D \approx K \frac{\lambda}{B \cos \theta B}$$

Ukuran kristalin dituliskan dengan simbol D , dan B adalah FWHM (*Full Width Half Maximum*) satu puncak difraksi yang dipilih, θ adalah sudut *Bragg*, λ panjang gelombang sinar-X yang digunakan dan K adalah konstanta material yang nilainya kurang dari satu, biasanya $\approx 0,9$ (Abdullah, 2008).



2.14. Karakterisasi XRD Mesopori γ - Al_2O_3 menggunakan template PEG1000 (Sumber : Zhang et al., 2017)

Penggambaran pola difraktogram XRD untuk γ - Al_2O_3 mesopori dengan template PEG1000 ditunjukkan pada 2.15 ditandai dengan munculnya puncak difraksi $2\theta=38^\circ$, $2\theta=46^\circ$, dan $2\theta=67^\circ$. Pola difraktogram lainnya dari γ - Al_2O_3 meopori yang disintesis dengan menggunakan surfaktan berupa Pluronik P-123 seperti pada Gambar 2.16.



2. 15. a. Sudut kecil karakterisasi XRD mesopori alumina b. Sudut panjang karakterisasi XRD mesopori alumina (Sumber : Yuan et al., 2008)

2.6.2 Brauner-Emmet-Teller (BET) dan Barret-Joiner-Halenda (BJH)

Metode *Brauner-Emmet-Teller* (BET) berfungsi untuk menganalisa luas permukaan spesifik, ukuran pori, dan distribusi ukuran pori material solid. Dasar pengukuran BET adalah fisisorpsi gas, umumnya adalah nitrogen, argon dan helium. Gas yang digunakan yaitu yang bersifat hanya teradsorp secara fisik pada permukaan material solid dan dapat di-deadsorpsi dengan menurunkan tekanan gas pada temperatur yang sama, biasanya temperatur didih dari gas tersebut. Alat uji ini pada dasarnya hanya mengukur jumlah gas yang dapat diserap oleh suatu permukaan padatan pada tekanan dan suhu tertentu. Secara sederhana, jika kita mengetahui berapa volume gas spesifik yang dapat diserap oleh suatu permukaan padatan pada suhu dan tekanan tertentu dan kita mengetahui secara teoritis luas permukaan dari satu molekul gas yang diserap, maka luas permukaan total padatan tersebut dapat dihitung (Nurhayati, 2011).

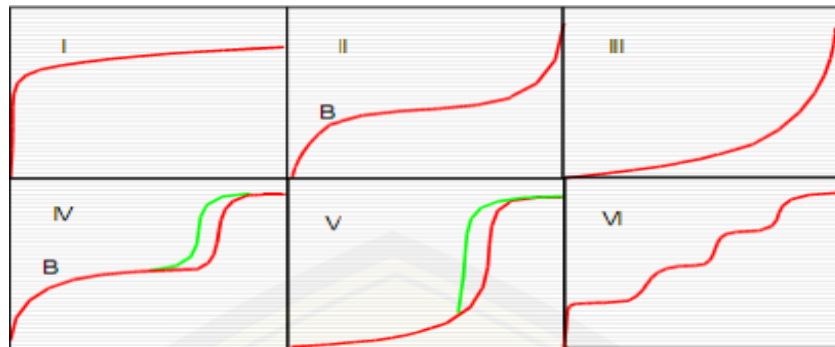
Sampel yang dibutuhkan pada metode ini hanya dalam jumlah yang kecil (berkisar 0,1-0,01 gram). Persiapan utama dari sampel sebelum dianalisa adalah dengan menghilangkan gas-gas yang terserap (*degassing*). Pada metode BET ini molekul padatan yang paling atas dianggap berada pada kesetimbangan dinamis. Jika permukaan hanya dilapisi oleh satu molekul saja, maka molekul-molekul gas ini berada dalam kesetimbangan fase uap padatan. Jika terdapat dua atau lebih

lapisan, maka lapisan teratas berada pada kesetimbangan dalam fase uap padatan. Bentuk isoterm tergantung pada macam gas adsorbat, sifat adsorben dan struktur pori (Nurhayati, 2011).

Hasil pengujian yang dilakukan, akan mendapatkan kurva isoterm adsorpsi. Kurva isoterm adsorpsi terdiri dari 6 tipe menurut IUPAC yang ditunjukkan pada Gambar 2.12. Penjelasan dari masing-masing tipe kurva adalah sebagai berikut :

- a. Tipe I berbentuk konkaf terhadap aksis P/P_0 , merupakan tipe Langmuir, dengan ciri-ciri pembatasan adsorpsi pada monolayer. Tipe ini diamati pada adsorpsi kimia (kemisorpsi), pada tekanan jauh dibawah P_0 . Sedangkan pada adsorpsi fisika (fisisorpsi) mengindikasikan material mikropori. Pengisian mikropori ini dilakukan pada tekanan relatif yang rendah karena kecilnya ukuran pori dan tingginya potensi adsorpsi.
- b. Tipe II adalah sangat umum dalam kasus adsorpsi fisika dan sesuai dengan pembentukan multilayer dan adsorpsi pada sampel bubuk. Biasanya terjadi pada material nonpori atau makropori. Titik belok (titik B) menunjukkan proses pada monolayer sudah selesai dan adsorpsi multilayer dimulai.
- c. Tipe III berbentuk konveks terhadap aksis P/P_0 . Tipe ini relatif jarang terjadi, sebagai contoh yaitu adsorpsi nitrogen pada polietilen, adsorpsi nitrogen pada es dan dikarakterisasi oleh panas adsorpsi yang sama atau kurang dari panas *liquefaction adsorbat*.
- d. Tipe IV dan V sesuai untuk fenomena kondensasi kapiler dan menunjukkan efek histeresis. Biasanya terjadi pada padatan berpori.
- e. Tipe VI yaitu *Highly uniform surface, Layer by layer adsorption, Stepped isotherm*. Contohnya adsorpsi molekul non pori sederhana pada permukaan yang seragam (e.g. *basal plane of graphite*).

(Nurhayati, 2011)



Gambar 2.16 Tipe Kurva Isoterm Adsorpsi (Nurhayati, 2011)

Luas permukaan total dari suatu padatan dengan metode BET dapat dihitung menggunakan persamaan 2.1:

$$S_t = \frac{W_m \times N \times A}{M} \quad (2.1)$$

keterangan :

S_t = Luas permukaan total (m^2)

W_m = Berat adsorbat sebagai monolayer

N = Bilangan Avogadro ($6,23 \times 10^{23}$)

A = Luas permukaan nitrogen ($16,2 \text{ \AA}^2 = 16,2 \times 10^{-20} m^2$)

M = Berat molekul N_2 (28 g/mol)

Berdasarkan persamaan tersebut, maka luas permukaan spesifik dapat dihitung menggunakan persamaan 2.2:

$$S_{BET} = \frac{S_t}{W_{sampel}} \quad (2.2)$$

keterangan :

S_t = Luas permukaan total padatan (m^2)

W_s = Berat sampel

(Setianingsih, 2018)

Perhitungan jari-jari pori dilakukan menggunakan metode *Barret, Joyner, Halenda* (BJH). Perhitungan ini dilakukan berdasarkan penentuan volume pori spesifik yang ditentukan berdasarkan volume adsorpsi gas N_2 pada $P/P_0 \approx 1$, menggunakan persamaan 2.4:

$$V_p = V_{liq} = \frac{P \times V_{ads} \times V_m}{R \times T} \quad (2.4)$$

keterangan:

- P = Tekanan uap N₂ cair = 1 atm
 R = Konstanta untuk gas = 82,057 mL.atm mol⁻¹K⁻¹
 T = Suhu N₂ cair = 273 K
 V_{ads} = Volume gas N₂ yang teradsorpsi
 V_m = Volume molar N₂ cair = 34,6 mL/mol

Persamaan tersebut dapat disederhanakan menjadi:

$$V_p = V_{gas} \times 1,53 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^3 / \text{g} \quad (2.5)$$

dimana :

V_{gas} = Jumlah gas N₂ yang diadsorpsi pada P/P₀ ≈ 1

Dengan asumsi bahwa geometri pori adalah silinder, maka diperoleh persamaan 2.6 sebagai berikut:

$$r = \frac{2V_p}{S_{BET}} \quad (2.6)$$

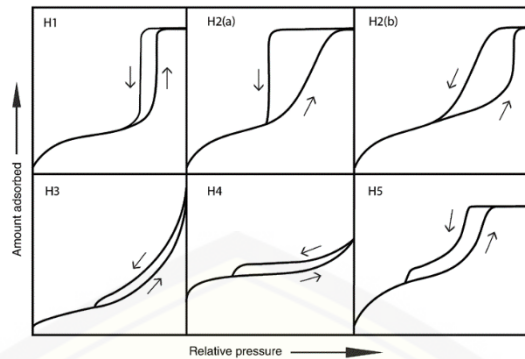
dimana:

- r = Jari-jari pori rata-rata (nm)
 V_p = Volume pori spesifik (cm³/g)
 S_{BET} = Luas permukaan spesifik padatan (m²/g)

(Setianingsih, 2018).

2.6.3 Loop Histeresis

Bentuk-bentuk histeresis yang ada berkaitan dengan metastabilitas dari proses adsorpsi atau efek jaringan yang ada. Klasifikasi loop histeresis menurut IUPAC (1985) dapat dibedakan menjadi 6 tipe berbeda seperti Gambar 2.18.



Gambar 2.17 Klasifikasi Loop Histeresis
(Sumber: Thommes *et al.*, 2015).

Penjelasan klasifikasi isotherm menurut IUPAC sebagai berikut:

- Loop histeresis tipe H1 ditemukan pada material yang memiliki ukuran mesopori seragam, misalnya pada silika (MCM-41, MCM 48, SBA-15), dan karbon mesopori. Histeresis tipe H1 juga ditemukan pada jaringan pori yang memiliki bentuk *ink-bottle*, dimana distribusi ukuran pori pada bagian ujungnya mirip dengan distribusi ukuran pori pada bagian rongganya
- Loop histeresis tipe H2 menunjukkan adanya material berpori dengan struktur dan distribusi pori yang tidak teratur. Loop histeresis tipe H2(a), menunjukkan adanya *blocking* atau perkolasi pori pada distribusi pori yang kurang seragam, biasanya terdapat pada silika gel maupun silika mesopori (SBA-16). Loop histeresis tipe H2(b) juga menunjukkan adanya *blocking* pada pori, namun dengan distribusi ukuran pori yang jauh lebih lebar, misalnya pada *mesocellular silica foam*
- Loop histeresis tipe H3 memiliki pola adsorpsi menyerupai isotherm tipe II. Loop histeresis tipe ini dapat diberikan oleh partikel agregat non rigid seperti clay. Histeresis tipe ini juga dapat diberikan oleh jaringan makropori yang tidak sepenuhnya terisi dengan kondensat pori
- Loop histeresis tipe H4 terjadi pada material dengan pori berbentuk slit (*slit-shape pore*), dan sering ditemukan pada kristal yang teragregasi seperti zeolit, zeolit mesopori, dan karbon mikro-mesopori
- Loop histeresis tipe H5 merupakan tipe histeresis yang jarang muncul pada pola isotherm adsorpsi-desorpsi. Tipe ini memiliki bentuk khas yang

berhubungan dengan struktur pori terbuka dan mesopori yang tertutup secara parsial, contoh: silika dengan *template* heksagonal (Thommes *et al.*, 2015).



BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember. Karakterisasi XRD dilakukan di Laboratorium Teknik Geologi Universitas Gajah Mada dan Pusat Penelitian Fisika LIPI. Karakterisasi Adsorpsi-Desorpsi N₂ dilakukan di Laboratorium Teknik Kimia Institut Teknologi Bandung. Waktu penelitian dilaksanakan pada bulan Maret 2020 – September 2020.

