

# Pengaruh pH dan Suhu Presipitasi Terhadap Sintesis Katalis Hidrotalsit Mg/Al

**Ayu Ratna Permanasari, C. Yudha Hidayatulloh, Solehuddin Al-Ayubi, Rony Pasonang Sihombing**

*Jurusan Teknik Kimia, Politeknik Negeri Bandung, Bandung 40012  
E-mail : ayu.ratna@polban.ac.id*

## ABSTRAK

Hidrotalsit Mg/Al merupakan salah satu katalis yang dapat dimanfaatkan dalam proses isomerisasi Glukosa menjadi Fruktosa dimana katalis ini disintesis dengan bahan utama  $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$  dan  $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ . Tujuan dari penelitian ini adalah mengetahui pengaruh pH dan suhu presipitasi terhadap sintesis katalis Hidrotalsit Mg/Al. Sintesis Hidrotalsit Mg/Al dengan anion interlayer  $CO_3^{2-}$  menggunakan metode kopresipitasi dengan variasi pH dan suhu presipitasi ditetapkan menggunakan metode *Response Surface Method* (RSM). Perbandingan mol yang digunakan yaitu 3:1 untuk  $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$  dan  $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ . Proses sintesis Hidrotalsit Mg/Al dengan nilai pH dan suhu presipitasi yang telah ditetapkan dengan metode RSM dilakukan selama 18 jam dan dilanjutkan dengan pengeringan hingga massa konstan. Katalis selanjutnya diaktifasi dengan proses kalsinasi pada suhu 500°C selama 3 jam. Massa katalis ditimbang setelah seluruh proses sintesis dan aktivasi dilakukan. Katalis Hidrotalsit Mg/Al dianalisis secara statistik metode RSM menggunakan aplikasi Minitab 19 untuk mengetahui respon pH dan suhu presipitasi terhadap perolehan massa katalisnya. Hasil terbaik yaitu pada katalis run 9 dengan perolehan massa sebesar 4,523 gram. Katalis Hidrotalsit Mg/Al selanjutnya dilakukan karakterisasi menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) untuk mengetahui gugus fungsi yang terbentuk dan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui kristalinitas Hidrotalsit Mg/Al yang dihasilkan.

### Kata Kunci.

*Hidrotalsit Mg/Al, kopresipitasi, katalis, Response Surface Methode (RSM)*

## 1. PENDAHULUAN

Penggunaan enzim dalam industri gula rafinasi pada proses isomerisasi Glukosa menjadi Fruktosa sangat bergantung pada kondisi operasi yang harus terjaga dan umumnya memerlukan waktu yang cukup lama. Penggunaan katalis heterogen dikembangkan untuk mempercepat proses isomerisasi. Katalis heterogen yang dapat digunakan diantaranya Hidrotalsit dan Zeolit sebagai pengganti biokatalis enzim *Glukoisomerase*. Penggunaan katalis Hidrotalsit/Hidrotalsit Mg/Al cocok digunakan karena mudah dipisahkan, dapat digunakan berkali-kali tanpa kehilangan aktivitas katalitiknya dan tidak mudah terkontaminasi [1]. Karakteristik Hidrotalsit Mg/Al dipengaruhi oleh kondisi operasi proses sintesisnya seperti perbandingan senyawa penyusun, pH, suhu, dan waktu kopresipitasi. Karakteristik Hidrotalsit Mg/Al yang dihasilkan akan memengaruhi efektivitas isomerisasi Glukosa menjadi Fruktosa yang diketahui sebagai *yield* isomerisasi. Selain digunakan untuk isomerisasi Glukosa menjadi Fruktosa [1]; [2]; [3]; [4]; [5]; [6]; [7], Hidrotalsit Mg/Al juga dapat diaplikasikan sebagai katalis heterogen isomerisasi Aldol menjadi *Eugenol* dan *Safrole* [8], *hydro* desulfurisasi FCC *Gasoline* [9], *hydro* desulfurisasi dengan keberadaan *Olefin* [10], menghilangkan kandungan Timbal [11], menghilangkan kandungan Kromat [12],

transesterifikasi Etil Asetat menjadi Metil Asetat [13], proses *biodiesel* [14], dan kondensasi Aldol [15];[16].

Hidrotalsit Mg/Al memiliki rumus umum  $[M^{2+}]_{x}M^{3+}_{x}(OH)_2]^{x+}(A^{n-})_{x/n}.mH_2O$  yaitu  $M^{2+}$  dan  $M^{3+}$  merupakan logam bervalensi 2 dan 3, n merupakan fraksi mol dari  $M^{3+}/(M^{3+}+M^{2+})$ , A merupakan anion penyeimbang antar lapisan, m merupakan jumlah molekul air dan x merupakan angka dengan rentang 0,17 s.d. 0,33 [17]. Hidrotalsit Mg/Al merupakan lempung anionik yang memiliki potensi keefektifan katalis karena pengontrolan komposisi kimia tergolong mudah, luas permukaannya tinggi dan adanya anion terinterkalasi pada lapisannya [17]. Rumus molekul Hidrotalsit Mg/Al yang dibuat dengan perbandingan mol 3:1 yaitu  $[Mg_{0.751}Al_{0.249}(OH)_2](CO_3)_{0,125.062}H_2O_{(s)}$  [18].

