



**SINTESIS  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> MESOPORI MENGGUNAKAN METODE  
EVAPORATION-INDUCED SELF-ASSEMBLY (EISA)  
DENGAN VARIASI pH DAN RASIO MASSA  
PREKURSOR TERHADAP SURFAKTAN  
CARBOXYMETHYL CELLULOSE (CMC)**

**SKRIPSI**

Oleh

**Amalia Anggreini  
161810301057**

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



**SINTESIS  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> MESOPORI MENGGUNAKAN METODE  
EVAPORATION-INDUCED SELF-ASSEMBLY (EISA)  
DENGAN VARIASI pH DAN RASIO MASSA  
PREKURSOR TERHADAP SURFAKTAN  
CARBOXYMETHYL CELLULOSE (CMC)**

**SKRIPSI**

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

Oleh:

**Amalia Anggreini  
NIM 161810301057**

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

## PERSEMBAHAN

Puji syukur kehadirat Allah SWT. yang telah melimpahkan rahmat serta hidayah-Nya sehingga saya dapat menyelesaikan skripsi ini dengan lancar. Dengan mengucap syukur dan dengan segala kerendahan hati, skripsi ini saya persembahkan kepada orang-orang tersayang:

1. Kedua orang tua tercinta, Ibu Siti Yulaikah dan Bapak Muhtadi, yang senantiasa memberikan do'a dan semangat, memberikan nasehat dan teladan yang baik agar selalu bersabar menghadapi setiap masalah dan cobaan, menjadi orang yang selalu bersyukur, tidak mudah menyerah, dan menjadi pribadi yang lebih baik lagi untuk menggapai cita-cita yang saya impikan;
2. Adikku tercinta, Gita Anggreini, yang juga selalu menjadi penyemangat selama saya mengerjakan skripsi;
3. Bapak/Ibu guru di MI Nurul Hidayah, SMPN 4 Tanggul, SMAN 2 Tanggul, juga Bapak/Ibu dosen di Jurusan Kimia FMIPA UNEJ yang telah memberikan ilmu dan pengetahuan, serta bimbingan dengan sabar dan baik selama ini;
4. Almamater tercinta, Universitas Jember khususnya Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam yang telah memberikan ilmu dan pengalaman berharga kepada saya;
5. Semua pihak yang tidak dapat saya sebutkan satu per satu.

**MOTTO**

“Berdoalah untuk-Ku, pasti Aku kabulkan untuk kalian”  
(terjemahan Surat *Ghafir* ayat 60) \*)



---

\*) Departemen Agama Republik Indonesia. 1998. *Al Qur'an dan Terjemahannya*. Semarang: PT Kumudasmoro Grafindo.

**PERNYATAAN**

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

nama : Amalia Anggreini

NIM : 161810301057

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul “Sintesis  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Mesopori menggunakan Metode *Evaporation-Induced Self-Assembly* (EISA) dengan Variasi pH dan Rasio Massa Prekursor Terhadap Surfaktan *Carboxymethyl Cellulose* (CMC)” adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali jika dalam pengutipan substansi disebutkan sumbernya, dan belum pernah diajukan pada institusi manapun, dan bukan karya jiplakan. Saya bertanggungjawab 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 manapun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata di kemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 14 Januari 2021

Yang menyatakan,

Amalia Anggreini

NIM 161810301057

**SKRIPSI**

**SINTESIS  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> MESOPORI MENGGUNAKAN METODE  
*EVAPORATION-INDUCED SELF-ASSEMBLY (EISA)*  
DENGAN VARIASI pH DAN RASIO MASSA  
PREKURSOR TERHADAP SURFAKTAN  
*CARBOXYMETHYL CELLULOSE (CMC)***

Oleh:

Amalia Anggreini  
161810301057

Pembimbing

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

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

**PENGESAHAN**

Skripsi yang berjudul “Sintesis  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Mesopori menggunakan Metode *Evaporation-Induced Self-Assembly* (EISA) dengan Variasi pH dan Rasio Massa Prekursor terhadap Surfaktan *Carboxymethyl Cellulose* (CMC)” karya Amalia Anggreini telah diuji dan disahkan oleh Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam 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. 197501291998021001

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

Anggota II,

Anggota III,

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

Tanti Haryati, S.Si., M.Si  
NIP. 198010292005012002

Mengesahkan

Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember

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

## RINGKASAN

**Sintesis  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Mesopori menggunakan Metode *Evaporation-Induced Self-Assembly* (EISA) dengan Variasi pH dan Rasio Massa Prekursor Terhadap Surfaktan *Carboxymethyl Cellulose* (CMC); Amalia Anggreini, 161810301057; 2021; 44 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.**

Gamma alumina ( $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) merupakan salah satu fase transisi dari alumina yang banyak digunakan sebagai *support* katalis karena luas permukaannya besar dan aktivitas katalitiknya tinggi. Aktivitas katalitik  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dapat ditingkatkan dengan memperbesar ukuran porinya menjadi mesopori. Metode yang banyak dilakukan untuk sintesis  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mesopori yakni metode *pre-* dan *post-*hidrolisis. Metode ini memiliki proses sintesis yang lebih rumit dan membutuhkan waktu yang lama, sehingga banyak dikembangkan metode sintesis sol-gel dengan penambahan surfaktan. Metode ini dikenal sebagai metode EISA (*Evaporation-Induced Self-Assembly*). Penggunaan *biotemplate* turunan selulosa sebagai surfaktan seperti CMC (*carboxymethyl cellulose*) dapat digunakan karena bersifat *biodegradable*. Faktor-faktor yang dapat mempengaruhi pembentukan material  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mesopori diantaranya yakni pH dan rasio massa surfaktan yang digunakan, sehingga pada penelitian ini dilakukan variasi pH pada 7,8,9 dan variasi rasio massa prekursor:surfaktan 1:0; 1:0,25; 1:0,75; dan 1:1,25.

Gamma alumina ( $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) disintesis dengan metode EISA (*Evaporation Induced Self-Assembly*) menggunakan Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>.9H<sub>2</sub>O sebagai prekursor dan Na-CMC sebagai surfaktan. Proses evaporasi dilakukan pada suhu 60°C selama 4 hari, kemudian dikalsinasi selama 3 jam pada suhu 500°C. Material yang dihasilkan dikarakterisasi XRD untuk mengetahui struktur kristal Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang diperoleh. Karakterisasi adsorpsi-desorpsi N<sub>2</sub> juga dilakukan untuk mengetahui luas permukaan spesifik serta ukuran pori  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> hasil sintesis.

Hasil karakterisasi  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> hasil sintesis dengan adsorpsi-desorpsi N<sub>2</sub> menunjukkan bahwa material yang dihasilkan merupakan mesopori. Kurva isotherm yang diperoleh untuk variasi pH maupun rasio massa seluruhnya



merupakan tipe IV(a) dengan loop histeresis tipe H2(b) yang menunjukkan terbentuknya pori *ink-bottle*. Hasil analisis untuk variasi pH menunjukkan bahwa pH optimum sintesis yang diperoleh adalah pH 7 (MA-0,75-7) dengan nilai  $S_{BET}$  sebesar  $241,872 \text{ m}^2/\text{g}$ , ukuran pori  $10,62 \text{ nm}$ , dan volume pori  $0,399 \text{ cm}^3/\text{g}$ . Adanya interaksi yang kuat melalui ikatan hidrogen antara prekursor Al dalam spesies  $\text{Al}(\text{OH})_3$  dengan gugus  $\text{COO}^-$  dari surfaktan CMC, menghasilkan pembentukan mesostruktur yang teratur sehingga diperoleh luas permukaan spesifik yang tinggi dengan distribusi pori seragam. Pengaruh pH yang lebih tinggi menyebabkan perubahan pada spesies prekursor menjadi  $\text{Al}(\text{OH})_4^-$  yang bermuatan negatif, sehingga sulit berinteraksi dengan surfaktan membentuk kerangka mesopori. Akibatnya, material yang dihasilkan mengalami *collapse* saat dikalsinasi, yang berakibat pada menurunnya luas permukaan spesifik serta ukuran pori yang dihasilkan. Hasil analisis variasi rasio massa juga menunjukkan hasil optimum pada sampel dengan variasi rasio massa 1:0,75 (MA-0,75-7). Peningkatan rasio massa prekursor:surfaktan diatas satu menyebabkan kerusakan pada kerangka mesopori yang terbentuk, karena pengisian “zona organik” pada alumina telah melebihi batas optimumnya. Karakterisasi XRD yang diperoleh menunjukkan bahwa penambahan surfaktan dapat mempengaruhi struktur kristal alumina yang dihasilkan. Sampel dengan penambahan surfaktan membentuk  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ , sedangkan sampel tanpa surfaktan membentuk  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ . Hal tersebut disebabkan adanya surfaktan yang berikatan dengan prekursor dapat menstabilkan struktur meso yang terbentuk, sehingga struktur alumina yang dihasilkan tidak berubah.

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, diperoleh kesimpulan bahwa  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  mesopori berhasil disintesis melalui metode EISA menggunakan CMC sebagai *template*. Kondisi pH optimum untuk sintesis alumina mesopori dengan metode EISA menggunakan CMC sebagai *template* adalah pH 7 (MA-0,75-7). Variasi rasio massa optimum prekursor:surfaktan yang diperoleh mendekati 1 (1:0,75), dimana penambahan rasio massa  $>1$  dapat menyebabkan penurunan nilai  $S_{BET}$  serta ukuran pori. Penambahan surfaktan CMC juga dapat mempengaruhi struktur kristal  $\text{Al}_2\text{O}_3$  yang dihasilkan.

## PRAKATA

Puji syukur kehadirat Allah SWT. Atas segala rahmat, karunia, beserta hidayah-Nya sehingga penulis mampu menyelesaikan skripsi yang berjudul “Sintesis  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Mesopori menggunakan Metode *Evaporation-Induced Self-Assembly* (EISA) dengan Variasi pH dan Rasio Massa Prekursor terhadap Surfaktan *Carboxymethyl Cellulose* (CMC)”. Skripsi ini disusun untuk memenuhi 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 berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis menyampaikan terima kasih kepada:

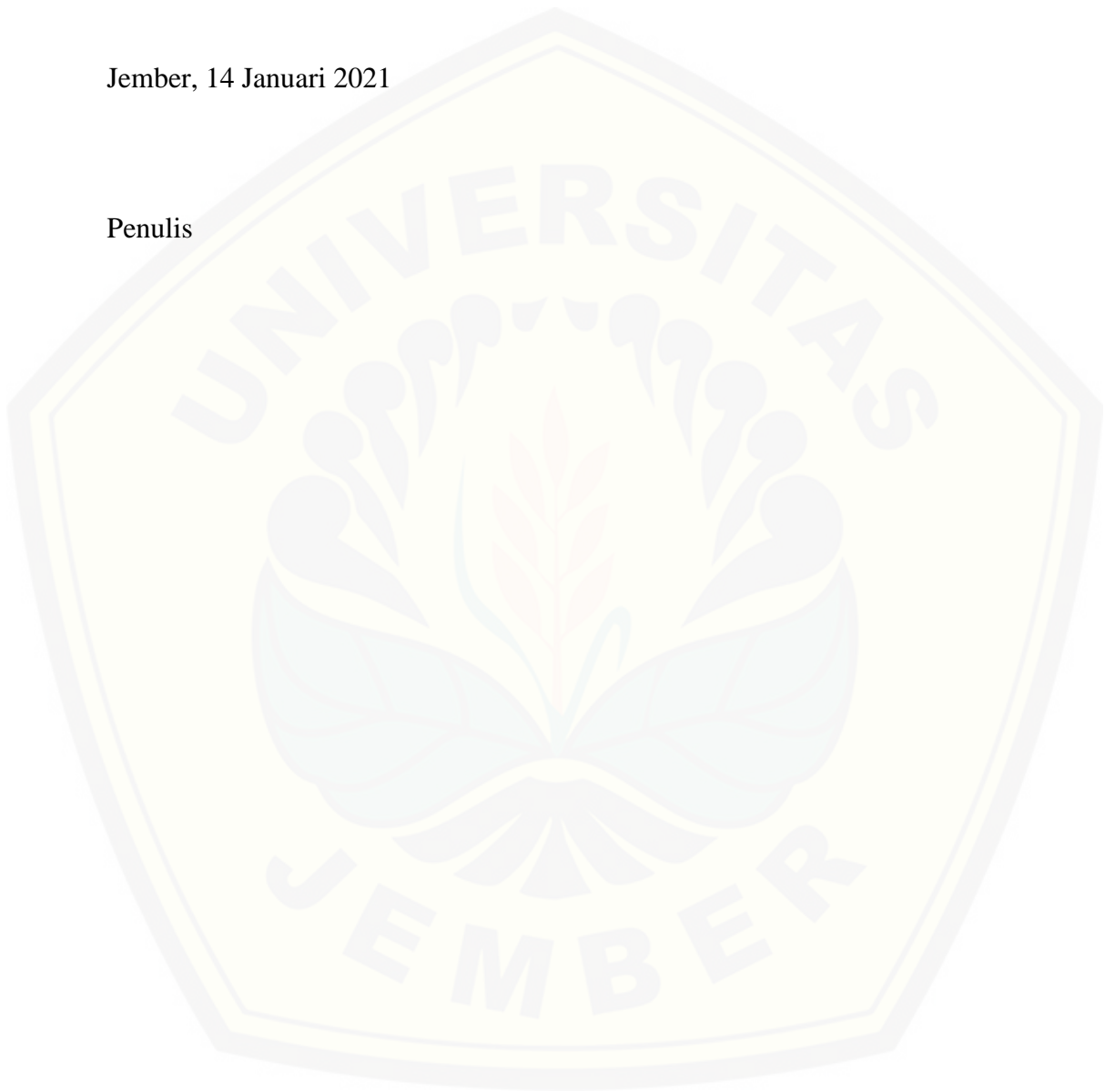
1. Allah SWT yang telah memberikan penulis waktu, kesehatan, serta kesabaran dalam segala hal sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini;
2. Bapak Drs. Achmad Sjaifullah, M.Sc., Ph.D., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
3. Bapak Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si., selaku ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
4. Bapak Suwardiyanto, S.Si., M.Si., Ph.D. dan Bapak Yudi Aris Sulistiyo, S.Si., M.Si. selaku Dosen Pembimbing yang telah meluangkan waktu, tenaga dan pikiran untuk membimbing dengan sabar dalam penyusunan skripsi ini;
5. Ibu Novita Andarini, S.Si., M.Si., dan Ibu Tanti Haryati, S.Si., M.Si. selaku Dosen Penguji yang telah berkenan untuk menguji skripsi ini dan memberikan nasehat, koreksi, kritik dan saran untuk pengembangan diri dan menyempurnakan penyusunan skripsi ini;
6. Bapak I Nyoman Adiwinata, S.Si., M.Si. selaku Dosen Pembimbing Akademik yang telah memberikan nasehat dan masukan dalam konsultasi perkuliahan;
7. Kedua orang tua, Bapak Muhtadi dan Ibu Siti Yulaikah yang selalu memberikan dukungan, doa, dan motivasi dari segi moril maupun materiil;
8. Teman seperjuangan dalam melaksanakan penelitian, Firda Marta Safitri, atas motivasi, bantuan, dan semangat yang diberikan;
9. Keluarga Besar Extasy'16, atas kekeluargaan, persaudaraan, motivasi, perhatian, dan pengalaman yang telah diberikan;

10. Semua pihak yang turut membantu yang tidak dapat disebutkan satu persatu;

Penulis juga menerima segala kritik dan saran dari semua pihak demi kesempurnaan skripsi ini. Akhirnya penulis berharap, semoga skripsi ini dapat bermanfaat.

Jember, 14 Januari 2021

Penulis



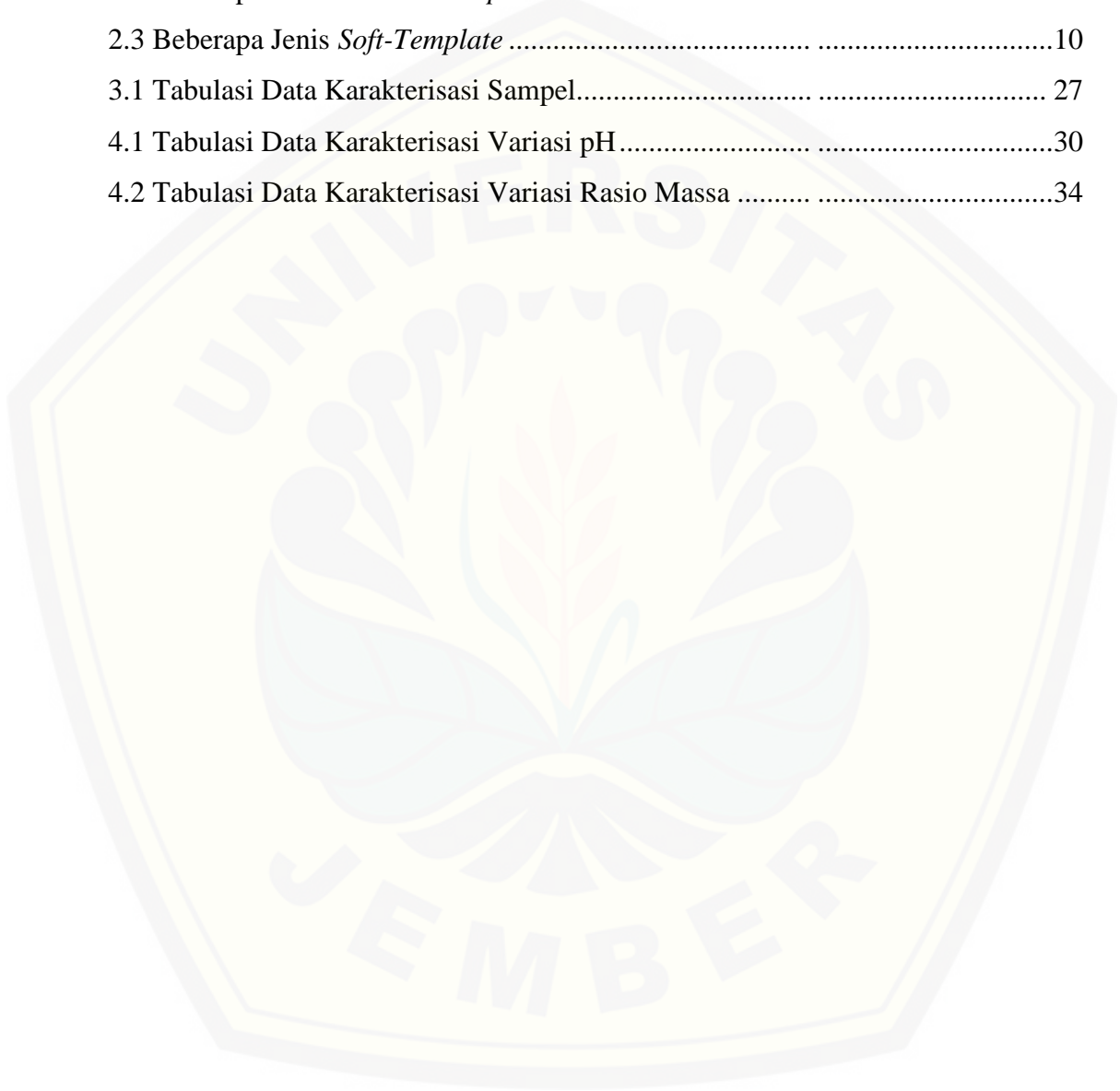
DAFTAR ISI

	Halaman
<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	i
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN</b> .....	ii
<b>HALAMAN MOTTO</b> .....	iii
<b>HALAMAN PERNYATAAN</b> .....	iv
<b>HALAMAN PEMBIMBING</b> .....	v
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	iv
<b>RINGKASAN</b> .....	vii
<b>PRAKATA</b> .....	ix
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	xiii
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	xiv
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	xv
<b>BAB 1. PENDAHULUAN</b> .....	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
<b>BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	5
2.1 Alumina( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) .....	5
2.2 Gamma Alumina ( $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) .....	6
2.3 <i>Hard-Template</i> dan <i>Soft-Template</i> .....	7
2.4 <i>Evaporation Induced Self-Assembly (EISA)</i> .....	11
2.5 <i>Carboxymethyl Cellulose (CMC)</i> .....	14
2.6 Karakterisasi <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i> .....	16
2.7 Penentuan Luas Permukaan dan Ukuran Pori dengan Metode <i>Brenauer</i> <i>Emmet-Teller (BET)</i> dan <i>Barret-John-Hallenda (BJH)</i> .....	17
2.8 Klasifikasi Isotherm Fisisorpsi .....	20