3.2 Alat dan Bahan

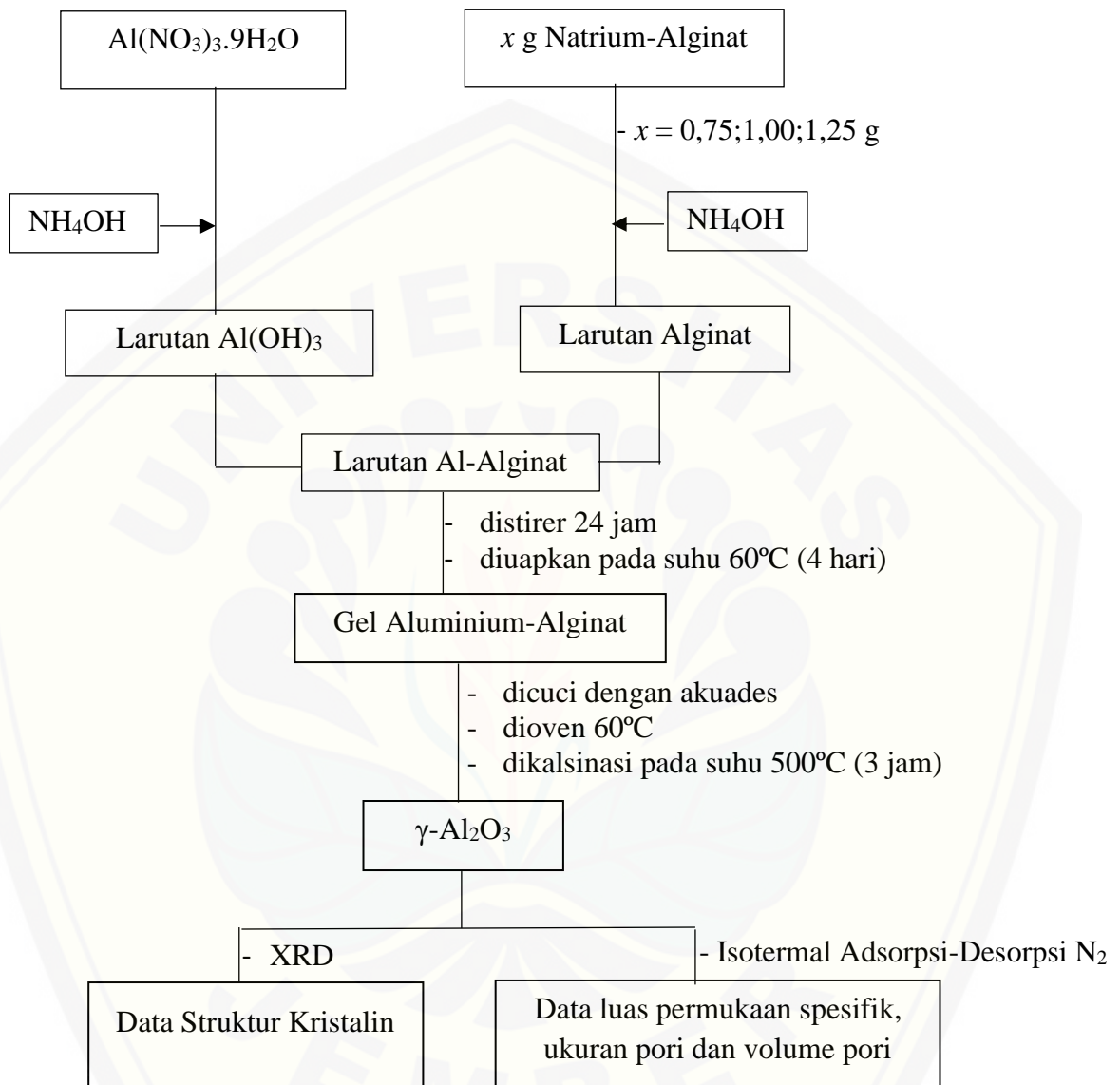
3.2.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini diantaranya adalah gelas beaker 100 mL dan 250 mL, gelas ukur 100 mL, batang pengaduk, spatula, pipet tetes, pipet volume, labu ukur 100 mL, pipet volume 1 mL dan 10 mL buret, *hot plate*, stirer magnetik dan anak stirer, neraca analitik, oven, *furnace tubular*, botol semprot, cawan porselen, *ball* pipet, pH meter, alat *X-Ray Diffraction* (XRD) dan BET (*Brunauer-Emmuet-Teller*).

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini diantaranya yaitu, Al(NO₃)₃.9H₂O (Sigma-Aldrich ACS reagent ≥ 98%), Natrium Alginat (M_w ~ 600000 g/mol), NH₄OH (p.a 25%), dan akuades.

3.3 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Preparasi Larutan

a. Larutan NH_4OH 2 M

Larutan NH_4OH (p.a 25%) diambil sebanyak 32 mL, kemudian ditambahkan dengan akuades di dalam labu ukur 100 mL sampai tanda batas.

b. Larutan prekursor

Padatan $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 13,89 g dilarutkan dalam 50 mL akuades dan diaduk sampai larut. pH larutan diukur menggunakan pH-meter

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

Sintesis alumina mesopori dilakukan dengan variasi rasio massa dari penambahan surfaktan serta pengaturan nilai pH. Sodium alginat (Na-Alginat) masing-masing diambil sebanyak 0,75; 1,00; dan 1,25 g kemudian dilarutkan dalam 100 mL akuades, diaduk hingga larut seluruhnya. pH larutan diukur menggunakan pH meter. Larutan prekursor Al lalu dimasukkan ke dalam buret, kemudian ditambahkan setetes demi setetes ke dalam beaker yang berisi larutan sodium alginat disertai pengadukan. Pengkondisian pH (7,8,9) dilakukan dengan menambahkan NH_4OH sedikit demi sedikit ke dalam larutan sambil diaduk hingga terbentuk gel. Gel yang telah terbentuk dioven pada suhu 60°C selama 4 hari agar proses *evaporation-induced self-assembly* (EISA) dapat berjalan. Gel kering yang diperoleh kemudian dicuci dengan akuades dan dioven kembali pada suhu 60°C . Proses kalsinasi dilakukan pada suhu 500°C selama 3 jam.

3.4.3 Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD)

Katalis mesopori mesopori $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ diuji kristalinitasnya dengan X-ray diffraction (XRD) menggunakan radiasi $\text{Cu-K}\alpha$ (40 kV dan 30 mA) yang diemisikan melalui monokromator. Difraktogram dipindai mulai 10° - 60° (2θ) dengan laju pemindaian 1° per menit. Interferensi konstruktif radiasi sinar-X akan terbaca sebagai puncak dalam grafik yang dihasilkan (Taromi *et al.*, 2018).

3.4.4 Karakterisasi *Gas Sorption Analyzer* (GSA)

Karakterisasi GSA dilakukan untuk mengetahui luas permukaan, ukuran pori, serta distribusi ukuran pori. Luas permukaan ditentukan menggunakan metode BET (*Brunauer Emmer-Teller*), ukuran pori dan distribusi pori ditentukan

menggunakan BJH (*Barret Joyner Hallenda*) dengan jalur adsorpsi dan desorpsi. Serbuk alumina yang dihasilkan dimasukkan dalam tabung dan dipanaskan pada tekanan vakum untuk menghilangkan gas-gas yang terdapat pada sampel. Kemudian, tempat sampel didinginkan dengan nitrogen (77 K) dan sejumlah gas nitrogen dimasukkan kedalam tabung tersebut. Setelah kesetimbangan tercapai, tekanan diukur dan diketahui volume sistem pada temperatur dan volume yang ditambahkan setiap saat.

3.4.5 Tabulasi Data

Tabel 3.1 Sampel yang akan dikarakterisasi pada hasil penelitian

Sampel		Karakterisasi BET + BJH	Karakterisasi XRD
pH	MA-1,00-7	√	Sampel dengan luas permukaan spesifik + pori optimum dan sampel tanpa penambahan surfaktan
	MA-1,00-8	√	
	MA-1,00-9	√	
Rasio massa Alginat pada Aluminium	MA-0,00-Opt	-	
	MA-0,75-Opt	√	
	MA-1,00-Opt	-	
	MA-1,25-Opt	√	

Keterangan :

MA-x-y

MA : Mesopori γ -Al₂O₃

x : Massa surfaktan

y : Nilai pH

Opt : Nilai pH Optimum

BAB 5. PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa:

1. Sintesis γ -Al₂O₃ mesopori pada saat pH optimum (pH 7) terjadi interaksi elektrostatis dan ikatan hidrogen dengan surfaktan natrium-alginat sehingga memiliki luas permukaan dan ukuran pori yang optimum (S_{bet} 676,4 m²/g, D_p = 15,88 nm dan V_p total = 0,460 cm³/g)
2. Rasio massa prekursor : surfaktan yang optimum adalah 1:1. Rasio massa yang mencapai batas optimum, akan menghasilkan penurunan luas permukaan dan ukuran pori. Sampel tanpa penambahan surfaktan memiliki struktur kristal α -Al₂O₃, sedangkan sampel pada penambahan surfaktan optimum memiliki struktur kristal γ -Al₂O₃.

5.2 Saran

Saran untuk penelitian lebih lanjut yaitu melakukan sintesis γ -Al₂O₃ mesopori dengan menggunakan jenis surfaktan yang lain untuk mengetahui pengaruh terhadap sifat tekstural alumina. Proses evaporasi dan waktu aging juga perlu dilakukan pengoptimalan. Hal tersebut untuk mengetahui pengaruh waktu aging pada metode *evaporation-induced self-assembly* (EISA) terhadap struktur kristal, luas permukaan dan pori γ -Al₂O₃ mesopori.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M. 2008. *Pengantar Nanosains*. Bandung: ITB.
- Abou Rida, M. dan Harb, F. 2014. Synthesis and Characterization of Amorphous Silica Nanoparticles from Aqueous Silicates Using Cationic Surfactants. *Journal of Metals, Materials and Minerals*, 24(241): 37–42.
- Afshar Taromi, A. dan Kaliaguine, S. 2018. Green diesel production via continuous hydrotreatment of triglycerides over mesostructured Γ -alumina supported NiMo/CoMo catalysts. *Fuel Processing Technology*. 171:20–30.
- Alvarez, C.M., N. Zilkova, J.P. Pariente, dan J. Cejka. 2008. Synthesis, Characterization and Catalytic Applications of Organized Mesoporous Aluminas. *Catalysis Review : Science and Engineering*. 50(2): 222-286.
- Ameen, M., Azizan, M. T., Ramli, A., Yusup, S., dan Alnarabiji, M. S. 2018. Catalytic Hydrodeoxygenation of Rubber Seed Oil over Sonochemically Synthesized Ni-Mo/ γ -Al₂O₃ Catalyst for Green Diesel Production. *Ultrasonics Sonochemistry*. 51: 90–102.
- Andrawina, L. dan Kurniawati, A. 2012. Framework for Community of Practice based on SECI method and KM cycle. *International Conference on ICT and Knowledge Engineering*.
- Bagshaw, S. A. dan Pinnavaia, T. J. 1996. Mesoporous Alumina Molecular Sieves. *Angewandte Chemie (International Edition in English)*. 35(10):1102–1105
- Barrabino, A. 2011. Synthesis of mesoporous silica particles with control of both pore diameter and particle size. *Thesis*:1–63.
- Bell, T., González-Carballo, J., Tooze, R., & Torrente-Murciano, L. 2017. γ -Al₂O₃ nanorods with tuneable dimensions – a mechanistic understanding of their hydrothermal synthesis. *RSC Advances*. 7(36) : 22369-22377.
- Berth, G. 1992. Methodical aspects of characterization of alginate and pectate by light scattering and viscometry coupled with GPC. *Carbohydrate Polymers*, 19(1): 1–9.
- Boumaza, A., Favaro, L., Lédion, J., Sattonnay, G., Brubach, J. B., Berthet, P., Huntz, A.M., Roy, P., dan Tétot, R. 2009. Transition alumina phases induced by heat treatment of boehmite: An X-ray diffraction and infrared spectroscopy study. *Journal of Solid State Chemistry*. 182(5):1171–1176.
- Brandhuber, D., Torma, V., Raab, C., Peterlik, H., Kulak, A., dan Hüsing, N. 2005. Glycol-Modified Silanes in the Synthesis of Mesoscopically Organized Silica

