

41393/H/11



**ITS**  
Institut  
Teknologi  
Sepuluh Nopember

RSKi  
546.24  
Leg  
5-1  

---

2010

## SKRIPSI

### SINTESIS Zr-Al-MCM-41 DENGAN METODE HIDROTHERMAL DAN KARAKTERISASINYA

Faurista Agustin Lestari  
NRP 1406 100 014

#### DOSEN PEMBIMBING

Dra. Ratna Ediati, MS.Ph.D.  
Ir. Endang Purwanti, S. MT

PERPUSTAKAAN ITS	
Tgl Terima	10-8-2010
Terima Dari	H
No Agenda Ptp.	✓

#### JURUSAN KIMIA

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya 2010



**SKRIPSI**

**SYNTHESIS Zr-Al-MCM-41 WITH HYDROTHERMAL  
METHOD AND CHARACTERIZATION**

**Faurista Agustin Lestari  
NRP. 1406 100 014**

**Supervisor  
Dra. Ratna Edianti, MS.Ph.D.  
Ir. Endang Purwanti, S. MT**

**CHEMISTRY DEPARTMENT  
Faculty of Mathematics and Natural Sciences  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya 2010**

**SINTESIS Zr-Al-MCM-41 DENGAN METODE  
HIDROTERMAL DAN KARAKTERISASINYA**

**SKRIPSI**

Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh  
Gelar Sarjana Kimia Program Studi S-1  
Jurusan Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya

Oleh:  
**Faurista Agustin Lestari**  
**NRP. 1406 100 014**

Surabaya, Juli 2010

JURUSAN KIMIA  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya

LEMBAR PENGESAHAN

**SINTESIS Zr-Al-MCM-41 DENGAN METODE  
HIDROTHERMAL DAN KARAKTERISASINYA**

SKRIPSI

Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh  
Gelar Sarjana Kimia Program Studi S-1

Jurusan Kimia

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya

Oleh:

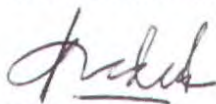
**Faurista Agustin Lestari**

**NRP. 1406 100 014**

Surabaya, Juli 2010

Menyetujui,

Dosen Pembimbing I



**Dra. Ratna Ediati, MS. Ph.D.**

**NIP. 196006221986032002**

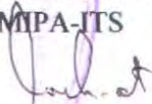
Dosen Pembimbing II



**Ir. Endang Purwanti, S. MT**

**NIP. 195601101985032001**

Mengetahui  
Ketua Jurusan Kimia  
FMIPA-ITS



**Lukman Atmaja, Ph.D**

**NIP.19610816 198903 1 001**

## SINTESIS Zr-Al-MCM-41 DENGAN METODE HIDROTERMAL DAN KARAKTERISASINYA

Nama : Faurista Agustin Lestari  
NRP : 1406 100 014  
Jurusan : KIMIA FMIPA  
Pembimbing : Dra. Ratna Ediati, MS. Ph.D.

### Abstrak

Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis Al-MCM-41, Zr-MCM-41, dan Zr-Al-MCM-41 dengan metode hidrotermal. Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD, FT-IR, dan FT-IR piridin. Difraktogram XRD dari Zr-Al-MCM-41 ditandai dengan munculnya puncak-puncak karakteristik pada  $2\theta$  sekitar  $2,42-2,56^\circ$ ;  $4,06-4,25^\circ$  dan  $4,75-4,78^\circ$ , sedangkan spektra FT-IRnya memiliki pola yang serupa dengan MCM-41. Hasil pengukuran keasaman dengan FT-IR piridin menunjukkan bahwa Al-MCM-41 mempunyai sisi asam Lewis dan gabungan sisi asam Lewis dan Brønsted. Sedangkan Zr-Al-MCM-41 mempunyai sisi asam Brønsted, disamping kedua sisi asam tersebut. Zr-Al-MCM-41 dengan rasio  $Si/(Zr+Al)=25$  mempunyai keasaman paling tinggi. Karena itu dapat dikatakan bahwa semakin banyak ion zirkonium yang ditambahkan, maka keasaman padatan yang terbentuk semakin besar.

**Kata Kunci:** MCM-41, Hidrotermal, Keasaman

## SYNTHESIS Zr-Al-MCM-41 WITH HYDROTHERMAL METHOD AND CHARACTERIZATION

Name : Faurista Agustin Lestari  
NRP : 1406 100 014  
Department : KIMIA FMIPA  
Supervisor : Dra. Ratna Ediati, MS. Ph.D.

### Abstract

In this research, synthesis of Al-MCM-41, Zr-MCM-41, and Zr-Al-MCM-41 materials have been studied with hydrothermal method. The resulting solids were characterized using XRD, FTIR, and pyridine-FTIR. The characterization results showed that the Al-MCM-41 and Zr-Al-MCM-41 had similar structure to MCM-41 which may be seen from the fact that diffraction peaks appeared at  $2\theta = 2,42-2,56^\circ$ ;  $4,06-4,25^\circ$  and  $4,75-4,78^\circ$ . Pyridine-FTIR analysis results showed that Al-MCM-41 had Lewis acid site and combined of acid sites Lewis and Brønsted, Zr-Al-MCM-41 had Brønsted acid site beside the two acid sites. Zr-Al-MCM-41 with  $Si/(Zr+Al) = 25$  showed highest acidity. Therefore, it may be concluded that the acidity of the resulting solids increased with increasing zirconium ion content.

**Keywords:** MCM-41, Hydrothermal, Base acid

## KATA PENGANTAR

Segala puji bagi Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan Tugas Akhir yang berjudul **“Sintesis dan Karakterisasi Zr-Al-MCM-41 dengan Metode Hidrotermal”** yang merupakan prasyarat untuk menyelesaikan program pendidikan Sarjana (S-1) pada Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.

Pada kesempatan ini, penulis ingin menyampaikan terima kasih kepada:

1. Ibu Dra Ratna Ediati, M.Si, Ph.D., selaku Dosen Pembimbing I yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan selama penyusunan tugas akhir ini dan selaku kepala Laboratorium Kimia Anorganik.
2. Ibu Ir. Endang Purwanti, S.MT, selaku Dosen Pembimbing II Tugas Akhir
3. Bapak Lukman Atmaja, Ph.D selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA-ITS
4. Ibu Dra. Yulfi Zetra, M.Si selaku koordinator Tugas Akhir.
5. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc selaku Dosen Wali .
6. Cak Hakim dan Mbak Istiqomah, yang membantu dalam menyediakan fasilitas untuk keperluan penelitian.
7. Bapak Zamroni di laboratorium Kimia Analitik Universitas Gadjah Mada atas bantuannya dalam analisis dengan XRD
8. Dedi Navia Sandi, sebagai *partner* dan teman diskusi dalam penelitian ini.
9. Seluruh dosen dan karyawan Jurusan Kimia FMIPA ITS atas segala dedikasinya.
10. Keluarga tercinta yang selalu memberikan dukungan dan doa.
11. Teman-teman mahasiswa Kimia FMIPA ITS angkatan 2006 yang selalu memberikan doa, bantuan dan semangat.
12. Semua pihak yang telah membantu dalam penyelesaian Tugas Akhir ini.

Penulis menyadari sepenuhnya bahwa Tugas Akhir ini tentu tidak lepas dari kekurangan, maka dari itu penulis terbuka terhadap saran dan kritik yang membangun. Semoga Tugas Akhir ini memberikan manfaat bagi penulis dan pembaca.

Surabaya, Juli 2010

Penulis



## DAFTAR ISI

JUDUL	v
LEMBAR PENGESAHAN	vii
ABSTRAK	ix
ABSTRACT	xi
KATA PENGANTAR	xiii
DAFTAR ISI	xvii
DAFTAR GAMBAR	xxi
DAFTAR TABEL	xxv
BAB I	PENDAHULUAN
	1
	1.1 Latar Belakang
	2
	1.2 Perumusan Masalah
	3
	1.3 Batasan Masalah
	4
	1.3 Tujuan Penelitian
	4
	1.4 Manfaat Penelitian
	4
BAB II	TINJAUAN PUSTAKA
	3
	2.1 Padatan Mesopori
	5
	2.2 Sintesis Material
	7
	2.3 Pengaruh Ion Logam pada MCM-41
	9
	2.4 Sintesis Al-MCM-41, Zr-MCM-41, dan
	Zr-Al-MCM-41
	10
	2.5 Metode Karakterisasi
	11
	2.5.1 <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>
	11
	2.5.2 <i>Fourier Transform Infrared</i>
	<i>Spectrophotometry (FTIR)</i>
	15
	2.5.3 Keasaman Permukaan
	17
BAB III	METODOLOGI
	21
	3.1 Alat dan Bahan
	21
	3.1.1 Alat
	21
	3.1.2 Bahan
	21
	3.2 Prosedur Kerja
	21
	3.2.1 Sintesis Al-MCM-41
	21
	3.2.2 Sintesis Zr-Al-MCM-41
	22
	3.2.3 Sintesis Zr-MCM-41
	22

	3.2.4 Karakterisasi	23
	3.2.4.1 Analisis dengan XRD	23
	3.2.4.2 Analisis dengan FT-IR	24
BAB IV	HASIL DAN PEMBAHASAN	25
	4.1 Sintesis Katalis Al-MCM-41, Zr-MCM-41, dan Zr-Al-MCM-41	25
	4.2 Karakterisasi Katalis Al-MCM-41, Zr-MCM-41, dan Zr-Al-MCM-41	26
	4.2.1 Karakterisasi dengan XRD	26
	4.2.1.1 XRD Al-MCM-41	26
	4.2.1.2 XRD Zr-MCM-41	28
	4.2.1.3 XRD Zr-Al-MCM-41	29
	4.2.2 Karakterisasi dengan FT-IR	31
	4.2.2.1 FT-IR Al-MCM-41	31
	4.2.2.2 FT-IR Zr-MCM-41	33
	4.2.2.3 FT-IR Zr-Al-MCM-41	35
	4.2.3 Karakterisasi dengan FT-IR Piridin	37
BAB V	KESIMPULAN DAN SARAN	41
	5.1 Kesimpulan	41
	5.2 Saran	41
	DAFTAR PUSTAKA	43
	LAMPIRAN	49
	BIODATA PENULIS	57