2.9 Histeresis Adsorpsi .....	21
<b>BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN</b> .....	<b>23</b>
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian.....	23
3.2 Alat dan Bahan Penelitian .....	23
3.2.1 Alat .....	23
3.2.2 Bahan .....	23
3.3 Diagram Alir Penelitian .....	24
3.4 Prosedur Penelitian .....	25
3.4.1 Preparasi Larutan NH <sub>4</sub> OH 2M .....	25
3.4.2 Sintesis Alumina Mesopori .....	25
3.4.2.1 Sintesis Alumina Mesopori pada Variasi pH.....	25
3.4.2.2 Sintesis Alumina Mesopori dengan Variasi Rasio Massa pada pH Optimum.....	25
3.4.3 Karakterisasi <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) .....	26
3.4.4 Karakterisasi Adsorpsi-Desorpsi N <sub>2</sub> .....	26
3.4.5 Tabulasi Data.....	27
<b>BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN</b> .....	<b>28</b>
4.1 Sintesis $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Mesopori .....	28
4.2 Pengaruh pH terhadap Luas Permukaan Spesifik dan Pori $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	29
4.3 Pengaruh Rasio Massa Surfaktan Na-CMC terhadap Prekursor pada Luas Permukaan Spesifik dan Pori $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Hasil Sintesis.....	33
4.4 Pengaruh Penambahan Surfaktan Na-CMC terhadap Prekursor pada Struktur Kristal Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Hasil Sintesis.....	35
<b>BAB 5. PENUTUP</b> .....	<b>39</b>
<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	<b>40</b>
<b>LAMPIRAN</b> .....	<b>45</b>

**DAFTAR TABEL**

	Halaman
2.1 Perbedaan <i>Hard-Template</i> dan <i>Soft-Template</i> .....	8
2.2 Beberapa Contoh <i>Hard-Template</i> .....	9
2.3 Beberapa Jenis <i>Soft-Template</i> .....	10
3.1 Tabulasi Data Karakterisasi Sampel.....	27
4.1 Tabulasi Data Karakterisasi Variasi pH.....	30
4.2 Tabulasi Data Karakterisasi Variasi Rasio Massa .....	34



DAFTAR GAMBAR

	Halaman
2.1 Transisi Termal Alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ).....	4
2.2 Experimental Cubic $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ spinel-type unit cel.....	5
2.3 Struktur dari <i>Liquid Crystal</i> .....	10
2.4 Mekanisme Pembentukan Mesopori dengan menggunakan <i>soft-template</i> (a) menggunakan surfaktan; (b) sudah terbentuk <i>liquid crystal</i> .....	11
2.5 Skematis pembentukan Alumina Mesopori (MA) dengan metode EISA ...	12
2.6 Penggambaran Langkah-Langkah dalam Proses EISA .....	13
2.7 Mekanisme Sintesis Alumina Mesopori menggunakan PEG1000.....	14
2.8 Struktur Monomer <i>Carboxymethyl Cellulose</i> .....	15
2.9 Mekanisme Sintesis Alumina berpori menggunakan CMC .....	16
2.10 Proses Difraksi Sinar X.....	16
2.11 Pola Difraktogram Standar $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ <i>US Patent, US 2009/010418A1</i> .....	17
2.12 (a) <i>Small and</i> (b) <i>wide-angle XRD patterns of Al-1</i> yang dikalsinasi pada suhu yang berbeda dengan Pluronik P123 sebagai surfaktan.....	17
2.13 Kurva Isotherm Adsorpsi-Desorpsi $\text{N}_2$ dan Distribusi Pori dari Alumina Mesopori dengan Suhu Kalsinasi yang Berbeda.....	18
2.14 Klasifikasi Isotherm Fisorpsi .....	20
2.15 Klasifikasi Loop Histeresis .....	21
4.1 (a)Kurva Isotherm Adsorpsi-Desorpsi $\text{N}_2$ ; dan (b)Kurva Distribusi Pori $\text{Al}_2\text{O}_3$ yang disintesis pada pH 7, 8, 9 dengan Massa Surfaktan 0,75 g .....	30
4.2 Ilustrasi Diagram Spesies Aluminium dalam berbagai pH.....	32
4.3 Ilustrasi Interaksi CMC dan $\text{Al}(\text{OH})_3$ dalam berbagai pH.....	32
4.4 (a)Kurva Isotherm Adsorpsi-Desorpsi $\text{N}_2$ ; dan (b)Kurva Distribusi Pori $\text{Al}_2\text{O}_3$ yang disintesis dengan Variasi Rasio Massa pH Optimum .....	34
4.5 Hasil Difraktogram Sinar-X .....	36
4.6 (a) <i>Hexagonal Close-packed</i> ICSD#10425 $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ ; (b) <i>Cubic Close-packed</i> ICSD#95302 $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ .....	37

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
3.1 Pembuatan Larutan Stok $\text{NH}_4\text{OH}$ .....	45
3.2 Perhitungan Massa Al dalam $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ .....	45
3.3 Proses Sintesis $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ .....	46
4.1 Kurva BET Alumina Mesopori Hasil Sintesis.....	46
4.1.1 Kurva BET Alumina Mesopori Hasil Sintesis Variasi pH 7,8,9.....	47
4.1.2 Kurva BET Alumina Mesopori Hasil Sintesis Variasi Rasio Massa pH Optimum.....	48
4.2 Data Karakterisasi Adsorpsi-Desorpsi $\text{N}_2$ MA-0,75-7.....	49
4.2.1 Data Luas Permukaan Spesifik ( <i>Multipoint BET</i> ) .....	49
4.2.2 Data Isotherm.....	49
4.2.3 Data Distribusi Pori Adsorpsi .....	50
4.2.4 Data Distribusi Pori Desorpsi .....	50
4.2.5 Data Ukuran Jari-Jari Pori Rata-Rata .....	51
4.2.6 Data Volume Pori Total.....	51
4.3 Data Karakterisasi Adsorpsi-Desorpsi $\text{N}_2$ MA-0,75-8.....	52
4.3.1 Data Luas Permukaan Spesifik ( <i>Multipoint BET</i> ) .....	52
4.3.2 Data Isotherm.....	52
4.3.3 Data Distribusi Pori Adsorpsi .....	53
4.3.4 Data Distribusi Pori Desorpsi .....	53
4.3.5 Data Ukuran Jari-Jari Pori Rata-Rata .....	53
4.3.6 Data Volume Pori Total.....	53
4.4 Data Karakterisasi Adsorpsi-Desorpsi $\text{N}_2$ MA-0,75-9.....	54
4.4.1 Data Luas Permukaan Spesifik ( <i>Multipoint BET</i> ) .....	54
4.4.2 Data Isotherm.....	54
4.4.3 Data Distribusi Pori Adsorpsi .....	55
4.4.4 Data Distribusi Pori Desorpsi .....	55
4.4.5 Data Ukuran Jari-Jari Pori Rata-Rata .....	55
4.4.6 Data Volume Pori Total.....	55



4.5	Data Karakterisasi Adsorpsi-Desorpsi N <sub>2</sub> MA-0,25-7.....	56
4.5.1	Data Luas Permukaan Spesifik ( <i>Multipoint BET</i> ) .....	56
4.5.2	Data Isotherm.....	56
4.5.3	Data Distribusi Pori Adsorpsi.....	57
4.5.4	Data Distribusi Pori Desorpsi .....	57
4.5.5	Data Ukuran Jari-Jari Pori Rata-Rata .....	57
4.5.6	Data Volume Pori Total.....	57
4.6	Data Karakterisasi Adsorpsi-Desorpsi N <sub>2</sub> MA-1,25-7.....	58
4.6.1	Data Luas Permukaan Spesifik ( <i>Multipoint BET</i> ) .....	58
4.6.2	Data Isotherm.....	58
4.6.3	Data Distribusi Pori Adsorpsi.....	59
4.6.4	Data Distribusi Pori Desorpsi .....	59
4.6.5	Data Ukuran Jari-Jari Pori Rata-Rata .....	59
4.6.6	Data Volume Pori Total.....	59
4.7	Hasil Karakterisasi <i>X-ray Diffraction</i> .....	60
4.7.1	Hasil XRD $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	60
4.7.2	Hasil XRD $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	61
4.8	Data Standar ICSD $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> #10425.....	62
4.9	Data Standar ICSD $\gamma$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> #95302 .....	62

## BAB I. PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) merupakan material dasar yang banyak digunakan dalam pembuatan *support* katalis (Itoh *et al.*, 2015). Alumina memiliki beberapa fase transisi yang berbeda yakni  $\gamma$ -,  $\eta$ -,  $\delta$ -,  $\theta$ -,  $\kappa$ -,  $\chi$ -, dan  $\alpha$ -  $\text{Al}_2\text{O}_3$  yang merupakan fase paling stabil (Wang *et al.*, 2008). Fase  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  hampir tidak memiliki aktivitas katalitik dan luas permukaannya kecil, sedangkan  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  memiliki luas permukaan yang lebih besar ( $\sim 180 \text{ m}^2/\text{g}$ ) dengan aktivitas katalitik yang tinggi (Zhang *et al.*, 2004). Aktivitas katalitik dari  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  dapat ditingkatkan dengan memperbesar ukuran pori dari  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  (Paranjpe, 2017).

Pengembangan sintesis material  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  mesopori banyak dilakukan menggunakan metode yang berbeda, diantaranya yakni metode *pra*-hidrolisis dan *post*-hidrolisis (Kim *et al.*, 2002). Kedua metode tersebut dikembangkan berdasarkan pengontrolan laju hidrolisis yang cukup ketat dari prekursor Al dengan alkil karboksilat sebagai *template* dalam proses sintesisnya. Metode *pra*-hidrolisis dan *post*-hidrolisis menghasilkan  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  mesopori dengan struktur amorf, distribusi pori yang seragam, dan memiliki luas permukaan spesifik 300-500  $\text{m}^2/\text{g}$  (Kim *et al.*, 2005). Zhang dan Pinnavaia (2002) melakukan sintesis  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  mesopori melalui metode hidrolisis dari aluminium alkoksida dan garam aluminium menghasilkan luas permukaan spesifik sebesar 300-350  $\text{m}^2/\text{g}$ . Metode ini memerlukan dua kali prosedur kalsinasi pada suhu yang berbeda untuk menghilangkan produk samping yang terbentuk. Penelitian mengenai sintesis  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  mesopori kemudian banyak dikembangkan dengan mengombinasikan proses sol-gel dengan penambahan surfaktan karena prosesnya lebih cepat dan mudah. Metode ini dinamakan *Evaporation-Induced Self-Assembly* (EISA).

Proses sol-gel merupakan metode yang mudah digunakan untuk menyintesis padatan oksida logam dan hidroksida. Molekul surfaktan amphifilik yang dikombinasikan dengan proses sol-gel pada metode EISA mengalami penggabungan antar surfaktannya (*self-assembly*). Reaksi sol-gel yang terkontrol dari alkoksida logam pada EISA dapat membantu surfaktan mengalami proses *self*

*assembly*, sehingga material yang dihasilkan memiliki distribusi pori yang seragam (Mahoney dan Koodali, 2014). Metode EISA merupakan metode yang lebih sederhana dan efisien untuk menyintesis  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mesopori dengan distribusi dan ukuran pori yang seragam.

Sintesis  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mesopori awalnya dilakukan menggunakan *hard-template* seperti karbon. Metode tersebut membutuhkan banyak perlakuan dan waktu yang lama, sehingga digunakan *soft-template* berupa surfaktan untuk menggantikan *hard-template* (Yuan *et al.*, 2008). Beberapa jenis surfaktan yang digunakan untuk sintesis  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mesopori yaitu pluronik (kopolimer triblok), dodesilamin (Renuka *et al.*, 2012), polietilenglikol (PEG) 1000 (Zhang *et al.*, 2016), dan gelatin (Shen *et al.*, 2017). Surfaktan yang digunakan umumnya memiliki struktur berupa alkil rantai panjang atau struktur *bulk* seperti kopolimer blok. Pluronik P123 merupakan surfaktan yang sering digunakan dalam sintesis  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mesopori karena menghasilkan luas permukaan spesifik yang paling besar (Yuan *et al.*, 2008). Penggunaan surfaktan yang memiliki kemiripan struktur dengan pluronik P123 diharapkan mampu memberikan hasil yang serupa dalam sintesis  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mesopori.

Salah satu senyawa yang memiliki kemiripan struktur dengan pluronik P123 adalah *Carboxymethyl Cellulose* (CMC) yang merupakan biopolimer turunan selulosa. CMC yang berasal dari bahan alam lebih ekonomis dan ramah lingkungan (*biodegradable*). Senyawa ini lebih mudah larut dalam air dan berpotensi menjadi agen pengompleks yang baik dari kation logam seperti Al<sup>3+</sup>. Da Silva *et al.* (2016) menggunakan CMC untuk sintesis material alumina berpori dalam bentuk *beads* (bulatan) melalui metode *hybrid-sphere*, dan menghasilkan luas permukaan antara 50 m<sup>2</sup>/g dan 162 m<sup>2</sup>/g. Penggunaan CMC sebagai *template* organik dalam sintesis *support* katalis masih menjadi topik penelitian yang belum banyak dipelajari (da Silva *et al.*, 2016), sehingga dapat dilakukan penelitian terkait untuk mempelajari pengaruh surfaktan biopolimer seperti CMC dalam proses sintesis  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mesopori.

Pembentukan material  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mesopori hasil sintesis dapat dipengaruhi oleh suhu kalsinasi yang digunakan (Zhang dan Pinnavaia, 2002). Pengaruh suhu

kalsinasi pada sintesis  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  mesopori dengan template PEG 1000 pada 600 °C, 750 °C, dan 850 °C menghasilkan luas permukaan spesifik terbesar (464  $\text{m}^2/\text{g}$ ) pada suhu 600 °C (Zhang *et al.*, 2016). Selain suhu kalsinasi, proses pembentukan material  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  mesopori juga dipengaruhi oleh pH maupun rasio massa surfaktan yang digunakan (Shen *et al.*, 2017). Broun dan Houghton (1941) menyebutkan bahwa CMC menunjukkan stabilitas maksimum pada pH=7. Pengaruh pH pada sintesis material berpori oleh Shen *et al.* (2017) dengan surfaktan gelatin pada variasi pH 8, 9, 10, dengan suhu kalsinasi 600°C selama 3 jam menghasilkan ukuran pori 6,58 nm; 5,8 nm; dan 5,3 nm. Luas permukaan spesifik yang dihasilkan secara berurutan dari pH 8, 9, dan 10 sebesar 242  $\text{m}^2/\text{g}$ , 190  $\text{m}^2/\text{g}$ , dan 124  $\text{m}^2/\text{g}$ . Variasi rasio massa gelatin pada 0; 0,07; 0,27; 0,81; dan 1,9 dengan kondisi pH optimum (pH 8) menghasilkan luas permukaan spesifik terbesar pada rasio massa 0,81 (262  $\text{m}^2/\text{g}$ ) dengan ukuran pori 6,3 nm. Data tersebut menunjukkan bahwa diperlukan pengaturan pH serta rasio massa surfaktan yang tepat agar diperoleh  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  dengan ukuran mesopori optimum.

Berdasarkan uraian diatas, penelitian tentang sintesis  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  dengan ukuran mesopori dapat dilakukan menggunakan surfaktan CMC sebagai *biotemplate* dengan metode EISA. Sintesis  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  mesopori pada penelitian ini dilakukan menggunakan variasi pH pada 7,8, dan 9, serta variasi perbandingan massa surfaktan pada 0; 0,25; 0,75; dan 1,25. Suhu kalsinasi yang digunakan sebesar 500 °C selama 3 jam.

## 1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada penelitian ini yaitu:

1. Bagaimana pengaruh variasi pH terhadap luas permukaan spesifik dan ukuran pori  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  hasil sintesis?
2. Bagaimana pengaruh rasio massa surfaktan Na-CMC terhadap prekursor pada luas permukaan spesifik dan pori  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  hasil sintesis?
3. Bagaimana struktur kristal  $\text{Al}_2\text{O}_3$  hasil sintesis?

### 1.3 Tujuan

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Mempelajari pengaruh variasi pH terhadap luas permukaan spesifik dan ukuran pori  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> hasil sintesis.
2. Mempelajari pengaruh rasio massa surfaktan Na-CMC terhadap prekursor pada luas permukaan spesifik dan pori  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> hasil sintesis.
3. Mengetahui struktur kristal Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> hasil sintesis.

### 1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Surfaktan yang digunakan adalah *sodium carboxymethyl cellulose* (Na-CMC) (Sigma-Aldrich, DS 0,7 M<sub>w</sub>~250.000)
2. Prekursor yang digunakan adalah Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>.9H<sub>2</sub>O (Sigma-Aldrich ACS reagent  $\geq 98\%$ )

### 1.5 Manfaat Penelitian

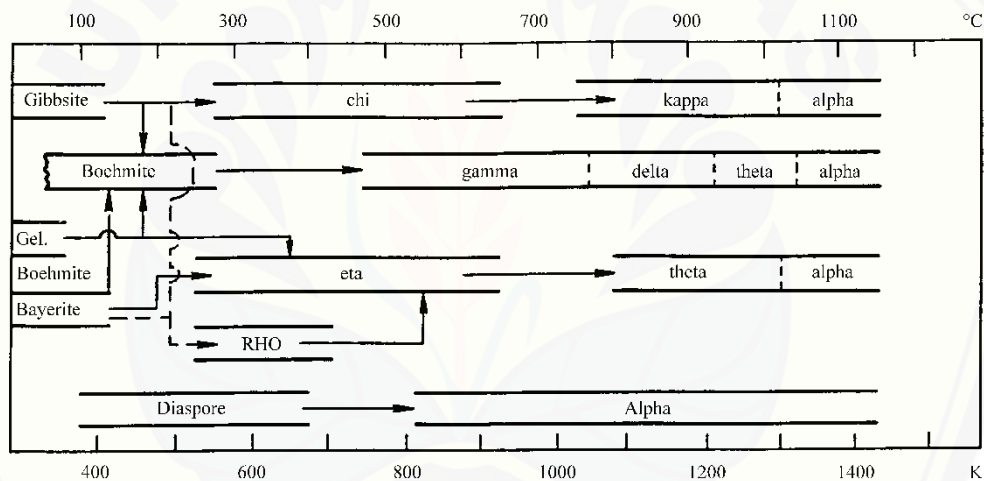
Manfaat pada penelitian ini yaitu:

1. Memberikan informasi mengenai surfaktan Na-CMC sebagai *soft-template* dalam sintesis  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mesopori menggunakan metode *Evaporation-Induced Self-Assembly* (EISA).
2. Memberikan informasi mengenai kondisi pH optimum serta perbandingan rasio massa optimum antara surfaktan dan prekursor dalam sintesis  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mesopori melalui metode EISA.

## BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )

Aluminium oksida atau alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) memiliki tujuh fase berbeda yang dikenal dengan nama “*Transition Aluminas*”. Fase tersebut terdiri dari fase metastabil berupa  $\gamma$ -,  $\eta$ -,  $\delta$ -,  $\theta$ -,  $\kappa$ -,  $\chi$ -, dan  $\alpha$ -alumina yang merupakan fase paling stabil (Santos *et al.*, 2000). Transisi fase yang terjadi pada alumina dapat dipengaruhi oleh tingginya suhu kalsinasi yang digunakan, seperti Gambar 2.1. Fase metastabil dari alumina yang banyak dimanfaatkan sebagai katalis dan *support* katalis adalah gamma alumina ( $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ), karena memiliki luas permukaan besar dan porositasnya tinggi (Hosseini *et al.*, 2011).

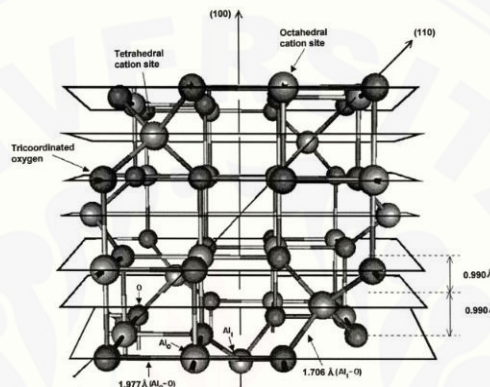


Gambar 2.1 Transisi Termal Alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )  
(Sumber: Santos *et al.*, 2000).

Penelitian mengenai *support* katalis banyak dilakukan untuk memaksimalkan luas permukaan dari suatu katalis melalui distribusi atau pengembangan logam aktif pada *support*. Luas permukaan yang besar serta distribusi pori yang seragam pada alumina mesopori berperan dalam meningkatkan aktivitas katalitiknya. Struktur mesopori pada alumina dapat meningkatkan sifat difusi material dan meningkatkan jumlah situs aktif pada alumina. Beberapa penelitian telah dilakukan untuk menyintesis alumina mesopori (MA) dengan metode yang berbeda. Salah satu metode yang banyak digunakan adalah *Evaporation Induced Self-Assembly* (EISA) dengan bantuan *hard template* atau *soft template* (Pan *et al.*, 2013).

## 2.2 Gamma Alumina ( $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ )

Gamma alumina ( $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) dikenal sebagai salah satu katalis yang banyak digunakan pada berbagai bidang dan dapat disintesis melalui beberapa metode yang berbeda. Morfologi dari  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  dapat diubah dengan memvariasikan suhu, tekanan, waktu reaksi, metode preparasi, prekursor, serta reaktan saat proses sintesis. Sifat katalitik dari  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  bergantung pada sifat-sifat fisiknya, seperti pH permukaan, porositas, dan ukuran pori partikel (Eliassi dan Ranjbar, 2014).



Gambar 2.2 *Experimental Cubic  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  spinel-type unit cell*  
(Sumber: Trueba dan Trasatti, 2005).

Struktur dari  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  digambarkan sebagai *cubic defect spinel type*, dimana sel satuan yang ada secara eksperimental diilustrasikan seperti pada Gambar 2.2. Adanya cacat (*defect*) kristal seperti pada struktur yang ditunjukkan pada Gambar 2.2 disebabkan keberadaan kation Al trivalen pada struktur *spinel*-nya. Sebagai contohnya yakni atom magnesium pada struktur *spinel*  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  digantikan oleh atom aluminium. Kisi oksigen yang ada dibentuk oleh tumpukan *cubic close packed* dari lapisan oksigen dengan ion-ion Al yang mengisi sisi oktahedral dan tetrahedral (Trueba dan Trasatti, 2005).

Gamma alumina ( $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) banyak disintesis menggunakan penambahan *template* sebagai pengarah struktur (*structure directing agent*) agar diperoleh material dengan luas permukaan dan ukuran pori yang lebih besar. *Template* yang dapat digunakan berupa *hard-template* maupun *soft-template* (surfaktan). Berbagai variasi surfaktan sebagai *template* telah banyak digunakan, mulai dari surfaktan kationik, anionik, hingga surfaktan nonionik. Penelitian yang telah dilakukan diantara yakni oleh Cejka (2003) menggunakan asam stearat dan asam laurat

sebagai *template* untuk sintesis alumina mesopori. Zhang *et al.* (2002) menggunakan kopolimer blok (pluronik P48) untuk menyintesis alumina mesopori dengan metode sol-gel dengan pengaturan pH menggunakan  $\text{NH}_4\text{OH}$ . Proses sintesis ini menghasilkan *boehmite*, yang kemudian dikalsinasi pada suhu tertentu menghasilkan  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ . *Boehmite* diperoleh dari reaksi hidrolisis aluminium alkoksida atau reaksi deposisi pada fase *aqueous* atau *semi-aqueous* dari garam anorganik (Eliassi dan Ranjbar, 2014). Zhang *et al.* (2004) menyintesis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  melalui reaksi hidrolisis antara aluminium sec-butoksida dengan penambahan surfaktan berupa *Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide* (CTAB).

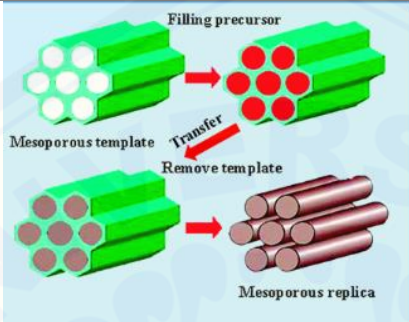
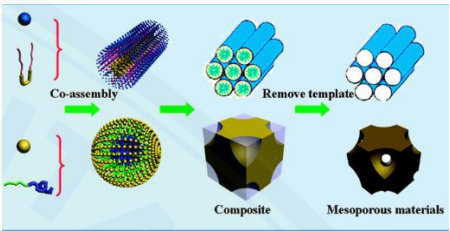
### 2.3 *Hard-Template* dan *Soft-Template*

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 material maupun nanopartikel. Berdasarkan perbedaan strukturnya, jenis *template* dapat dibedakan menjadi dua, yakni *soft-template* dan *hard-template* (Xie *et al.*, 2016). Metode sintesis dengan *hard template* maupun *soft template* dapat dibedakan seperti pada Tabel 2.1.

*Hard-template* merupakan material yang 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 (AAO) (Xie *et al.*, 2016). *Hard-template* berperan pada banyak bidang karena struktur dan pengaruhnya terhadap ukuran partikel (Xie *et al.*, 2016). Beberapa contoh dari *hard-template* dapat diilustrasikan seperti pada Tabel 2.2.



Tabel 2.1 Perbedaan *Hard-Template* dan *Soft-Template*

	<i>Hard-Template</i>	<i>Soft-Template</i>
<b>Metode Sintesis</b>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Sintesis dari replika mesopori</li> <li>2. Infiltrasi atau logam metal</li> <li>3. Kristalisasi</li> <li>4. Penghilangan <i>hard-template</i></li> </ol>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Penggabungan (<i>co-assembly</i>) dari surfaktan atau polimer dengan prekursor logam membentuk <i>ordered hybrids</i></li> <li>2. Kristalisasi dan pembakaran <i>template</i></li> </ol>
<b>Ilustrasi</b>		
<b>Kelebihan</b>	Metode sintesis yang paling banyak digunakan untuk pembentukan kristal oksida ( <i>crystalline oxide</i> )	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Struktur dan ukuran pori dari material hasil sintesis dapat dikendalikan</li> <li>2. Lebih mudah dibentuk dan dipisahkan dari produk dibandingkan <i>hard-template</i></li> <li>3. Tidak membutuhkan banyak peralatan dan kondisi reaksi yang ketat (<i>strict</i>)</li> <li>4. Reaksi yang ada dapat dikontrol atau dikendalikan</li> </ol>
<b>Kekurangan</b>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Ukuran pori dan struktur pori sulit dikendalikan</li> <li>2. Memungkinkan terjadinya nukleasi di luar pori, sehingga menghasilkan <i>yield</i> yang rendah</li> <li>3. Membutuhkan biaya tinggi dan preparasi yang rumit</li> <li>4. Pemisahan antara <i>template</i> dan produk dapat menyebabkan kerusakan pada struktur material yang terbentuk</li> </ol>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Stabilitas termal rendah untuk <i>soft template</i> yang berbasis hidrokarbon</li> <li>2. Memungkinkan terjadinya kerusakan (<i>collapse</i>) kerangka pori selama proses kristalisasi dan penghilangan <i>soft-template</i></li> </ol>

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

Tabel 2.2 Beberapa Contoh *Hard-Template*

Ilustrasi Gambar	Keterangan	Kegunaan	Sumber Referensi
<p><b>Alumina Anodik Berpori (AAO)</b></p> <p>(Struktur AAO)</p>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Memiliki densitas pori yang besar</li> <li>2. Pori-porinya terdistribusi secara merata dan sangat tipis</li> <li>3. Ukuran pori dari AAO berkisar antara 50-200 nm dan densitas pori antara <math>1 \times 10^9</math> dan <math>1 \times 10^{12} \text{ cm}^{-2}</math></li> </ol>	<p>Banyak digunakan untuk sintesis <i>nanowires</i>, <i>nanotubes</i>, dan <i>nanodot</i></p>	<p>(Chang <i>et al.</i>, 2011); (Xie <i>et al.</i>, 2016)</p>
<p><b>Mesoporous Carbon (CMK)</b></p> <p>(Hasil Analisis TEM untuk Karbon Mesopori)</p>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Distribusi pori seragam</li> <li>2. Ukuran diameter pori 2-50 nm</li> <li>3. Struktur pori teratur, luas permukaannya besar, memiliki stabilitas termal dan stabilitas kimia yang tinggi</li> </ol>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Sebagai adsorben, katalis, dan baterai</li> <li>2. Sering digunakan untuk sintesis nano-zeolit dan logam oksida mesopori</li> </ol>	<p>(Wen <i>et al.</i>, 2008)</p>

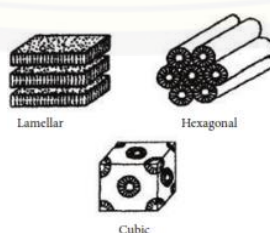
*Hard-template* sering digunakan sebagai "reaktor mikro" dalam sintesis nanomaterial karena stabilitas strukturnya. Prekursor dapat dimasukkan ke dalam pori-pori maupun permukaan pori dari *hard-template* melalui proses impregnasi. Struktur *hard-template* yang *rigid* (kaku) membatasi kristalisasi atau 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 *hard-template*. Proses sintesis material menggunakan *soft-template* lebih sederhana. *Soft-template* pada umumnya berupa surfaktan (Lee *et al.*, 2006). Beberapa contoh dari *soft template* dapat dilihat pada Tabel 2.3.

Tabel 2.3 Beberapa Jenis *Soft-Template*

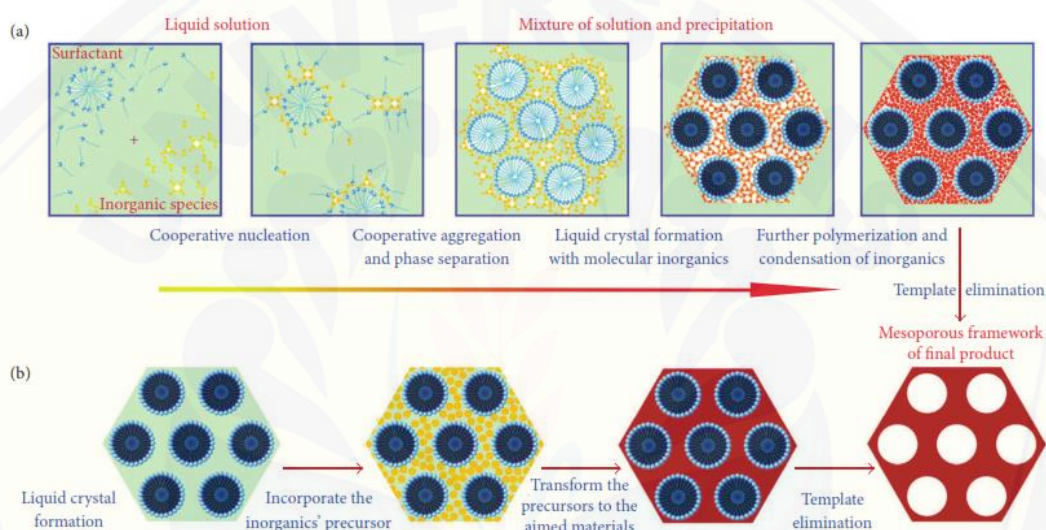
Keterangan	Kegunaan	Sumber Referensi
<b>Surfaktan</b> 1. Bersifat amphifilik (hidrofilik dan lipofilik) 2. Dapat berupa garam amonium, garam asam karboksilat, garam sulfonat, surfaktan ionik, non-ionik 3. Gugus fungsi dari molekul amphifilik mudah membentuk struktur <i>liquid crystal</i> , misel, mikroemulsi, dan <i>self assembled film</i> di dalam larutan Contoh: <i>laurylamine</i> , CTAB ( <i>cetyltrimethylammonium bromide</i> )	Dapat digunakan untuk menyintesis silika mesopori, mikrosphere silika	(Huo <i>et al.</i> , 1994)
<b>High Polymer</b> 1. Memiliki berat molekul yang besar 2. Memiliki stabilitas yang baik, memiliki struktur molekular yang beragam 3. Dapat berperan sebagai <i>template</i> maupun prekursor organik dan membentuk struktur <i>liquid crystal</i> melalui metode <i>self-assembly</i> Contoh: Kopolimer blok	Banyak digunakan untuk sintesis material mesopori	(Xie <i>et al.</i> , 2016)
<b>Biopolimer</b> 1. Sumbernya terdapat melimpah di alam 2. Strukturnya kompleks, tidak beracun, <i>easy removal</i> 3. Sangat potensial digunakan sebagai <i>template</i> untuk sintesis material Contoh: DNA, Protein, Polisakarida, dll	Dapat digunakan sebagai <i>template</i> untuk sintesis nanomaterial	(Xie <i>et al.</i> , 2016)

Interaksi antara fase *liquid crystal* dari surfaktan dan interaksi permukaan dari fase organik-anorganik dianggap berperan dalam menentukan morfologi dari material mesopori. Interaksi permukaan dari material organik-anorganik dalam keadaan yang sangat asam berupa ikatan hidrogen yang lemah, sedangkan pada keadaan yang sangat basa berupa tarikan elektrostatik (*electrostatic attraction*) yang kuat. Fase *liquid crystal* yang dibentuk oleh surfaktan dalam larutan memiliki struktur yang berbeda, berupa *lamellar*, kubik, dan heksagonal seperti Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Struktur dari *Liquid Crystal*  
 (Sumber: Yang *et al.*, 2004).

Polimer dengan berat molekul yang besar (*high polymer*) sebagai *template* dan prekursor organik membentuk struktur *liquid crystal* tertentu dengan metode *self-assembly*. Selektivitas dari *high-polymer* dan fase kristal tertentu yang saling berinteraksi selama proses nukleasi, dapat mempercepat ataupun menghambat pertumbuhan kristal yang sedang terjadi. Hal tersebut mempengaruhi morfologi, ukuran, maupun distribusi partikel kristal yang terbentuk (Xie *et al.*, 2016). Mekanisme pembentukan material mesopori dengan *soft-template* ditunjukkan seperti pada Gambar 2.4.



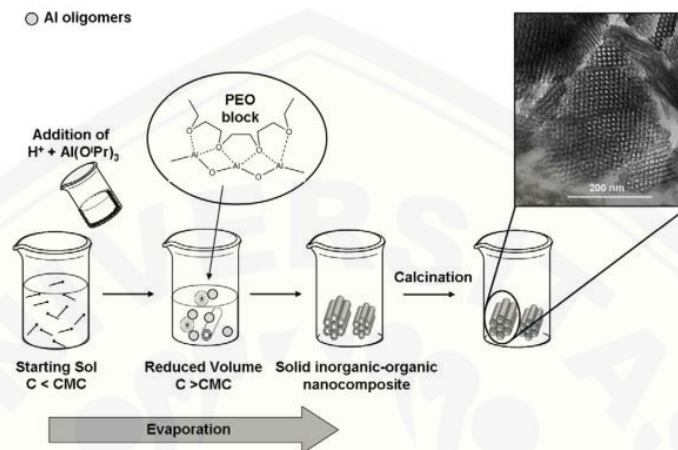
Gambar 2.4 Mekanisme Pembentukan Mesopori menggunakan *Soft-Template* (a) menggunakan surfaktan; (b) sudah terbentuk *liquid crystal* (Sumber: Xie *et al.*, 2016).

*Soft-template* terbentuk selama terjadinya proses reaksi, sedangkan *hard template* harus disintesis terlebih dahulu sebelum proses reaksi terjadi. *Soft template* dalam hal ini lebih mudah untuk dibentuk dan dihilangkan dibandingkan *hard template*. Proses reaksi menggunakan *soft-template* juga lebih mudah untuk dikontrol. *Soft-template* umumnya digunakan untuk memproduksi nano-material dengan berbagai ukuran maupun struktur yang berbeda (Xie *et al.*, 2016).

## 2.4 Evaporation-Induced Self-Assembly (EISA)

*Evaporation Induced Self-Assembly* (EISA) adalah metode yang digunakan untuk membentuk struktur alumina mesopori nano-partikel dengan *direct templating*. *Template* (surfaktan) yang banyak digunakan dalam sintesis mesopori

alumina berupa triblok kopolimer pluronik P123 dan F127, membentuk gugus etilen-oksida (EO) dan propilen-oksida (PO) pada proses EISA. Penggambaran skematis tentang proses pembentukan alumina mesopori melalui metode EISA, seperti pada Gambar 2.5

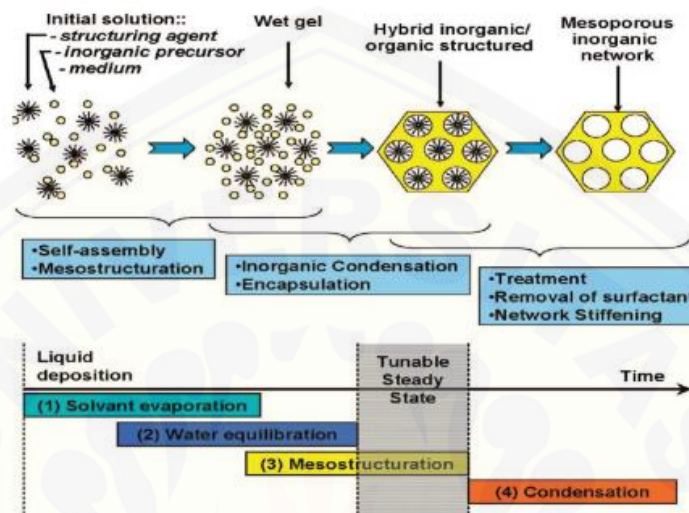


Gambar 2.5 Skematis Pembentukan Alumina Mesopori (MA) dengan Metode EISA (Sumber: Hartman *et al.*, 2012).

Spesies Al terhidrolisis secara multivalen dan sebagian terkondensasi yang kemudian bergabung dalam blok etilen-oksida sebagai pengarah struktur dari kopolimer. Hal ini terjadi melalui ikatan koordinasi yang lemah saat proses EISA berlangsung dalam keadaan asam. Ikatan tersebut akan dikuatkan oleh adanya ikatan hidrogen yang memungkinkan pertumbuhan sistematis oligomer Al dalam domain hidrofilik, jika asam pekat digunakan sebagai katalis. Hal tersebut akan menghasilkan pembentukan nano-komposit organik-anorganik secara mesopori (Hartman *et al.*, 2012).