- Monoliths with Hierarchical Porosity. *Chemistry of Materials*. 17(16): 4262–4271.
- Cabrera, S., Haskouri, J. E., Alamo, J., Beltrán, A., Beltrán, D., Mendioroz, S., Marcos, M. D., dan Amorós, P. 1999. Surfactant-Assisted Synthesis of Mesoporous Alumina Showing Continuously Adjustable Pore Sizes. *Advanced Materials*. 11(5): 379–381.
- Carageorghopol, A., Rogozea, A., Ganea, R., Florent, M., dan Goldfarb, D. 2009. Investigation of the Surfactant Role in the Synthesis of Mesoporous Alumina. *The Journal of Physical Chemistry C*. 114(1): 28–35.
- Carstens, S., Meyer, R., & Enke, D. 2020. Towards Macroporous α -Al₂O₃—Routes, Possibilities and Limitations. *Materials*. 13(7) : 1787.
- Chai, F., Tan, R., Cao, F., Zhai, F., Wang, X., Shao, C., dan Liu, Y. 2007. Dendritic and tubular tungsten oxide by surface sol-gel mineralisation of cellulosic substance. *Materials Letters*. 61(18): 3939–3941
- Cheryl-Low, Y. L., Theam, K. L. dan Lee, H. V. 2015. Alginate-derived solid acid catalyst for esterification of low-cost palm fatty acid distillate, *Energy Conversion and Management*. 106: 932–940.
- Danks, A. E., Hall, S. R. dan Schnepf, Z. 2016. The evolution of “sol-gel” chemistry as a technique for materials synthesis. *Materials Horizons*. Royal Society of Chemistry. 3(2): 91–112.
- Digne, M., Sautet, P., Raybaud, P., Euzen, P., dan Toulhoat, H. 2002. Hydroxyl Groups on γ -Alumina Surfaces: A DFT Study. *Journal of Catalysis*. 211(1): 1–5.
- Ding, W., Zhou, J., Zeng, Y., Wang, Y., dan Shi, B. 2017. Preparation of oxidized sodium alginate with different molecular weights and its application for crosslinking collagen fiber. *Carbohydrate Polymer*. 157: 1650–1656.
- Draget, K. I. 2009. Alginates. *Handbook of Hydrocolloids: Second Edition*:. 807–828.
- Eding, H. J., Huggins, M. L., & Brown, A. G. 1962. *Phase transformations in alumina*. ID Falls, ID: U.S. Atomic Energy Commission, Idaho Operations Office.
- Elliott DC. 2007. *Historical developments in hydroprocessing bio-oils*. *Energy Fuels* 21:1792–815.
- Favaro, L., Boumaza, A., Roy, P., Lédion, J., Sattonnay, G., Brubach, J. B., Huntz a.M., dan Tétot, R. 2010. Experimental and ab initio infrared study of χ -, κ -

- and α -aluminas formed from gibbsite. *Journal of Solid State Chemistry*, 183(4): 901–908.
- French, R. H., Müllejans, H. dan Jones, D. J. 2005. Optical Properties of Aluminum Oxide: Determined from Vacuum Ultraviolet and Electron Energy-Loss Spectroscopies. *Journal of the American Ceramic Society*. 81(10): 2549–2557.
- Goh, C. H., Heng, P. W. S. dan Chan, L. W. 2012, Alginates as a useful natural polymer for microencapsulation and therapeutic applications. *Carbohydrate Polymers*. 88(1): 1–12.
- Hadjiivanov, K., Kantcheva, M. dan Davydov, A. .1991. ‘of Ions’, 87(6): 907–911.
- Hartmann, S., Sachse, A. dan Galarneau, A. 2012. Challenges and Strategies in the Synthesis of Mesoporous Alumina Powders and Hierarchical Alumina Monoliths. *Materials*. 5(2): 336–349.
- He, Z. dan Wang, X .2013. Hydrodeoxygenation of model compounds and catalytic systems for pyrolysis bio-oils upgrading. *Catalysis for Sustainable Energy*. 1: 28–52.
- Ionescu, A., Allouche, A., Aycard, J.-P., Rajzmann, M., dan Hutschka, F. 2002. Study of γ -Alumina Surface Reactivity: Adsorption of Water and Hydrogen Sulfide on Octahedral Aluminum Sites. *The Journal of Physical Chemistry B*. 106(36): 9359–9366.
- Johansson E. M. 2010. *Controlling the Pore Size and Morphology of Mesoporous Silica, Department of Physics. Chemistry and Biology (IFM)*.
- Kim, Y., B. Lee, dan J. Yi. 2002. Synthesis of Mesoporous γ -Alumina Through Preand Post Hydrolysis Methods . *Korea J. Chem. Eng.* 19(5): 908-910.
- Kimura, T. 2016. Evaporation-induced Self-assembly Process Controlled for Obtaining Highly Ordered Mesoporous Materials with Demanded Morphologies. *Chemical Record*, 16(1): 445–457.
- Kolitcheff, S., Jolimaitre, E., Hugon, A., Verstraete, J., Carrette, P.-L., dan Tayakout-Fayolle, M. 2017. Tortuosity of mesoporous alumina catalyst supports: Influence of the pore network organization. *Microporous and Mesoporous Materials*. 248: 91–98.
- Kordouli, E., Pawelec, B., Bourikas, K., Kordulis, C., Fierro, J. L. G., dan Lycourghiotis, A. 2018. Mo promoted Ni-Al₂O₃ co-precipitated catalysts for green diesel production. *Applied Catalysis B: Environmental*. 229: 139–154.
- Lamouri, S., Hamidouche, M., Bouaouadja, N., Belhouchet, H., Garnier, V., Fantozzi, G., & Trelkat, J. F. 2016. Control of the γ -alumina to α -alumina

- phase transformation for an optimized alumina densification. *Boletín De La Sociedad Española De Cerámica Y Vidrio*. 56(2): 47-54.
- Lavorato, C., Primo, A., Molinari, R., dan García, H. 2014. Natural Alginate as a Graphene Precursor and Template in the Synthesis of Nanoparticulate Ceria/Graphene Water Oxidation Photocatalysts. *ACS Catalysis*. 4(2): 497–504.
- Lehklif, B., L. Oudrhiri, F. Zidane, P. Drogul, dan J.F. Blais. 2014. Study of The Electrocoagulation of Electroplating Industry Wastewaters Charged by Nickel(II) and Chromium(VI). *J. Mater. Environ. Sci*. 5(1): 111-120.
- Leofanti, G., Padovan, M., Tozzola, G., dan Venturelli, B. 1998. Surface area and pore texture of catalysts. *Catalysis Today*. 41(1-3): 207–219.
- Liherlinah. 2009. Sintesis nanokatalis Cu/Zn/Al₂O₃ dengan untuk mengubah metanol menjadi hidrogen. *Tugas Akhir*. Bandung: Program Studi Fisika Institut Teknologi Bandung.
- Liu, Q., Wang, A., Wang, X., dan Zhang, T. 2006. Ordered Crystalline Alumina Molecular Sieves Synthesized via a Nanocasting Route. *Chemistry of Materials*. 18(22): 5153–5155.
- Liu, Q., Wang, A., Wang, X., Gao, P., Wang, X., dan Zhang, T. 2008. Synthesis, characterization and catalytic applications of mesoporous γ -alumina from boehmite sol. *Microporous and Mesoporous Materials*. 111(1-3): 323–333.
- Liu, Y., Goebel, J. dan Yin, Y. 2013. Templated synthesis of nanostructured materials', *Chemical Society Reviews*. 42(7): 2610–2653.
- Marcos-Hernández, M., dan Villagrán, D. 2019. Mesoporous Composite Nanomaterials for Dye Removal and Other Applications. *Composite Nanoadsorbents*. 265-293.
- Paglia, G., Buckley, C. E., Rohl, A. L., Hart, R. D., Winter, K., Studer, A. J., dan Hanna, J. V. 2004. Boehmite Derived γ -Alumina System. 1. Structural Evolution with Temperature, with the Identification and Structural Determination of a New Transition Phase, γ' -Alumina. *Chemistry of Materials*, 16(2): 220–236.
- Pan, F., X. Lu, T. Wang, Y. Wang, Z. Zhang, Y. Yan, dan S. Yang. 2013. Synthesis Of Large-Mesoporous γ -Al₂O₃ From Coal-Series Kaolin at Room Temperature. *Materials Letter*. 91: 136–138.
- Pérez, L. L., Zarubina, V., Heeres, H. J., & Melián-Cabrera, I. 2013. Condensation-Enhanced Self-Assembly as a Route to High Surface Area α -Aluminas. *Chemistry of Materials*. 25(20): 3971-3978.

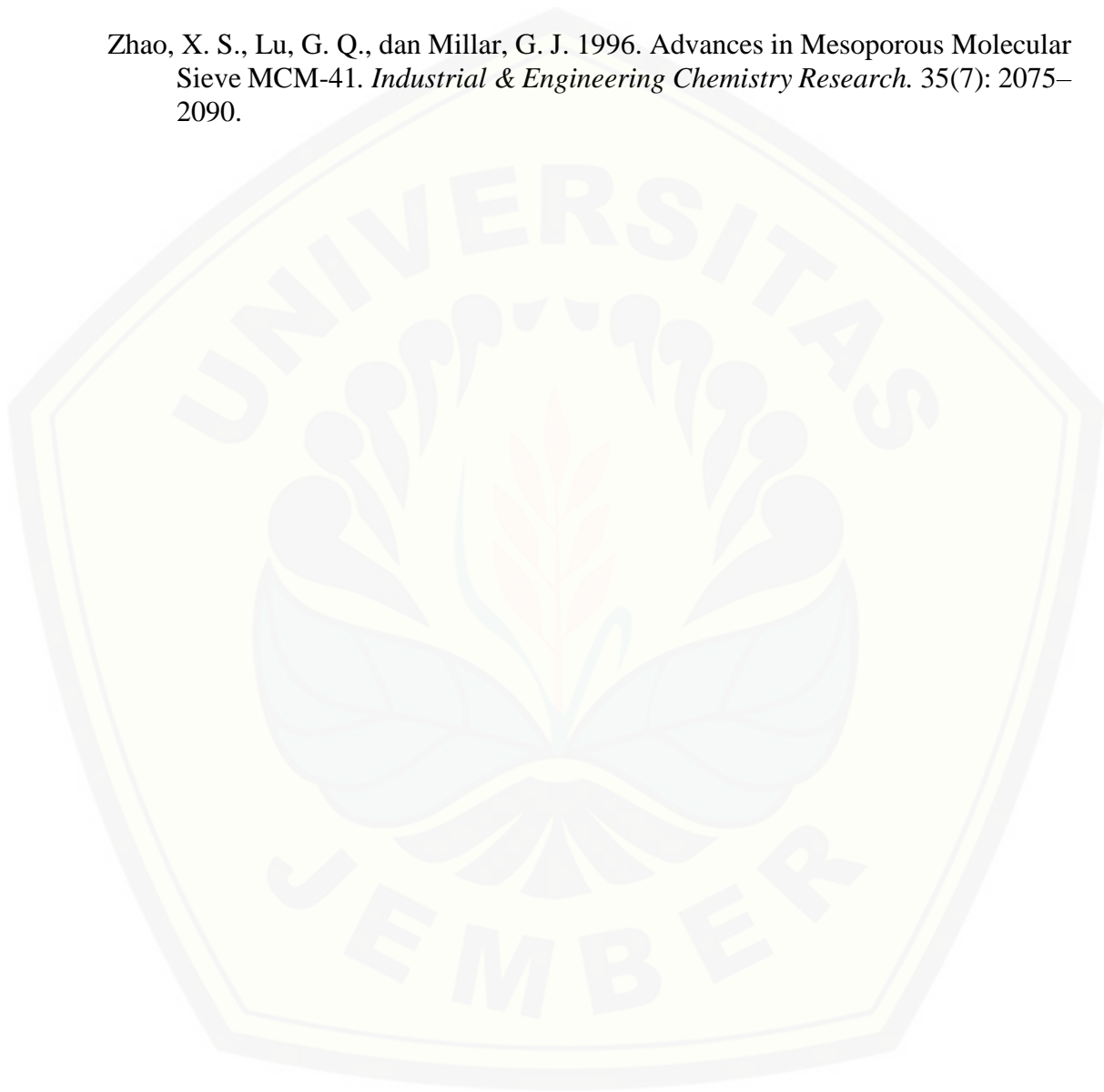
- Pradhan, Abinash. 2014. Production Of Alumina Based Porous Ceramics Using Sodium Alginate As Gelling Agent. *Thesis*. Rourkela: Department Of Ceramic Engineering National Institute Of Technology Rourkela.
- Peintinger, M. F., Kratz, M. J. dan Bredow, T. 2014. Quantum-chemical study of stable, meta-stable and high-pressure alumina polymorphs and aluminum hydroxides. *Journal of Materials Chemistry A*. Royal Society of Chemistry, 2(32): 13143–13158.
- Qin, Y. 2018. Seaweed Hydrocolloids as Thickening, Gelling, and Emulsifying Agents in Functional Food Products. *Bioactive Seaweeds for Food Applications*. 135-152.
- Raman, N. K., Anderson, M. T. dan Brinker, C. J. 1996. Template-based approaches to the preparation of amorphous, nanoporous silicas. *Chemistry of Materials*, 8(8): 1682–1701.
- Renuka, N. K., Shijina, A. V. dan Praveen, A. K. 2012. Mesoporous γ -alumina nanoparticles: Synthesis, characterization and dye removal efficiency. *Materials Letters*. 82.: 42–44.
- Rouquerol, J., Avnir, D., Everett, D. H., Fairbridge, C., Haynes, M., Pernicone, N., Ramsay J. D. F., Sing, K. S. W., dan Unger, K. K. 1994. Guidelines for the Characterization of Porous Solids. *Studies in Surface Science and Catalysis*. 1–9.
- Said, A. A. dan Hassan, R. M. 1993. Thermal decomposition of some divalent metal alginate gel compounds. *Polymer Degradation and Stability*, 39: 393–397.
- Samain, L., Jaworski, A., Edén, M., Ladd, D. M., Seo, D.-K., Javier Garcia-Garcia, F., dan Häussermann, U. 2014. Structural analysis of highly porous γ - Al_2O_3 . *Journal of Solid State Chemistry*. 217: 1–8.
- Schnepp, Z., Wimbush, S. C., Mann, S., dan Hall, S. R. 2010. Alginate-mediated routes to the selective synthesis of complex metal oxide nanostructures. *CrystEngComm*. 12(5):1410.
- Schwarz, J. A., Contescu, C. dan Contescu, A. 1995. Methods for Preparation of Catalytic Materials. *Chemical Reviews*. 95(3): 477–510.
- Setianingsih, T. 2018. Karakterisasi Pori dan Luas Muka Padatan. Malang: UB Press.
- Shen, Y. C., Hsu, C. H. dan Lin, H. P. 2018. Biodegradable Gelatin as Template for the Preparation of Mesoporous Alumina. *Journal of the Chinese Chemical Society*, 65(4): 424–429.