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Keluarga mesopori M41S	5
Gambar 2.2	Struktur tiga dimensi MCM-41	6
Gambar 2.3	Struktur MCM-41 dengan (a) pori silindris dan (b) pori heksagonal	7
Gambar 2.4	Mekanisme pembentukan MCM-41	8
Gambar 2.5	Pola XRD dari Al-MCM-41: (a) Al-MCM-41 (36), (b) Al-MCM-41 (57), (c) Al-MCM-41 (81), (d) Al-MCM-41 (108)	12
Gambar 2.6	Pola difraktogram MCM-41 suhu kalsinasi 100°C dengan berbeda jenis struktur	13
Gambar 2.7	Pola sudut pendek XRD pada Al-MCM-41 dan Zr-Al-MCM-41. (1) Al-MCM-41 (Si/Al=50); (2) Zr-Al-MCM-41 (Si/Zr=200); (3) Zr-Al-MCM-41 (Si/Zr=100); (4) Zr-Al-MCM-41	14
Gambar 2.8	Pola XRD Zr-MCM-41 dengan beberapa rasio variasi Si/Zr yang berbeda daengan kalsinasi 600 °C	15
Gambar 2.9	Spektra FT-IR dari sintesis xZr-MCM-41 Hasil XRD sampel A-E	16
Gambar 2.10	Spektra IR dari (a) <i>uncal</i> -Al-MCM41; (b) <i>cal</i> -Al-MCM-41; (c) H-Al-MCM-41; dan (d) SO <sub>4</sub> -Al-MCM-41 dikalsinasi	17
Gambar 2.11	Spektroskopi FT-IR piridin dari Al-MCM-41 dan Zr-Al-MCM-41; (1) Al-MCM-41 (Si/Al=50); (2) Zr-Al-MCM-41 (Si/Zr=200); (3) Zr-Al-MCM-41 (Si/Zr=100); (4) Zr-Al-MCM-41 (Si/Zr=50)	18
Gambar 2.12	Spektra FT-IR piridin dari (a) Al-MCM-41 (25), (b) Al-MCM-41 (50), (c) Al-MCM-41 (75), (d) Al-MCM-41 (100) Pola Difraktogram Al-MCM-41 (60)	19
Gambar 2.13	Spektra FT-IR adopsi piridin	20

Gambar 4.1	Difraktogram Zr-MCM-41 (25)	27
Gambar 4.2	Difraktogram (a) Al-MCM-41 (60); (b) Zr-Al-	29
Gambar 4.3	MCM-41 (25); Zr-Al-MCM-41 (40)	30
Gambar 4.4	Spektra FT-IR dari Al-MCM-41 Hasil Sintesis	32
Gambar 4.5	Spektra FT-IR dari Zr-MCM-41 Hasil Sintesis	34
Gambar 4.6	Spektra FT-IR (a) Al-MCM-41 (60), (b)Zr- MCM-41 (25), (c) Zr-Al-MCM-41 (25), (d) Zr- Al-MCM-41 (40)	36
Gambar 4.7	Spektra FT-IR piridin (a) Al-MCM-41 (60), (b) Zr-MCM-41 (25), (c) Zr-Al-MCM-41 (25), (d) Zr-Al-MCM-41 (40)	38



## DAFTAR TABEL

Tabel 3.1	Komposisi Sintesis Zr-Al-MCM-41	23
Tabel 4.1	Perbandingan Difraktogram Zr-Al-MCM-41 Hasil Sintesis dengan Zr-Al-MCM-41	30
Tabel 4.2	Perbandingan puncak serapan Al-MCM-41 hasil sintesis dengan Al-MCM-41 yang telah dilaporkan	33
Tabel 4.3	Perbandingan puncak serapan Zr-MCM-41 hasil sintesis dengan Zr-MCM-41 literatur	35
Tabel 4.4	Identifikasi puncak-puncak serapan FT-IR katalis hasil sintesis	37
Tabel 4.5	Jumlah asam Lewis dan asam Brønsted katalis Al-MCM-41 dan Zr-Al-MCM-41 hasil sintesis	40
Tabel 1	Komposisi Sintesis Zr-Al-MCM-41	54

# BAB I

## PENDAHULUAN

### I.1 Latar Belakang

*Mobil Corporation* (1992) telah menemukan kelompok M41S dari silikat/aluminat mesopori. MCM-41 merupakan salah satu material mesopori anggota M41S yang mempunyai struktur heksagonal dan pori yang seragam dengan diameter 15-100 Å (Beck *et al.*, 1992; Kresge *et al.*, 1992). MCM-41 mempunyai keasaman rendah tetapi kelebihanannya adalah mempunyai struktur teratur, ukuran pori besar dan seragam, stabilitas termal tinggi, dan luas permukaan yang besar serta telah digunakan secara luas sebagai katalis ataupun media adsorpsi (Zhao *et al.*, 1996).

MCM-41 merupakan katalis heterogen dengan struktur yang teratur dan mempunyai ukuran pori yang sesuai untuk digunakan pada reaksi organik. Akan tetapi, MCM-41 murni tidak dapat digunakan langsung sebagai katalis, sehingga perlu ditambahkan logam atau bukan logam untuk menciptakan sisi asam (Bhattacharyya, 2001). Selain itu, Carrot *et al.*, (2006) melaporkan bahwa meningkatnya kandungan logam akan menurunkan kualitas pori, seperti menurunnya keteraturan struktur disertai dengan menurunnya luas permukaan dan volume pori. Kualitas struktur pori dan keasamannya memegang peranan penting dalam reaksi katalitik. Birjega *et al.*, (2002) meneliti MCM-41 yang ditambah ion logam Al. Masuknya logam Al ke dalam kerangka MCM-41 mempertinggi sifat keasaman dan densitas keasaman dengan meningkatnya fraksi mol aluminium  $Al / (Al+Si) = 0,063$ .

Sintesis MCM-41 ini dapat dipengaruhi beberapa faktor seperti jenis surfaktan, waktu dan suhu sintesis hidrotermal, serta pH. Faktor-faktor tersebut dapat mempengaruhi diameter pori, ketebalan dinding, dan struktur dari senyawa akhir (Blin *et al.*, 2000). Ukuran pori MCM-41 dapat diatur melalui pemilihan surfaktan, penambahan senyawa organik dan perubahan parameter reaksi. Reaksi gel yang mengandung konsentrasi

surfaktan tinggi akan menyebabkan terjadinya kesetimbangan antara misel dengan molekul monomerik (Zhao *et al.*, 1996). Kresge *et al.*, (1996) melakukan sintesis bahan mesopori silikat/aluminat MCM-41 dengan mereaksikan gel aluminosilikat secara hidrotermal menggunakan cetiltrimetilamoniumhidroksida sebagai senyawa pencetak (*templating agent*).

Sintesis katalis mesoporus dengan sifat redoks juga dapat dilakukan dengan menggunakan logam-logam transisi seperti Ti, V, Zr, dan Cr dalam ikatan silika dan silika-alumina (Beck *et al.*, 1992; Corma *et al.*, 1994; Reddy *et al.*, 1994). Diantara logam-logam transisi tersebut, logam zirkonium merupakan oksida logam transisi yang tidak bersifat asam lemah dan basa lemah, tetapi sebagai redoks. Zirkonium banyak digunakan dalam proses katalitik pada katalis, sebagai pendukung, dan juga sebagai promotor (Tanabe *et al.*, 1994; Teterycz *et al.*, 2003). Zirkonium juga merupakan salah satu logam yang penting karena kemungkinan adanya polarisasi yang kuat antara ikatan  $\text{SiO}^{\delta-} \dots \text{Zr}^{\delta+}$  (Beck *et al.*, 1992; Corma *et al.*, 1994; Reddy *et al.*, 1994). Selain itu, zirkonium mempunyai luas permukaan yang rendah (biasanya  $50 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ ) (Nawrocki, J. *et al.*, 1993). Penggabungan zirkonium dalam kerangka material mesoporus juga diteliti oleh Tuel (1996) dengan rasio Si/Zr dalam range 15-1000.

Biasanya logam transisi yang didoping dengan MCM-41 disintesis dalam kondisi basa, yang mana logam prekursor yang diinginkan ditambahkan ke dalam campuran silika/surfaktan/basa/air (Gucbilmeza *et al.*, 2005). Kondisi larutan basa ( $\text{pH} \geq 10$ ) dibutuhkan untuk mensintesis MCM-41 yang digabungkan dengan logam. Jones (1997) melaporkan bahwa spektra IR dari sampel zirkonosilikat mesoporus setelah dikalsinasi dan mengadsorp piridin menunjukkan ikatan karakteristik adanya asam Lewis dengan hubungan linear antara kandungan zirkonium dan densitas sisi asamnya.

Eswaramoorthi *et al.*, (2004) membandingkan struktur Al-MCM-41 (Si/Al = 50) dengan Zr-Al-MCM-41 (Si/Zr = 200, 100, dan 50). Berdasarkan hasil karakterisasi yang telah dilakukan,

didapatkan bahwa Al-MCM-41 dan Zr-Al-MCM-41 (Si/Zr = 200,100, dan 50), dengan rasio Si/Al = 50 adalah tetap, mempunyai nilai *d-spacing* 44.0, 45.3, 46.0, dan 47.2. Hal ini menandakan bahwa ion logam zirkonium yang ditambahkan telah masuk dalam kerangka Al-MCM-41, sehingga Zr-Al-MCM-41 ini dapat diaplikasikan sebagai katalis hidroisomerisasi dan hidrokraking. Oleh karena itu, pada penelitian ini dilakukan sintesis Zr-Al-MCM-41 menggunakan metode hidrotermal pada variasi rasio Si/(Al+Zr)=25 dan 40 serta Si/Al=40 dengan jumlah Al tetap untuk mengetahui pengaruh zirkonium terhadap kerangka MCM-41, struktur dan keasaman yang didapatkan. Adapun sumber silika yang digunakan adalah natrium metasilikat anhidrat.