Aktivitas katalitik Hidrotalsit Mg/Al dapat ditentukan oleh luas permukaannya untuk memperbesar kontak atau interaksi sehingga *yield* meningkat. Hidrotalsit Mg/Al telah digunakan sebagai katalis untuk isomerisasi Glukosa menjadi Fruktosa selama 7 jam menghasilkan *yield* 1,94%, sementara penggunaan biokatalis enzim *Glukoisomerase* selama 43 jam menghasilkan *yield* 6,18% [19]. Rendahnya *yield* berkaitan dengan kualitas Hidrotalsit Mg/Al yang kurang baik dalam proses sintesis dan aktivasinya. Parameter sintesis yang dapat berperan yaitu pH dan suhu presipitasi untuk menentukan luas permukaan dan

kristalinititas yang memengaruhi aktivitas katalitik Hidrotalsit Mg/Al [20].

Berdasarkan hal tersebut penelitian ini akan menitikberatkan pada pengaruh pH dan suhu presipitasi terhadap sintesis katalis Hidrotalsit Mg/Al untuk dilihat pengaruhnya dalam perolehan massa yang terbentuk.

## 2. METODE

Variasi pH dan suhu presipitasi ditentukan menggunakan RSM melalui kajian pustaka terlebih dahulu seperti ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Kondisi Operasi Sintesis Hidrotalsit Mg/Al

| Sumber | pH         | Suhu Presipitasi (°C) |
|--------|------------|-----------------------|
| [20]   | 10         | 75                    |
| [17]   | 10         | 50                    |
| [2]    | 9,5        | 25                    |
| [4]    | 8,5 - 10,2 | 30                    |
| [21]   | Basa       | 120                   |
| [5]    | 7,6 - 8    | 65                    |
| [3]    | 9,5        | 25                    |
| [9]    | 8,5        | 110                   |

Berdasarkan beberapa kajian pustaka tersebut maka input rentang pH RSM menggunakan Minitab 19 adalah 7,5 sampai 10,5 dan suhu presipitasi pada rentang 25°C sampai 65°C sehingga menghasilkan data seperti pada Tabel 2.

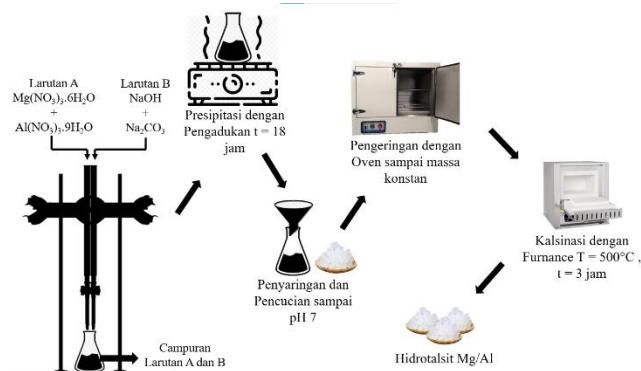
Tabel 2. Variasi pH dan Suhu Presipitasi Response Surface Method (RSM)

| Std Order | Run Order | Pt Type | Blocks | pH    | Suhu Presipitasi (°C) |
|-----------|-----------|---------|--------|-------|-----------------------|
| 1         | 1         | 1       | 1      | 7,5   | 25                    |
| 2         | 2         | 1       | 1      | 10,5  | 25                    |
| 3         | 3         | 1       | 1      | 7,5   | 65                    |
| 4         | 4         | 1       | 1      | 10,5  | 65                    |
| 5         | 5         | -1      | 1      | 6,87  | 45                    |
| 6         | 6         | -1      | 1      | 11,12 | 45                    |
| 7         | 7         | -1      | 1      | 9     | 25                    |
| 8         | 8         | -1      | 1      | 9     | 73,28                 |
| 9         | 9         | 0       | 1      | 9     | 45                    |
| 10        | 10        | 0       | 1      | 9     | 45                    |
| 11        | 11        | 0       | 1      | 9     | 45                    |
| 12        | 12        | 0       | 1      | 9     | 45                    |
| 13        | 13        | 0       | 1      | 9     | 45                    |

### 2.1 SINTESIS Hidrotalsit Mg/Al

Sintesis Hidrotalsit Mg/Al dilakukan dengan metode kopresipitasi menggunakan bahan kimia  $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$  p.a,  $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$  p.a  $NaOH$  p.a,  $Na_2CO_3$  p.a, dan aquadest. Rasio mol  $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$

dan  $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$  yaitu 0,06 mol:0,02 mol yang dilarutkan sampai volume 200 mL aquadest, ini kemudian disebut sebagai larutan A. Campuran larutan  $NaOH$  1 N dan 0,5 N disebut sebagai larutan B. Larutan A dan larutan B akan diteteskan secara bertahap menggunakan buret 25 mL sambil diaduk untuk meningkatkan potensi Hidrotalsit Mg/Al yang terbentuk dan meminimalisir pembentukan zat lain. Proses sintesis secara Hidrotalsit Mg/Al dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Skema Percobaan Sintesis Katalis Hidrotalsit Mg/Al