- Shirai, T., Watanabe, H., Fuji, M. dan Takahashi, M. 2009. Structural Properties and Surface Characteristics on Aluminum Oxide Powders. *Annual Report of Ceramics Fundamental Engineering Research Center*, Vol 9: 23-31.
- Sinha, P., Ubaidulla, U., Hasnain, M. S., Nayak, A. K., dan Rama, B. 2015. Alginate-okra gum blend beads of diclofenac sodium from aqueous template using $ZnSO_4$ as a cross-linker. *International Journal of Biological Macromolecules*. 79: 555–563.
- Spanos, N., dan Lycourghiotis, A. 1993. Mechanism of deposition of Co^{2+} and Ni^{2+} ions on the interface between pure and F—doped γ -alumina and the impregnating solution. *J. Chem. Soc., Faraday Trans.* 89(22): 4101–4107.
- Thomas, V. G., Daneu, N., Mashkovtsev, R. I., Rečnik, A., & Fursenko, D. A. 2019. The internal structure of hydrothermally grown leucosapphire crystals. *CrystEngComm*. 21(7): 1122-1129.
- Thommes, M., K. Kaneko, A.V. Neimark, J.P. Oliver, F.R. Reinoso, J. Rouquerol, dan K.S.W. Sing. 2015. Physisorption of Gases, with Special Reference to the Evaluation of Surface Area and Pore Size Distribution (IUPAC Technical Report). *Pure Appl. Chem.* 87(9-10): 1051-1069.
- Taromi, A. A., & Kaliaguine, S. 2018. Green diesel production via continuous hydrotreatment of triglycerides over mesostructured γ -alumina supported NiMo/CoMo catalysts. *Fuel Processing Technology*. 171: 20-30.
- Trueba, M. dan Trasatti, S. P. 2005. γ -alumina as a support for catalysts: A review of fundamental aspects. *European Journal of Inorganic Chemistry*. (17): 3393–3403.
- Vaudry, F., Khodabandeh, S. dan Davis, M. E. 1996. Synthesis of Pure Alumina Mesoporous Materials. *Chemistry of Materials*. 8(7): 1451–1464.
- Xie, Y., D. Kocaefe, C. Chen, dan Y. Kocaefe. 2016. Review of Research on Template Methods in Preparation of Nanomaterials. *Journal of Nanomaterials*. 2016: 1–10.
- Yuan, Q., A.X. Yin, C. Luo, L.D. Sun, Y.W. Zhang, W.T. Duan, H.C. Liu, dan C.H. Yan. 2008. Facile Synthesis for Ordered Mesoporous γ -Aluminas with High Thermal Stability. *Journal of the American Chemical Society*. 130(11): 3465–3472.
- Zhang, K., Li, C., Yu, J., Gao, S., dan Xu, G. 2016. Synthesis of texture-excellent mesoporous alumina using PEG1000 as structure-directing agent. *Chinese Journal of Chemical Engineering*. 25(1) :137–141.

Zhang, Z., Hicks, R. W., Pauly, T. R., dan Pinnavaia, T. J. 2002. Mesostructured Forms of γ -Al₂O₃. *Journal of the American Chemical Society*. 124(8) : 1592–1593.

Zhang, Z. dan Pinnavaia, T. J. 2002. Mesostructured γ -Al₂O₃ with a Lathlike Framework Morphology. (13): 12294–12301.

Zhao, X. S., Lu, G. Q., dan Millar, G. J. 1996. Advances in Mesoporous Molecular Sieve MCM-41. *Industrial & Engineering Chemistry Research*. 35(7): 2075–2090.



LAMPIRAN

Lampiran 3.1 Preparasi Sampel

1. Perhitungan molaritas larutan NH_4OH 25% :

$$\rho \text{ NH}_4\text{OH} = 0,88 \text{ g/mL}$$

$$\text{Kadar larutan NH}_4\text{OH p.a} = 25\% \text{ (b/b)}$$

$$\text{Mr NH}_4\text{OH} = 35,046 \text{ g/mol}$$

Konsentrasi larutan NH_4OH :

$$M (\text{NH}_4\text{OH}) = \frac{0,88 \text{ g/ml}}{35,046 \text{ g/mol}} \times 0,25 \times \frac{1000 \text{ ml}}{1 \text{ L}} = 6,277 \text{ M}$$

Pembuatan larutan NH_4OH pada konsentrasi 2M:

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$6,277 \text{ M} \times V_1 = 2 \text{ M} \times 100 \text{ ml}$$

$$V_1 = 31,86 \text{ mL} \approx 32 \text{ ml}$$

Dengan:

M_1 = Konsentrasi larutan NH_4OH p.a yang dipipet

V_1 = Volume larutan NH_4OH p.a yang dipipet

M_2 = Konsentrasi larutan NH_4OH akhir

V_2 = Volume Hasil Pengenceran

2. Perhitungan Massa Al dalam $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$

Diketahui:

$$\text{Mr Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O} = 375,13 \text{ g/mol}$$

$$\text{Ar Al} = 27 \text{ g/mol}$$

$$\text{Massa Al yang diinginkan dalam Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O} = 1 \text{ g}$$

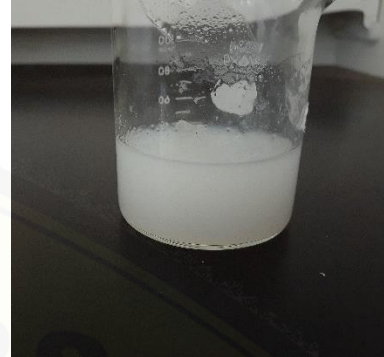
Massa $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ yang dibutuhkan untuk memperoleh 1 g Al:

$$= \frac{375,13 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 1 \text{ g}}{27 \text{ g/mol}} = 13,89 \text{ g}$$

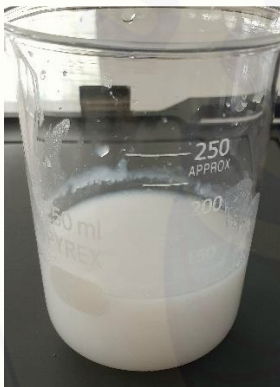
Lampiran 4.1 Proses sintesis γ -Al₂O₃ mesopori



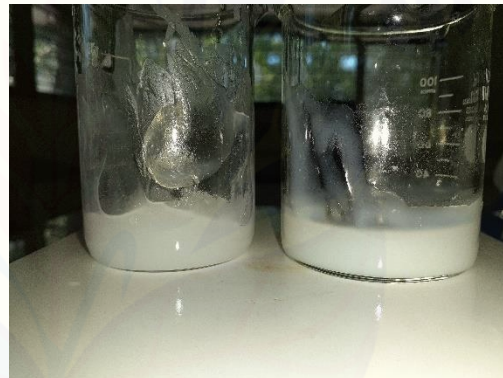
Surfaktan Natrium-Alginat yang dilarutkan dalam akuades



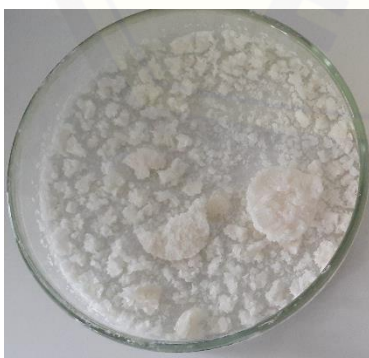
Larutan prekursor (Al(NO₃)₂·9H₂O) yang ditambah NH₄OH



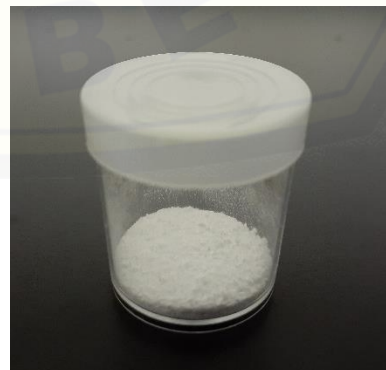
Larutan Al-Alginat (Campuran larutan prekursor dengan surfaktan Na-Alginat)