### 1.2 Perumusan Masalah

MCM-41 memiliki keasaman yang rendah, sehingga perlu ditambahkan ion logam untuk meningkatkan sisi keasaman. Penambahan ion logam Al dapat meningkatkan sisi asam Brønsted ataupun Lewis dan Brønsted (Bhattacharya, 2001). Sedangkan penambahan ion Zr kedalam Al-MCM-41 juga dapat meningkatkan sifat termal, sifat pengoksidasi dan keasaman dari padatan Zr-Al-MCM-41 (Eswaramoorthi, 2004). Oleh karena itu, pada penelitian ini akan disintesis Al-MCM-41 (Si/Al=60) dan Zr-Al-MCM-41 dengan variasi rasio (Si/(Al+Zr)=25 dan 40), untuk mengetahui apakah padatan yang terbentuk memiliki struktur seperti MCM-41 dan memiliki keasaman yang bervariasi.

### 1.3 Batasan Masalah

Penelitian ini diawali dengan sintesis Al-MCM-41 dengan perbandingan mol gel 0,1 SiO<sub>2</sub>/0,0009 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/0,025 CTABr/10 H<sub>2</sub>O dan Zr-Al-MCM-41 dengan perbandingan mol gel 0,1 SiO<sub>2</sub>/0,0009 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/X ZrO<sub>2</sub>/0,025 CTABr/10 H<sub>2</sub>O, dimana nilai X adalah 0,001 dan 0,0008. Sedangkan perbandingan mol gel Zr-MCM-41 sama dengan perbandingan mol gel Zr-AL-MCM-41 tetapi tanpa adanya penambahan alumina pada sintesisnya.



Kristalisasi dilakukan pada suhu hidrotermal 100 °C dan waktu hidrotermal selama 144 jam. Selanjutnya dilakukan kalsinasi pada suhu 550 °C selama 6 jam. Hasil sintesis Al-MCM-41 dan Zr-Al-MCM-41 dikarakterisasi menggunakan teknik XRD, FT-IR, dan keasaman dengan metode adsorpsi piridin (FT-IR piridin).

#### **1.4 Tujuan Penelitian**

Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis Al-MCM-41, Zr-MCM-41 dan Zr-Al-MCM-41 dengan sumber silika dari natrium metasilikat anhidrat dengan menggunakan metode hidrotermal pada rasio Si/Al=40, Si/Zr=25, dan variasi rasio Si/(Al+Zr)=25 dan 40, serta mengkarakterisasi struktur dan menentukan keasaman dari padatan hasil sintesis.

#### **1.5 Manfaat Penelitian**

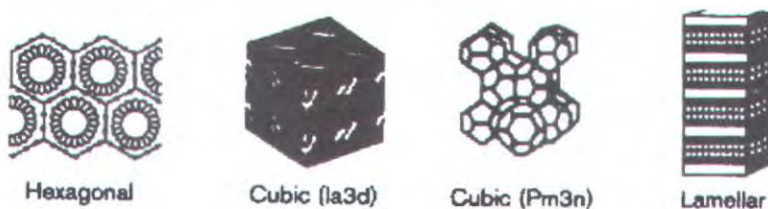
Manfaat dari penelitian ini adalah sebagai rekomendasi dan masukan peneliti lain, ilmuwan, atau praktisi industri dalam pengembangan katalis Zr-Al-MCM-41. Selain itu, hasil penelitian ini dapat meningkatkan pemahaman dan kemampuan penulis dalam proses sintesis katalis Zr-Al-MCM-41. Manfaat lain dari penelitian ini adalah untuk pengembangan ilmu pengetahuan dan teknologi, khususnya di bidang kimia katalis.

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Padatan Mesopori MCM-41

*International Union of Pure and Applied Chemistry* (IUPAC) mengklasifikasikan ukuran pori material padatan dalam tiga katagori, yaitu material dengan distribusi ukuran pori yang lebih besar dari 500 Å adalah makropori, 20-500 Å merupakan material mesopori, dan material dengan distribusi ukuran porinya lebih kecil dari 20 Å adalah material mikropori.

M41S merupakan keluarga baru dari material mesopori *molecular sieves* yang secara teknologi penting dalam berbagai aplikasi misalnya sebagai katalis dan adsorben (Kaftan, 2004). Keluarga dari material mesopori M41S terdiri dari tiga tipe, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Keluarga mesoporous M41S (Beck, *et al.*, 1992)

Salah satu material yang paling banyak dipelajari dan menjanjikan dari keluarga M41S adalah MCM-41 (*Mobil Crystalline Material-41*). MCM-41 merupakan material mesopori dengan susunan teratur dari *channels* yang seragam dan mempunyai keunggulan termal dan stabilitas hidrotermal sampai 800°C, relatif stabil pada medium asam (pH 2) tetapi rusak pada medium basa (pH 12) (Mohammed, 2005). Disamping itu mesopori MCM-41 memiliki luas permukaan spesifik yang besar (~ 1000 m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup>), distribusi ukuran pori yang sempit (1,25-10nm), volume pori yang tinggi (Chen *et al.*, 1997), dan memiliki komposisi framework yang fleksibel (Kaftan, 2004) sehingga

memungkinkan untuk digunakan sebagai bahan pendukung katalis.

MCM-41 pertama kali disintesis dan dilaporkan oleh para peneliti Mobil Oil Corporation pada tahun 1992, kemudian banyak diaplikasikan di bidang katalis heterogen baik sebagai katalis maupun pendukung. MCM-41 terdiri dari silika amorf, tetapi menunjukkan struktur yang teratur dengan mesopori yang seragam membentuk struktur heksagonal. Kisi-kisinya menyerupai sarang lebah (Beck *et al.*, 1992; Zhao *et al.*, 1996) dan dalam bentuk tiga dimensinya seperti terlihat pada Gambar 2.2 di bawah ini.



Gambar 2.2 Struktur tiga dimensi MCM-41 (Yang, 2009)

Pori-pori material ini mendekati teratur, tetapi lebih besar daripada material kristalin yang lain seperti zeolit, karena itu material MCM-41 menawarkan banyak kesempatan baru untuk aplikasi dalam katalisis, pemisahan kimia, media adsorpsi, dan lain-lain. MCM-41 stabil secara termal dengan resistansi asam yang tinggi, tetapi stabilitas hidrotermalnya relatif rendah dan dengan toleransi basa yang rendah. MCM-41 memiliki distribusi ukuran pori yang sempit, luas permukaan internal yang besar, dan pori-pori silindris yang seragam dengan susunan heksagonal (Zhao *et al.*, 1996).



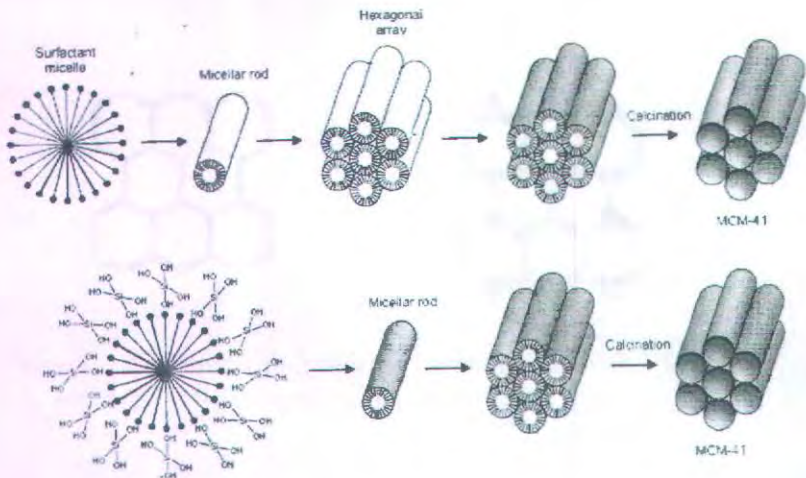
Gambar 2.3 Struktur MCM-41 dengan pori silindris (A) (Feuston *et al.*, 1994) dan pori heksagonal (B) (Behrens dan Stucky, 1993)

## 2.2 Sintesis MCM-41

Kelompok M41S, khususnya MCM-41 dapat di sintesis dengan berbagai prosedur preparasi, akan tetapi semua prosedur tersebut memiliki kesamaan yaitu menggunakan sumber silica dan templat. Templat yang paling umum digunakan adalah ion ammonium quartener dengan rantai alkil pendek (Gambar 2.4).

Penggunaan ion ammonium quartener juga dapat dimodifikasi dengan cara mengganti paling sedikit satu rantai alkil pendek dengan rantai alkil panjang, biasanya gugus heksadesil. Awalnya MCM-41 disintesis dalam kondisi hidrotermal dengan menggunakan CTAB sebagai pengarah struktur dan tetraethoxysilane sebagai sumber silica.

Cetiltrimetilammonium bromida (CTAB,  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{15}\text{N}(\text{CH}_3)^+\text{Br}^-$ ) akan membentuk *spherical micelles*. Penataan ini untuk meminimalisasi interaksi yang tidak disukai antara ekor gugus hidrokarbon dengan air. Keseimbangan antara faktor kompetensi ini digunakan untuk menentukan stabilitas relatif dari *micell*.



Gambar 2.4 Mekanisme pembentukan MCM-41 (Schubert dan Husing, 2005).

Pemindahan templat merupakan langkah terakhir dalam sintesis material mesopori. Jalur pemindahan templat adalah sebagai berikut:

- ekstraksi pelarut
- kalsinasi
- perlakuan oksigen plasma
- pengeringan superkritis

Dua metode pertama sering diaplikasikan. Ekstraksi dilakukan dengan beberapa kali pencucian. Sering pelarut organik digunakan untuk melarutkan asam, contoh etanol dengan HCl digunakan untuk memindahkan templat dari templat material elektrostatis. Templat dengan ikatan kovalen tidak dapat dipindahkan dengan prosedur ini. Kalsinasi biasanya dilakukan antara 400 dan 600 °C dengan variasi kondisi atmosfer baik itu dalam nitrogen maupun udara.