Campuran larutan A dan B diaduk menggunakan *magnetic stirrer* untuk homogenisasi larutan sehingga meningkatkan akurasi pengukuran pH. Nilai pH diatur sesuai variasi yang telah ditetapkan. Campuran dari larutan A dan B akan membentuk endapan berwarna putih. Selanjutnya dilakukan presipitasi selama 18 jam dengan variasi suhu presipitasi yang telah ditetapkan. Larutan yang telah dipresipitasi selama 18 jam selanjutnya disaring dan endapannya dicuci menggunakan aquadest hingga pH netral. Padatan dikeringkan dalam oven hingga mencapai massa konstan untuk selanjutnya digerus menjadi halus sehingga mendapatkan ukuran yang seragam.

Aktivasi katalis Hidrotalsit Mg/Al dilakukan dengan mengkalsinasi padatan yang diperoleh pada suhu 500°C selama 3 jam. Kalsinasi menyebabkan teroksidasinya Mg dan Al menjadi Mg-O dan Al-O, tetapi ini tidak akan mempengaruhi aktivitas katalitiknya [2]. Katalis Hidrotalsit Mg/Al hasil kalsinasi akan dianalisis menggunakan FTIR untuk mengetahui keberadaan gugus fungsinya dan menggunakan XRD untuk mengetahui kristalinitas dan kandungan Hidrotalsit Mg/Al dalam sampel.

Penggunaan  $Na_2CO_3$  pada sintesis Hidrotalsit Mg/Al menunjukkan bahwa  $CO_3^{2-}$  merupakan anion antarlapis yang berfungsi untuk menjaga kestabilan Hidrotalsit Mg/Al sehingga mencegah zat lain yang berpeluang masuk mengganggu karakteristik dan fungsi Hidrotalsit Mg/Al. Tingkat kestabilan Hidrotalsit ditunjukkan dengan nilai basal spasing yang kecil seperti rincian pada Tabel 3 [22].

**Tabel 3.** Basal Spasing Anion Antarlapis

| Anion                        | Basal Spasing (Å) | Anion                         | Basal Spasing (Å) |
|------------------------------|-------------------|-------------------------------|-------------------|
| OH <sup>-</sup>              | 7,55              | I <sup>-</sup>                | 8,16              |
| F <sup>-</sup>               | 7,66              | CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> | 7,65              |
| Cl <sup>-</sup>              | 7,86              | NYS <sup>2-</sup>             | 13,00             |
| Br <sup>-</sup>              | 7,95              | SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> | 8,58              |
| NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> | 8,79              |                               |                   |

Hidrotalsit Mg/Al pada penelitian ini dibuat dengan rasio mol 3:1. Karakteristik vibrasi FTIR dapat ditunjukkan pada Tabel 4 [23].

**Tabel 4.** Vibrasi Panjang Gelombang Anion

| Karakteristik   | Panjang Gelombang (cm <sup>-1</sup> ) |
|---|---------------------------------------|
| O-H stretching vibration  | 3464                                  |
| O-H bending vibration   | 1635                                  |
| CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> /NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> vibration | 1381                                  |
| NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> vibration                                | 833                                   |
| Al-OH translation   | -                                     |
| CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> /NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> vibration | 678                                   |
| Mg-O-Al vibration   | 447                                   |

Berdasarkan acuan tersebut hasil karakterisasi FTIR Hidrotalsit Mg/Al yang telah dibuat akan diidentifikasi.

### 3. HASIL DAN PEMBAHASAN

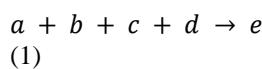
#### 3.1 Perolehan Massa Katalis Hidrotalsit Mg/Al

Perolehan massa Hidrotalsit Mg/Al yang dihasilkan pada kondisi operasi sesuai RSM ditunjukkan pada Tabel 5.

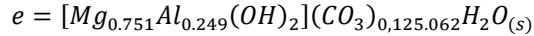
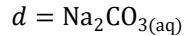
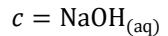
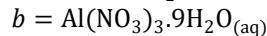
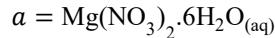
**Tabel 5.** Perolehan Massa Katalis Hidrotalsit Mg/Al

| RSM   | Perolehan Massa (gram) | Volume Terpakai (mL) |           | Total Volume (mL) |
|-------|------------------------|----------------------|-----------|-------------------|
|       |                        | Larutan A            | Larutan B |                   |
| pH    | Suhu (°C)              |                      |           |                   |
| 7,5   | 25                     | 2,8127               | 225       | 245               |
| 10,5  | 25                     | 1,966                | 200       | 255               |
| 7,5   | 65                     | 2,386                | 215       | 190               |
| 10,5  | 65                     | 2,6342               | 210       | 265               |
| 6,87  | 45                     | 2,2809               | 240       | 205               |
| 11,12 | 45                     | 3,1343               | 215       | 275               |
| 9     | 25                     | 2,5529               | 200       | 225               |
| 9     | 73,2843                | 2,4707               | 210       | 230               |
| 9     | 45                     | 4,523                | 220       | 235               |
| 9     | 45                     | 3,0067               | 205       | 230               |
| 9     | 45                     | 4,1602               | 220       | 240               |
| 9     | 45                     | 3,0535               | 210       | 220               |
| 9     | 45                     | 3,8404               | 210       | 230               |
|       |                        |                      |           | 440               |

Massa katalis Hidrotalsit Mg/Al ditimbang setelah proses sintesis dan kalsinasi selesai. Perkiraan reaksi yang terjadi untuk Hidrotalsit Mg/Al yang dibuat dengan rasio mol 3:1 ditunjukkan pada reaksi nomor 1 [18].