Gel Basah Al-Alginat



Gel kering Al-Alginat setelah dievaporasi 4 hari

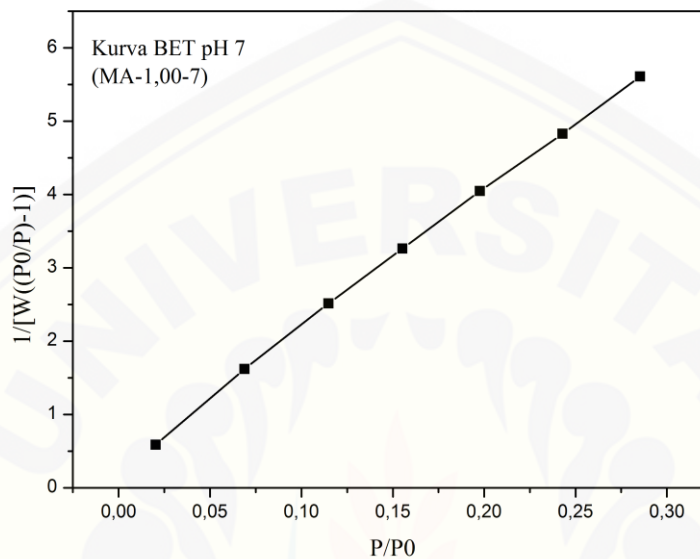


γ -Al₂O₃ mesopori yang terbentuk pada kalsinasi 500°C selama 3 jam

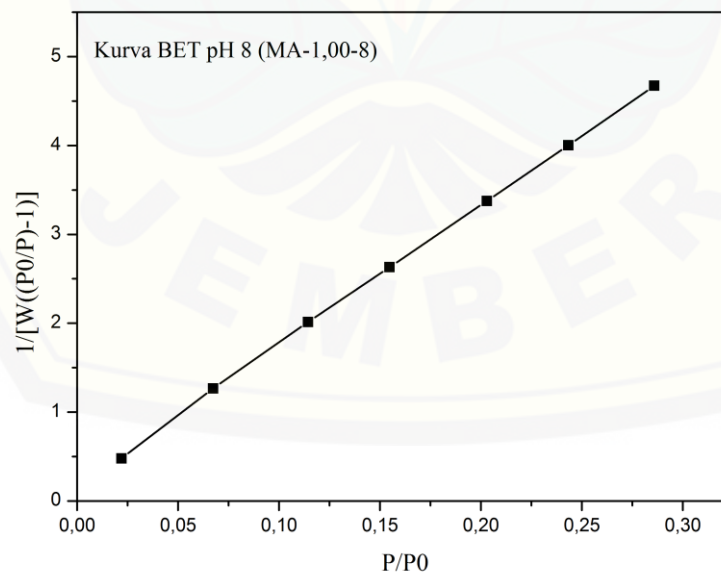
Lampiran 4.2 Kurva BET

4.2.1 Kurva BET Variasi pH

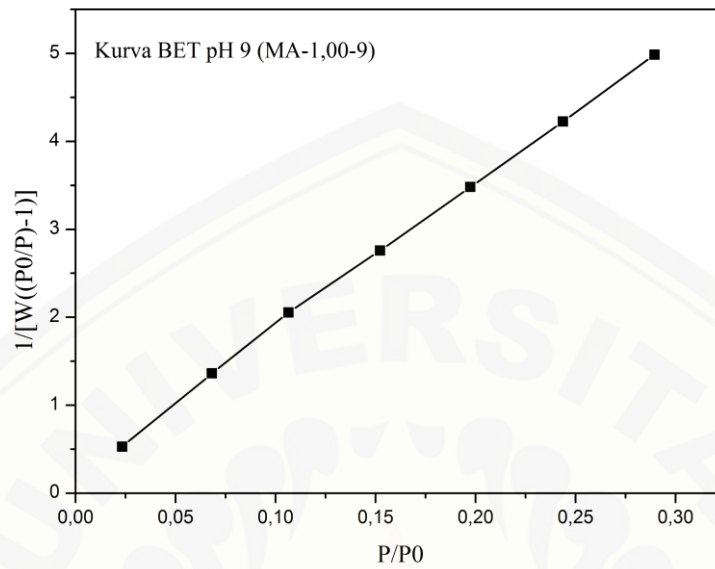
1. Kurva BET pH 7



2. Kurva BET pH 8

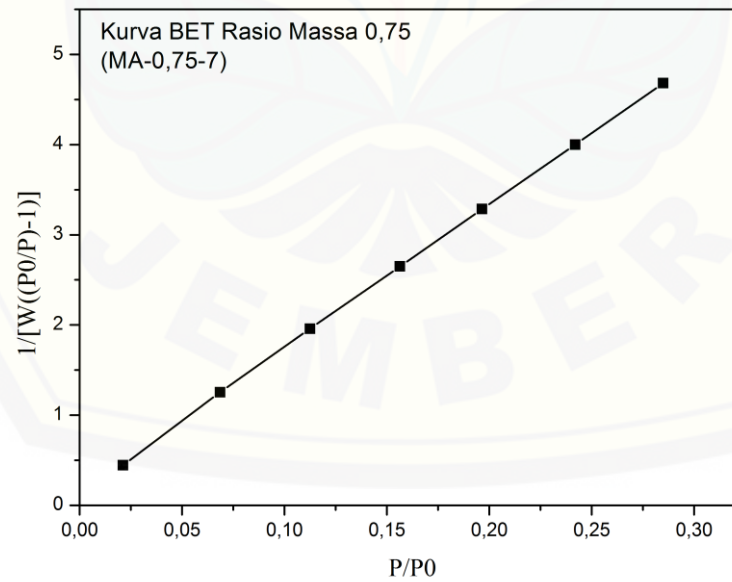


3. Kurva BET pH 9

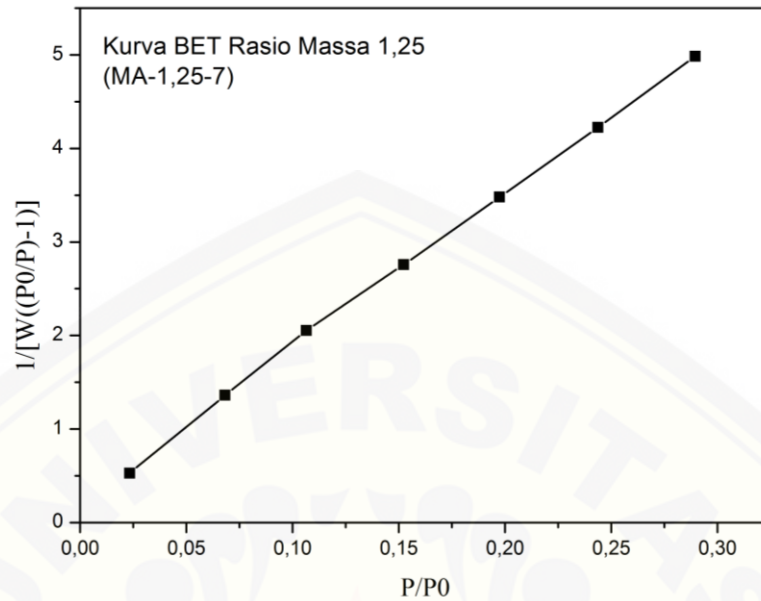


4.2.2 Kurva BET Variasi Rasio Massa

1. Kurva BET Rasio Massa 0,75 (MA-0,75-7)



2. Kurva BET Rasio Massa 1,25 (MA-1,25-7)



Lampiran 4.3 Data Karakterisasi Adsorpsi-Desorpsi N₂ MA-1,00-7

4.3.1 Data Luas Permukaan Spesifik (*Multi-point* BET)

Multi-Point BET Data					
Relative Pressure [P/P ₀]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W((P ₀ /P) - 1)]	Relative Pressure [P/P ₀]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W((P ₀ /P) - 1)]
2.89470e-02	59.460	4.0113e-01	1.83732e-01	81.886	2.1993e+00
6.06080e-02	66.065	7.8137e-01	2.18860e-01	89.297	2.5104e+00
9.07960e-02	69.723	1.1460e+00	2.50839e-01	97.166	2.7571e+00
1.18478e-01	71.711	1.4996e+00	2.81089e-01	105.599	2.9625e+00
1.55677e-01	77.039	1.9149e+00	3.11168e-01	114.682	3.1516e+00

BET summary	
Slope =	4.996
Intercept =	1.5040e-01
Correlation coefficient, r =	0.999469
C constant =	99.387
Surface Area =	676.442 m ² /g

4.3.2 Data Isoterm

Isotherm Data					
Relative Pressure	Volume @ STP [cc/g]	Relative Pressure	Volume @ STP [cc/g]	Relative Pressure	Volume @ STP [cc/g]
2.89470e-02	59.4602	4.99143e-01	196.3592	9.54539e-01	747.0170
6.06080e-02	66.0653	5.24366e-01	211.0846	9.85092e-01	773.7805
9.07960e-02	69.723	5.52033e-01	229.0863	9.50576e-01	747.0178
1.18478e-01	71.7112	5.86898e-01	251.5077	8.68499e-01	747.0057
1.55677e-01	77.0390	6.21584e-01	271.8215	7.91308e-01	721.7328
1.83732e-01	81.8861	6.56386e-01	295.5516	7.14799e-01	659.9239
2.18860e-01	89.2974	6.84100e-01	318.2642	6.35770e-01	500.0004
2.50839e-01	97.1663	7.15738e-01	350.9643	5.61752e-01	397.0797
2.81089e-01	105.5991	7.46414e-01	382.7344	4.88462e-01	278.8340
3.11168e-01	114.6825	7.74570e-01	413.5312	4.02700e-01	186.2983
3.43659e-01	125.6254	8.06177e-01	454.5330	3.28581e-01	116.2963
3.67844e-01	134.6608	8.29663e-01	485.9718	2.57843e-01	91.0002
4.01017e-01	148.0907	8.63178e-01	535.3639	1.82173e-01	87.9005
4.36309e-01	164.5796	8.95111e-01	589.7764	1.01569e-01	70.5567
4.64697e-01	178.6018	9.27136e-01	677.9865		

4.3.3 Data Distribusi Pori Adsorpsi

BJH Pore Size Distribution Adsorption Data

Radius [Å]	Pore Volume [cc/g]	Pore Surf Area [m ² /g]	dV(r) [cc/Å/g]	dS(r) [m ² /Å/g]	dV(logr) [cc/g]	dS(logr) [cc/g]
31.1475	2.2059e-03	2.8328e+00	9.7221e-04	1.2485e+00	6.9896e-02	8.9504e+01
33.6028	5.2926e-03	6.5072e+00	1.1695e-03	1.3909e+00	9.0361e-02	1.0756e+02
36.0882	7.9811e-03	9.4871e+00	1.1543e-03	1.2794e+00	9.5886e-02	1.0628e+02
38.8133	1.1405e-02	1.3016e+01	1.0970e-03	1.1305e+00	9.7987e-02	1.0098e+02
41.6387	1.4414e-02	1.5907e+01	1.1897e-03	1.1428e+00	1.1402e-01	1.0954e+02
44.4330	1.8238e-02	1.9349e+01	1.2500e-03	1.1253e+00	1.2784e-01	1.1509e+02
48.1466	2.2838e-02	2.3170e+01	1.0530e-03	8.7481e-01	1.1666e-01	9.6917e+01
52.8601	2.6638e-02	2.6046e+01	7.5119e-04	5.6844e-01	9.1361e-02	6.9134e+01
58.3916	3.1242e-02	2.9200e+01	7.6674e-04	5.2524e-01	1.0300e-01	7.0557e+01
64.2174	3.5835e-02	3.2061e+01	8.1333e-04	5.0661e-01	1.2019e-01	7.4863e+01
70.8860	4.2742e-02	3.5958e+01	8.9817e-04	5.0682e-01	1.4646e-01	8.2643e+01
79.3114	4.9233e-02	3.9232e+01	7.0865e-04	3.5740e-01	1.2927e-01	6.5196e+01
89.1243	5.5393e-02	4.1997e+01	5.8862e-04	2.6418e-01	1.2066e-01	5.4152e+01
101.9385	6.3596e-02	4.5216e+01	5.4098e-04	2.1228e-01	1.2675e-01	4.9734e+01
116.8835	6.9699e-02	4.7304e+01	4.1434e-04	1.4179e-01	1.1136e-01	3.8111e+01
138.9294	7.9011e-02	4.9985e+01	3.1716e-04	9.1314e-02	1.0108e-01	2.9102e+01
175.9705	8.8920e-02	5.2237e+01	2.2157e-04	5.0366e-02	8.9293e-02	2.0297e+01
238.7543	1.0468e-01	5.4900e+01	1.9266e-04	3.2143e-02	1.0529e-01	1.7567e+01
361.7395	1.3320e-01	5.8032e+01	1.7574e-04	1.9433e-02	1.4393e-01	1.5915e+01
875.0012	2.2268e-01	6.2122e+01	1.0339e-04	4.7266e-03	1.9006e-01	8.6884e+00

BJH adsorption summary

Surface Area =	621.221 m ² /g
Pore Volume =	0.446 cc/g
Pore Radius Dv(r) =	22.165 Å

4.3.4 Data Distribusi Pori Desorpsi

BJH Pore Size Distribution Desorption Data

Radius [nm]	Pore Volume [cc/g]	Pore Surf Area [m ² /g]	dV(r) [cc/Å/g]	dS(r) [m ² /Å/g]	dV(logr) [cc/g]	dS(logr) [cc/g]
35.8850	4.6720e-02	2.6011e+01	3.3501e-03	1.5621e-01	2.7594e-01	3.0759e+02
43.2428	7.8282e-02	4.0631e+01	2.0394e-03	2.0960e-01	2.0252e-01	1.8733e+02
52.4138	1.1118e-01	5.3183e+01	1.5528e-03	2.7594e-01	1.8676e-01	1.4253e+02
66.0948	1.5097e-01	6.5225e+01	1.1865e-03	2.0252e-01	1.7960e-01	1.0889e+02
88.1608	1.8548e-01	7.3053e+01	6.3054e-04	1.5676e-01	1.2696e-01	5.7606e+01
130.7200	2.1476e-01	7.7532e+01	2.5343e-04	1.1696e-01	7.5023e-02	2.2957e+01
283.8543	3.5844e-01	8.7656e+01	2.8911e-04	1.0984e-01	1.7621e-01	2.4831e+01
857.9067	5.9420e-01	9.0010e+01	5.6126e-05	1.0902e-01	9.9837e-02	4.6549e+00

BJH desorption summary

Surface Area =	692.010 m ² /g
Pore Volume =	0.425 cc/g
Pore Radius Dv(r) =	7.942 nm

4.3.5 Data Ukuran Jari-Jari Pori Rata-Rata

Average Pore Size

Data Reduction Parameters Data

Adsorbate	Nitrogen	Temperature	77.350K
Molec. Wt.:	28.013 g	Cross Section:	16.200 Å ²
		Liquid Density:	0.808 g/cc

Average Pore Size summary

Average pore Diameter =	1.23410e+02 nm
-------------------------	----------------

4.3.6 Data Volume Pori Total

Total Pore Volume

Data Reduction Parameters Data			
Adsorbate	Nitrogen	Temperature	77.350K
	Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section:	16.200 Å ²
		Liquid Density:	0.808 g/cc

Total Pore Volume summary
Total Pore Volume
Total pore volume = 4.6025e-01 cc/g for pores smaller than 1307.7 nm (Radius) at P/P ₀ = 0.98509

Lampiran 4.4 Data Karakterisasi Adsorpsi-Desorpsi N₂ MA-1,00-8

4.4.1 Data Luas Permukaan Spesifik (*Multi-point* BET)

BET Multi-point BET results		
Isotherm Branch	Adsorption	
Slope	15.7578	
Intercept	0.179463	
Correlation coeff., r	0.999839	
C constant	88.8056	
Surface area	218.514 m ² /g	

Table - BET Multi-point BET		
Relative Pressure	Volume Adsorbed @STP cc/g	1 / [W((P/Po) - 1)]
0.0219057	37.4674	0.4783
0.0674104	45.6637	1.2665
0.114314	51.2854	2.0136
0.154690	55.6284	2.6321
0.202949	60.3816	3.3740
0.243268	64.2837	4.0012
0.285850	68.5389	4.6726

4.4.2 Data Isoterm

Table - Isotherm Isotherm		
Relative Pressure, P/Po	Volume Adsorbed @STP cc/g	Volume Adsorbed @STP cc/g
0.0219057	37.4674	37.4674
0.0674104	45.6637	45.6637
0.114314	51.2854	51.2854
0.154690	55.6284	55.6284
0.202949	60.3816	60.3816
0.243268	64.2837	64.2837
0.285850	68.5389	68.5389
0.332963	74.4457	74.4457
0.375770	79.3177	79.3177
0.422641	85.0732	85.0732
0.465059	91.3043	91.3043
0.508651	98.1646	98.1646
0.552962	106.329	106.329
0.594894	114.558	114.558
0.639420	125.004	125.004
0.683113	134.968	134.968
0.725259	146.484	146.484
0.770321	158.449	158.449
0.814126	170.141	170.141
0.856938	181.412	181.412
0.903052	191.364	191.364
0.949699	197.666	197.666
0.911365	195.883	195.883
0.870819	193.577	193.577
0.829092	191.642	191.642
0.791049	189.495	189.495
0.746379	183.926	183.926
0.708689	176.039	176.039
0.669945	166.316	166.316
0.628258	153.420	153.420
0.587790	139.099	139.099
0.548289	125.001	125.001
0.507746	106.892	106.892
0.465923	90.7069	90.7069
0.427543	80.6822	80.6822
0.383678	75.3733	75.3733
0.343208	70.1390	70.1390
0.302668	65.3607	65.3607
0.265556	60.1955	60.1955
0.223443	58.7659	58.7659

Table - Isotherm Isothermcontinued...