Struktur jaringan fasa heksagonal atau kubik biasanya stabil pada proses pemindahan templat, sedangkan struktur lamellar hancur selama pemindahan templat (Schubert dan Husing, 2005).

### 2.3 Pengaruh Ion Logam pada MCM-41

Adanya ion logam dan variasi rasio logam pada padatan MCM-41 dapat mempengaruhi ukuran pori, keasaman, morfologi dan luas permukaan. Poh, *et al.*, (2005) menjelaskan bahwa masuknya logam Al dalam framework MCM-41 akan meningkatkan asam Lewis. Fang *et al.*, (2005) bahwa kation logam (zirkonium) sebagai fasa aktif yang dapat menciptakan pusat keasaman yang baru pada permukaan Al-MCM-41.

Pengaruh rasio  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  pada Al-MCM-41 diharapkan oleh Bhattacharyya *et al.*, (2003) bahwa meningkatnya kandungan logam Al dalam Al-MCM-41, dapat meningkatkan jumlah sisi asam permukaan. Sisi asam Brønsted terbentuk dari atom Al framework yang terkoordinasi secara tetrahedral, dimana keasaman ini akan meningkat dengan meningkatnya logam Al yang terinkorporasi ke dalam struktur (Zanjanchi dan Vaziri, 2008)

Jenty's *et al.*, (1999), melaporkan bahwa pengaruh rasio Si/Al dalam MCM-41 terhadap keasaman katalis, bahwa konsentrasi asam lemah (gugus OH) menurun dengan meningkatnya jumlah Al. Sisi asam Lewis kuat dan Brønsted dengan meningkatnya Al. Peningkatan sisi asam Lewis dan Brønsted dengan meningkatnya jumlah Al tampak berbeda pada MCM-41 ( $\text{C}_{12}$ ) dan MCM-41 ( $\text{C}_{16}$ ). Hal ini mengindikasikan bahwa pada sampel MCM-41 ( $\text{C}_{16}$ ) jumlah  $\text{Al}^{3+}$  lebih besar terinkorporasi ke dalam dinding *mesoporous molecular sieve*, sedangkan pada sampel Al-MCM-41 ( $\text{C}_{12}$ ) sebagian besar  $\text{Al}^{3+}$  membentuk spesi aluminium oksida yang kemungkinan tidak berada pada dinding struktur mesoporus.

## 2.4 Sintesis Al-MCM-41, Zr-MCM-41, dan Zr-Al-MCM-41

Sintesis Al-MCM-41 dilakukan dengan 21,2 g (0,1 mol) sodium metasilikat ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) dilarutkan dalam 50 g air demineralisasi yang sebelumnya telah dicampur dengan 0,832 g (0,00125 mol) padatan aluminium sulfat (yang dilarutkan dalam 10 g air demineralisasi). Campuran kemudian diaduk selama 30 menit pada 250 rpm. Untuk menurunkan pH 10,8 maka ditetaskan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  sambil terus diaduk selama 30 menit sampai gel mulai terbentuk. Selanjutnya 9,1 g (0,025 mol) CTABr ditambahkan kemudian diaduk selama 1 jam hingga dihasilkan suspensi yang kemudian dimasukkan kedalam teflon dan dioven selama 165 °C selama 48 jam. Setelah itu didinginkan pada suhu ruang. Padatan yang diperoleh kemudian dicuci dengan air demineralisasi dan etanol, kemudian dikalsinasi pada 540 °C selama 6 jam (Selvaraj dan Lee, 2005).

Sintesis Zr-MCM-41 yang dilakukan oleh Mouli Chandra, K *et al.*, (2007) dengan menggunakan sumber silika  $\text{Na}_2\text{Si}_3\text{O}_7$  dan sumber zirkonium adalah  $\text{Zr}(\text{NO}_3)_4$  serta sebagai templat digunakan hexadecyltrimethylammonium bromide (CTMABr). Larutan silika ditambahkan kedalam larutan zirkonium nitrat dengan diputar kuat menggunakan stirer, setelah itu ditambahkan larutan templat hingga tercampur semua, pH diatur dengan menambahkan 1 M HCl. Perbandingan mol gel yang terbentuk  $x\text{ZrO}(\text{NO}_3)_2 : 1\text{SiO}_2 : 0,67\text{Na}_2\text{O} : 0,2\text{CTMABr} : 102\text{H}_2\text{O}$ . Setelah diputar selama 3 jam pada temperatur ruang, gel yang terbentuk dimasukkan kedalam reaktor. Kondisi sintesis dilakukan pada suhu 100 hingga 200 °C, pH dari 9,5 hingga 11, dan waktu pemanasan 1 hingga 7 hari. Gel yang telah dioven disaring dan terbentuk kristal. Produk kristal yang terbentuk dicuci dengan menggunakan air beberapa kali untuk menghilangkan molekul templat dan dikeringkan pada suhu 120 °C. Setelah itu, terbentuk bubuk yang dikalsinasi 550 °C selama 5 jam.

Sedangkan sintesis Zr-Al-MCM-41 yang dilakukan oleh Eswaramoorthi, *et al.*, (2004) dengan menggunakan komposisi perbandingan mol gel  $1\text{SiO}_2 : 0,12\text{CTAB} : \text{X}\text{ZrO}_2 : 0,01\text{Al}_2\text{O}_3 : 0,19$

$\text{Na}_2\text{O}:35 \text{ H}_2\text{O}$ , dimana  $X=0,02 - 0,005$ , Zr-Al-MCM-41 dengan perbandingan rasio Si/Zr = 200, 100, dan 50 yang disintesis dengan metode hidrotermal. Zr disintesis dengan mendoping pada Al-MCM-41 (Si/Al=50). 40 mL etil silikat-40 (ES-40) dilarutkan dengan 40 ml aqua demineralisasi (Aqua DM) dengan menambahkan 1 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Larutan ini kemudian dicampurkan dengan 3,42 g aluminium sulfat dalam 10 mL aqua DM secara pelan-pelan, diikuti dengan penambahan zirkonil oksikloride dalam aqua DM, selanjutnya ditambahkan 3,96 g cetil N,N,N-trimetil amonium (CTAB). Campuran yang terbentuk kemudian diatur pH-nya menjadi 10,5 dengan menambahkan larutan NaOH, lalu dimasukkan kedalam autoclave dan dioven dengan suhu 175 °C selama 7 – 9 hari. Setelah terbentuk kristal, produk disaring, dicuci dengan aqua DM dan dikeringkan dengan suhu 120 °C. Selanjutnya produk dikalsinasi dengan suhu 550 °C dibawah atmosfer nitrogen selama 3 jam dan dalam udara 3 jam.

## 2.5 Metode Karakterisasi

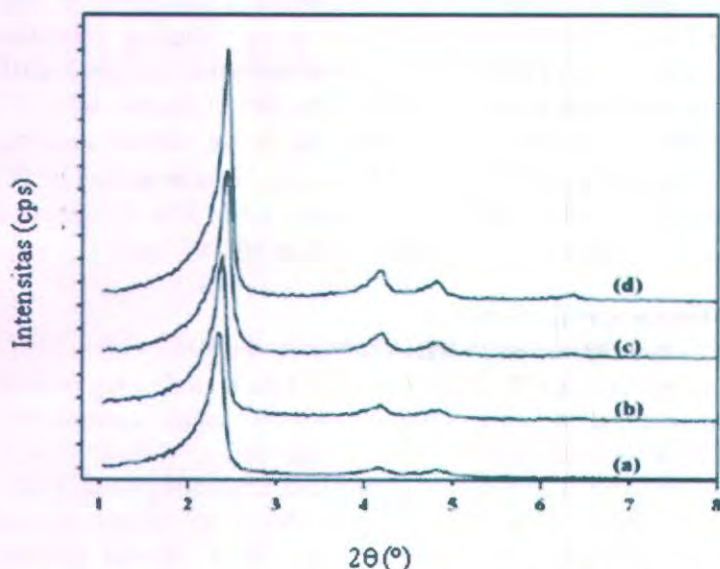
### 2.5.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Difraksi sinar X merupakan salah satu metode yang penting dalam mengidentifikasi struktur padatan untuk memperoleh derajat kespesifikan dan ketelitian yang tinggi. Metode sinar-X sangat baik digunakan dalam identifikasi kualitatif (West, 1989). Sinar-X adalah sinar elektromagnet berenergi tinggi dengan panjang gelombang pendek dan mempunyai ukuran panjang gelombang yang hampir sama dengan jarak antar atom dalam kristal yang tersusun dalam bidang-bidang atom yang beraturan. Hal ini merupakan dasar digunakannya kristal sebagai kisi difraksi sinar-X (Sibilia, 1996). Jika sinar-X berinteraksi dengan elektron-elektron dari materi yang dilewati maka akan dihasilkan hamburan. Pada saat sinar-X dihamburkan oleh lingkungan didalam kristal maka akan terjadi interferensi baik konstruktif atau destruktif yang menghasilkan difraksi.