Dimana :



Belum ada penelitian yang mempelajari secara detail mengenai reaksi makro atau mikromolekul terhadap sintesis Hidrotalsit Mg/Al, tetapi dapat dimaknai bahwa ion Na<sup>+</sup>, ion NO<sub>3</sub><sup>-</sup> dan ion bebas lainnya hilang setelah pencucian menggunakan aquadest [24]. Tetapi berdasarkan reaksi tersebut dapat diprediksi menggunakan perhitungan secara stoikiometri bahwa massa Hidrotalsit teoritis Mg/Al adalah 6,1928 gram.

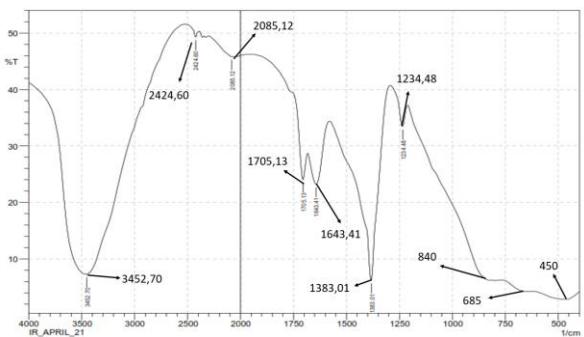
Perolehan massa terbesar yaitu pada run 9 sebanyak 4,523 gram sehingga yield perolehan massa terbesar adalah 73,03%. Jika dibandingkan dengan variasi RSM yang lain, kondisi operasi sintesis pH 9 dengan suhu presipitasi 45°C cenderung menghasilkan perolehan massa yang lebih besar, ini menunjukkan bahwa kondisi operasi tersebut merupakan kondisi optimum untuk memperoleh massa Hidrotalsit Mg/Al yang banyak. Tinggi atau rendahnya massa Hidrotalsit Mg/Al dapat diupayakan dengan mengontrol kecepatan pengadukan dan waktu presipitasi sehingga massa Hidrotalsit yang dihasilkan banyak dan memiliki kristalinitas yang baik [9]. Hidrotalsit Mg/Al yang dihasilkan merupakan serbuk berwarna putih seperti yang ditampilkan pada Gambar 2.



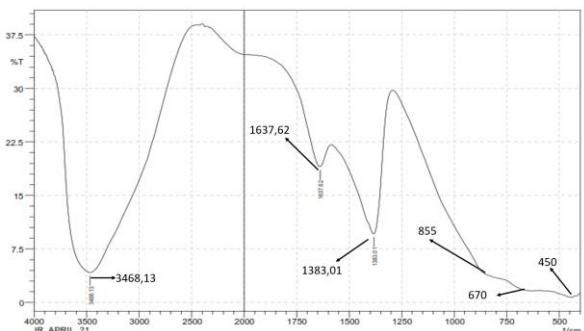
**Gambar 2.** Pencitraan Sampel Hidrotalsit Mg/Al run 9

#### 3.2 Karakterisasi Fourier Transform Infra Red (FTIR) Hidrotalsit Mg/Al

Penggunaan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> akan membentuk anion CO<sub>3</sub><sup>2-</sup> dengan basal spasing cukup kuat yaitu 7,65 Å dan memiliki stabilitas yang baik sehingga meminimalisir penyimpangan analisis FTIR [25]. Karakterisasi FTIR dilakukan pada Hidrotalsit Mg/Al pH paling rendah yaitu run 5 dan pH paling tinggi yaitu run 6 sebagai pendekatan bahwa pH menunjukkan banyak atau sedikitnya penambahan larutan A dan larutan B yang bereaksi. Hasil karakterisasi FTIR yang telah dilakukan ditunjukkan masing-masing pada Gambar 3 dan 4.



Gambar 3. Spektra FTIR Hidrotalsit Mg/Al run 5



Gambar 4. Spektra FTIR Hidrotalsit Mg/Al run 6

Interpretasi dari hasil analisis FTIR Hidrotalsit Mg/Al pada run 5 yaitu lebih banyak anion yang terdeteksi gugus fungsinya daripada spektra FTIR run 6 karena pada pH yang terlalu basa akan menyebabkan penurunan rasio [26].

Melalui pendekatan dari literatur, pembentukan Hidrotalsit Mg/Al pada run 5 dapat dilihat pada Tabel 6, sedangkan pembentukan Hidrotalsit Mg/Al pada pH run 6 dapat dilihat pada Tabel 7.