Relative Pressure, P/Po	Volume Adsorbed @STP cc/g
0.183967	55.7794
0.142336	50.4666
0.102279	48.8098

4.4.3 Data Distribusi Pori Adsorpsi

BJH Pore Size Distribution Adsorption results

Surface Area 162.601 m²/g
Pore Volume 0.253991 cc/g
Pore radius Dv(r) 1.78176 nm

Table - BJH Pore Size Distribution Adsorption

radius nm	Pore Volume cc/g	Pore Surf. Area m ² /g	dV(r) cc/nm/g	dS(r) m ² /nm/g	dV(log r) cc/g	dS(log r) m ² /g
1.61279	1.150085e-02	1.426208e+01	6.890738e-02	8.545130e+01	2.556645e-01	3.170468e+02
1.78176	2.535939e-02	2.981809e+01	8.102330e-02	9.094745e+01	3.321552e-01	3.728394e+02
1.96792	4.087005e-02	4.558162e+01	7.706467e-02	7.832107e+01	3.488982e-01	3.545863e+02
2.18805	6.018803e-02	6.323936e+01	8.083157e-02	7.388471e+01	4.068373e-01	3.718728e+02
2.44173	7.964756e-02	7.917850e+01	7.250767e-02	5.939039e+01	4.072486e-01	3.335737e+02
2.74895	1.049675e-01	9.759998e+01	7.316454e-02	5.323082e+01	4.624974e-01	3.364897e+02
3.13471	1.284253e-01	1.125665e+02	5.513858e-02	3.517944e+01	3.973745e-01	2.535323e+02
3.61160	1.556957e-01	1.276681e+02	5.161311e-02	2.858183e+01	4.284492e-01	2.372626e+02
4.25798	1.831976e-01	1.405859e+02	3.597876e-02	1.689945e+01	3.517994e-01	1.652424e+02
5.17848	2.092933e-01	1.506644e+02	2.423907e-02	9.361466e+00	2.879797e-01	1.112218e+02
6.54457	2.335982e-01	1.580919e+02	1.468043e-02	4.486289e+00	2.200409e-01	6.724377e+01
9.04474	2.539907e-01	1.626012e+02	6.096924e-03	1.348171e+00	1.255158e-01	2.775444e+01

4.4.4 Data Distribusi Pori Desorpsi

BJH Pore Size Distribution Desorption results

Surface Area 297.587 m²/g
Pore Volume 0.30651 cc/g
Pore radius Dv(r) 1.63552 nm

Table - BJH Pore Size Distribution Desorption

radius nm	Pore Volume cc/g	Pore Surf. Area m ² /g	dV(r) cc/nm/g	dS(r) m ² /nm/g	dV(log r) cc/g	dS(log r) m ² /g
1. 63552	4.486692e-02	5.486561e+01	2.824684e-01	3.454171e+02	6.29181e-01	1.299792e+03
1. 79297	7.599870e-02	8.959210e+01	1.994859e-01	2.225201e+02	8.230507e-01	9.180864e+02
1. 96753	1.203610e-01	1.346865e+02	2.297820e-01	2.335739e+02	1.040170e+00	1.057336e+03
2. 17223	1.711811e-01	1.814772e+02	2.349148e-01	2.162891e+02	1.174012e+00	1.080928e+03
2. 40371	2.091888e-01	2.131015e+02	1.541163e-01	1.282322e+02	9.522441e-01	7.091086e+02
2. 67758	2.474351e-01	2.416693e+02	1.270090e-01	9.486852e+01	7.022294e-01	5.842810e+02
3. 01820	2.810562e-01	2.639482e+02	8.845127e-02	5.861195e+01	5.538930e-01	4.067942e+02
3. 42963	3.056697e-01	2.783017e+02	5.559118e-02	3.241815e+01	4.383944e-01	2.556509e+02
3. 92655	3.251358e-01	2.882168e+02	3.532338e-02	1.799205e+01	3.188417e-01	1.624028e+02
4. 64902	3.382277e-01	2.938489e+02	1.464651e-02	6.300898e+00	1.563034e-01	6.724138e+01
5. 65036	3.429447e-01	2.955185e+02	4.254066e-03	1.505768e+00	5.516918e-02	1.952767e+01
7. 16988	3.469964e-01	2.966487e+02	2.099096e-03	5.855317e-01	3.444420e-02	9.608027e+00
9. 90676	3.516456e-01	2.975873e+02	1.312027e-03	2.648751e-01	2.960700e-02	5.977131e+00

4.4.5 Data Ukuran Jari-Jari Pori Rata-Rata

Average Pore Size results

Average Pore radius 2,9709e+000 nm

4.4.6 Data Volume Pori Total

Total Pore Volume results

Total Pore Volume for pores smaller than at relative pressure 3,5523e-001 cc/g
 20,11 nm (radius)
 0,94663

Lampiran 4.5 Data Karakterisasi Adsorpsi-Desorpsi N₂ MA-1,00-9

4.5.1 Data Luas Permukaan Spesifik (*Multi-point* BET)

BET Multi-point BET results		
Isotherm Branch	Adsorption	
Slope	15.7578	
Intercept	0.179463	
Correlation coeff., r	0.999839	
C constant	88.8056	
Surface area	218.514 m ² /g	

Table - BET Multi-point BET		
Relative Pressure	Volume Adsorbed @STP cc/g	1 / [W((P/Po) - 1)]
0.0219057	37.4674	0.4783
0.0674104	45.6637	1.2665
0.114314	51.2854	2.0136
0.154690	55.6284	2.6321
0.202949	60.3816	3.3740
0.243268	64.2837	4.0012
0.285850	68.5389	4.6726

4.5.2 Data Isotherm

Table - Isotherm Isotherm	
Relative Pressure, P/Po	Volume Adsorbed @STP cc/g
0.0233265	36.1782
0.0681702	43.0201
0.108403	47.3675
0.152236	52.1250
0.197443	56.5659
0.243800	61.0586
0.289452	65.3786
0.329503	69.1631
0.378764	76.1473
0.416488	80.8566
0.463497	89.5693
0.507510	97.5997
0.551526	105.586
0.596912	114.874
0.639377	123.514
0.684134	132.735
0.727466	142.868
0.771125	154.011
0.813338	165.992
0.859226	178.360
0.902384	189.557
0.946634	198.895
0.911288	197.081
0.869883	194.458
0.829713	192.306
0.791054	189.720
0.746122	184.014
0.705972	176.148
0.668677	165.464
0.628780	152.010
0.590098	127.276
0.550171	112.889
0.509353	108.215
0.468730	100.6424
0.428824	95.2732
0.388278	88.2202
0.346987	79.7956
0.306057	73.0197
0.264476	65.5539
0.221782	60.1696

Table - Isotherm Isotherm continued...	
Relative Pressure, P/Po	Volume Adsorbed @STP cc/g
0.181244	54.3682
0.141837	48.4779
0.102765	45.2002

4.5.3 Data Distribusi Pori Adsorpsi

BJH Pore Size Distribution Adsorption results

Surface Area 168.755 m²/g
Pore Volume 0.259132 cc/g
Pore radius Dv(r) 1.76686 nm

Table - BJH Pore Size Distribution Adsorption

radius nm	Pore Volume cc/g	Pore Surf. Area m ² /g	dV(r) cc/nm/g	dS(r) m ² /nm/g	dV(log r) cc/g	dS(log r) m ² /g
1.60627	9.276793e-03	1.155076e+01	6.937530e-02	8.638086e+01	2.564407e-01	3.193005e+02
1.76686	3.094799e-02	3.608156e+01	1.156036e-01	1.308581e+02	4.698728e-01	5.318746e+02
1.96174	5.054004e-02	5.605573e+01	9.684309e-02	9.873185e+01	4.370593e-01	4.455834e+02
2.18102	6.964005e-02	7.357046e+01	8.084453e-02	7.413456e+01	4.056029e-01	3.719385e+02
2.44462	9.222621e-02	9.204869e+01	7.762904e-02	6.351000e+01	4.364541e-01	3.570726e+02
2.75586	1.127557e-01	1.069475e+02	6.192642e-02	4.494169e+01	3.924856e-01	2.848375e+02
3.14014	1.341665e-01	1.205843e+02	4.898916e-02	3.120190e+01	3.536405e-01	2.252387e+02
3.63316	1.575941e-01	1.334809e+02	4.267421e-02	2.349152e+01	3.563175e-01	1.961475e+02
4.28202	1.829368e-01	1.453177e+02	3.384702e-02	1.580889e+01	3.328703e-01	1.554733e+02
5.17477	2.096555e-01	1.556442e+02	2.577139e-02	9.960392e+00	3.060454e-01	1.182836e+02
6.59060	2.361646e-01	1.636887e+02	1.476923e-02	4.481908e+00	2.227370e-01	6.759233e+01
9.06743	2.591316e-01	1.687545e+02	7.270828e-03	1.603724e+00	1.502564e-01	3.314199e+01

4.5.4 Data Distribusi Pori Desorpsi

BJH Pore Size Distribution Desorption results

Surface Area 299.164 m²/g
Pore Volume 0.30842 cc/g
Pore radius Dv(r) 1.64589 nm

Table - BJH Pore Size Distribution Desorption

radius nm	Pore Volume cc/g	Pore Surf. Area m ² /g	dV(r) cc/nm/g	dS(r) m ² /nm/g	dV(log r) cc/g	dS(log r) m ² /g
1.64589	4.858526e-02	5.903820e+01	3.283792e-01	3.990288e+02	6.399290e-01	1.511223e+03
1.80151	8.773667e-02	1.025034e+02	2.397856e-01	2.662055e+02	8.331720e-01	1.103497e+03
1.97759	1.272304e-01	1.424445e+02	2.090756e-01	2.114444e+02	1.243655e+00	9.620964e+02
2.18166	1.667600e-01	1.786827e+02	1.803108e-01	1.652970e+02	9.939796e-01	8.296626e+02
2.41700	2.052336e-01	2.105184e+02	1.530006e-01	1.266036e+02	8.013184e-01	7.039580e+02
2.68757	2.446130e-01	2.398232e+02	1.359412e-01	1.011628e+02	6.505020e-01	6.254259e+02
3.01390	2.797906e-01	2.631668e+02	9.691340e-02	6.431089e+01	5.207345e-01	4.457627e+02
3.40591	3.070751e-01	2.791886e+02	6.480386e-02	3.805378e+01	4.004390e-01	2.980524e+02
3.90712	3.263823e-01	2.890717e+02	3.320829e-02	1.699884e+01	3.017429e-01	1.526472e+02
4.64695	3.397393e-01	2.948204e+02	1.486993e-02	6.399869e+00	1.507569e-01	6.826481e+01
5.66143	3.454269e-01	2.968297e+02	5.030168e-03	1.776995e+00	5.198270e-02	2.308757e+01
7.15271	3.499419e-01	2.980921e+02	2.438071e-03	6.817195e-01	3.861160e-02	1.116473e+01
9.87371	3.552319e-01	2.991637e+02	1.473477e-03	2.984647e-01	3.535438e-02	6.710183e+00