Pola difraksi sinar-X dari Al-MCM-41 yang telah disintesis Ajaikumar dan Pandurangan, (2008), dengan variasi rasio Si/Al



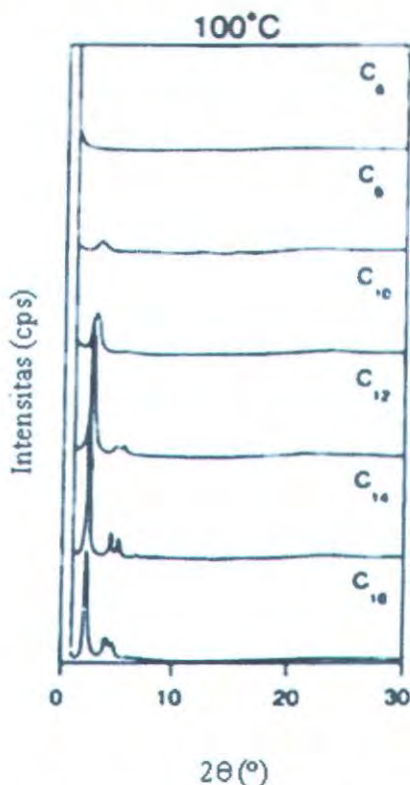
36, 57, 81, dan 108, menunjukkan puncak kuat pada rentang  $2\theta$  2,05 – 2,65 yang berhubungan dengan refleksi (1 0 0) dan sinyal rendah pada  $2\theta$  sekitar 4,15; 4,79; dan 6,37° berturut-turut untuk refleksi (1 1 0), (2 0 0), dan (2 1 0), yang mengindikasikan terbentuknya material mesopori dengan regularitas heksagonal. Pola difraksi sinar-X Al-MCM-41 dapat dilihat pada Gambar 2.5 di bawah ini:



Gambar 2.5 Pola XRD dari Al-MCM-41: (a) Al-MCM-41 (36), (b) Al-MCM-41 (57), (c) Al-MCM-41 (81), (d) Al-MCM-41 (108), (Ajaikumar dan Pandurangan, 2008)

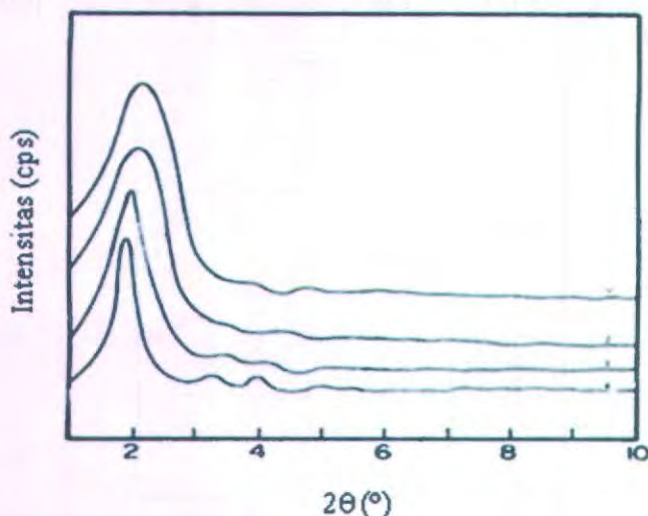
Beck *et al.*, (1992) bahwa puncak karakteristik dari difraksi heksagonal MCM-41 terdiri dari puncak kuat pada  $2\theta = 1,8-2,4^{\circ}$  yang merupakan refleksi bidang (100) serta 4 puncak pada  $2\theta$  antara  $3,0-8,0^{\circ}$  yaitu  $2\theta = 3,5-4,12^{\circ}$ ;  $2\theta = 4,31-4,85^{\circ}$ ,  $2\theta = 5,64-6,00^{\circ}$  dan  $2\theta = 6,7^{\circ}$  yang berturut-turut merupakan refleksi

bidang (110), (200), (210) dan (300) yang dapat dilihat pada gambar 2.6.



Gambar 2.6 Pola difraktogram MCM-41 suhu kalsinasi 100 °C dengan berbeda jenis surfaktan (Beck *et al.*, 1992)

Eswaramoorthi *et al.*, (2004) membandingkan Al-MCM-41 dan Zr-Al-MCM-41 dengan variasi rasio Si/Zr 200, 100, dan 50. Karakterisasi dengan XRD menunjukkan adanya puncak khas yaitu  $2\theta =$  sekitar  $2^\circ$  dengan tiga puncak kecil yang terlihat pada refleksi bidang (1 1 0), (2 0 0), dan (2 1 0). Tiga puncak ini mengindikasikan terbentuknya struktur sel heksagonal, yang dapat dilihat pada Gambar 2.7.

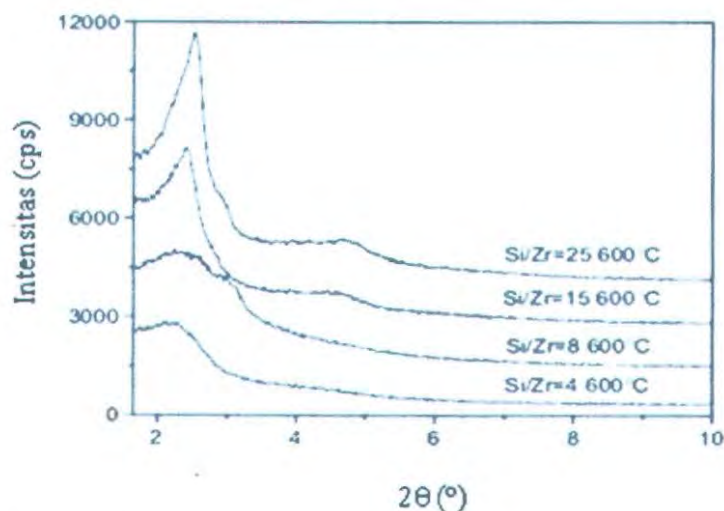


Gambar 2.7 Pola sudut pendek XRD pada Al-MCM-41 dan Zr-Al-MCM-41. (1) Al-MCM-41 (Si/Al=50); (2) Zr-Al-MCM-41 (Si/Zr=200); (3) Zr-Al-MCM-41 (Si/Zr=100); (4) Zr-Al-MCM-41 (Si/Zr=50) (Eswaramoorthi, *et al.*, 2004)

Katalis Al-MCM-41 dan Zr-Al-MCM-41 dengan rasio Si/Zr 200, 100, dan 50 dimana rasio Si/Al=50 adalah tetap mempunyai nilai *d-spacing* naik dengan naiknya kandungan Zr. Nilai *d-spacing* berturut-turut sebesar 44.0, 45.3, 46.0, dan 47.2. Penelitian ini sesuai dengan penelitian yang lain bahwa jari-jari ion logam yang masuk lebih besar dibanding jari-jari Si, karena jarak ikatan M-O yang besar (Borade *et al.*, 1998). Nilai *d-spacing* Al-MCM-41 dan Zr-Al-MCM-41 dengan variasi rasio Si/Zr=200, 100, dan 50 mengindikasikan bahwa zirkonium telah masuk dalam kerangka Al-MCM-41.

Pola XRD pada Gambar 2.8 preparasi sampel dengan kalsinasi 600 °C yang dilakukan oleh Chen *et al.*, (2007). Sampel dengan perbandingan Si/Zr = 25 mempunyai dua puncak refleksi

bidang yaitu (1 0 0) dan (1 1 0). Hasil XRD hampir sama dengan difraktogram Si-MCM-41, hal ini menandakan bahwa ion zirkonium yang masuk dalam kerangka Si-MCM-41 tidak berpengaruh pada struktur kristal.



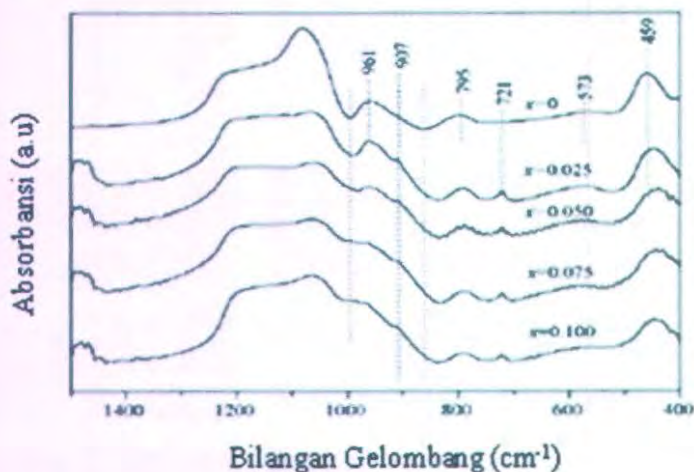
Gambar 2.8 Pola XRD Zr-MCM-41 dengan beberapa rasio variasi Si/Zr yang berbeda daengan kalsinasi 600 °C (b) (Chen *et al.*, 2007)

### 2.5.2 Fourier Transform Infrared Spectrophotometri (FT-IR)

FT-IR digunakan untuk mengidentifikasi material, menentukan komposisi dari campuran, dan membantu memberikan informasi dalam memperkirakan struktur molekul. Sampel yang digunakan biasanya berupa material keadaan padat, cair, dan gas. Dalam spektrofotometri FT-IR, jika suatu molekul menyerap radiasi sinar infra merah maka molekul tersebut akan tereksitasi ketingkat energi yang lebih tinggi.

Xiaomei, *et al.*, (2009) mensintesis Zr-MCM-41 dengan variasi rasio Zr/Si 0,025 hingga 0,1. Berdasarkan hasil spektra

FT-IR (Gambar 2.9) menunjukkan adanya logam Zr yang bergabung dalam MCM-41.

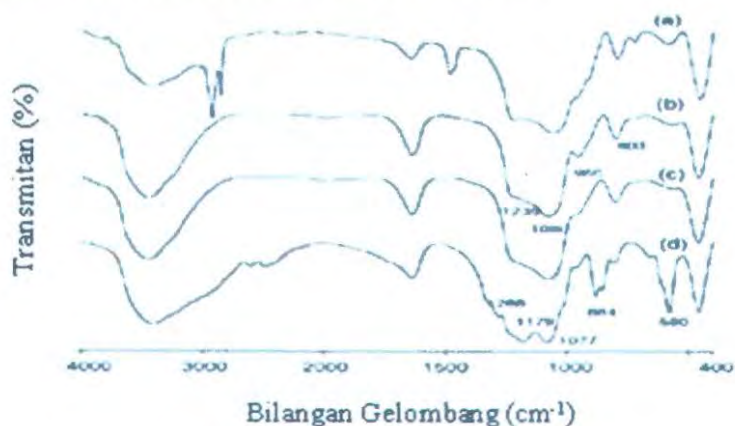


Gambar 2.9 Spektra FT-IR dari sintesis  $x\text{Zr-MCM-41}$  (Xiaomei *et al.*, 2009)

Gambar 2.8 menunjukkan spektra FT-IR dari Zr-MCM-41 hasil sintesis dengan kandungan Zr yang berbeda-beda. Pada MCM-41 terdapat serapan pada bilangan gelombang  $459\text{ cm}^{-1}$  (vibrasi tekuk Si-O-Si),  $573\text{ cm}^{-1}$  (ikatan Si-O-Si),  $721\text{ cm}^{-1}$  ikatan  $(\text{CH}_2)_n$ ,  $795\text{ cm}^{-1}$  (vibrasi ulur simetri Si-O-Si),  $961\text{ cm}^{-1}$  (Si-OH),  $1260\text{-}1000\text{ cm}^{-1}$  (vibrasi ulur asimetri Si-O-Si) (Ying, *et al.*, 2006) dan  $907\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya vibrasi ulur Si-O-Si dalam ikatan heteroatom Si-O-Zr (Lee, *et al.*, 2000).