Metode EISA pada awalnya digunakan untuk sintesis film silika dengan struktur mesopori. Penelitian yang dilakukan selama beberapa tahun terakhir mengkombinasikan metode sol-gel dengan surfaktan. Partikel-partikel koloid bebas terbentuk terlebih dahulu dalam proses sol-gel, lalu terbentuk suspensi koloid yang dinamakan sol. Agregat dari partikel-partikel koloid ini yang kemudian membentuk gel. Reaksi hidrolisis dan kondensasi dalam proses sol-gel mengarahkan pada pembentukan jembatan M-OH-M atau M-O-M. Molekul surfaktan amphifilik yang dikombinasikan dengan proses sol-gel pada metode EISA merakit diri (*self-assemble*) menjadi berbagai struktur. Proses tersebut melibatkan interaksi

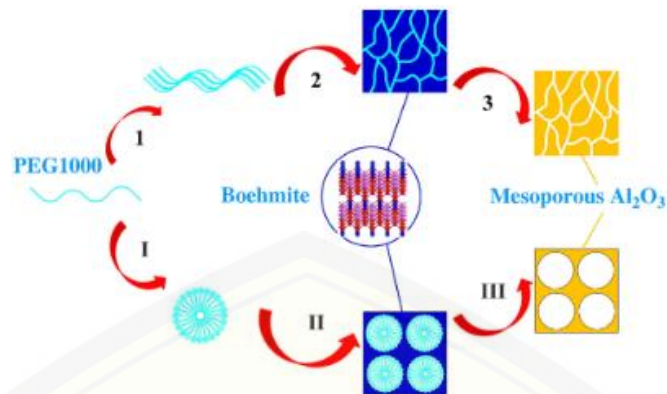
seperti interaksi Van der Waals dan gaya elektrostatis, serta ikatan hidrogen. Surfaktan berkumpul menjadi *spherical micelles* pada konsentrasi kritis misel dan membentuk *cylindrical micelles* pada konsentrasi yang lebih tinggi (Mahoney dan Koodali, 2014).



Gambar 2.6 Penggambaran Langkah-Langkah dalam Proses EISA (Sumber: Sanchez *et al.*, 2008).

Gambar 2.6 menunjukkan transformasi larutan awal menjadi material mesopori melalui beberapa langkah dalam pembentukan *thin film* dengan proses EISA. Terdapat 4 langkah utama yakni: (1) evaporasi pelarut yang memicu proses *self-assembly*; (2) kesetimbangan dari air dan pelarut dengan lingkungan membentuk gel; (3) pembentukan struktur meso organik-anorganik; (4) kondensasi dari prekursor anorganik membentuk jaringan mesopori. Proses EISA merupakan salah satu metode paling efektif dalam menyintesis logam-logam oksida mesopori seperti  $\text{TiO}_2$  dan  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Kelebihan dari EISA yakni metodenya sederhana, efisien, dan prosesnya berlangsung secara cepat (Sanchez *et al.*, 2008).

Pelarut yang menguap selama proses EISA menyebabkan pembentukan “zona organik” yang berbentuk seperti cairan di dalam struktur alumina, memungkinkan terbentuknya suatu pori. Hal tersebut dapat menimbulkan suatu hipotesis bahwa konsentrasi surfaktan dapat mempengaruhi pori yang terbentuk, misalnya pada PEG 1000 pada Gambar 2.7.

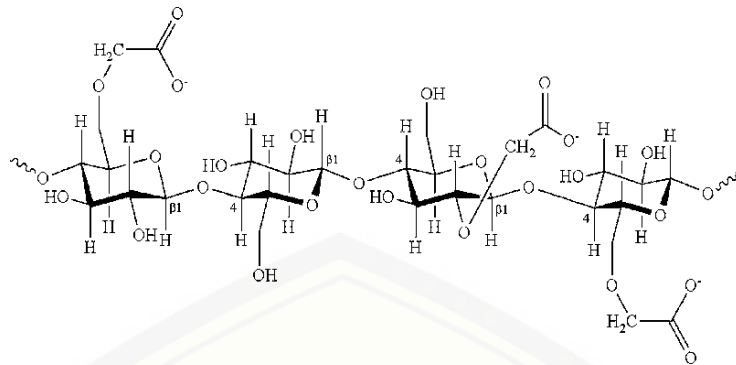


Gambar 2.7 Mekanisme Sintesis Alumina Mesopori dengan Surfaktan PEG 1000  
(Sumber: Zhang *et al.*, 2016)

Gambar 2.7 menunjukkan mekanisme pengarahan struktur PEG 1000 tersebar secara seragam ke dalam pelarut dan terjadi pembentukan agregat saat konsentrasinya rendah (ditunjukkan dengan panah ke atas). Molekul PEG 1000 dapat teradsorpsi pada permukaan dalam proses pembentukan lapisan *boehmite* melalui ikatan hidrogen, setelah aluminium propoksida mengalami hidrolisis. Proses pengarahan struktur akan membentuk misel (panah ke bawah), jika konsentrasi PEG 1000 tinggi. Pembentukan misel akan berpengaruh pada pori yang terbentuk, dan menyebabkan pori yang dihasilkan menjadi lebih besar (Zhang *et al.*, 2016).

## 2.5 Carboxymethyl Cellulose (CMC)

*Carboxymethyl cellulose* (CMC) merupakan salah satu turunan selulosa yang memiliki gugus karboksil ( $\text{COO}^-$ ). *Carboxymethyl cellulose* (CMC) dapat dianggap sebagai polielektrolit, yang berupa serbuk berwarna putih, tidak beracun, *biodegradable*, tidak berbau, serta dapat larut dalam air. Sifat-sifat material pada CMC bergantung dari konsentrasi pada polimer dan derajat substitusi (DS) yang bervariasi mulai dari 0,5 sampai 1,2. Larutan CMC dapat dikatakan stabil pada pH 2-10, dimana presipitasi dapat terjadi dibawah pH 2 dan viskositas larutan menurun drastis diatas pH 10. Larutan CMC umumnya menunjukkan viskositas dan stabilitas maksimum pada pH 7-9 (Benmounah *et al.*, 2017). Struktur monomer dari CMC dapat dilihat pada Gambar 2.8.

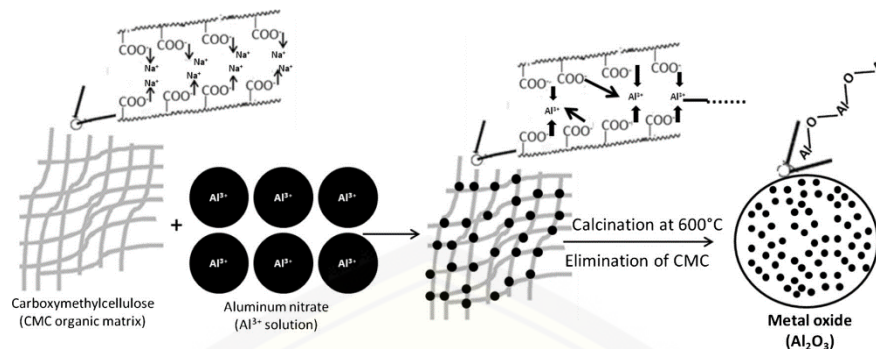


Gambar 2.8 Struktur Monomer *Carboxymethyl Cellulose*  
(Sumber: da Silva *et al.*, 2016)

*Carboxymethyl Cellulose* (CMC) memiliki beberapa macam nilai derajat substitusi dan derajat polimerisasi. Keadaan tersebut menyebabkan CMC menjadi *template* organik yang potensial dalam proses pembuatan *support* katalis. Pembuatan *support* katalis biasanya dilakukan dengan mereaksikan *template* organik dengan suatu kation logam. Interaksi tersebut dipengaruhi oleh berat molekul, derajat substitusi, dan perbandingan molar antara CMC dengan kation logam (da Silva *et al.*, 2016). Karakteristik dari CMC seperti derajat substitusi dan derajat polimerisasi merupakan parameter yang penting untuk viskositas CMC pada larutan berair. Pembentukan gel atau peningkatan viskositas larutan CMC berhubungan dengan *cross-linking* pada molekulnya melalui ikatan hidrogen (Komorowska *et al.*, 2017).

Derajat substitusi (DS) maksimum untuk CMC secara teoritis adalah 3, sedangkan DS CMC yang dijual secara komersil berkisar antara 0,5-1,5. Derajat substitusi yang lebih tinggi biasanya akan meningkatkan kelarutan CMC serta meningkatkan viskositasnya (Benmounah *et al.*, 2017). Derajat polimerisasi dan derajat substitusi dari CMC pada penelitian yang dilakukan da Silva *et al.* (2016) berpengaruh secara signifikan pada pembentukan keseragaman *beads* dari alumina melalui metode *hybrid spheres*. Keberadaan gugus karboksilat dari struktur CMC memungkinkan terjadinya kompleksasi dari ion  $Al^{3+}$  yang kemudian membentuk *hybrid sphere*. Gambar 2.9 berikut ini mengilustrasikan mekanisme pembentukan pori dengan tingkat dispersi yang tinggi dari oksida logam.

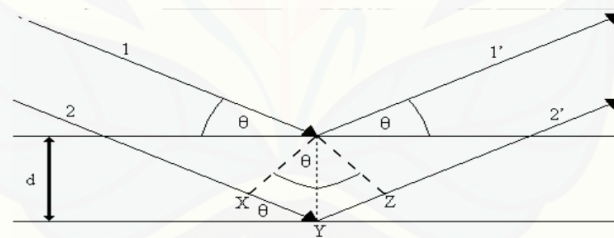




Gambar 2.9 Mekanisme Sintesis Alumina berpori menggunakan CMC  
(Sumber: da Silva *et al.*, 2016)

## 2.6 Karakterisasi X-Ray Diffraction (XRD)

Prinsip kerja XRD didasarkan pada identifikasi keberadaan suatu senyawa mengalami pola difraksi (pembiasan cahaya) yang dibiaskan oleh material yang memiliki susunan atom pada kisi kristalnya. Pola difraksi dinyatakan dengan besar sudut-sudut yang terbentuk sebagai hasil dari difraksi berkas cahaya oleh kristal pada material yang dinyatakan dengan  $2\theta$  (Setiabudi *et al.*, 2012). Jalannya sinar yang didifraksikan dapat dilihat pada Gambar 2.10.



Gambar 2.10 Proses Difraksi Sinar X  
(Sumber: Setiabudi *et al.*, 2012).

Hukum Bragg merupakan perumusan matematik mengenai proses difraksi yang terjadi sebagai hasil antara sinar-X yang dibiaskan oleh material. Bragg menunjukkan bahwa bidang yang berisi atom-atom di dalam kristal akan memantulkan radiasi dengan cara yang sama pada peristiwa pemantulan pada cermin. Hukum Bragg dinyatakan dengan persamaan:

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (2.1)$$

keterangan:

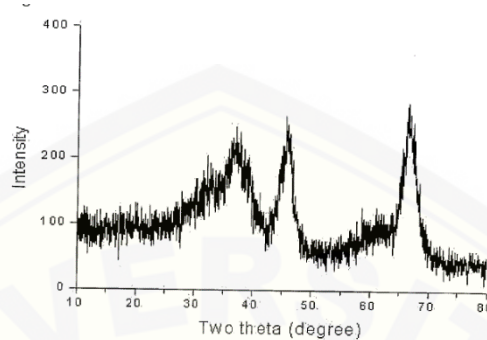
$d$ =jarak antara bidang yang berurutan dan memantulkan sinar X

$\theta$ =sudut datang sinar dan keluar pada bidang tertentu

$\lambda$ =Panjang gelombang sinar X

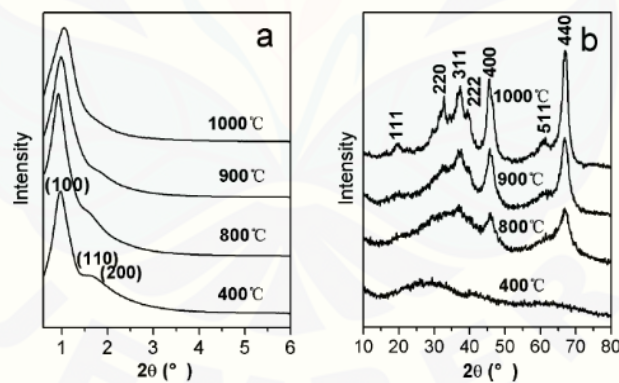
$n$ =bilangan bulat ( $n=1$ )

(Setiabudi *et al.*, 2012).



Gambar 2.11 Pola Difraktogram Standar  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  pada *US Patent, US 2009/010418A1* (Sumber: Riyadi dan Mustikasari, 2017).

Penggambaran pola difraktogram standar untuk  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  berdasarkan data *US Patent 2009/010418 A1*  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  sesuai dengan Gambar 2.11 ditandai dengan munculnya puncak difraksi pada  $2\theta=38^\circ$ ,  $2\theta=46^\circ$ , dan  $2\theta=67^\circ$ . Pola difraktogram lainnya dari  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  yang disintesis dengan menggunakan surfaktan berupa Pluronic P-123 seperti pada Gambar 2.12.



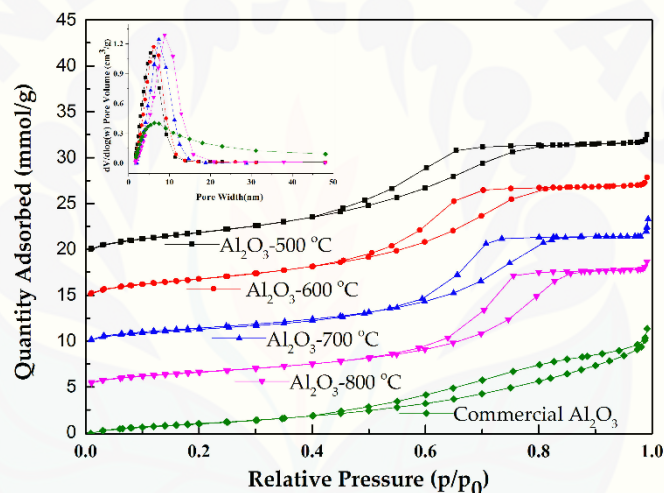
Gambar 2.12 (a) *small- and (b) wide-angle* XRD patterns of Al-1 yang dikalsinasi pada suhu yang berbeda dengan Pluronic P123 sebagai surfaktan (Sumber: Yuan *et al.*, 2008).

## 2.7 Penentuan Luas Permukaan dan ukuran Pori dengan Metode *Brenauer-Emmett-Teller (BET)* dan *Barret-Joiner-Halenda (BJH)*

Teori *Brunauer-Emmett-Teller (BET)* bertujuan untuk menjelaskan adsorpsi fisik molekul gas pada permukaan padatan, dan berfungsi sebagai dasar analisis untuk mengukur luas permukaan spesifik suatu material (Brenauer *et al.*, 1983).

Pengukuran luas permukaan biasanya dilakukan menggunakan adsorpsi gas  $N_2$  dalam hubungannya dengan interpretasi BET atau isoterm langmuir untuk adsorpsi gas *multilayer* maupun *monolayer*. Analisis BET biasanya menggunakan gas inert ( $N_2$ ) yang tidak bereaksi secara kimia dengan permukaan material (adsorbat) untuk mengukur luas permukaan spesifik (Hanaor *et al.*, 2014).

Analisis BET standar paling sering dilakukan pada suhu didih  $N_2$  (77 K). Jumlah luas permukaan spesifik yang ditentukan melalui teori BET dapat bergantung pada molekul teradsorpsi yang digunakan serta penampang adsorpsinya (Hanaor *et al.*, 2014). Penggambaran kurva isoterm adsorpsi-desorpsi  $N_2$  untuk alumina seperti pada Gambar 2.13.



Gambar 2.13 Kurva Isoterm Adsorpsi-Desorpsi  $N_2$  dan Distribusi Pori dari Alumina Mesopori dengan Suhu Kalsinasi yang Berbeda (Sumber: Ji *et al.*, 2018).

Luas permukaan total dari suatu padatan dengan metode BET dapat dihitung menggunakan persamaan 2.2:

$$S_t = \frac{W_m \times N \times A}{M} \quad (2.2)$$

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 cair ( $16,2 \text{ \AA}^2 = 16,2 \times 10^{-20} m^2$ )

$M$  = Berat molekul  $N_2$  (28 g/mol)

Berdasarkan persamaan tersebut, maka luas permukaan spesifik dapat dihitung menggunakan persamaan 2.3:

$$S_{\text{BET}} = \frac{S_t}{W_{\text{sampel}}} \quad (2.3)$$

keterangan:

$S_t$  = Luas permukaan total padatan ( $\text{m}^2$ )

$W_s$  = Berat sampel (g)

(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  $\text{N}_2$  pada  $P/P_0 \approx 1$ , menggunakan persamaan 2.4:

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

keterangan:

$P$  = Tekanan uap  $\text{N}_2$  cair = 1 atm

$R$  = Konstanta untuk gas =  $82,057 \text{ mL} \cdot \text{atm} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$

$T$  = Suhu  $\text{N}_2$  cair = 273 K

$V_{\text{ads}}$  = Volume gas  $\text{N}_2$  yang teradsorpsi

$V_m$  = Volume molar  $\text{N}_2$  cair =  $34,6 \text{ mL/mol}$

Persamaan tersebut dapat disederhanakan menjadi:

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

dimana:

$V_{\text{gas}}$  = Jumlah gas  $\text{N}_2$  yang diadsorpsi pada  $P/P_0 \approx 1$

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

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

dimana:

$r$  = Jari-jari pori rata-rata (nm)

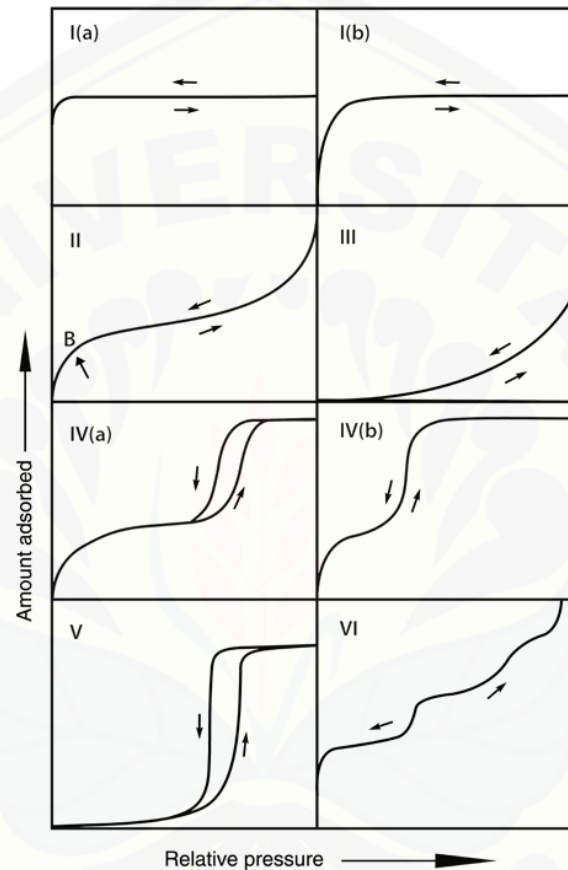
$V_p$  = Volume pori spesifik ( $\text{cm}^3/\text{g}$ )

$S_{\text{BET}}$  = Luas permukaan spesifik padatan ( $\text{m}^2/\text{g}$ )

(Setianingsih, 2018).

## 2.8 Klasifikasi Isotherm Fisisorpsi

Kurva isotherm diperoleh dari hasil pengujian BET, dan jika terbentuk mesopori maka akan terdapat loop histeresis pada kurva. Klasifikasi kurva isotherm fisisorpsi menurut IUPAC dapat dikelompokkan menjadi 6 tipe, seperti pada Gambar 2.14.