4.5.5 Data Ukuran Jari-Jari Pori Rata-Rata

Average Pore Size results

Average Pore radius 2,8054e+000 nm

4.5.6 Data Volume Pori Total

Total Pore Volume results

Total Pore Volume for pores smaller than 19,00 nm (radius) at relative pressure 0,94970 cc/g

Lampiran 4.6 Data Karakterisasi Adsorpsi-Desorpsi N₂ MA-0,75-7

4.6.1 Data Luas Permukaan Spesifik (*Multi-point BET*)

BET Multi-point BET results		
Isotherm Branch	Adsorption	
Slope	15.9841	
Intercept	0.140464	
Correlation coeff., r	0.999909	
C constant	114.795	
Surface area	215.976 m ² /g	

Table - BET Multi-point BET		
Relative Pressure	Volume Adsorbed @STP cc/g	1 / [W((P/Po) - 1)]
0.0211494	39.0243	0.4430
0.0685212	46.9137	1.2546
0.112389	51.7170	1.9589
0.156314	55.9548	2.6493
0.196412	59.5245	3.2854
0.241938	63.8382	4.0001
0.284947	68.1073	4.6815

4.6.2 Data Isoterm

Table - Isotherm Isotherm		
Relative Pressure, P/Po	Volume Adsorbed @STP cc/g	
0.0211494	39.0243	
0.0685212	46.9137	
0.112389	51.7170	
0.156314	55.9548	
0.196412	59.5245	
0.241938	63.8382	
0.284947	68.1073	
0.331614	72.9995	
0.379371	77.1316	
0.416714	80.0084	
0.460643	84.1757	
0.506607	89.8798	
0.548771	94.2197	
0.595384	103.872	
0.638701	113.514	
0.683768	125.790	
0.726183	141.012	
0.772188	153.443	
0.814531	168.429	
0.859812	178.019	
0.902526	186.569	
0.949094	197.992	
0.911922	194.658	
0.872980	190.500	
0.831849	187.384	
0.792879	184.771	
0.752598	181.979	
0.710104	178.152	
0.668151	169.969	
0.629427	159.461	
0.589871	143.855	
0.549865	119.399	
0.508363	97.4233	
0.467999	84.3219	
0.424625	77.1716	
0.385914	75.8495	
0.343309	70.9977	
0.304300	68.0246	
0.266775	62.7433	
0.222277	58.7475	

Table - Isotherm Isothermcontinued...		
Relative Pressure, P/Po	Volume Adsorbed @STP cc/g	
0.185281	55.2207	
0.141129	52.2922	
0.100725	47.7166	

4.6.3 Data Distribusi Pori Adsorpsi

BJH Pore Size Distribution Adsorption results

Surface Area 140.312 m²/g
Pore Volume 0.240117 cc/g
Pore radius Dv(r) 2.43126 nm

Table - BJH Pore Size Distribution Adsorption

radius nm	Pore Volume cc/g	Pore Surf. Area m ² /g	dV(r) cc/nm/g	dS(r) m ² /nm/g	dV(log r) cc/g	dS(log r) m ² /g
1.60771	3.552767e-03	4.419658e+00	2.681237e-02	3.335470e+01	9.920028e-02	1.234056e+02
1.76120	1.027918e-02	1.205810e+01	3.855267e-02	4.378000e+01	1.562153e-01	1.773963e+02
1.95344	2.158413e-02	2.363253e+01	5.383359e-02	5.511682e+01	2.419076e-01	2.476739e+02
2.17080	2.856192e-02	3.006128e+01	3.104848e-02	2.860550e+01	1.550559e-01	1.428557e+02
2.43126	5.112206e-02	4.861965e+01	7.617006e-02	6.265881e+01	4.258868e-01	3.503419e+02
2.74757	7.355812e-02	6.495123e+01	6.669009e-02	4.854485e+01	4.213875e-01	3.067351e+02
3.13520	1.027077e-01	8.354624e+01	6.642192e-02	4.237166e+01	4.787210e-01	3.053842e+02
3.62185	1.395269e-01	1.038779e+02	6.889330e-02	3.804314e+01	5.735000e-01	3.166889e+02
4.28353	1.679524e-01	1.171499e+02	3.603069e-02	1.682289e+01	3.543710e-01	1.654574e+02
5.20349	2.020331e-01	1.302491e+02	3.242706e-02	1.246358e+01	3.871998e-01	1.488231e+02
6.62363	2.225845e-01	1.364546e+02	1.148581e-02	3.468128e+00	1.741050e-01	5.257085e+01
9.08997	2.401174e-01	1.403122e+02	5.577733e-03	1.227228e+00	1.155715e-01	2.542837e+01

4.6.4 Data Distribusi Pori Desorpsi

BJH Pore Size Distribution Desorption results

Surface Area 274.463 m²/g
Pore Volume 0.307023 cc/g
Pore radius Dv(r) 2.17831 nm

Table - BJH Pore Size Distribution Desorption

radius nm	Pore Volume cc/g	Pore Surf. Area m ² /g	dV(r) cc/nm/g	dS(r) m ² /nm/g	dV(log r) cc/g	dS(log r) m ² /g
1.63377	2.127643e-02	2.604580e+01	1.519613e-01	1.860253e+02	5.257024e-01	6.993791e+02
1.79187	4.374422e-02	5.112323e+01	1.275167e-01	1.423278e+02	6.713125e-01	5.867627e+02
1.97355	7.690655e-02	8.473004e+01	1.771944e-01	1.795694e+02	8.046139e-01	8.153985e+02
2.17831	1.388591e-01	1.416114e+02	2.785990e-01	2.557937e+02	1.196166e+00	1.281881e+03
2.41534	2.087705e-01	1.995009e+02	2.777753e-01	2.300095e+02	1.543454e+00	1.278044e+03
2.68945	2.515922e-01	2.313451e+02	1.443997e-01	1.073822e+02	8.933167e-01	6.643109e+02
3.01391	2.793548e-01	2.497680e+02	7.878978e-02	5.228410e+01	5.461607e-01	3.624267e+02
3.42968	3.002033e-01	2.619257e+02	4.350882e-02	2.537193e+01	3.430352e-01	2.000392e+02
3.98872	3.091844e-01	2.664290e+02	1.405710e-02	7.048428e+00	1.288291e-01	6.459672e+01
4.72427	3.153859e-01	2.690544e+02	7.451910e-03	3.154734e+00	8.085210e-02	3.422839e+01
5.72206	3.209848e-01	2.710113e+02	4.812649e-03	1.682138e+00	6.319017e-02	2.208651e+01
7.28599	3.274614e-01	2.727891e+02	3.296856e-03	9.049849e-01	5.497336e-02	1.509015e+01
10.0088	3.358357e-01	2.744626e+02	2.405699e-03	4.807192e-01	5.487829e-02	1.096606e+01

4.6.5 Data Ukuran Jari-Jari Pori Rata-Rata

Average Pore Size results

Average Pore radius 2,8431e+000 nm

4.6.6 Data Volume Pori Total

Total Pore Volume results

Total Pore Volume 3,3583e-001 cc/g
for pores smaller than 19,88 nm (radius)
at relative pressure 0,94909

Lampiran 4.7 Data Karakterisasi Adsorpsi-Desorpsi N₂ MA-1,25-7

4.7.1 Data Luas Permukaan Spesifik (*Multi-point BET*)

BET Multi-point BET results		
Isotherm Branch	Adsorption	
Slope	31.7988	
Intercept	0.354843	
Correlation coeff., r	0.999881	
C constant	90.6137	
Surface area	108.309 m ² /g	

Table - BET Multi-point BET		
Relative Pressure	Volume Adsorbed @STP cc/g	1 / [W((P/Po) - 1)]
0.0240501	18.9912	1.0382
0.0651053	22.5379	2.4722
0.110647	25.3415	3.9281
0.154965	27.6848	5.2999
0.196377	29.6544	6.5932
0.241136	31.7266	8.0135
0.285298	33.9621	9.4043

4.7.2 Data Isotherm

Table - Isotherm Isotherm		
Relative Pressure, P/Po	Volume Adsorbed @STP cc/g	
0.0240501	18.9912	
0.0651053	22.5379	
0.110647	25.3415	
0.154965	27.6848	
0.196377	29.6544	
0.241136	31.7266	
0.285298	33.9621	
0.328996	36.1685	
0.374283	38.6614	
0.420466	41.5058	
0.466785	44.4399	
0.507826	47.1319	
0.549643	50.5671	
0.593432	54.6243	
0.641986	61.4577	
0.682817	67.2043	
0.725984	75.7390	
0.770636	88.3777	
0.814109	102.454	
0.858128	113.083	
0.904173	122.545	
0.948002	131.656	
0.913044	129.266	
0.868753	124.302	
0.828600	121.810	
0.790045	118.799	
0.750853	115.035	
0.706857	106.660	
0.669422	96.2881	
0.627891	83.8229	
0.590747	70.6027	
0.549471	59.7360	
0.507905	51.1172	
0.465397	44.2531	
0.425612	40.1191	
0.383424	37.5903	
0.345405	35.9284	
0.302180	33.5118	
0.262529	30.6539	
0.224256	29.4270	

Table - Isotherm Isotherm(continued...)		
Relative Pressure, P/Po	Volume Adsorbed @STP cc/g	
0.185687	28.2743	
0.138805	25.5907	
0.102135	18.9241	

4.7.3 Data Distribusi Pori Adsorpsi

BJH Pore Size Distribution Adsorption results

Surface Area	94.0285 m ² /g
Pore Volume	0.177249 cc/g
Pore radius Dv(r)	2.75503 nm

Table - BJH Pore Size Distribution Adsorption

radius nm	Pore Volume cc/g	Pore Surf. Area m ² /g	dV(r) cc/nm/g	dS(r) m ² /nm/g	dV(log r) cc/g	dS(log r) m ² /g
1.60619	4.650492e-03	5.790712e+00	2.841465e-02	3.538144e+01	1.049975e-01	1.307410e+02
1.78137	9.373748e-03	1.109366e+01	2.529948e-02	2.840453e+01	1.036772e-01	1.164017e+02
1.96959	1.362318e-02	1.540871e+01	2.239582e-02	2.274164e+01	1.014897e-01	1.030568e+02
2.17634	1.995057e-02	2.122343e+01	2.827829e-02	2.598706e+01	1.415832e-01	1.301115e+02
2.42697	2.766582e-02	2.758135e+01	2.780074e-02	2.290981e+01	1.551898e-01	1.278875e+02
2.75503	4.278094e-02	3.855411e+01	3.992504e-02	2.898342e+01	2.528727e-01	1.835719e+02
3.14425	5.503224e-02	4.634693e+01	3.063883e-02	1.948879e+01	2.215229e-01	1.409067e+02
3.61519	7.419079e-02	5.694584e+01	3.534642e-02	1.955438e+01	2.936818e-01	1.624709e+02
4.26636	1.032339e-01	7.056080e+01	3.819908e-02	1.790711e+01	3.742593e-01	1.754467e+02
5.18138	1.350375e-01	8.283687e+01	2.973022e-02	1.147578e+01	3.534351e-01	1.364250e+02
6.57418	1.578997e-01	8.979203e+01	1.332406e-02	4.053450e+00	2.005443e-01	6.100965e+01
9.13468	1.772489e-01	9.402846e+01	5.682372e-03	1.244132e+00	1.181224e-01	2.586241e+01

4.7.4 Data Distribusi Pori Desorpsi

BJH Pore Size Distribution Desorption results

Surface Area	191.424 m ² /g
Pore Volume	0.204151 cc/g
Pore radius Dv(r)	1.63139 nm

Table - BJH Pore Size Distribution Desorption

radius nm	Pore Volume cc/g	Pore Surf. Area m ² /g	dV(r) cc/nm/g	dS(r) m ² /nm/g	dV(log r) cc/g	dS(log r) m ² /g
1.63139	2.537849e-02	3.111277e+01	1.666285e-01	2.042783e+02	2.054698e-01	7.667950e+02
1.78814	4.253301e-02	5.029980e+01	1.064216e-01	1.190306e+02	3.078767e-01	4.897574e+02
1.96679	5.796726e-02	6.599465e+01	7.870021e-02	8.002903e+01	4.561145e-01	3.621274e+02
2.17603	7.903884e-02	8.536161e+01	9.475896e-02	8.709328e+01	5.968021e-01	4.360011e+02
2.41720	1.069410e-01	1.084480e+02	1.073299e-01	8.880507e+01	7.844592e-01	4.937957e+02
2.68616	1.422258e-01	1.347195e+02	1.269434e-01	9.451650e+01	1.147438e-01	5.840740e+02
3.01404	1.745463e-01	1.561661e+02	8.554986e-02	5.676755e+01	5.929452e-01	3.934553e+02
3.41528	2.009594e-01	1.716337e+02	6.219482e-02	3.642150e+01	3.884676e-01	2.860483e+02
3.95276	2.214060e-01	1.819791e+02	3.144258e-02	1.590916e+01	2.455304e-01	1.444712e+02
4.67491	2.299757e-01	1.856454e+02	1.079310e-02	4.617459e+00	1.159011e-01	4.958433e+01
5.62968	2.365286e-01	1.879734e+02	5.874198e-03	2.086869e+00	7.589628e-02	2.696294e+01
7.09951	2.416583e-01	1.894185e+02	2.812136e-03	7.922055e-01	4.571661e-02	1.287880e+01
9.95309	2.516405e-01	1.914243e+02	2.570736e-03	5.165704e-01	5.816072e-02	1.168697e+01