Pada Gambar 2.10 spektra IR tanpa kalsinasi Al-MCM-41, kalsinasi-Al-MCM-41, H-AL-MCM-41, dan  $\text{SO}_4\text{-Al-MCM-41}$ , menunjukkan adanya puncak pada  $3420\text{ cm}^{-1}$  yaitu adanya OH dari air,  $2924\text{ cm}^{-1}$  dan  $2854\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi ulur simetri dan asimetri. Bilangan gelombang  $1640\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan *bending* OH,  $1229$  dan  $1084\text{ cm}^{-1}$  adanya vibrasi

ulur asimetri Si-O-Si, 799 dan 578  $\text{cm}^{-1}$  adanya ikatan vibrasi ulur simetri Si-O-Si, 965  $\text{cm}^{-1}$  ikatan Si-OH, dan 455  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi bending Si-O-Si/Al-O-Si.

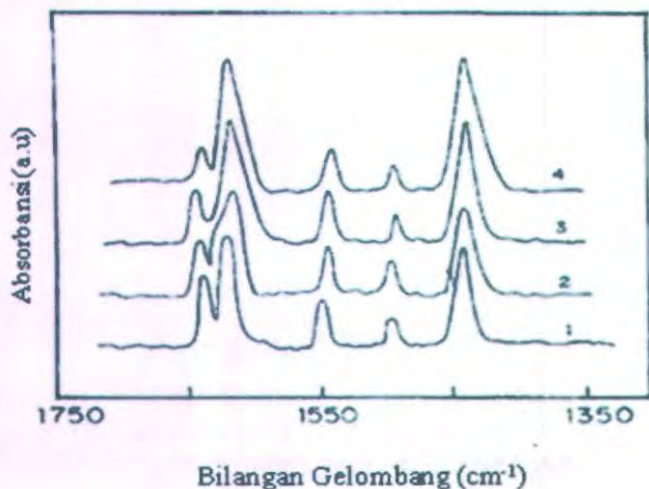


Gambar 2.10 Spektra IR dari (a) *uncal*-Al-MCM41; (b) *cal*-Al-MCM41; (c) H-Al-MCM41; dan (d) SO<sub>4</sub>-Al-MCM41 (Poh *et al.*, 2006)

### 2.5.3 Keasaman Permukaan

Keasaman suatu katalis merupakan salah satu sifat penting yang berkaitan dengan kemampuan katalitiknya (Huuhtanen, 2006). Keasaman juga menjadi faktor penting yang menentukan aplikasi katalis dalam dunia industri. Sifat keasaman tersebut dapat dipelajari menggunakan adsorpsi molekul *probe* (CO, piridin dan NH<sub>3</sub>) dengan salah satu modenyanya adalah menggunakan spektroskopi FTIR. Teknik FTIR ini mampu membedakan dua jenis situs asam, yaitu Brønsted dan Lewis. Sisi asam Lewis (atom-atom logam yang terkoordinasi secara tak jenuh) dan sisi asam Brønsted (gugus pendonor OH) pada permukaan padatan mempengaruhi sifat penyerapan sampel sehingga kedua sisi asam tersebut bermanfaat di dalam katalisis (Tatiana, 2007).

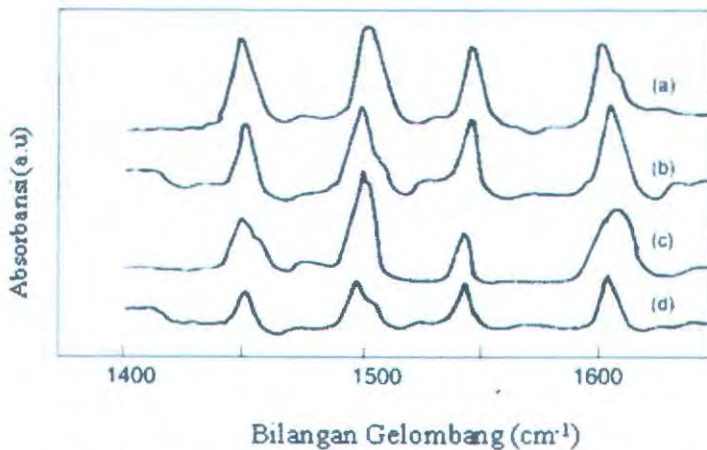
Eswaramoorthi, *et al.*, (2004) meneliti Al-MCM-41 dan Zr-Al-MCM-41 dengan variasi rasio 200, 100, dan 50 dimana rasio Si/Al=50 adalah tetap yang diadorb dengan piridin kemudian dikarakterisasi dengan FT-IR piridine seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.11.



Gambar 2.11 Spektroskopi FT-IR piridin dari Al-MCM-41 dan Zr-Al-MCM-41; (1) Al-MCM-41 (Si/Al=50); (2) Zr-Al-MCM-41 (Si/Zr=200); (3) Zr-Al-MCM-41 (Si/Zr=100); (4) Zr-Al-MCM-41 (Si/Zr=50) (Eswaramoorthi, *et al.*, 2004)

Penelitian ini menunjukkan sisi asam Brønsted dan Lewis. Puncak  $1547$  dan  $1653\text{ cm}^{-1}$  adanya sisi asam Brønsted sedangkan puncak  $1445$  dan  $1625\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan sisi asam Lewis. Puncak  $1490\text{ cm}^{-1}$  menandakan adanya sisi asam Brønsted dan Lewis. Intensitas puncak-puncak tersebut mengalami kenaikan dengan meningkatnya kandungan Zr. Hal ini menunjukkan bahwa sifat keasaman katalis meningkat yang sebanding dengan kandungan Zr, bilamana kemungkinan adanya polarisasi ikatan antara  $\text{Si-O}^{\delta-} \dots \text{Zr}^{\delta+}$  dalam Zr-Al-MCM-41 (Rakshe, *et al.*, 1999).

Gambar 2.12 menunjukkan spektra FT-IR adsorpsi piridin dari Al-MCM-41 dengan rasio Si/Al yang bervariasi. Spektra dari Al-MCM-41 (25, 50, 75, 100) menunjukkan bahwa intensitas puncak pada  $1545\text{ cm}^{-1}$  (tempat piridin teradsorpsi pada sisi asam Brønsted) dan puncak  $1455$  dan  $1620\text{ cm}^{-1}$  (tempat piridin teradsorpsi pada sisi asam Lewis) menurun dari Si/Al (25) sampai Si/Al (100). Pengamatan ini terjadi karena munculnya jumlah Al non-framework yang lebih banyak pada Al-MCM-41 (25). Sedangkan puncak pada  $1500\text{ cm}^{-1}$  adalah puncak teradsorpsinya piridin pada kedua sisi asam, Brønsted dan Lewis. Intensitas puncak adsorpsi piridin pada sisi asam Brønsted berhubungan pada rasio Si/Al pada katalis (Palani dan Pandarungan, 2006).

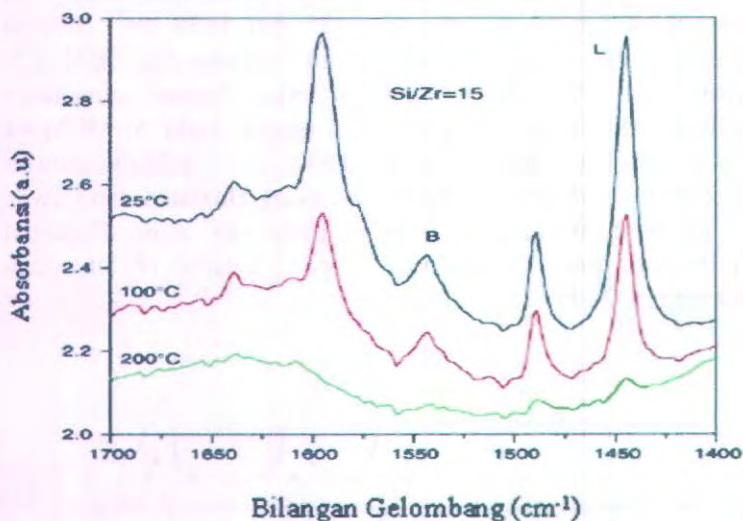


Gambar 2.12 Spektra FT-IR piridin dari (a) Al-MCM-41 (25), (b) Al-MCM-41 (50), (c) Al-MCM-41 (75), (d) Al-MCM-41 (100) (Palani dan Pandarungan, 2006)

Spektra FT-IR piridin Zr-MCM-41 yang disintesis oleh Chen, (2006) menjelaskan adanya sisi Lewis pada bilangan gelombang  $1445$ ,  $1580$ , dan  $1598\text{ cm}^{-1}$ . Sisi asam Brønsted terjadi pada bilangan gelombang  $1540\text{ cm}^{-1}$  serta adsorpsi piridin



diantara keduanya adalah  $1490\text{ cm}^{-1}$  (Sisi asam Lewis dan Brønsted). Spektra FT-IR adsorpsi piridin Zr-MCM-41 dapat dijelaskan pada Gambar 2.13.