Gambar 2.14 Klasifikasi Isotherm Fisisorpsi  
(Sumber: Thommes *et al.*, 2015).

Penjelasan klasifikasi isotherm menurut IUPAC sebagai berikut:

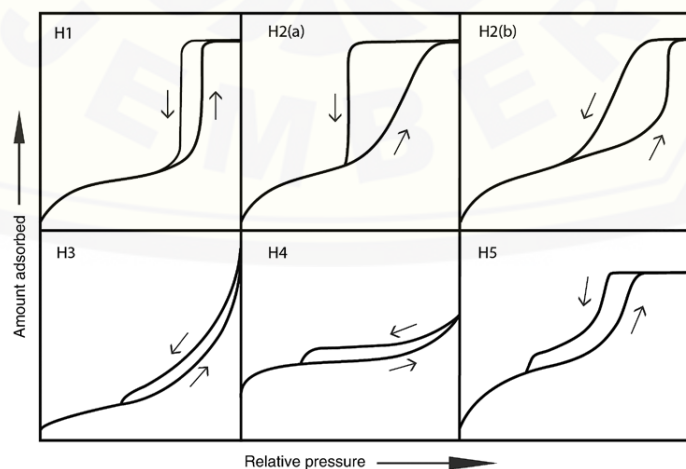
- Isotherm tipe I berkaitan dengan adsorpsi fisika pada material mikropori. Isotherm tipe I(a) menunjukkan material mikropori yang memiliki distribusi pori seragam dengan ukuran  $\leq 1$  nm. Isotherm tipe I(b) menunjukkan material mikropori yang memiliki *range* distribusi pori lebih besar ( $\leq 2,5$  nm)
- Isotherm tipe II menunjukkan adanya fisisorpsi oleh sebagian besar gas pada permukaan adsorben non-pori atau makropori

- c. Isotherm tipe III, merupakan bentuk isotherm yang tidak umum namun mungkin terjadi. Isotherm ini mengindikasikan interaksi adsorben-adsorbat relatif lemah, sehingga interaksi antara adsorbat-adsorbat lebih berperan penting dalam proses adsorpsi
- d. Isotherm tipe IV merupakan isotherm khas untuk material mesopori. Ciri khas dari isotherm tipe IV yakni adanya loop histeresis pada kurva seperti pada isotherm tipe IV(a). Sedangkan untuk isotherm tipe IV(b) dapat terjadi pada adsorben yang memiliki ukuran mesopori lebih kecil
- e. Isotherm tipe V menunjukkan adanya kondensasi pori dan histeresis yang mengindikasikan adanya adsorpsi air pada adsorben mikropori dan mesopori yang bersifat hidrofobik
- f. Isotherm tipe VI merepresentasikan adsorpsi *multilayer* pada permukaan nonpori yang sangat seragam

(Thommes *et al.*, 2015).

## 2.9 Histeresis Adsorpsi

Loop histeresis yang berada pada *range multilayer* dari isotherm fisisorpsi secara umum berhubungan dengan *capillary condensation*. 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 2.15.



Gambar 2.15 Klasifikasi Loop Histeresis  
(Sumber: Thommes *et al.*, 2015).

Penjelasan klasifikasi isotherm menurut IUPAC sebagai berikut:

- a. 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
- b. 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*
- c. 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
- d. 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
- e. 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 Waktu dan Tempat 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 Gadjah Mada dan Pusat Penelitian Fisika LIPI. Karakterisasi Adsorpsi-Desorpsi N<sub>2</sub> dilakukan di Laboratorium Teknik Kimia Institut Teknologi Bandung. Waktu penelitian dilakukan pada bulan Oktober 2019-September 2020.

#### 3.2 Alat dan Bahan Penelitian

##### 3.2.1 Alat

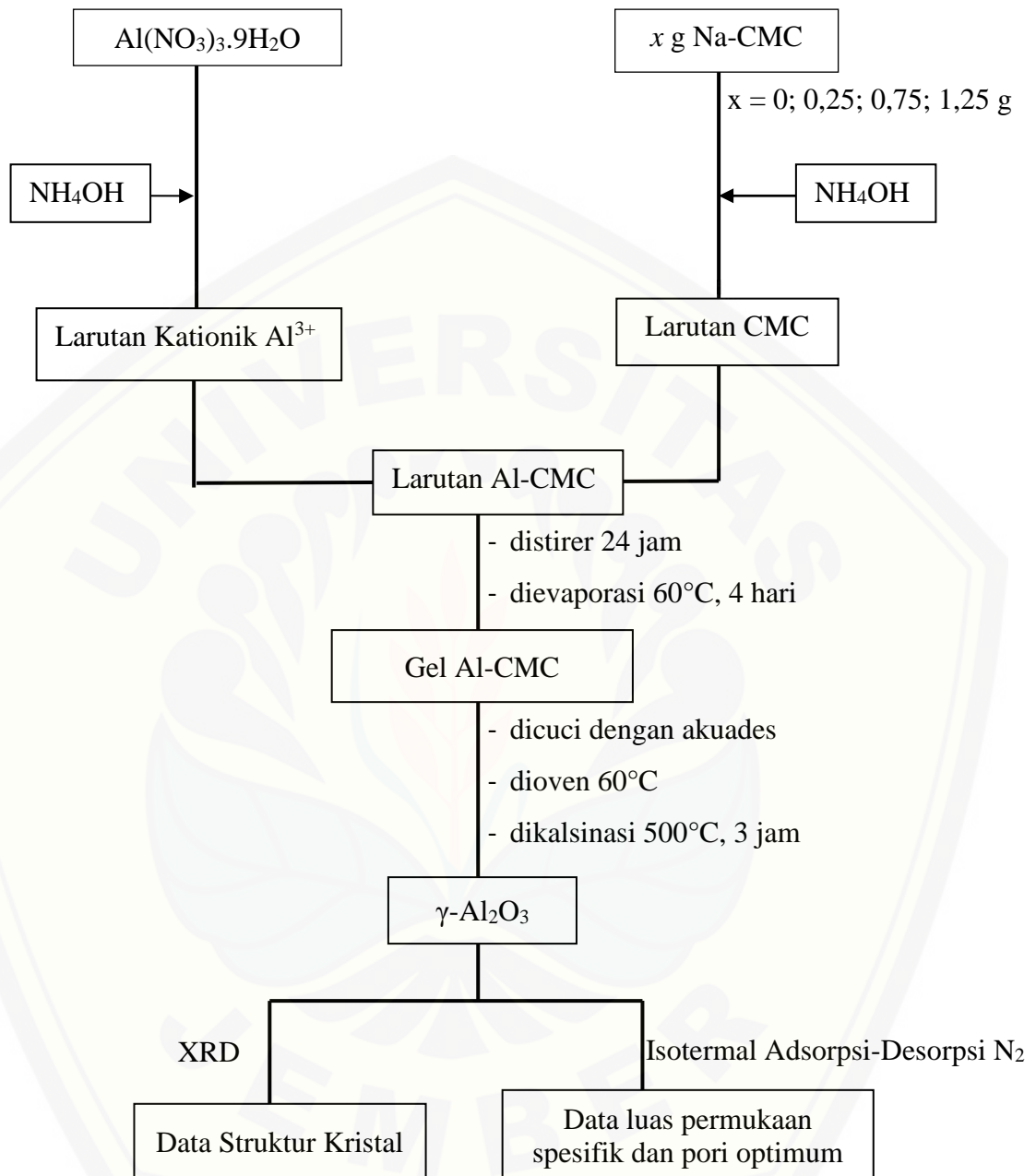
Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas beker (*pyrex*) 100 mL dan 250 mL, pH meter, *magnetic stirrer* dan anak *stirrer*, gelas ukur (*pyrex*) 100 mL, labu ukur (*pyrex*) 100 mL, pipet tetes, pipet volume (*pyrex*) 1 mL dan 10 mL, *ball* pipet, botol semprot, batang pengaduk, cawan petri, spatula, oven (*Memmert*), neraca analitik (*Sartorius*), *furnace* tubular, set alat *X-Ray Diffraction* (XRD; Panalytical X'PERT PRO), set alat *Gas Sorption Analyzer* (Nova 1200 e *Quantachrome*).

##### 3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah *sodium carboxymethyl cellulose* (Sigma-Aldrich, DS 0,7 M<sub>w</sub>~250.000), Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>.9H<sub>2</sub>O (Sigma-Aldrich ACS reagent ≥ 98%), NH<sub>4</sub>OH (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 $\text{NH}_4\text{OH}$ 2M

Larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$  (p.a, 25%) diambil sebanyak 32 mL, kemudian ditambahkan dengan akuades dalam labu ukur 100 mL sampai tanda batas, sehingga diperoleh konsentrasi  $\text{NH}_4\text{OH}$  sebesar 2M.

#### 3.4.2 Sintesis Alumina Mesopori

##### 3.4.2.1 Sintesis Alumina Mesopori pada Variasi pH

Sintesis alumina mesopori dilakukan dengan variasi pH 7,8, dan 9, menggunakan rasio massa Al:surfaktan (CMC) = 1:0,75 dengan metode EISA. Aluminium nitrat ( $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ) sebagai prekursor ditimbang sebanyak 13,89 g, kemudian dilarutkan dalam 50 mL akuades. Larutan kemudian ditambahkan  $\text{NH}_4\text{OH}$  2M untuk mengkondisikan pH sesuai dengan variasi yang diinginkan. Sebanyak 0,75 g CMC dilarutkan dalam 50 mL akuades, kemudian dikondisikan pH-nya dengan menambahkan  $\text{NH}_4\text{OH}$  2M. pH larutan diukur menggunakan pH meter. Larutan Al yang telah dikondisikan pH-nya ditambahkan setetes demi setetes ke dalam larutan CMC sambil di stirer. Proses stirer terus dilakukan selama 24 jam. Larutan tersebut kemudian dioven pada suhu  $60^\circ\text{C}$  selama  $\pm 4$  hari agar proses evaporasi dapat berjalan. Hasil yang diperoleh berupa gel berwarna putih yang kemudian dilakukan proses pencucian beberapa kali dengan akuades, lalu dioven kembali pada suhu  $60^\circ\text{C}$  selama  $\pm 1$  hari hingga kering. Prosedur terakhir yakni dilakukan proses kalsinasi pada suhu  $500^\circ\text{C}$  selama 3 jam.

##### 3.4.2.2 Sintesis Alumina Mesopori dengan Variasi Rasio Massa pada pH Optimum

Sintesis alumina mesopori dilakukan dengan variasi rasio massa prekursor Al : surfaktan CMC sebesar 1:0,25; 1:0,75; 1:1,25; dan ditambahkan satu sampel kontrol tanpa penambahan surfaktan pada kondisi pH optimum (pH 7). Padatan  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  yang digunakan sebagai prekursor diambil sebanyak 13,89 g dan dilarutkan dalam 50 mL akuades. Surfaktan CMC (Na-CMC) sebanyak 0,25 g; 0,75 g; dan 1,25 g masing-masing dilarutkan dalam 50 mL akuades.

Prekursor juga surfaktan yang telah dilarutkan ke dalam akuades diatur pH nya terlebih dahulu sesuai nilai pH optimum (pH 7) dengan penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$ . Larutan kemudian diukur nilai pH-nya dengan pH meter. Prekursor kemudian dicampurkan dengan surfaktan dengan cara diteteskan perlahan perlahan menggunakan pipet tetes sambil di stirer agar campuran bisa homogen. Campuran yang telah homogen terus distirer selama 24 jam, kemudian dioven pada suhu  $60^\circ\text{C}$  selama  $\pm 4$  hari agar proses EISA dapat berjalan hingga terbentuk gel yang berwarna putih. Gel yang telah terbentuk dicuci beberapa kali dengan akuades lalu dioven pada suhu  $60^\circ\text{C}$  selama  $\pm 1$  hari hingga kering. Hasil yang diperoleh kemudian di kalsinasi pada suhu  $500^\circ\text{C}$  selama 3 jam.

#### 3.4.3 Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD)

Hasil sintesis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  mesopori diuji kristalinitasnya dengan X-ray diffraction (XRD) menggunakan radiasi  $\text{Cu-K}\alpha$  (40 kV dan 30 mA) dengan  $\lambda=1,540549 \text{ \AA}$ , yang diemisikan melalui monokromator. Difraktogram dipindai mulai  $10^\circ - 90^\circ$  ( $2\theta$ ). Serbuk  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  mesopori sebanyak 1 gram diletakkan pada permukaan sampel *holder* secara merata kemudian dimasukkan dalam XRD untuk dianalisis.

#### 3.4.4 Karakterisasi Adsorpsi-Desorpsi $\text{N}_2$

Karakterisasi Adsorpsi-Desorpsi  $\text{N}_2$  dilakukan untuk mengetahui luas permukaan spesifik, distribusi ukuran pori, serta volume pori  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  mesopori hasil sintesis. Luas permukaan spesifik ditentukan dengan metode BET (*Brunauer Emmet Teller*), ukuran pori dan distribusi pori ditentukan dengan metode BJH (*Barret Joyner Hallenda*). Proses karakterisasi dilakukan menggunakan gas  $\text{N}_2$  (77k), dengan proses *degassing* pada suhu  $300^\circ\text{C}$  selama 3 jam.

## 3.4.5 Tabulasi Data

Tabel 3.1 Sampel yang dikarakterisasi pada hasil penelitian

Sampel		Karakterisasi	Karakterisasi XRD
		Adsorpsi-Desorpsi N <sub>2</sub>	
<b>pH</b>	MA-0,75-7	√	Sampel dengan ukuran mesopori paling besar dan sampel tanpa penambahan surfaktan
	MA-0,75-8	√	
	MA-0,75-9	√	
<b>Rasio Massa</b>	MA-0,00-7	-	
<b>CMC:Aluminium</b>	MA-0,25-7	√	
<b>pada pH optimum</b>	MA-0,75-7	-	
	MA-1,25-7	√	

Keterangan:

MA-x-y

MA : Alumina Mesopori

x : Massa surfaktan

y : Nilai pH

## BAB 5. PENUTUP

### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, diperoleh kesimpulan yaitu:.

1. Kondisi pH optimum untuk sintesis  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  mesopori melalui metode EISA dengan CMC sebagai *template* yakni pH=7.  $S_{\text{BET}}$  yang diperoleh sebesar  $242 \text{ m}^2/\text{g}$ , dengan ukuran pori ( $D_p$ ) 10,62 nm dan  $V_p$  sebesar  $0,399 \text{ cm}^3/\text{g}$ .
2. Variasi penambahan rasio massa prekursor:surfaktan optimum yang diperoleh mendekati 1 (1:0,75). Penambahan rasio massa  $>1$  menyebabkan penurunan nilai  $S_{\text{BET}}$  dan ukuran pori.
3. Penambahan surfaktan CMC mempengaruhi struktur kristal alumina yang dihasilkan. Sampel dengan penambahan CMC membentuk  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ , sedangkan tanpa penambahan surfaktan membentuk  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ .

### 5.2 Saran

Saran pada penelitian ini yakni dapat dilakukan penelitian lebih lanjut untuk sintesis alumina mesopori dengan metode EISA pada  $\text{pH}<7$ . Hal ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh pH yang bersifat asam terhadap pembentukan struktur alumina mesopori. Selain itu, dapat dilakukan penelitian lebih lanjut menggunakan surfaktan yang berbeda untuk mengetahui pengaruhnya terhadap pembentukan struktur alumina mesopori.

**DAFTAR PUSTAKA**

- Adans, Y.F., A.R. Martins, R.E. Coelho, C.F. Virgens, A.D. Ballarini, dan L.S. Carvalho. 2016. A Simple Way to Produce  $\gamma$ -Alumina From Aluminum Cans by Precipitation Reactions. *Material Research*. 19(5): 977-982.
- 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.
- Benmounah, A., K. Benyounes, K. Chalah, dan D.E. Djemiat. 2017. Effect of Xanthan Gum and Sodium Carboxymethylcellulose on The Rheological Properties and Zeta Potential of Bentonite Suspensions. *23<sup>th</sup> Congres Francais de Mecanique*. Lille 28 Agustus-1 September 2017.
- Brown, C.J., dan A.A. Houghton. 1941. The Chemical and Physical Properties of Carboxymethylcellulose and Its Salts. *Journal of Society of Chemical Industry*. 60(10): 254-258.
- Brunauer, S., P.H. Emmett, dan E. Teller. 1938. Adsorption of Gases in Multimolecular Layers. *Journal of the American Chemical Society*. 60(2): 309-319.
- Cejka, J. 2003. Organized Mesoporous Alumina: Synthesis, Structure, and Potential in Catalysis. *Applied Catalysis A: General*. 254(2003): 327-338.
- Chang, W.Y., J.T. Wu, K.H. Lin, S.Y. Yang, K.L. Lee, dan P.K. Wei. 2011. Fabrication of Gold Sub-Wavelength Pore Array Using Gas-Assisted Hot Embossing With Anodic Aluminum Oxide (AAO) Template. *Microelectronic Engineering*. 88(6): 909-913.
- Coelho, A.C.V., G.A. Rocha, P.S. Santos, H.S. Santos, dan P.K. Kiyohara. 2008. Specific Surface Area and Structures of Aluminas from Fibrillar Pseudoboehmite. *Revista Materia*. 13(2): 329-341.
- Da Silva, M.T.P., J.C. Carvalho, S.B.C. Pergher, dan T.P. Braga. 2016. Carboxymethylcellulose Template Synthesis Of Porous Aluminium Oxide From Hybrid Spheres: Influence Of The Degree Of Substitution And Polymerization. *J. Porous Mater*. 23: 811-822.
- Eding, H.J., M.L. Huggins, dan A.G. Brown. 1962. *Phase Transformations in Alumina*. California: Stanford Research Institute.

- Eliassi, A., dan M. Ranjbar. 2014. Application of Novel Gamma Alumina Nano Structure for Preparation of Dimethyl Ether from Methanol. *International Journal of Nanoscience and Nanotechnology*. 10(1): 13-26.
- Hanaor, D. A. H., M. Ghadiri, W. Chrzanowski, dan Y. Gan. 2014. Scalable Surface Area Characterization by Electrokinetic Analysis of Complex Anion Adsorption. *Langmuir*. 30(50): 15143–15152.
- Hartmann, S., A. Sachse, dan A. Galarneau. 2012. Challenges and Strategies in the Synthesis of Mesoporous Alumina Powders and Hierarchical Alumina Monoliths. *Materials*. 5: 336-349.
- Hawkins, D.A. 1999. Addition of Chelated Trivalent Cations to Solutions of The Polymer Sodium CarboxymethylCellulose (CMC). *Tesis*. New York: Department of Chemistry. Rochester Institute of Technology.
- He, J., L. Zhang, L. Jin, dan B. Liu. 2018. Templated Growth of Crystalline Mesoporous Materials: from Soft/Hard Templates to Colloidal Templates. *Front. Chem*. 7:22-38.
- Hosseini, S.A., A. Niaei, dan D. Salari. 2011. Production of  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> from Kaolin. *Open Journal of Physical Chemistry*. 1: 23-27.
- Huo, Q., D.I. Margolese, U. Ciesla, P. Feng, T.E. Gler, P. Sieger, R. Leon, P.M. Petroff, F. Schuth, dan G.D. Stucky. 1994. Generalized Synthesis of Periodic Surfactant/Inorganic Composite Materials. *Nature*. 368: 317-321.
- Itoh, T., T. Uchida, I. Matsubara, N. Izu, W. Shin, H. Miyazaki, H. Tanjo, dan K. Kanda. 2015. Preparation Of  $\gamma$ -Alumina Large Grain Particles With Large Specific Surface Area Via Polyol Synthesis. *Ceramics International*. 41(3): 3631–3638.
- Ji, Y., F. Zhang, F. Yu, J. Zhang, dan J. Zhang. 2018. Methyl Chloride Synthesis over Metal Chlorides-Modified Mesoporous Alumina Catalyst. *Catalysts*. 8(3): 99.
- Kim, Y., B. Lee, dan J. Yi. 2002. Synthesis of Mesoporous  $\gamma$ -Alumina Through Pre- and Post Hydrolysis Methods . *Korea J. Chem. Eng*. 19(5): 908-910.
- Kim, Y., C. Kim, P. Kim, dan J. Yi. 2005. Effect of Preparation Conditions on The Phase Transformation of Mesoporous Alumina. *Journal of Non-Crystalline Solids*. 351: 550–556.
- Komorowska, P., S. Rozanska, dan J. Rozanski. 2017. Effect of the Degree Substitution on the Rheology of Sodium Carboxymethylcellulose Solutions in Propylene Glycol/Water Mixtures. *Cellulose*. 24: 4151-4162.