Tabel 6. Pembentukan Hidrotalsit Mg/Al pada run 5

| Panjang Gelombang         | Vibrasi                       | Sumber |
|---------------------------|-------------------------------|--------|
| 450/cm                    | Mg-O-Al                       | [18]   |
| 685/cm                    | Mg-Al                         | [18]   |
| 840/cm                    | NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>  | [18]   |
| 1234,48/cm                | C-C                           | [27]   |
| 1383,01/cm                | CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> | [27]   |
| 1705,13/cm                | C=O                           | [27]   |
| 2085,12/cm dan 2424,60/cm | C-H                           | [27]   |
| 3452,70/cm                | OH                            | [27]   |

Tabel 7. Pembentukan Hidrotalsit Mg/Al pada run 6

| Panjang Gelombang | Vibrasi                       | Sumber |
|-------------------|-------------------------------|--------|
| 450/cm            | Mg-O-Al                       | [18]   |
| 670/cm            | Mg-Al                         | [18]   |
| 855/cm            | NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>  | [18]   |
| 1383,01/cm        | CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> | [18]   |
| 1637,62/cm        | C=O                           | [27]   |
| 3468,13/cm        | OH                            | [27]   |

Berdasarkan hasil analisis FTIR bahwa kadar air yang dapat mengganggu aktivitas katalitik sudah berhasil dikurangi walaupun pada panjang gelombang

1643,41/cm dan 1637,62/cm bisa juga disebabkan oleh vibrasi halus molekul H<sub>2</sub>O pada antarlapis Hidrotalsit Mg/Al [27]. Kalsinasi yang menyebabkan terbentuknya oksida Mg dan Al telah terbentuk yang dibuktikan dengan adanya vibrasi Mg-O-Al pada spektra FTIR. Anion antarlapis CO<sub>3</sub><sup>2-</sup> teridentifikasi sebagai penjaga kestabilan Hidrotalsit Mg/Al dalam antarlapsinya. Pada penelitian ini Hidrotalsit Mg/Al dengan anion antarlapis CO<sub>3</sub><sup>2-</sup> telah berhasil terbentuk.

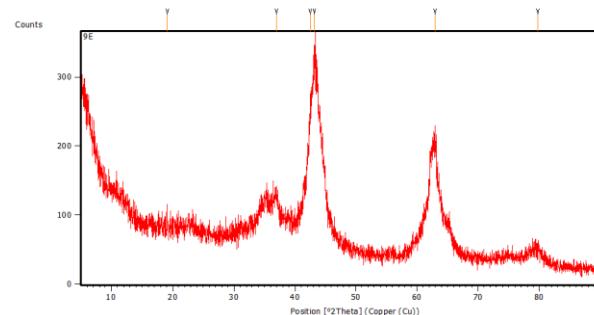
### 3.3 Karakterisasi X-Ray Diffraction (XRD) Hidrotalsit Mg/Al

Data lengkap karakterisasi XRD dapat diakses di bit.ly/r13rsm. Sampel run 13 digunakan untuk karakrisasi XRD. Hasil karakterisasi XRD dapat dilihat pada Tabel 8.

Tabel 8. Pembentukan Hidrotalsit Mg/Al run 13

| Sampl        |               | JCPDS               |          |
|--------------|---------------|---------------------|----------|
| 2θ [°]       | I [%]s        | 2θ [°] <sub>t</sub> | I [%]std |
| 19,1875      | 4,6257        | 10,56               | 20,442   |
| 36,8999      | 2,4360        | 13,25               | 37,408   |
| 42,5363      | 2,1253        | 71,19               | 41,010   |
| 43,2217      | 2,0932        | 100,00              | 44,762   |
| 62,9904      | 1,4744        | -                   | 1,0230   |
| <b>Total</b> | <b>244,36</b> |                     |          |

Difraktogram sampel run 13 yang dianalisis dengan panjang gelombang X-Ray 1,54060 Å dapat dilihat pada Gambar 5.



Gambar 5. Difraktogram Hidrotalsit Mg/Al run 13

Kristalinitas sampel dapat ditentukan dengan persamaan Scherrer nomor 2 [28].

$$t = \frac{0,9 \times \lambda}{FWHM \times \cos \theta} \quad (2)$$

Dimana :

- t = Ukuran kristal (Å)
- λ = Panjang Gelombang X-Ray (Å)
- FWHM = Full Width at Half Maximum (°)
- θ = Sudut Difraksi (°)

Hasil analisis menunjukkan bahwa intensitas sampel terbesar menghasilkan FWHM 0.9368 dan posisi 2θ 43,2217 sehingga ukuran kristal Hidrotalsit Mg/Al adalah 1,6 Å. Ukuran kristal tersebut menunjukkan bahwa sampel Hidrotalsit Mg/Al yang terbentuk

merupakan padatan semi kristalin. Hal ini diperkuat dengan adanya puncak-puncak tajam pada difraktogram Hidrotalsit Mg/Al hasil sintesis [28].