Gambar 2.13 Spektra FT-IR adsorpsi piridin Zr-MCM-41 (Chen, 2007)

## BAB III METODOLOGI

### 3.1 Alat dan Bahan

#### 3.1.1 Alat

Peralatan yang digunakan untuk sintesis katalis dalam percobaan ini adalah beker glass, beker plastik, pengaduk magnetik, botol polipropilen 500 mL, pipet tetes, kertas saring, neraca analitik, oven listrik, *muffle furnace*, *hot plate*, corong *Buchner*, pompa vakum, krusibel, difraksi sinar-X (XRD, JEOL), spektrofotometer FT-IR (BUCK-500).

#### 3.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam percobaan ini adalah *natrium metasilikat pentahidrat* ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , LIPI), *Cetiltrimetilamonium bromida* (CTABr, Merck), aqua DM, etanol, *Zirconium(IV) oxide chloride octahydrate* ( $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ , Merck), Aluminiumsulfat kristal ( $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ , Merck), Asam sulfat 98%, dan kertas pH universal (MN).

### 3.2 Prosedur kerja

#### 3.2.1 Sintesis Al-MCM-41

Katalis Al-MCM-41 disintesis dengan rasio Si/Al 60. Sintesis Al-MCM-41 dengan perbandingan gel 0,1  $\text{SiO}_2/0,0009 \text{Al}_2\text{O}_3/0,025 \text{CTABr}/10 \text{H}_2\text{O}$ . Al-MCM-41 dapat dilakukan dengan cara melarutkan CTABr 9,1115 gram (0,025 mol) dalam aqua DM sebanyak 50 mL, ditambahkan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  21,2045 gram (0,1 mol) dilarutkan dalam 50 mL aqua DM, lalu ditambahkan  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$  0,5998 gram (0,0009 mol) dilarutkan dalam 20 mL aqua DM. Larutan campuran diaduk selama 30 menit menggunakan pengaduk magnetik dengan kecepatan 350 rpm. Selanjutnya, ditambahkan asam sulfat secara terus-menerus hingga pH 10-11, dan terbentuk gel. Setelah itu, distrirer lagi 30 menit, lalu dipindahkan ke botol polipropilen 500 mL, dan dioven pada suhu 100 °C selama 6 hari. Selanjutnya



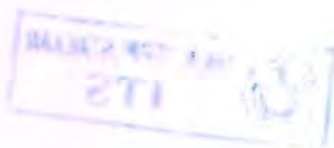
didinginkan pada suhu ruang dan difiltrasi. Residu dicuci dengan aqua DM hingga pH netral, dikeringkan pada suhu 100 °C selama 12 jam, dan dikalsinasi pada suhu 550 °C selama 6 jam. Terakhir, padatan dihaluskan dan dikarakterisasi dengan XRD, FT-IR, dan keasaman dengan metode adsorpsi piridin (FT-IR piridin).

### 3.2.2 Sintesis Zr -MCM-41

Sintesis Zr-MCM-41 dilakukan sama seperti Zr-Al-MCM-41 dengan rasio Zr-Al-MCM-41 (25), dimana Rasio Si/Al dibuat tetap 60. Sehingga perbandingan mol gel 0,1 SiO<sub>2</sub>/0,001 ZrO<sub>2</sub>/0,025 CTABr/10 H<sub>2</sub>O. Sintesis dilakukan dengan cara melarutkan CTABr 9,1115 gram (0,025 mol) dalam aqua DM sebanyak 80 mL, ditambahkan Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>.5H<sub>2</sub>O 21,2045 gram (0,1 mol) dilarutkan dalam 50 mL aqua DM, lalu ditambahkan ZrOCl<sub>2</sub>.8H<sub>2</sub>O 0,3223 gram (0,001 mol) dilarutkan dalam 50 mL aqua DM. Larutan campuran diaduk selama 30 menit menggunakan pengaduk magnetik dengan kecepatan 350 rpm. Selanjutnya, ditambahkan asam sulfat secara terus-menerus hingga pH 10-11, dan terbentuk suspensi. Setelah itu, distirer lagi 30 menit, lalu dipindahkan ke botol polipropilen 500 mL, dan dioven pada suhu 100 °C selama 6 hari. Selanjutnya didinginkan pada suhu ruang dan difiltrasi. Residu dicuci dengan aqua DM hingga pH netral, dikeringkan pada suhu 100 °C selama 12 jam, dan dikalsinasi pada suhu 550 °C selama 6 jam. Terakhir, padatan dihaluskan dan dikarakterisasi dengan XRD, FT-IR, dan keasaman dengan metode adsorpsi piridin (FT-IR piridin).

### 3.2.3 Sintesis Zr-Al-MCM-41

Sintesis Zr-Al-MCM-41 dilakukan dengan variasi rasio Si/Al= 25 dan 40. Sintesis dilakukan dengan metode hidrotermal, dengan perbandingan gel 0,1 SiO<sub>2</sub>/0,0009 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/X ZrO<sub>2</sub>/0,025 CTABr/10 H<sub>2</sub>O, dimana nilai X adalah 0,001 dan 0,0008. Komposisi dari bahan yang dibutuhkan untuk sintesis Zr-Al-MCM-41 dapat dilihat dalam tabel 3.1



Tabel 3.1 Komposisi sintesis Zr-Al-MCM-41

Sampel	Mol Gel (mol)	SiO <sub>2</sub> (gram)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (gram)	ZrO <sub>2</sub> (gram)	CTABr (gram)	H <sub>2</sub> O (mL)
Zr-Al-MCM-41 (25)	0,001	21,2045	0,5998	0,3223	9,1115	180
Zr-Al-MCM-41 (40)	0,0008	21,2045	0,5998	0,2578	9,1115	180

Sintesis Zr-Al-MCM-41 dilakukan sama seperti Al-MCM-41. Semua larutan dicampur dan distirer selama 30 menit menggunakan pengaduk magnetik dengan kecepatan 350 rpm. Selanjutnya, ditambahkan asam sulfat secara terus-menerus hingga pH 10-11, dan terbentuk suspensi. Setelah itu, distirer lagi 30 menit, lalu dipindahkan ke botol polipropilen 500 mL, dan dioven pada suhu 100 °C selama 6 hari. Selanjutnya didinginkan pada suhu ruang dan difiltrasi. Residu dicuci dengan aqua DM hingga pH netral, dikeringkan pada suhu 100 °C selama 12 jam, dan dikalsinasi pada suhu 550 °C selama 6 jam. Terakhir, padatan dihaluskan dan dikarakterisasi dengan XRD, FT-IR, dan keasaman dengan metode adsorpsi piridin (FT-IR piridin).

### 3.2.4 karakterisasi

#### 3.2.4.1 Analisis dengan XRD

Sampel Al-MCM-41 kurang lebih 1 g dihaluskan dan diletakkan pada suatu cetakan yang telah disediakan. Sampel tersebut kemudian disinari dengan sinar-X dengan sumber sinar CuK $\alpha$  sehingga diperoleh difraktogram. Data yang diperoleh yaitu harga  $d$  dan intensitas puncak difraksinya dicocokkan dengan kumpulan data difraksi sinar-X sesuai data yang sudah ada. Hal yang sama juga dilakukan pada Zr-MCM-41 dan Zr-Al-MCM-41.

### 3.2.4.2 Analisis dengan FT-IR

Sampel Al-MCM-41 dengan bentuk partikel yang kecil didispersikan dalam KBr dengan perbandingan 1:99, yaitu 1mg Al-MCM-41 dan 99 mg KBr. Sampel dan KBr dicampur dan digiling lalu ditempatkan dalam pelet holder untuk selanjutnya dimampatkan menjadi pelet KBr yang transparan. Pelet kemudian ditempatkan pada holder dan dimasukkan pada alat FT-IR, selanjutnya dianalisis pada bilangan gelombang 400-4000  $\text{cm}^{-1}$ .

Untuk mengetahui tingkat keasaman katalis, dilakukan adsorpsi dan desorpsi piridin pada katalis tersebut sebelum dianalisis kembali dengan FT-IR. Caranya adalah dengan menekan sampel Al-MCM-41 yang berupa serbuk sampai padat pada *pressing holder*, kemudian mengatur keadaan cuplikan dalam holder agar vakum dengan mengalirkan gas nitrogen selama 3 jam dengan pemanasan pada suhu 400 °C, kemudian untuk desorp nitrogen maka aliran gas dihentikan dan suhu diturunkan sampai suhu kamar. Setelah itu, dilakukan proses adsorp piridin dengan cairan piridin yang disuntikan pada alat selama 2 jam. Kemudian dipanaskan kembali pada suhu 150 °C selama 3 jam. Lalu, dilakukan penurunan suhu sampai suhu kamar, cuplikan diambil dari alat dan dianalisis dengan FT-IR dengan panjang gelombang antara 1400-1700 (Poh *et al.*, 2006). Hal yang sama juga dilakukan pada Zr-MCM-41 dan Zr-Al-MCM-41.

## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

### 4.1 Sintesis Al-MCM-41, Zr-MCM-41, dan Zr-Al-MCM41

Padatan Al-MCM-41 dengan rasio Si/Al = 60, padatan Zr-MCM-41 dengan rasio Si/Zr = 25, dan padatan Zr-Al-MCM-41 dengan variasi rasio Si/(Zr+Al) = 25 dan 40 disintesis dengan metode hidrotermal untuk mengetahui pengaruh penambahan ion Al dan Zr terhadap struktur dan keasaman padatan yang terbentuk.

Padatan Al-MCM-41 dengan rasio Si/Al = 60 disintesis dengan perbandingan mol gel 0,1 SiO<sub>2</sub>/0,0009 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/0,025 CTABr/10 H<sub>2</sub>O (Selvaraj, 2005). Metode sintesis yang digunakan adalah metode hidrotermal karena metode ini ideal untuk sintesis padatan dengan kemurnian yang tinggi, stoikiometri terkontrol, distribusi ukuran partikel yang sempit, morfologi yang terkontrol, mengurangi cacat, partikelnya padat atau tebal, kristalinitas yang tinggi dengan mengurangi sintering (Byrappa dan Adzchiri, 2007).