- Lee, J., J. Kim, dan T. Hyeon. 2006. Recent Progress in the Synthesis of Porous Carbon Materials. *Advanced Materials*. 18(16): 2073–2094.
- 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.
- Mahoney, L., dan R.T. Koodali. 2014. Versatility of Evaporation-Induced Self-Assembly (EISA) Method for Preparation of Mesoporous TiO<sub>2</sub> for Energy and Environmental Applications. *Materials*. 7: 2697-2746.
- Padmaja, P., P.K. Pillai, dan K.G.K. Warriar. 2004. Adsorption Isotherm and Pore Characteristics of Nano Alumina Derived from Sol-Gel Boehmite. *Journal of Porous Materials*. 11: 147-155.
- Pan, F., X. Lu, T. Wang, Y. Wang, Z. Zhang, Y. Yan, dan S. Yang. 2013. Synthesis Of Large-Mesoporous  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> From Coal-Series Kaolin at Room Temperature. *Materials Letter*. 91: 136–138.
- Paranjpe, K.Y. 2017. Alpha, Beta, and Gamma Alumina as a Catalyst-A Review. *The Pharma Innovation Journal*. 6(11): 236-238.
- Perez, L.L., V. Zarubina, H.J. Heeres, dan I.M. Cabrera. 2013. Condensation Enhanced Self-Assembly as a Route to High Surface Area  $\alpha$ -Aluminas. *Chem. Mater.* 2013(25): 3971-3978.
- Renuka, N. K., A.V. Shijina, dan A.K. Praveen. 2012. Mesoporous  $\gamma$ -Alumina Nanoparticles: Synthesis, Characterization and Dye Removal Efficiency. *Materials Letters*. 82: 42–44.
- Riyadi, A.C.N., dan I.Y. Mustikasari. 2017. Studi Pembuatan Nanokatalis  $\gamma$ -Alumina dengan Metode Sol-Gel. *Skripsi*. Surabaya: Fakultas Teknologi Industri Institut Teknologi Sepuluh November.
- Sanchez, C., C. Boissière, D. Grosso, C. Laberty, dan L. Nichole. 2008. Design, Synthesis, and Properties of Inorganic and Hybrid Thin Films Having Periodically Organized Nanoporosity. *Chemistry of Materials*. 20(3): 682–737.
- Santos, P.S., H.S. Santos, dan S.P. Toledo. 2000. Standard Transition Aluminas, Electron Microscop Studies. *Material Research*. 3(4): 104-114.
- Setiabudi, A., R. Hardian, dan A. Muzakir. 2012. *Karakterisasi Material: Prinsip dan Aplikasinya dalam Penelitian Kimia*. Bandung: UPI Press.



- Setianingsih, T. 2018. *Karakterisasi Pori dan Luas Muka Padatan*. Malang: UB Press.
- Shen, Y. C., C.H. Hsu, dan H.P. Lin. 2017. Biodegradable Gelatin as *Template* for the Preparation of Mesoporous Alumina. *Journal of the Chinese Chemical Society*. 65(4): 424–429.
- Shirai, T., H. Watanabe, M. Fuji, dan M. Takahashi. 2009. Structural Properties and Surface Characteristics on Aluminum Oxide Powders. *Annual Report of The Ceramics Research Laboratory Nagoya Institute of Technology*. 9: 23-31.
- 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.
- Trueba, M., dan S.P. Trasatti. 2005.  $\gamma$ -Alumina as a Support for Catalysts: A Review of Fundamental Aspects. *European Journal of Inorganic Chemistry*. 2005(17): 3393–3403.
- Tsuchida, T. 1993. Preparation of High Surface Area  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Its Surface Properties. *Applied Catalysis A: General*. 105: 141-146.
- Wang, S., X. Li., Wang. S., Li. Y., dan Zhai. Y. 2008. Synthesis of  $\gamma$ -alumina Via Precipitation in Ethanol. *Materials Letters*. 62(20): 3552–3554.
- Wen, Z., J. Liu, dan J. Li. 2008. Core/Shell Pt/C Nanoparticles Embedded in Mesoporous Carbon as a Methanol-Tolerant Cathode Catalyst in Direct Methanol Fuel Cells. *Advanced Materials*. 20(4): 743–747.
- Xie, Y., D. Kocaeffe, C. Chen, dan Y. Kocaeffe. 2016. Review of Research on Template Methods in Preparation of Nanomaterials. *Journal of Nanomaterials*. 2016: 1–10.
- Yang, Z. X., Y. D. Xia, dan R. Mokaya. 2004. Zeolite ZSM-5 with Unique Supermicropores Synthesized Using Mesoporous Carbon as a Template. *Advanced Materials*. 16(8): 727–732.
- 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  $\gamma$ -Aluminas with High Thermal Stability. *Journal of the American Chemical Society*. 130(11): 3465–3472.
- Zhang, K., C. Li, J. Yu, S. Gao, dan G. Xu. 2016. Synthesis of Texture-Excellent Mesoporous Alumina Using PEG 1000 as Structure-Directing Agent. *Chinese Journal of Chemical Engineering*. 25(1): 137–141.

Zhang, X., F. Zhang, K.Y. Chan. 2004. Synthesis of Large Mesopores Alumina by Microemulsion Templating, Their Characterization and Properties as Catalyst Support. *Material Letters*. 58(2004): 2872-2877.

Zhang, Z., dan T.J. Pinnavaia. 2002. Mesostructured  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> with a Lathlike Framework Morphology. *Journal of the American Chemical Society*. 124(41): 12294–12301.



**LAMPIRAN**

**Lampiran 3.1 Pembuatan Larutan Stok NH<sub>4</sub>OH**

Perhitungan molaritas larutan NH<sub>4</sub>OH 25% :

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

Kadar larutan NH<sub>4</sub>OH p.a = 25% (b/b)

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

Konsentrasi larutan NH<sub>4</sub>OH:

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

Pembuatan larutan NH<sub>4</sub>OH 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<sub>1</sub>=Konsentrasi larutan NH<sub>4</sub>OH p.a yang dipipet

V<sub>1</sub>=Volume larutan NH<sub>4</sub>OH p.a yang dipipet

M<sub>2</sub>= Konsentrasi larutan NH<sub>4</sub>OH akhir

V<sub>2</sub>= Volume Hasil Pengenceran

**Lampiran 3.2 Perhitungan Massa Al dalam Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>.9H<sub>2</sub>O**

Diketahui:

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

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

Massa Al yang diinginkan dalam Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>.9H<sub>2</sub>O = 1 g

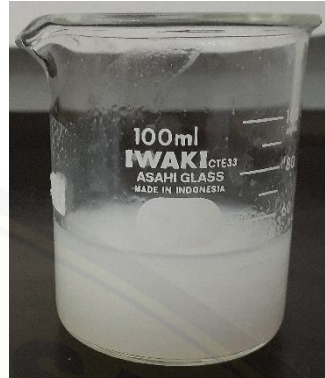
Massa Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>.9H<sub>2</sub>O yang dibutuhkan untuk memperoleh 1 g Al:

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

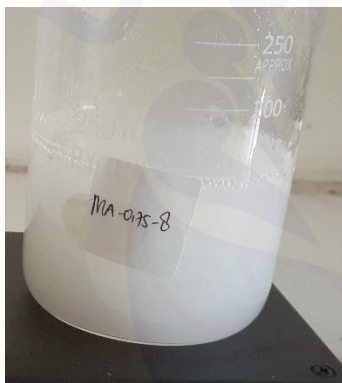
Lampiran 3.3 Proses Sintesis  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>



Na-CMC setelah dilarutkan ke dalam akuades



Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>.9H<sub>2</sub>O setelah dilarutkan ke dalam akuades, dan dilakukan penambahan NH<sub>4</sub>OH



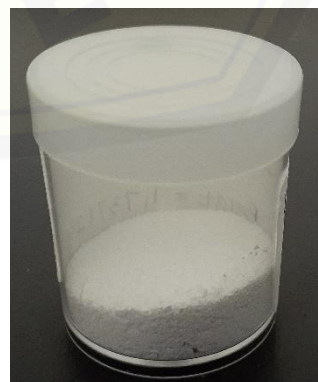
Larutan Al-CMC setelah dicampurkan



Gel kering yang dihasilkan setelah proses evaporasi selama 4 hari



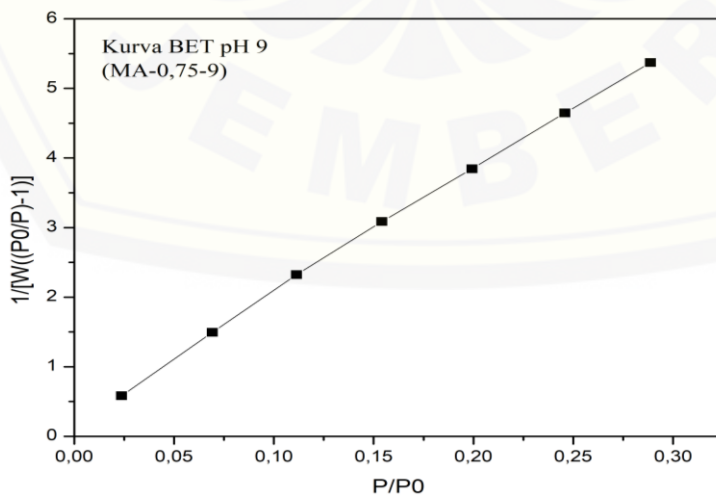
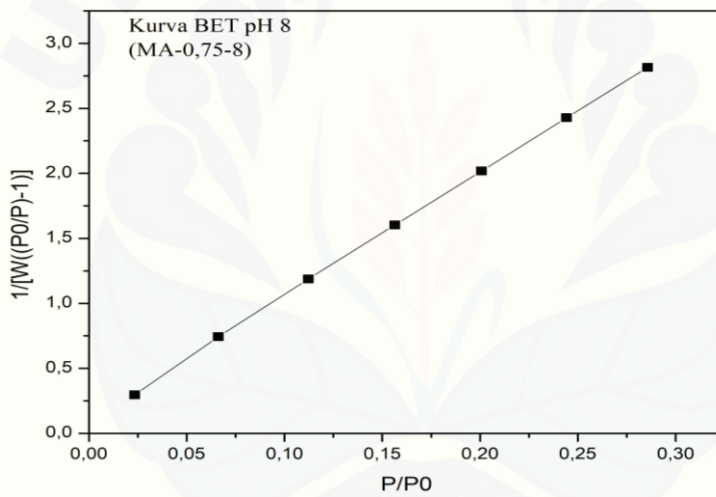
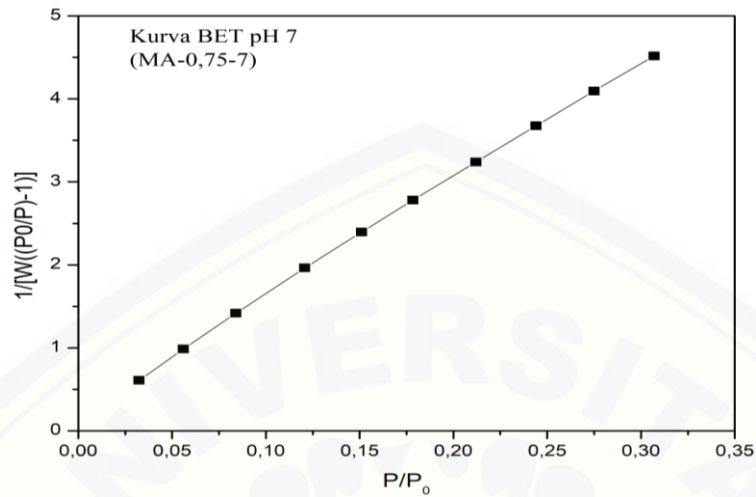
Padatan kering setelah proses pencucian dan pengovenan Kembali, sebelum dikalsinasi



$\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang diperoleh setelah proses kalsinasi 500°C, 3 Jam

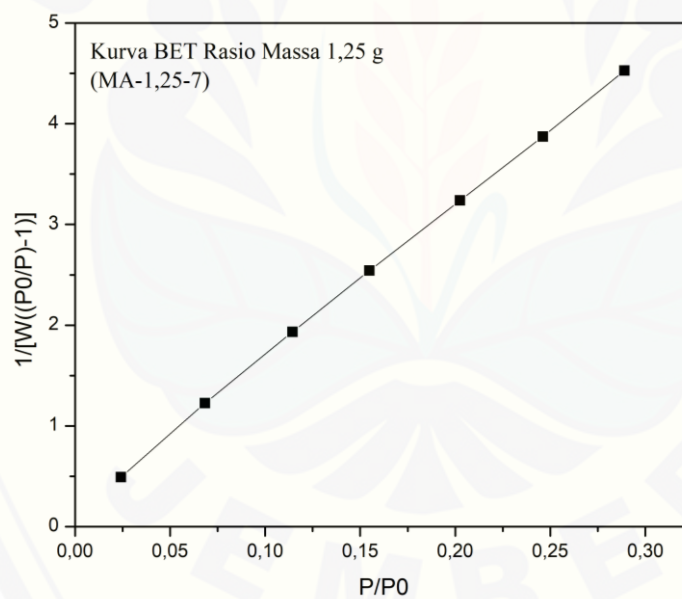
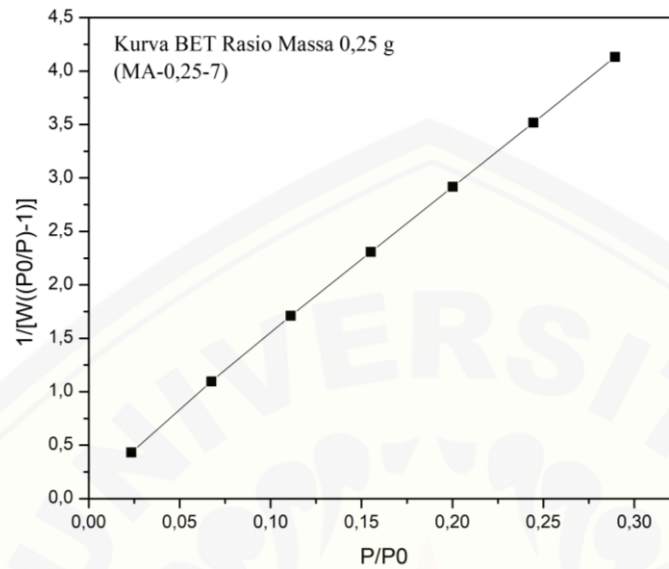
**Lampiran 4.1 Kurva BET Alumina Mesopori Hasil Sintesis**

## 4.1.1 Kurva BET Alumina Mesopori Hasil Sintesis Variasi pH 7, 8, 9



## 4.1.2 Kurva BET Alumina Mesopori Hasil Sintesis Variasi Rasio Massa pada pH

Optimum



## Lampiran 4.2 Data Karakterisasi Adsorpsi-Desorpsi N<sub>2</sub> MA-0,75-7

### 4.2.1 Data Luas Permukaan Spesifik (*Multipoint BET*)

Multi-Point BET Data					
Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]	Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]
3.24450e-02	44.1850	6.0722e-01	1.78411e-01	62.5088	2.7796e+00
5.59770e-02	48.2117	9.8407e-01	2.12011e-01	66.4451	3.2399e+00
8.40010e-02	51.7993	1.4165e+00	2.44107e-01	70.3011	3.6754e+00
1.20743e-01	56.0011	1.9620e+00	2.74946e-01	74.1126	4.0939e+00
1.51039e-01	59.4615	2.3940e+00	3.07104e-01	78.4861	4.5183e+00

BET summary	
Slope =	14.187
Intercept =	2.109e-01
Correlation coefficient, r =	0.999610
C constant =	68.280
Surface Area =	241.872 m <sup>2</sup> /g

### 4.2.2 Data Isotherm

Isotherm Data					
Relative Pressure	Volume @ STP [cc/g]	Relative Pressure	Volume @ STP [cc/g]	Relative Pressure	Volume @ STP [cc/g]
3.24450e-02	44.1850	4.92829e-01	106.4035	9.56254e-01	238.6297
5.59770e-02	48.2117	5.18851e-01	110.5686	9.86868e-01	258.1210
8.40010e-02	51.7993	5.50482e-01	116.0261	9.50072e-01	246.6699
1.20743e-01	56.0011	5.82003e-01	121.5438	8.61557e-01	236.2311
1.51039e-01	59.4615	6.13610e-01	127.0928	7.97094e-01	227.9799
1.78411e-01	62.5088	6.48382e-01	133.4634	7.19546e-01	214.9182
2.12011e-01	66.4451	6.78236e-01	140.2631	6.42433e-01	180.0812
2.44107e-01	70.3011	7.11643e-01	151.6295	5.63055e-01	141.4536
2.74946e-01	74.1126	7.39705e-01	161.9375	4.89160e-01	122.7568
3.07104e-01	78.4861	7.73142e-01	175.8639	4.13428e-01	102.7461
3.37586e-01	82.6724	8.03299e-01	188.6329	3.29372e-01	84.0508
3.70512e-01	87.4192	8.30120e-01	198.5083	2.47814e-01	68.0249
3.97318e-01	91.5112	8.61371e-01	209.4548	1.71198e-01	53.2332
4.30080e-01	96.6515	8.94063e-01	220.1193	9.71710e-02	38.6026
4.60144e-01	101.3054	9.23359e-01	228.7662		

## 4.2.3 Data Distribusi Pori Adsorpsi

**BJH Pore Size Distribution Adsorption Data**

Radius [Å]	Pore Volume [cc/g]	Pore Surf Area [m <sup>2</sup> /g]	dV(r) [cc/Å/g]	dS(r) [m <sup>2</sup> /Å/g]	dV(logr) [cc/g]	dS(logr) [cc/g]
31.1041	8.9524e-03	1.1513e+01	4.8902e-03	6.2888e+00	3.5013e-01	4.5027e+02
33.2288	2.0300e-02	2.5173e+01	4.6912e-03	5.6472e+00	3.5878e-01	4.3189e+02
35.6519	3.0344e-02	3.6442e+01	4.1382e-03	4.6429e+00	3.3958e-01	3.8100e+02
38.3201	4.1196e-02	4.7769e+01	3.7299e-03	3.8934e+00	3.2895e-01	3.4337e+02
41.0527	5.0019e-02	5.6366e+01	3.4521e-03	3.3636e+00	3.2621e-01	3.1785e+02
44.0565	6.1792e-02	6.7055e+01	3.4111e-03	3.0970e+00	3.4586e-01	3.1401e+02
47.7302	7.3482e-02	7.6852e+01	3.0004e-03	2.5145e+00	3.2957e-01	2.7620e+02
51.9159	8.4920e-02	8.5664e+01	2.5556e-03	1.9691e+00	3.0531e-01	2.3524e+02
57.0350	9.7853e-02	9.4735e+01	2.2443e-03	1.5740e+00	2.9449e-01	2.0653e+02
62.8436	1.1236e-01	1.0397e+02	2.4772e-03	1.5767e+00	3.5820e-01	2.2799e+02
69.7090	1.3846e-01	1.1894e+02	3.3140e-03	1.9016e+00	5.3136e-01	3.0490e+02
77.6809	1.6195e-01	1.3104e+02	2.9124e-03	1.4997e+00	5.2047e-01	2.6800e+02
87.7409	1.9354e-01	1.4544e+02	2.6208e-03	1.1948e+00	5.2866e-01	2.4101e+02
100.8572	2.2192e-01	1.5670e+02	2.0013e-03	7.9372e-01	4.6400e-01	1.8402e+02
116.2598	2.4314e-01	1.6400e+02	1.2762e-03	4.3909e-01	3.4106e-01	1.1734e+02
138.1261	2.6591e-01	1.7059e+02	8.4007e-04	2.4328e-01	2.6632e-01	7.7124e+01
174.0635	2.8720e-01	1.7549e+02	4.7563e-04	1.0930e-01	1.8958e-01	4.3565e+01
232.1682	3.0367e-01	1.7832e+02	2.3052e-04	3.9715e-02	1.2225e-01	2.1063e+01
363.4412	3.2135e-01	1.8027e+02	9.2519e-05	1.0183e-02	7.5607e-02	8.3212e+00
970.0937	3.5362e-01	1.8160e+02	3.1566e-05	1.3016e-03	6.3416e-02	2.6148e+00