Kandungan Hidrotalsit Mg/Al dalam sampel dapat dihitung melalui persamaan nomor 3 [19].

$$\% \text{ HT Mg/Al} = \frac{[I/I_1]_s}{[I/I_1]_t} \times 100\% \quad (3)$$

Dimana :

$[I/I_1]_s$  = Intensitas relatif puncak senyawa dalam sampel

$[I/I_1]_t$  = Intensitas relatif total sampel

Berdasarkan persamaan tersebut persentase kandungan Hidrotalsit Mg/Al dalam sampel yaitu 79,80%. Berdasarkan literatur, persentase kandungan Hidrotalsit Mg/Al yang bisa dihasilkan mencapai 53,38% [19]. Tinggi atau rendahnya kandungan Hidrotalsit Mg/Al yang dihasilkan dapat disebabkan oleh terjadinya dekomposisi Hidrotalsit Mg/Al pada saat kalsinasi membentuk oksida Mg dan Al. Hal ini diperkuat oleh hasil karakterisasi FTIR dengan adanya vibrasi Mg-O-Al pada sampel. Tetapi pembentukan oksida tersebut tidak akan menurunkan aktivitas katalitiknya karena ketika digunakan untuk isomerisasi Glukosa menjadi Fruktosa menghasilkan *yield* sebesar 26% dimana regenerasi katalis dengan dilakukan kalsinasi kembali tetap diperoleh *yield* yang sama [4].

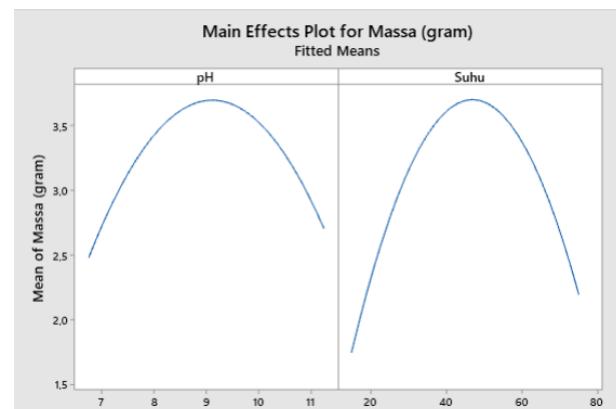
### 3.4 Analisis Response Surface Method (RSM)

Analisis RSM ini menggunakan aplikasi Minitab 19 yang terfokus terkait signifikansi pH dan suhu presipitasi pada perolehan massa katalis Hidrotalsit Mg/Al. Hasil analisis RSM ditunjukkan pada Tabel 6.

**Tabel 9.** Pengujian Pengaruh Variasi Menggunakan RSM

| Source            | DF | Adj SS | Adj MS | F-Value | P-Value |
|-------------------|----|--------|--------|---------|---------|
| Model             | 5  | 4,693  | 0,938  | 2,85    | 0,103   |
| Linear            | 2  | 0,192  | 0,096  | 0,29    | 0,755   |
| -pH               | 1  | 0,046  | 0,046  | 0,14    | 0,719   |
| -Suhu             | 1  | 0,146  | 0,146  | 0,44    | 0,527   |
| Square            | 2  | 4,347  | 2,173  | 6,59    | 0,025   |
| -pH*pH            | 1  | 1,684  | 1,684  | 5,11    | 0,058   |
| -Suhu*Suhu        | 1  | 2,841  | 2,841  | 8,61    | 0,022   |
| 2-Way Interaction | 1  | 0,299  | 0,299  | 0,91    | 0,372   |
| -pH*Suhu          | 1  | 0,299  | 0,299  | 0,91    | 0,372   |
| Error             | 7  | 2,308  | 0,329  |         |         |
| -Lack of Fit      | 3  | 0,502  | 0,167  | 0,37    | 0,779   |
| -Pure Error       | 4  | 1,806  | 0,451  |         |         |
| Total             | 12 | 7,002  |        |         |         |

Berdasarkan kesepakatan statistika bahwa untuk menentukan signifikansi variabel maka digunakan nilai maksimum  $\alpha=0,05$ . Signifikansi variabel dilihat berdasarkan model linear pada nilai P-Value. Hasil analisis RSM menunjukkan bahwa pengaruh pH dan suhu presipitasi tidak berpengaruh secara signifikan terhadap perolehan massa Hidrotalsit Mg/Al karena nilai P-Value pH dan suhu presipitasi berturut-turut 0,719 dan 0,527, kemudian untuk P-Value 2 way interaction yaitu 0,372 dimana nilai tersebut masih lebih dari nilai  $\alpha$ . Signifikansi variabel yang memengaruhi perolehan massa Hidrotalsit Mg/Al dapat disebabkan oleh faktor lain seperti rasio mol dan waktu presipitasi yang harus diteliti lebih lanjut. Kecenderungan perolehan massa Hidrotalsit Mg/Al yang dianalisis menggunakan RSM memberikan hasil seperti pada Gambar 6.



**Gambar 6.** Factorial Plot Perolehan Massa Hidrotalsit Mg/Al

Berdasarkan kurva tersebut bahwa kondisi optimum untuk memperoleh massa Hidrotalsit Mg/Al paling banyak adalah pada kondisi operasi sintesis pH 9 dan suhu presipitasi 45°C, walaupun masih harus dicari variabel lain yang berpengaruh signifikan terhadap perolehan massa katalis Hidrotalsit Mg/Al karena penelitian ini hanya memfokuskan terhadap perolehan massa oleh pengaruh pH dan suhu presipitasi saja.