4.7.5 Data Ukuran Jari-Jari Pori Rata-Rata

Average Pore Size results

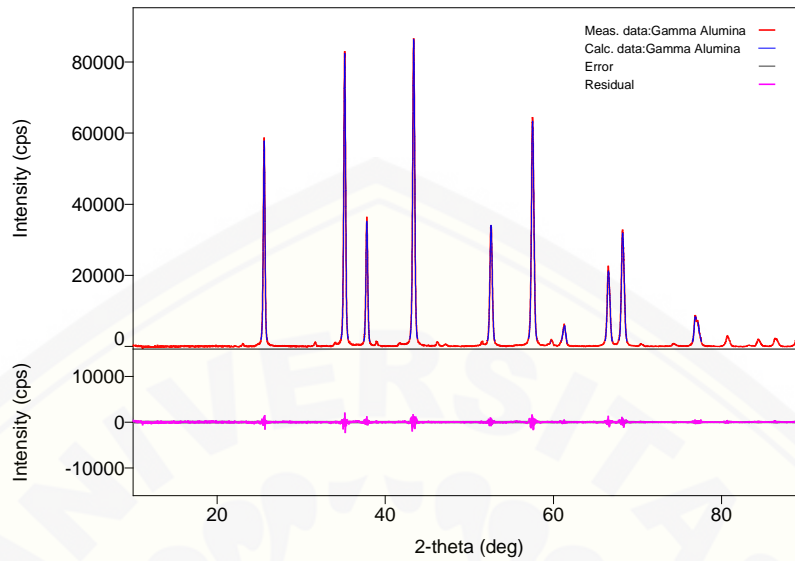
Average Pore radius	3,7698e+000 nm
----------------------------	----------------

4.7.6 Data Volume Pori Total

Total Pore Volume results

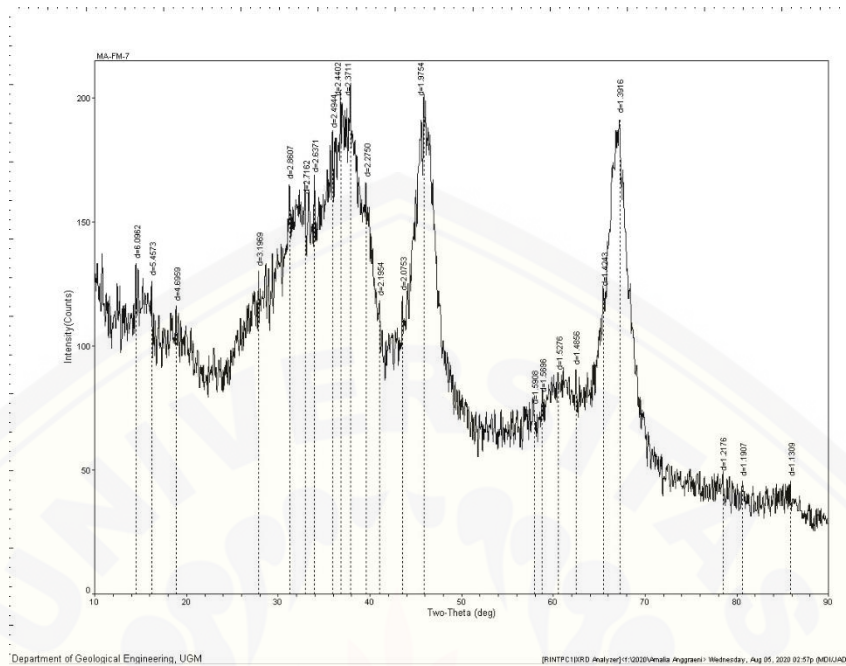
Total Pore Volume for pores smaller than at relative pressure	2,5164e-001 cc/g 19,48 nm (radius) 0,94800
--	--

Lampiran 4.8 Data Karakterisasi XRD MA-0,00-7



2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Size(ang.)
23.07(2)	3.852(4)	478(64)	0.211(19)	107(12)	401(35)
25.5942(14)	3.47765(19)	40792(589)	0.2167(10)	11066(33)	392.7(19)
31.690(5)	2.8212(5)	883(87)	0.209(11)	254(8)	413(22)
34.02(4)	2.633(3)	516(66)	0.22(3)	141(15)	394(61)
35.1621(14)	2.55019(10)	60597(718)	0.2240(10)	16837(41)	388.6(17)
37.788(2)	2.37878(13)	26292(473)	0.2243(15)	7355(27)	391(3)
38.986(18)	2.3084(10)	920(88)	0.215(18)	251(11)	409(33)
41.70(3)	2.1645(13)	484(64)	0.31(3)	249(19)	285(32)
43.3612(17)	2.08508(8)	65493(746)	0.2427(11)	19535(50)	367.9(17)
46.175(17)	1.9643(7)	947(90)	0.21(3)	317(11)	423(50)
47.143(18)	1.9263(7)	437(61)	0.29(3)	167(9)	317(31)
51.545(14)	1.7716(4)	848(85)	0.23(3)	287(12)	402(48)
52.550(2)	1.74006(8)	26639(476)	0.2720(17)	9074(29)	340(2)
57.492(2)	1.60170(5)	50468(655)	0.2810(14)	17503(44)	336.8(17)
59.40(3)	1.5548(6)	361(55)	0.34(7)	149(25)	283(57)
59.741(9)	1.5466(2)	1504(113)	0.204(13)	375(23)	469(31)
61.307(6)	1.51084(14)	4281(191)	0.384(6)	2004(16)	251(4)
66.506(3)	1.40479(6)	17598(387)	0.295(3)	6495(29)	336(3)
68.198(3)	1.37400(4)	26604(475)	0.300(2)	9848(31)	334(2)
70.41(3)	1.3362(5)	474(63)	0.30(3)	152(11)	337(30)
74.26(2)	1.2760(3)	694(77)	0.30(3)	334(10)	343(36)
76.851(4)	1.23942(6)	6940(243)	0.298(8)	2649(98)	356(10)
77.220(5)	1.23442(7)	3633(176)	0.31(2)	1467(96)	337(21)
80.687(13)	1.18988(15)	2130(135)	0.426(9)	982(16)	256(6)
83.30(3)	1.1590(3)	200(41)	0.46(7)	109(11)	241(37)
84.352(10)	1.14729(11)	1662(119)	0.340(12)	668(17)	329(11)
85.94(5)	1.1301(5)	138(34)	0.29(10)	43(17)	391(137)
86.353(6)	1.12575(6)	1784(123)	0.423(13)	804(18)	269(8)
88.52(3)	1.1037(3)	240(45)	0.30(8)	80(29)	389(105)
88.952(10)	1.09947(10)	2232(138)	0.380(13)	952(36)	306(10)

Lampiran 4.9 Data Karakterisasi XRD MA-1,00-7



2-Theta	d(Å)	BG	Height	I%	Area	I%	FWHM	XS(Å)
14,518	6,0962	110	23	40,4	315	10,5	0,219	366
16,228	5,4573	113	13	22,8	36	1,2	0,044	>1000
18,882	4,6959	98	18	31,6	477	15,9	0,424	174
27,885	3,1969	115	15	26,3	161	5,4	0,172	522
31,241	2,8607	144	21	36,8	270	9	0,206	409
32,949	2,7162	143	16	28,1	154	5,1	0,154	630
33,967	2,6371	144	23	40,4	368	12,2	0,256	314
35,974	2,4944	164	21	36,8	311	10,3	0,237	346
36,802	2,4402	172	31	54,4	853	28,3	0,44	174
37,914	2,3711	175	26	45,6	614	20,4	0,378	205
39,582	2,275	144	22	38,6	586	19,5	0,426	181
41,08	2,1954	106	12	21,1	24	0,8	0,1	>1000
43,575	2,0753	107	13	22,8	63	2,1	0,078	>1000
45,9	1,9754	154	47	82,5	2175	72,3	0,74	105
57,92	1,5908	66	8	14	16	0,5	0,1	>1000
58,78	1,5696	70	9	15,8	18	0,6	0,1	>1000
60,56	1,5276	81	7	12,3	14	0,5	0,1	>1000
62,462	1,4856	77	13	22,8	55	1,8	0,068	>1000
65,48	1,4243	112	10	17,5	20	0,7	0,1	>1000
67,22	1,3916	134	57	100	3009	100	0,897	95
78,484	1,2176	37	10	17,5	431	14,3	0,69	134
80,622	1,1907	34	11	19,3	251	8,3	0,365	264
85,865	1,1309	34	11	19,3	249	8,3	0,362	278

Lampiran 4.10 Data ICSD #10425 α -Al₂O₃

```

Min Name      Corundum
D(calc)      3.99
Title         A structural investigation of alpha-Al2 O3 at 2170K
Author(s)    Ishizawa, N.;Miyata, T.;Minato, I.;Marumo, F.;Iwai, S.I.
Reference     Acta Crystallographica B (24,1968-38,1982)
              (1980), 36, 228-230
Unit Cell     4.754(1) 4.754(1) 12.99(2) 90. 90. 120.
Vol           254.25
Z             6
Space Group  R -3 c H
SG Number     167
Cryst Sys    trigonal/rhombohedral
Pearson       hR10
Wyckoff      e c
R Value       0.027
Red Cell     RH 4.754 4.754 5.126 62.376 62.376 60 84.749
Trans Red    0.000 1.000 0.000 / 1.000 1.000 0.000 / 0.333 0.667 -0.330
Comments     Compound with mineral name: Corundum
              The structure has been assigned a PDF number (calculated
              powder diffraction data): 01-071-1683
              The structure has been assigned a PDF number (experimental
              powder diffraction data): 43-1484
              Temperature in Kelvin: 300
              Structure type : Al2O3
              X-ray diffraction from single crystal
Atom #  OX  SITE  x      y      z      SOF  H |
Al  1  +3  12 c  0      0      0.35228(5)  1.  0
O   1  -2  18 e  0.3064(3)  0      0.25      1.  0
Lbl Type  U11      U22      U33      U12      U13      U23
Al1 Al3+  0.0051(2)  0.0051(2)  0.0019(2)  0.00255(10)  0      0
O1  O2-  0.0051(3)  0.0051(4)  0.0025(3)  0.00255(20)  0.00035(10)  0.0007(2)
*end for  ICSD #10425

```

Lampiran 4.11 Data ICSD #95302 γ -Al₂O₃

```

Chem Name   Aluminium Oxide (2.67/4) - Gamma
Structured  (Al2 O3)1.333
Sum         Al2.666 O3.999
ANX        A21X32
Min Name    Alumina
D(calc)    3.68
Title       Theoretical structure determination of gamma-(Al2 O3)
Author(s)   Gutierrez, G.;Taga, A.;Johansson, B.
Reference   Physical Review, Serie 3. B - Condensed Matter (18,1978-)
            (2002), 65(1), 012101/1-012101/4
Unit Cell   7.887 7.887 7.887 90 90 90
Vol         490.61
Z           8
Space Group F d -3 m Z
SG Number   227
Cryst Sys   cubic
Pearson     cF53
Wyckoff     e d a
Red Cell    F 5.576 5.576 5.576 60 60 60 122.652
Trans Red   0.500 0.500 0.000 / 0.000 0.500 0.500 / 0.500 0.000 0.500
Comments    Compound with mineral name: Alumina
            Modulated structure
            Structure calculated theoretically
            Structure type : defect-spinel
            X-ray diffraction from single crystal
            No R value given in the paper.
            At least one temperature factor missing in the paper.
Atom #      OX      SITE      x      y      z      SOF      H
Al 1 +3      8 a      0.125   0.125   0.125   1.       0
Al 2 +3      16 d     0.5     0.5     0.5     0.8333   0
O 1 -2      32 e     0.255   0.255   0.255   1.       0
*end for    ICSD #95302

```