**BJH adsorption summary**

Surface Area = 181.599 m<sup>2</sup>/g  
Pore Volume = 0.354 cc/g  
Pore Radius Dv(r) = 31.104 Å

## 4.2.4 Data Distribusi Pori Desorpsi

**BJH Pore Size Distribution Desorption Data**

Radius [Å]	Pore Volume [cc/g]	Pore Surf Area [m <sup>2</sup> /g]	dV(r) [cc/Å/g]	dS(r) [m <sup>2</sup> /Å/g]	dV(logr) [cc/g]	dS(logr) [cc/g]
36.3072	4.7859e-02	5.2727e+01	7.6567e-03	8.4355e+00	6.3852e-01	7.0346e+02
43.3543	9.0337e-02	9.1918e+01	5.4156e-03	4.9966e+00	5.3915e-01	4.9743e+02
53.0669	1.9154e-01	1.6820e+02	8.7384e-03	6.5867e+00	1.0635e+00	8.0164e+02
67.3117	2.8003e-01	2.2078e+02	5.2332e-03	3.1098e+00	8.0681e-01	4.7945e+02
90.2338	3.0966e-01	2.3392e+02	1.0243e-03	4.5406e-01	2.1098e-01	9.3526e+01
128.2893	3.2700e-01	2.3933e+02	3.6748e-04	1.1458e-01	1.0732e-01	3.3461e+01
278.0118	3.4595e-01	2.4206e+02	7.5126e-05	1.0809e-02	4.4588e-02	6.4153e+00
942.6707	3.6491e-01	2.4286e+02	1.7604e-05	7.4699e-04	3.3613e-02	1.4263e+00

**BJH desorption summary**

Surface Area = 242.860 m<sup>2</sup>/g  
Pore Volume = 0.365 cc/g  
Pore Radius Dv(r) = 53.067 Å



## 4.2.5 Data Ukuran Jari-Jari Pori Rata-Rata

**AveragePoreSize****Data Reduction Parameters Data**

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

**Average Pore Size summary**

Average pore Radius = 6.60292e+01 Å

## 4.2.6 Data Volume Pori Total

**TotalPoreVolume****Data Reduction Parameters Data**

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

**Total Pore Volume summary**  
**TotalPoreVolume**

Total pore volume = 3.993e-01 cc/g  
for pores smaller than 1481.2 Å (Radius)  
at P/Po = 0.98687

### Lampiran 4.3 Data Karakterisasi Adsorpsi-Desorpsi N<sub>2</sub> MA-0,75-8

#### 4.3.1 Data Luas Permukaan Spesifik (*Multipont BET*)

BET Multi-point BET results		
<b>Isotherm Branch</b>	Adsorption	
<b>Slope</b>	9.54549	
<b>Intercept</b>	0.0995888	
<b>Correlation coeff., r</b>	0.999862	
<b>C constant</b>	96.8491	
<b>Surface area</b>	361.067 m <sup>2</sup> /g	

Table - BET Multi-point BET		
Relative Pressure	Volume Adsorbed @STP cc/g	1 / [ W((P/Po) - 1) ]
0.0233672	64.5468	0.2966
0.066198	76.3796	0.7426
0.112181	85.0982	1.1880
0.156489	92.5816	1.6033
0.200715	99.5947	2.0174
0.244193	106.476	2.4278
0.285681	113.686	2.8147

#### 4.3.2 Data Isotherm

Data Reduction Parameters	
<b>Thermal Transpiration</b>	no

Table - Isotherm Isotherm	
Relative Pressure, P/Po	Volume Adsorbed @STP cc/g
0.0233672	64.5468
0.066198	76.3796
0.112181	85.0982
0.156489	92.5816
0.200715	99.5947
0.244193	106.476
0.285681	113.686
0.334101	121.940
0.374483	129.846
0.418271	139.035
0.464406	148.962
0.504665	159.043
0.548970	170.419
0.593827	182.381
0.637951	193.653
0.681338	204.352
0.726668	215.555
0.770386	233.185
0.813823	252.751
0.859286	270.592
0.901794	282.523
0.946460	298.341
0.911648	296.453
0.866193	291.505
0.829054	289.116
0.790382	285.521
0.746949	277.801
0.709625	268.172
0.671514	254.321
0.630830	237.268
0.586697	215.831
0.547458	203.663
0.509519	190.350
0.469070	175.605
0.427616	152.835
0.385646	133.400
0.343591	122.053
0.302474	114.218
0.263302	106.734
0.225357	99.5573
0.181318	92.0806
0.143779	85.3099
0.101825	77.6038

### 4.3.3 Data Distribusi Pori Adsorpsi

BJH Pore Size Distribution Adsorption results

---

**Surface Area** 229.772 m<sup>2</sup>/g  
**Pore Volume** 0.349379 cc/g  
**Pore radius Dv(r)** 1.9556 nm

---

Table - BJH Pore Size Distribution Adsorption

radius nm	Pore Volume cc/g	Pore Surf. Area m <sup>2</sup> /g	dV(r) cc/nm/g	dS(r) m <sup>2</sup> /nm/g	dV(log r) cc/g	dS(log r) m <sup>2</sup> /g
1.61786	1.417871e-02	1.752770e+01	5.926790e-02	1.115891e+02	2.036076e-01	4.153723e+02
1.77463	2.830681e-02	3.345002e+01	9.029880e-02	1.017664e+02	3.687429e-01	4.155718e+02
1.95560	4.774468e-02	5.332923e+01	9.945768e-02	9.674551e+01	4.534333e-01	4.352373e+02
2.18208	7.010389e-02	7.382266e+01	9.034255e-02	8.280388e+01	4.155747e-01	4.155964e+02
2.44533	9.067206e-02	9.064504e+01	7.371976e-02	6.029422e+01	3.641350e-01	3.391234e+02
2.75029	1.108058e-01	1.052862e+02	5.840394e-02	4.424547e+01	3.048458e-01	2.798583e+02
3.12467	1.284513e-01	1.165805e+02	4.222859e-02	2.702913e+01	2.473301e-01	1.941797e+02
3.60630	1.528482e-01	1.301107e+02	3.673303e-02	2.480829e+01	2.109451e-01	2.056100e+02
4.27273	1.956425e-01	1.501421e+02	3.354340e-02	2.543732e+01	1.753313e-01	2.495506e+02
5.19384	2.412152e-01	1.676908e+02	3.032771e-02	1.663806e+01	1.559135e-01	1.982931e+02
6.55984	2.857733e-01	1.812759e+02	2.656593e-02	8.099570e+00	1.332467e-01	1.216712e+02
9.02833	3.227527e-01	1.894678e+02	2.134431e-02	2.513046e+00	1.307169e-01	5.166993e+01

### 4.3.4 Data Distribusi Pori Desorpsi

BJH Pore Size Distribution Desorption results

---

**Surface Area** 354.570 m<sup>2</sup>/g  
**Pore Volume** 0.425487 cc/g  
**Pore radius Dv(r)** 1.80003 nm

---

Table - BJH Pore Size Distribution Desorption

radius nm	Pore Volume cc/g	Pore Surf. Area m <sup>2</sup> /g	dV(r) cc/nm/g	dS(r) m <sup>2</sup> /nm/g	dV(log r) cc/g	dS(log r) m <sup>2</sup> /g
1.64254	3.651835e-02	4.446565e+01	1.703096e-01	2.910167e+02	3.902813e-01	1.099858e+03
1.80003	7.998462e-02	9.276073e+01	2.860116e-01	2.977859e+02	1.111801e+00	1.233404e+03
1.97719	1.241139e-01	1.373991e+02	2.396767e-01	2.323266e+02	9.628144e-01	1.056867e+03
2.17364	1.544550e-01	1.653165e+02	1.911195e-01	1.390472e+02	7.558151e-01	6.954359e+02
2.40385	1.910448e-01	1.957591e+02	1.490253e-01	1.172495e+02	6.058155e-01	6.483534e+02
2.68104	2.344302e-01	2.281238e+02	1.227445e-01	1.098116e+02	5.091823e-01	6.772180e+02
3.02686	3.008038e-01	2.719801e+02	1.057880e-01	1.104921e+02	4.076379e-01	7.689812e+02
3.45054	3.728549e-01	3.137423e+02	8.519650e-02	9.271271e+01	3.628951e-01	7.355709e+02
3.98026	4.128820e-01	3.338551e+02	6.572693e-02	3.302643e+01	3.102849e-01	3.020923e+02
4.65226	4.405120e-01	3.457332e+02	3.759148e-02	1.616052e+01	2.580321e-01	1.727545e+02
5.68740	4.648947e-01	3.543075e+02	1.826052e-02	6.421397e+00	1.823032e-01	8.370510e+01
7.17033	4.749645e-01	3.571162e+02	6.175506e-03	1.722515e+00	1.092588e-01	2.831627e+01
9.71851	4.920688e-01	3.606362e+02	4.935240e-03	1.015637e+00	1.015186e-01	2.248468e+01

### 4.3.5 Data Ukuran Jari-Jari Pori Rata-Rata

Average Pore Size results

---

**Average Pore radius** 3,1990e+000 nm

### 4.3.6 Data Volume Pori Total

Total Pore Volume results

---

**Total Pore Volume for pores smaller than at relative pressure** 4,6262e-001 cc/g  
 18,94 nm (radius)  
 0,94646

### Lampiran 4.4 Data Karakterisasi Adsorpsi-Desorpsi N<sub>2</sub> MA-0,75-9

#### 4.4.1 Data Luas Permukaan Spesifik (*Multipoint BET*)

BET Multi-point BET results		
<b>Isotherm Branch</b>	Adsorption	
<b>Slope</b>	17.9491	
<b>Intercept</b>	0.248687	
<b>Correlation coeff., r</b>	0.999303	
<b>C constant</b>	73.1752	
<b>Surface area</b>	191.371 m <sup>2</sup> /g	

Table - BET Multi-point BET		
Relative Pressure	Volume Adsorbed @STP cc/g	1 / [ W((P/Po) - 1) ]
0.0237846	33.5431	0.5812
0.0692183	39.8436	1.4934
0.111319	43.1302	2.3238
0.154140	47.2164	3.0880
0.199280	51.7919	3.8448
0.245889	56.1368	4.6474
0.288776	60.4956	5.3701

#### 4.4.2 Data Isotherm

Table - Isotherm Isotherm	
Relative Pressure, P/Po	Volume Adsorbed @STP cc/g
0.0237846	33.5431
0.0692183	39.8436
0.111319	43.1302
0.154140	47.2164
0.199280	51.7919
0.245889	56.1368
0.288776	60.4956
0.332733	65.4232
0.378740	72.1247
0.422684	85.3784
0.461684	93.8798
0.506587	103.484
0.552670	112.554
0.596165	121.634
0.638697	130.136
0.681849	141.431
0.725483	160.336
0.771622	180.780
0.814273	201.459
0.857460	219.489
0.902493	231.629
0.945893	246.273
0.909529	234.556
0.868310	226.104
0.833244	221.268
0.787836	214.918
0.751250	210.258
0.710605	198.357
0.671614	181.722
0.628290	166.316
0.588770	153.436
0.547180	143.508
0.509597	127.251
0.468264	118.602
0.428583	109.532
0.386606	94.1163
0.345353	81.2416
0.304763	72.8841
0.265912	63.9863
0.224390	57.1580
0.181674	47.2102
0.145303	39.1274
0.014764	27.8316

### 4.4.3 Data Distribusi Pori Adsorpsi

BJH Pore Size Distribution Adsorption results

---

**Surface Area** 189.468 m<sup>2</sup>/g  
**Pore Volume** 0.322753 cc/g  
**Pore radius Dv(r)** 1.6024 nm

Table - BJH Pore Size Distribution Adsorption

---

radius nm	Pore Volume cc/g	Pore Surf. Area m <sup>2</sup> /g	dV(r) cc/nm/g	dS(r) m <sup>2</sup> /nm/g	dV(log r) cc/g	dS(log r) m <sup>2</sup> /g
1.60240	2.149853e-02	2.683287e+01	9.219191e-02	1.733884e+02	3.121668e-01	6.392484e+02
1.77213	4.475637e-02	5.308133e+01	1.259243e-01	1.421164e+02	5.133662e-01	5.793777e+02
1.95668	6.964783e-02	7.852383e+01	1.349780e-01	1.379661e+02	6.076837e-01	6.211364e+02
2.16661	9.753741e-02	1.042688e+02	1.184606e-01	1.093513e+02	5.673936e-01	5.449940e+02
2.42640	1.266287e-01	1.282477e+02	9.923775e-02	8.438628e+01	5.017328e-01	4.709264e+02
2.73891	1.531155e-01	1.475889e+02	7.770715e-02	5.674319e+01	4.084321e-01	3.573923e+02
3.11869	1.773413e-01	1.631248e+02	5.785848e-02	3.710437e+01	3.288458e-01	2.660474e+02
3.61206	2.018510e-01	1.766958e+02	4.314887e-02	2.389159e+01	2.833742e-01	1.982977e+02
4.26878	2.423041e-01	1.956488e+02	3.531827e-02	2.542606e+01	2.594513e-01	2.492820e+02
5.17458	2.863575e-01	2.126757e+02	2.630498e-02	1.596970e+01	2.390716e-01	1.896026e+02
6.59940	3.248826e-01	2.243510e+02	2.160152e-02	6.546507e+00	2.132467e-01	9.887027e+01
9.03829	3.493786e-01	2.297715e+02	1.991641e-02	1.751747e+00	2.063129e-01	3.609748e+01

---

### 4.4.4 Data Distribusi Pori Desorpsi

BJH Pore Size Distribution Desorption results

---

**Surface Area** 260.636 m<sup>2</sup>/g  
**Pore Volume** 0.412069 cc/g  
**Pore radius Dv(r)** 1.79992 nm

Table - BJH Pore Size Distribution Desorption

---

radius nm	Pore Volume cc/g	Pore Surf. Area m <sup>2</sup> /g	dV(r) cc/nm/g	dS(r) m <sup>2</sup> /nm/g	dV(log r) cc/g	dS(log r) m <sup>2</sup> /g
1.63903	5.420661e-02	6.614471e+01	1.557456e-01	4.340926e+02	6.214190e-01	1.637089e+03
1.79992	1.206615e-01	1.399866e+02	3.922792e-01	4.358847e+02	1.624590e+00	1.805178e+03
1.97875	1.596577e-01	1.794017e+02	2.071579e-01	2.093829e+02	1.093148e+00	9.532776e+02
2.17425	1.942229e-01	2.111968e+02	1.704754e-01	1.568132e+02	8.058479e-01	7.844991e+02
2.39762	2.244762e-01	2.364328e+02	1.339922e-01	1.034293e+02	6.539367e-01	5.705122e+02
2.68446	2.816122e-01	2.790008e+02	1.133054e-01	1.291174e+02	5.449880e-01	7.970966e+02
3.03680	3.259119e-01	3.081761e+02	9.083570e-02	7.780279e+01	4.746229e-01	5.433432e+02
3.44368	3.610652e-01	3.285922e+02	6.911780e-02	4.653035e+01	3.935428e-01	3.684564e+02
3.93734	3.846064e-01	3.405501e+02	4.291467e-02	2.179880e+01	3.058437e-01	1.973093e+02
4.64579	4.026733e-01	3.483279e+02	2.080634e-02	8.957073e+00	2.219228e-01	9.553716e+01
5.64171	4.105646e-01	3.511253e+02	7.023822e-03	2.489964e+00	1.209769e-01	3.223872e+01
7.03364	4.155093e-01	3.525314e+02	2.978108e-03	8.468182e-01	4.800730e-02	1.365077e+01
9.78914	4.254870e-01	3.545699e+02	2.591194e-03	5.294020e-01	5.764531e-02	1.177741e+01

---

### 4.4.5 Data Ukuran Jari-Jari Pori Rata-Rata

Average Pore Size results

---

**Average Pore radius** 2,5625e+000 nm

### 4.4.6 Data Volume Pori Total

Total Pore Volume results

---

**Total Pore Volume** 3,8188e-001 cc/g  
**for pores smaller than** 18,75 nm (radius)  
**at relative pressure** 0,94589

## Lampiran 4.5 Data Karakterisasi Adsorpsi-Desorpsi N<sub>2</sub> MA-0,25-7

### 4.5.1 Data Luas Permukaan Spesifik (*Multipoint BET*)

BET Multi-point BET results		
<b>Isotherm Branch</b>	Adsorption	
<b>Slope</b>	13.8106	
<b>Intercept</b>	0.148645	
<b>Correlation coeff., r</b>	0.999842	
<b>C constant</b>	93.9099	
<b>Surface area</b>	249.477 m <sup>2</sup> /g	

Table - BET Multi-point BET		
Relative Pressure	Volume Adsorbed @STP cc/g	1 / [ W((P/Po) - 1) ]
0.0233809	44.4560	0.4309
0.0674206	52.7515	1.0965
0.111037	58.4478	1.7099
0.155066	63.6359	2.3075
0.200205	68.6727	2.9165
0.244552	73.6585	3.5164
0.289470	78.8868	4.1321

### 4.5.2 Data Isotherm

Table - Isotherm Isotherm	
Relative Pressure, P/Po	Volume Adsorbed @STP cc/g
0.0233809	44.4560
0.0674206	52.7515
0.111037	58.4478
0.155066	63.6359
0.200205	68.6727
0.244552	73.6585
0.289470	78.8868
0.332908	84.1132
0.374106	89.3621
0.421522	95.9032
0.466114	102.609
0.506826	109.385
0.549554	116.974
0.594993	128.622
0.638534	142.023
0.680682	153.862
0.727195	170.568
0.771323	179.940
0.814801	186.708
0.858097	189.253
0.902071	191.523
0.948612	194.747
0.909200	193.884
0.870097	192.884
0.830227	192.060
0.789810	191.208
0.748519	190.247
0.710406	188.891
0.669384	186.550
0.628618	181.449
0.589520	173.129
0.546526	149.437
0.509315	125.155
0.467888	109.829
0.424976	98.7138
0.388036	89.4730
0.345950	80.8524
0.302753	74.1307
0.265311	68.9190
0.222926	63.1854
0.183939	58.1424
0.143419	52.7621
0.102997	47.1140