### KESIMPULAN

1. Kondisi optimum sintesis Hidrotalsit Mg/Al yaitu pada sampel run 9 yang menghasilkan 4,523 gram Hidrotalsit Mg/Al.
2. Hasil analisis RSM menunjukkan bahwa pH dan suhu presipitasi tidak berpengaruh secara signifikan terhadap perolehan massa katalis Hidrotalsit Mg/Al.

### UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada P3M Politeknik Negeri Bandung atas dukungan dan pendanaan pada skema penelitian mandiri dengan surat perjanjian nomor 105.55/PL1.R7/PG.00.03/2021.

## **DAFTAR PUSTAKA**

- [1] I. Delidovich dan R. Palkovits, "Catalytic Activity and Stability of Hydrophobic Mg-Al Hydrotalcites in The Continuous Aqueous-Phase Isomerization of Glucose into Fructose," *Catal. Sci. Technol.*, vol. 4, no. 12, hal. 4322–4329, 2014, doi: 10.1039/c4cy00776j.
- [2] S. Yu, E. Kim, S. Park, I. K. Song, dan J. C. Jung, "Isomerization of Glucose into Fructose over Mg-Al Hydrotalcite Catalysts," *Catal. Commun.*, vol. 29, hal. 63–67, 2012, doi: 10.1016/j.catcom.2012.09.015.
- [3] J. Y. Kang, G. Lee, Y. W. Suh, dan J. C. Jung, "Effect of Mg/Al Atomic Ratio of Mg-Al Hydrotalcites on Their Catalytic Properties for the Isomerization of Glucose to Fructose," *J. Nanosci. Nanotechnol.*, vol. 17, no. 11, hal. 8242–8247, 2017, doi: 10.1166/jnn.2017.15081.
- [4] I. Delidovich dan R. Palkovits, "Structure-Performance Correlations of Mg-Al Hydrotalcite Catalysts for the Isomerization of Glucose into Fructose," *J. Catal.*, vol. 327, hal. 1–9, 2015, doi: 10.1016/j.jcat.2015.04.012.
- [5] M. Yabushita, N. Shibayama, K. Nakajima, dan A. Fukuoka, "Selective Glucose-to-Fructose Isomerization in Ethanol Catalyzed by Hydrotalcites," *ACS Catal.*, vol. 9, no. 3, hal. 2101–2109, 2019, doi: 10.1021/acscatal.8b05145.
- [6] D. Steinbach, A. Klier, A. Kruse, J. Sauer, S. Wild, dan M. Zanker, "Isomerization of Glucose to Fructose in Hydrolysates from Lignocellulosic Biomass using Hydrotalcite," *Processes*, vol. 8, no. 6, hal. 1–15, 2020, doi: 10.3390/PR8060644.
- [7] A. R. Permanasari, F. Yulistyani, R. F. Gustaji, Karisma, dan W. Wibisono, "Isomerization and Evaporation of Red Sorghum Hydrolyzate Sugar into Fructose Syrup through Water and Ethanol-Water as the Media," vol. 1, no. 1, hal. 45–55, 2020.
- [8] D. Kishore dan S. Kannan, "Double Bond Migration of Eugenol to Isoeugenol Over as Synthesized Hydrotalcites and their Modified Forms," *Appl. Catal. A Gen.*, vol. 270, no. 1–2, hal. 227–235, 2004, doi: 10.1016/j.apcata.2004.05.008.
- [9] R. Zhao, C. Yin, H. Zhao, dan C. Liu, "Synthesis , Characterization , and Application of Hydotalcites in Hydrodesulfurization of FCC Gasoline," vol. 81, hal. 201–209, 2003, doi: 10.1016/S0378-3820(03)00012-2.
- [10] T. L. Coelho *dkk.*, "Characterisation and Performance of Hydrotalcite\_Derived CoMo Sulphide Catalysts for Selective HDS in the Presence of Olefin," hal. 6204–6216, 2018, doi: 10.1039/c8cy01855c.
- [11] S. Yanming, L. Dongbin, L. Shifeng, F. Lihui, dan C. Shuai, "Removal of Lead from Aqueous Solution on Glutamate intercalated Layered Double Hydroxide," *Arab. J. Chem.*, 2013, doi: 10.1016/j.arabjc.2013.08.005.
- [12] G. H. Gwak, M. K. Kim, dan J. M. Oh, "Composites Of Quasi-Colloidal Layered Double Hydroxide Nanoparticles And Agarose Hydrogels For Chromate Removal," *Nanomaterials*, vol. 6, no. 2, 2016, doi: 10.3390/nano6020025.
- [13] I. Januar, "Pengaruh Kalsinasi Hidrotalsit Terhadap Aktivitas Katalitik pada Reaksi Transesterifikasi Etil Asetat menjadi Metil Asetat," *Chemical*, vol. 1, no. 1, hal. 26–37, 2018, doi: 10.20885/ijcr.vol1.iss1.art4.
- [14] D. G. Cantrell, L. J. Gillie, A. F. Lee, dan K. Wilson, "Structure-Reactivity Correlations in MgAl Hydrotalcite Catalysts for Biodiesel Synthesis," *Appl. Catal. A Gen.*, vol. 287, no. 2, hal. 183–190, 2005, doi: 10.1016/j.apcata.2005.03.027.
- [15] V. Choudhary *dkk.*, "Insights into the Interplay of Lewis and Brønsted Acid Catalysts in Glucose and Fructose Conversion to 5-(Hydroxymethyl)Furfural and Levulinic Acid in Aqueous media," *J. Am. Chem. Soc.*, vol. 135, no. 10, hal. 3997–4006, 2013, doi: 10.1021/ja3122763.
- [16] S. Handayani, C. Kusumawardani, dan K. S. Budiasih, "Sintesis dan Karakterisasi Hidrotalsit Mg/Al dengan Metode Kopresipitasi Hidrotermal untuk Reaksi Kondensasi Aldol," hal. 27–39.
- [17] F. Cavani, F. Trifirò, dan A. Vaccari, "Hydrotalcite Type Anionic Clays: Preparation, Properties and Applications," *Catal. Today*, vol. 11, no. 2, hal. 173–301, 1991, doi: 10.1016/0920-5861(91)80068-K.
- [18] R. V Prihod'ko, K. Erdmann, A. Lhor, dan R. van Santen, "Synthesis and Structural Transformations of Hydrotalcite-Like Materials Mg-Al and Zn-Al," *Russ. J. Appl. Chem.*, vol. 74, no. 1–4, hal. 1621–1626, 2014, doi: 10.1023/A.
- [19] A. R. Permanasari, A. Fauzan, N. L. Rachmalia, R. Elfanti, dan W. Wibisono, "Fructose Syrup Production from Onggok with Isomerization Process by Mg/Al Hydrotalcite Catalyst and Glucose Isomerase Enzyme," *J. Phys. Conf. Ser.*, vol. 1450, no. 1, 2020, doi: 10.1088/1742-6596/1450/1/012002.
- [20] F. Kovanda, D. Koloušek, Z. Cílová, dan V. Hulínský, "Crystallization of Synthetic Hydrotalcite under Hydrothermal Conditions," *Appl. Clay Sci.*, vol. 28, no. 1-4 SPEC. ISS., hal. 101–109, 2005, doi: 10.1016/j.clay.2004.01.009.
- [21] Z. Yang, K. M. Choi, N. Jiang, dan S. E. Park, "Microwave Synthesis of Hydrotalcite by Urea Hydrolysis," *Bull. Korean Chem. Soc.*, vol. 28, no. 11, hal. 2029–2033, 2007, doi: 10.5012/bkcs.2007.28.11.2029.
- [22] S. Miyata, "Anion Exchange Properties of Hydrotalcite Like Compounds," *Clays Clay Miner.*, vol. 31, no. 4, hal. 305–311, 1983, doi: 10.1346/CCMN.1983.0310409.
- [23] B. Wiyantoko, P. Kurniawati, T. E. Purbaningtias, dan I. Fatimah, "Synthesis and Characterization of Hydrotalcite at Different Mg/Al Molar Ratios," *Procedia Chem.*, vol. 17, hal. 21–26, 2015, doi: 10.1016/j.proche.2015.12.115.
- [24] M. X. Zhu, Y. P. Li, M. Xie, dan H. Z. Xin, "Sorption of an Anionic Dye by Uncalcined and Calcined Layered Double Hydroxides: A Case Study," *J. Hazard. Mater.*, vol. 120, no. 1–3, hal. 163–171, 2005, doi: 10.1016/j.hazmat.2004.12.029.