### 4.5.3 Data Distribusi Pori Adsorpsi

BJH Pore Size Distribution Adsorption results

---

**Surface Area** 175.575 m<sup>2</sup>/g  
**Pore Volume** 0.24442 cc/g  
**Pore radius Dv(r)** 2.74548 nm

Table - BJH Pore Size Distribution Adsorption

radius nm	Pore Volume cc/g	Pore Surf. Area m <sup>2</sup> /g	dV(r) cc/nm/g	dS(r) m <sup>2</sup> /nm/g	dV(log r) cc/g	dS(log r) m <sup>2</sup> /g
1.60789	1.372524e-02	1.707241e+01	8.158332e-02	1.014790e+02	3.017696e-01	3.753621e+02
1.78191	2.837496e-02	3.351510e+01	8.147044e-02	9.144161e+01	3.339896e-01	3.748666e+02
1.96567	4.371732e-02	4.912543e+01	8.173975e-02	8.316737e+01	3.696826e-01	3.761392e+02
2.17361	6.103098e-02	6.505623e+01	7.587731e-02	6.981695e+01	3.794106e-01	3.491068e+02
2.43216	9.032249e-02	8.914311e+01	9.138410e-02	8.336975e+01	5.371074e-01	4.663415e+02
2.74548	1.247028e-01	1.141882e+02	1.117990e-01	7.415762e+01	6.427300e-01	4.682101e+02
3.11764	1.542439e-01	1.331391e+02	7.265595e-02	4.660966e+01	4.208299e-01	3.341183e+02
3.61232	1.962650e-01	1.564045e+02	4.210364e-02	3.992093e+01	2.354320e-01	3.313281e+02
4.28205	2.186963e-01	1.668814e+02	2.364458e-02	1.384596e+01	1.415272e-01	1.361623e+02
5.19877	2.342879e-01	1.728796e+02	1.148016e-02	5.570608e+00	8.071490e-02	6.644452e+01
6.58384	2.397611e-01	1.745422e+02	3.232110e-03	9.818313e-01	4.872699e-02	1.480200e+01
9.02236	2.444198e-01	1.755749e+02	1.463309e-03	3.243738e-01	3.008178e-02	6.668273e+00

### 4.5.4 Data Distribusi Pori Desorpsi

BJH Pore Size Distribution Desorption results

---

**Surface Area** 259.544 m<sup>2</sup>/g  
**Pore Volume** 0.288297 cc/g  
**Pore radius Dv(r)** 2.17107 nm

Table - BJH Pore Size Distribution Desorption

radius nm	Pore Volume cc/g	Pore Surf. Area m <sup>2</sup> /g	dV(r) cc/nm/g	dS(r) m <sup>2</sup> /nm/g	dV(log r) cc/g	dS(log r) m <sup>2</sup> /g
1.63809	2.253061e-02	2.750832e+01	1.680951e-01	2.052325e+02	6.336758e-01	7.736745e+02
1.79230	4.988593e-02	5.803369e+01	1.568742e-01	1.750535e+02	6.468968e-01	7.218621e+02
1.97567	9.193529e-02	1.006009e+02	2.185922e-01	2.212839e+02	9.936226e-01	1.005858e+03
2.17107	1.644414e-01	1.673939e+02	3.653963e-01	3.366049e+02	1.825370e+00	1.681540e+03
2.40454	2.343280e-01	2.255229e+02	2.602849e-01	2.164950e+02	1.439607e+00	1.197410e+03
2.68494	2.576022e-01	2.428597e+02	7.962357e-02	5.931132e+01	4.917698e-01	3.663176e+02
3.01682	2.713280e-01	2.519592e+02	3.694969e-02	2.449576e+01	2.563462e-01	1.699444e+02
3.43787	2.772572e-01	2.554085e+02	1.259872e-02	7.329376e+00	9.957533e-02	5.792852e+01
3.95561	2.805149e-01	2.570557e+02	5.767223e-03	2.915970e+00	5.243924e-02	2.651385e+01
4.65218	2.826914e-01	2.579914e+02	2.627792e-03	1.129704e+00	2.807448e-02	1.206939e+01
5.65574	2.845433e-01	2.586463e+02	1.570961e-03	5.555282e-01	2.038406e-02	7.208275e+00
7.16829	2.862724e-01	2.591287e+02	9.365166e-04	2.612943e-01	1.537194e-02	4.288871e+00
9.75152	2.882972e-01	2.595440e+02	6.098630e-04	1.250806e-01	1.356036e-02	2.781178e+00

### 4.5.5 Data Ukuran Jari-Jari Pori Rata-Rata

Average Pore Size results

---

**Average Pore radius** 2,4210e+000 nm

### 4.5.6 Data Volume Pori Total

Total Pore Volume results

---

**Total Pore Volume** 3,0199e-001 cc/g  
**for pores smaller than** 19,70 nm (radius)  
**at relative pressure** 0,94861

## Lampiran 4.6 Data Karakterisasi Adsorpsi-Desorpsi N<sub>2</sub> MA-1,25-7

### 4.6.1 Data Luas Permukaan Spesifik (*Multipont BET*)

BET Multi-point BET results		
<b>Isotherm Branch</b>	Adsorption	
<b>Slope</b>	15.111	
<b>Intercept</b>	0.174187	
<b>Correlation coeff., r</b>	0.999803	
<b>C constant</b>	87.7516	
<b>Surface area</b>	227.836 m <sup>2</sup> /g	

Table - BET Multi-point BET		
Relative Pressure	Volume Adsorbed @STP cc/g	1 / [ W((P/Po) - 1) ]
0.0241684	40.3334	0.4913
0.0683479	47.8776	1.2260
0.114379	53.4360	1.9338
0.154867	57.6987	2.5411
0.202519	62.7405	3.2385
0.246068	67.4290	3.8728
0.289049	71.8286	4.5288

### 4.6.2 Data Isotherm

Table - Isotherm Isotherm	
Relative Pressure, P/Po	Volume Adsorbed @STP cc/g
0.0241684	40.3334
0.0683479	47.8776
0.114379	53.4360
0.154867	57.6987
0.202519	62.7405
0.246068	67.4290
0.289049	71.8286
0.328667	75.6069
0.376094	81.0864
0.420052	85.1524
0.464950	89.1170
0.508721	92.6219
0.551168	96.1798
0.595038	100.665
0.638185	106.248
0.683892	113.714
0.726798	122.877
0.768941	133.546
0.814160	146.354
0.859544	166.023
0.902283	185.946
0.945540	212.778
0.912527	209.838
0.869767	201.314
0.832740	197.065
0.790842	187.700
0.749048	177.643
0.708764	165.897
0.669048	147.785
0.628998	133.896
0.590529	119.024
0.549879	104.345
0.509555	93.2894
0.466848	87.9243
0.425884	83.3424
0.384285	79.3407
0.345896	75.4070
0.305705	71.6925
0.263608	67.2465
0.222337	60.7654
0.183600	57.4535
0.142811	52.9144
0.102351	45.1043



### 4.6.3 Data Distribusi Pori Adsorpsi

BJH Pore Size Distribution Adsorption results

---

**Surface Area** 111.195 m<sup>2</sup>/g  
**Pore Volume** 0.218357 cc/g  
**Pore radius Dv(r)** 1.60844 nm

Table - BJH Pore Size Distribution Adsorption

---

radius nm	Pore Volume cc/g	Pore Surf. Area m <sup>2</sup> /g	dV(r) cc/nm/g	dS(r) m <sup>2</sup> /nm/g	dV(log r) cc/g	dS(log r) m <sup>2</sup> /g
1.60844	8.562208e-03	1.064658e+01	2.029160e-02	6.822772e+01	1.130563e-01	2.524882e+02
1.77664	1.641626e-02	1.948806e+01	2.054950e-02	4.902460e+01	1.180019e-01	2.003805e+02
1.96786	2.253780e-02	2.570959e+01	2.257018e-02	3.078640e+01	1.371352e-01	1.393753e+02
2.18298	2.865291e-02	3.131212e+01	2.200172e-02	2.455517e+01	1.345960e-01	1.233140e+02
2.43700	3.710516e-02	3.824874e+01	3.020060e-02	2.478511e+01	1.962809e-01	1.389259e+02
2.74413	4.848115e-02	4.653987e+01	3.724389e-02	2.479345e+01	3.204252e-01	1.564659e+02
3.13367	6.439181e-02	5.669452e+01	2.878166e-02	2.283692e+01	2.377502e-01	1.645038e+02
3.62698	8.457630e-02	6.782473e+01	2.201829e-02	2.053716e+01	1.604598e-01	1.711948e+02
4.25528	1.080024e-01	7.883510e+01	1.777985e-02	1.540668e+01	1.145831e-01	1.506013e+02
5.16520	1.354819e-01	8.947534e+01	1.486396e-02	9.627494e+00	1.004252e-01	1.140646e+02
6.61111	1.774861e-01	1.021825e+02	1.351025e-02	7.112341e+00	9.556994e-02	1.076065e+02
9.07036	2.183573e-01	1.111945e+02	1.305014e-02	2.877536e+00	9.068260e-02	5.949623e+01

---

### 4.6.4 Data Distribusi Pori Desorpsi

BJH Pore Size Distribution Desorption results

---

**Surface Area** 235.864 m<sup>2</sup>/g  
**Pore Volume** 0.337812 cc/g  
**Pore radius Dv(r)** 1.63338 nm

Table - BJH Pore Size Distribution Desorption

---

radius nm	Pore Volume cc/g	Pore Surf. Area m <sup>2</sup> /g	dV(r) cc/nm/g	dS(r) m <sup>2</sup> /nm/g	dV(log r) cc/g	dS(log r) m <sup>2</sup> /g
1.63338	2.457908e-02	3.009599e+01	8.885012e-02	2.001003e+02	3.141868e-01	7.520442e+02
1.79178	4.036182e-02	4.771277e+01	9.284505e-02	1.058666e+02	3.910243e-01	4.364635e+02
1.97402	5.795944e-02	6.554201e+01	8.841990e-02	9.001960e+01	4.035152e-01	4.088264e+02
2.18131	8.454061e-02	8.991374e+01	1.227601e-01	1.125562e+02	5.360749e-01	5.648665e+02
2.41763	1.220653e-01	1.209563e+02	1.465167e-01	1.212068e+02	7.348667e-01	6.741030e+02
2.68995	1.600932e-01	1.492304e+02	1.318056e-01	9.799872e+01	8.395984e-01	6.064050e+02
3.01668	1.944846e-01	1.720312e+02	9.423585e-02	6.247656e+01	6.537781e-01	4.334423e+02
3.42556	2.401267e-01	1.986792e+02	6.795600e-02	5.884910e+01	4.938817e-01	4.635044e+02
3.94950	2.681266e-01	2.128581e+02	4.705493e-02	2.382832e+01	3.271091e-01	2.162854e+02
4.66900	2.911590e-01	2.227242e+02	2.729042e-02	1.169004e+01	1.925927e-01	1.253341e+02
5.71369	3.118986e-01	2.299838e+02	1.365293e-02	5.829131e+00	1.282202e-01	7.638500e+01
7.20405	3.206560e-01	2.324151e+02	5.046604e-03	1.401046e+00	1.083064e-01	2.312766e+01
9.94945	3.378121e-01	2.358637e+02	4.568248e-03	9.182911e-01	1.034015e-01	2.078536e+01

---

### 4.6.5 Data Ukuran Jari-Jari Pori Rata-Rata

Average Pore Size results

---

**Average Pore radius** 2,8963e+000 nm

### 4.6.6 Data Volume Pori Total

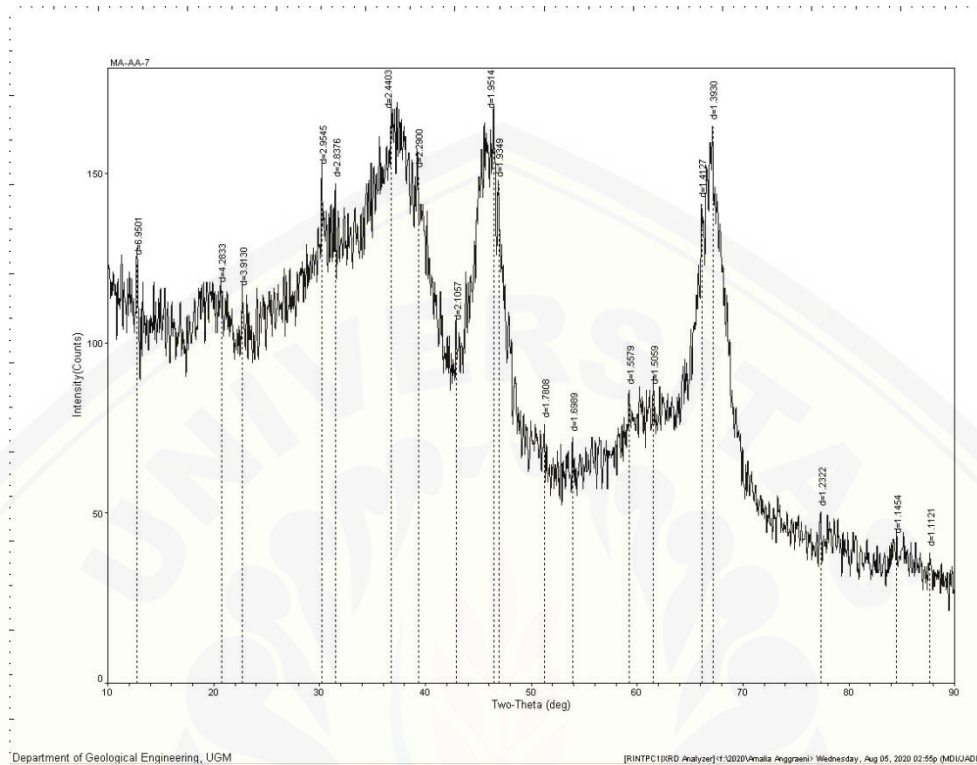
Total Pore Volume results

---

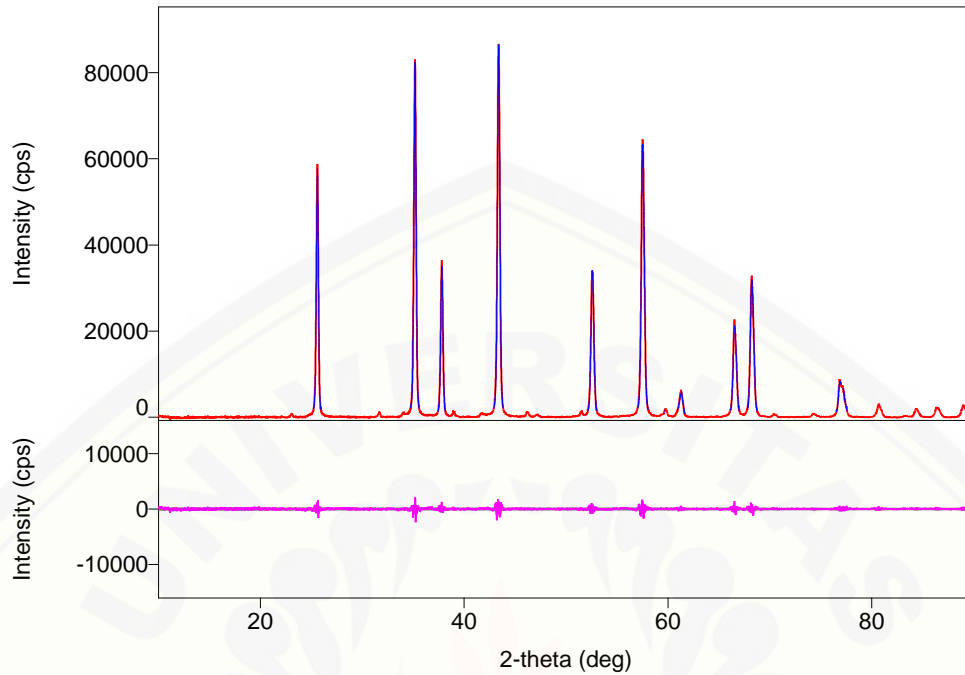
**Total Pore Volume for pores smaller than at relative pressure** 3,2994e-001 cc/g  
 18,63 nm (radius)  
 0,94554

## Lampiran 4.7 Hasil Karakterisasi X-ray Diffraction

### 4.7.1 Hasil XRD $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>



2-Theta	d(Å)	BG	Height	I%	FWHM
12,726	6,9501	98	26	65	0,418
20,72	4,2833	107	9	22,5	0,1
22,706	3,913	98	17	42,5	0,431
30,225	2,9545	123	28	70	0,288
31,502	2,8376	124	23	57,5	0,227
36,799	2,4403	152	20	50	0,25
39,312	2,29	133	17	42,5	0,505
42,914	2,1057	93	12	30	0,197
46,498	1,9514	131	38	95	0,596
46,919	1,9349	124	23	57,5	0,312
51,259	1,7808	63	13	32,5	0,19
53,925	1,6989	58	14	35	0,357
59,263	1,5579	72	14	35	0,299
61,531	1,5059	75	11	27,5	0,345
66,084	1,4127	118	23	57,5	0,285
67,139	1,393	124	40	100	0,667
77,379	1,2322	37	13	32,5	0,143
84,52	1,1454	35	7	17,5	0,1
87,68	1,1121	29	9	22,5	0,382

4.7.2 Hasil XRD  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)
23.07(2)	3.852(4)	478(64)	0.211(19)	107(12)
25.5942(14)	3.47765(19)	40792(589)	0.2167(10)	11066(33)
31.690(5)	2.8212(5)	883(87)	0.209(11)	254(8)
34.02(4)	2.633(3)	516(66)	0.22(3)	141(15)
35.1621(14)	2.55019(10)	60597(718)	0.2240(10)	16837(41)
37.788(2)	2.37878(13)	26292(473)	0.2243(15)	7355(27)
38.986(18)	2.3084(10)	920(88)	0.215(18)	251(11)
41.70(3)	2.1645(13)	484(64)	0.31(3)	249(19)
43.3612(17)	2.08508(8)	65493(746)	0.2427(11)	19535(50)
46.175(17)	1.9643(7)	947(90)	0.21(3)	317(11)
47.143(18)	1.9263(7)	437(61)	0.29(3)	167(9)
51.545(14)	1.7716(4)	848(85)	0.23(3)	287(12)
52.550(2)	1.74006(8)	26639(476)	0.2720(17)	9074(29)
57.492(2)	1.60170(5)	50468(655)	0.2810(14)	17503(44)
59.40(3)	1.5548(6)	361(55)	0.34(7)	149(25)
59.741(9)	1.5466(2)	1504(113)	0.204(13)	375(23)
61.307(6)	1.51084(14)	4281(191)	0.384(6)	2004(16)
66.506(3)	1.40479(6)	17598(387)	0.295(3)	6495(29)
68.198(3)	1.37400(4)	26604(475)	0.300(2)	9848(31)
70.41(3)	1.3362(5)	474(63)	0.30(3)	152(11)
74.26(2)	1.2760(3)	694(77)	0.30(3)	334(10)
76.851(4)	1.23942(6)	6940(243)	0.298(8)	2649(98)
77.220(5)	1.23442(7)	3633(176)	0.31(2)	1467(96)
80.687(13)	1.18988(15)	2130(135)	0.426(9)	982(16)
83.30(3)	1.1590(3)	200(41)	0.46(7)	109(11)

84.352(10)	1.14729(11)	1662(119)	0.340(12)	668(17)
85.94(5)	1.1301(5)	138(34)	0.29(10)	43(17)
86.353(6)	1.12575(6)	1784(123)	0.423(13)	804(18)
88.52(3)	1.1037(3)	240(45)	0.30(8)	80(29)
88.952(10)	1.09947(10)	2232(138)	0.380(13)	952(36)

### Lampiran 4.8 Data Standar ICSD $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> #10425

```

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 4.9 Data Standar ICSD $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> #95302

```

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

```