- [25] M. Yang dkk., “Mg/Al-CO<sub>3</sub> Layered Double Hydroxide Nanorings,” *J. Mater. Chem.*, vol. 21, no. 38, hal. 14741–14746, 2011, doi: 10.1039/c1jm12129d.
- [26] M. Al Muttaqii dkk., “Pengaruh Aktivasi secara Kimia menggunakan Larutan Asam dan Basa terhadap Karakteristik Zeolit Alam,” *J. Ris. Teknol. Ind.*, vol. 13, no. 2, hal. 266, 2019, doi: 10.26578/jrti.v13i2.5577.
- [27] Y. F. Lung, Y. S. Sun, C. K. Lin, J. Y. Uan, dan H. H. Huang, “Synthesis of Mg-Fe-Cl Hydrotalcite Like Nanoplatelets as an Oral Phosphate Binder: Evaluations of Phosphorus Intercalation Activity and Cellular Cytotoxicity,” *Sci. Rep.*, vol. 6, no. September, hal. 2–12, 2016, doi: 10.1038/srep32458.
- [28] M. H. Abdellatif dan M. Mokhtar, “MgAl Layered Double Hydroxide Solid Base Catalysts for Henry Reaction: A Green Protocol,” *Catalysts*, vol. 8, no. 4, hal. 1–16, 2018, doi: 10.3390/catal8040133.