Penelitian ini diawali dengan mencampurkan larutan CTABr dengan larutan Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>·5H<sub>2</sub>O yang merupakan sebagai sumber silikat, serta ditambahkan Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>·18H<sub>2</sub>O dalam kondisi pengadukan. CTABr merupakan surfaktan yang bertindak sebagai tempat pengarah (prekursor) susunan heksagonal MCM-41 dengan cara membentuk misel. Campuran yang terbentuk setelah proses pengadukan berwarna putih keruh, dan setelah pHnya diturunkan hingga 11, campuran reaksi berubah menjadi gel. Selanjutnya, perlakuan hidrotermal pada suhu 100 °C selama 144 jam yang menghasilkan endapan putih, merupakan proses kristalisasi untuk meningkatkan keteraturan struktur dari padatan yang terbentuk, seperti yang disampaikan oleh Eimer *et al.*, (2003). Tahap pencucian produk hidrotermal dengan aquadest yang dilanjutkan dengan pengeringan pada suhu 100°C bertujuan untuk menghilangkan pengotor dan surfaktan. Setelah produk dikalsinasi, diharapkan terjadi proses-proses seperti hilangnya air

kristal, berubahnya tekstur kristal, munculnya fasa aktif, serta sifat mekanik yang makin stabil (Perego, 1997). Hasil kalsinasi berupa serbuk putih Al-MCM-41.

Padatan Zr-MCM-41 dengan rasio Si/Zr = 25 disintesis dengan cara yang sama seperti Al-MCM-41, tetapi digunakan  $ZrOCl_2$  sebagai sumber zirkonium. Padatan yang diperoleh berupa serbuk putih. Begitupula dengan sintesis padatan Zr-Al-MCM-41, metode yang digunakan sama dan padatan yang diperoleh berupa serbuk putih.

## **4.2 Karakterisasi Padatan Al-MCM-41, Zr-MCM-41, dan Zr-Al-MCM41**

Padatan Al-MCM-41, Zr-MCM-41, dan Zr-Al-MCM-41 hasil sintesis pada penelitian ini dikarakterisasi dengan XRD, FT-IR, dan FT-IR piridin.

### **4.2.1 Karakterisasi dengan XRD**

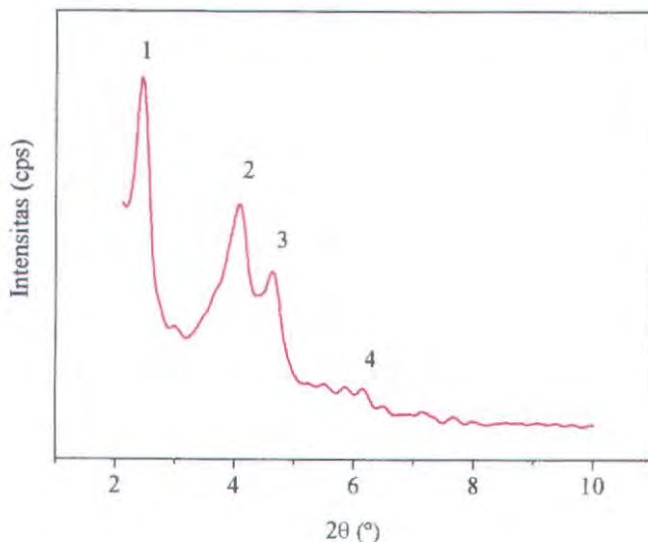
Karakterisasi dengan metode difraksi sinar-X (XRD) dilakukan untuk mengetahui pola difraktogram dari Al-MCM-41, Zr-MCM-41, dan Zr-Al-MCM-41 hasil sintesis.

#### **4.2.1.1 Hasil XRD Al-MCM-41**

Berdasarkan penelitian sebelumnya, MCM-41 mempunyai pola difraksi sinar-X dengan puncak karakteristik di daerah  $2\theta$  antara  $2 - 10^\circ$  dan tidak ditemukan adanya puncak lain pada sudut lebih besar dari  $10^\circ$  (Gu *et al.*, 1999). Pada penelitian ini, pola difraktogram dari padatan Al-MCM-41 hasil sintesis memiliki empat puncak yang dapat dilihat pada Gambar 4.1. Adanya puncak tajam pada  $2\theta = 2,44^\circ$  dan puncak kecil yang terlihat di  $2\theta = 4,06^\circ$  serta  $2\theta = 4,56^\circ$  menunjukkan adanya kemiripan pola difraktogram padatan Al-MCM-41 hasil sintesis dengan pola difraktogram Al-MCM-41 yang telah dilaporkan oleh Ajaikumar dan Pandurangan pada tahun 2008.

Puncak-puncak tersebut merupakan puncak-puncak karakteristik dari struktur MCM-41, sesuai yang dilaporkan oleh

dilaporkan oleh Beck *et al.*, (1992) bahwa puncak karakteristik dari difraksi heksagonal MCM-41 terdiri dari puncak kuat pada  $2\theta = 1,8-2,4^\circ$  yang merupakan refleksi bidang (100) serta 4 puncak pada  $2\theta$  antara  $3,0-8,0^\circ$  yaitu  $2\theta = 3,5-4,12^\circ$ ;  $2\theta = 4,31-4,85^\circ$ ,  $2\theta = 5,64-6,00^\circ$  dan  $2\theta = 6,7^\circ$  yang berturut-turut merupakan refleksi bidang (110), (200), (210) dan (300). Oleh karena itu, dapat disimpulkan bahwa keteraturan struktur MCM-41 sudah terbentuk pada padatan Al-MCM-41 hasil sintesis. Savidha *et al.*, (2004) melaporkan bahwa munculnya puncak-puncak tersebut menunjukkan terbentuknya regularitas struktur heksagonal dari MCM-41.



Gambar 4.1 Pola Difraktogram Al-MCM-41 (60)

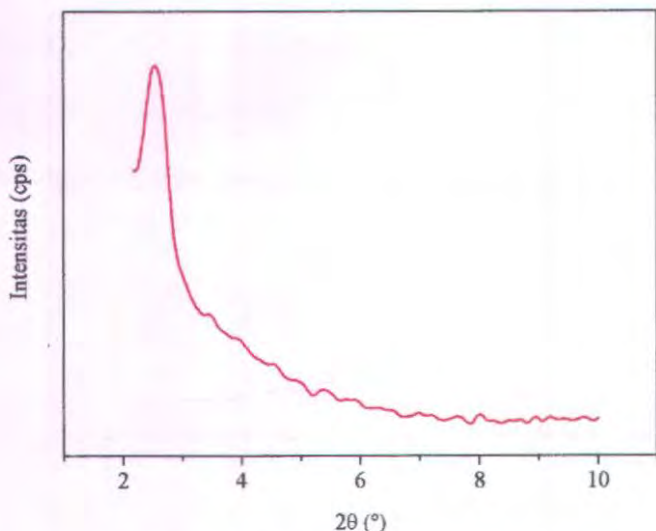
Selanjutnya dapat dilihat bahwa besarnya sudut  $2\theta$  dari puncak-puncak difraktogram Al-MCM-41 hasil sintesis teramati sedikit lebih kecil dengan intensitas puncak yang lebih tinggi serta nilai *d-spacing* yang lebih tinggi dari difraktogram Al-



MCM-41 yang dilaporkan oleh Ajaikumar dan Pandurangan (2008). Kemungkinan besar adanya pergeseran ini terjadi karena rasio Si/Al dalam Al-MCM-41 hasil sintesis lebih besar (kandungan aluminium lebih kecil) dari pada Al-MCM-41.

#### 4.2.1.2 Hasil XRD Zr-MCM-41

Pola difraktogram dari Zr-MCM-41 hasil sintesis dengan rasio Si/Zr = 25 dapat dilihat pada Gambar 4.2. Berdasarkan data XRD tersebut diketahui bahwa pola difraktogram Zr-MCM-41 (Si/Zr = 25) hanya memiliki satu puncak, yaitu pada sudut  $2\theta = 2,56^\circ$  yang menunjukkan bahwa keteraturan struktur MCM-41 tidak terbentuk pada Zr-MCM-41 hasil sintesis.



Gambar 4.2 Difraktogram Zr-MCM-41 (25)

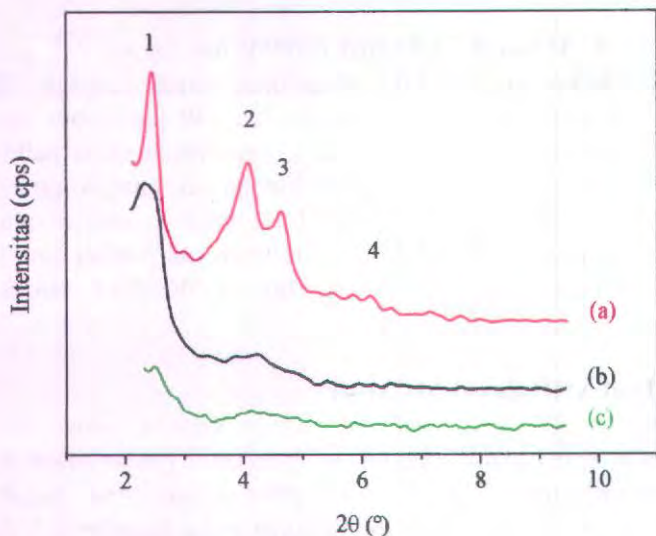
Pola difraktogram ini hampir sama dengan pola difraktogram Zr-MCM-41 milik Zhao, (2009). Hal ini dikarenakan kandungan ion logam zirkonium yang lebih dari 17% dapat menyebabkan kerusakan struktur dari kerangka MCM-41

(Zhao, 2009). Menurut Muhamed (2005), ion logam  $Zr^{4+}$  yang masuk ke dalam struktur  $SiO_2$  akan membentuk kerangka Zr-MCM-41. Karena ukuran jari-jari ion  $Zr^{4+}$  (59 pm) lebih besar dari pada jari-jari ion  $Si^{4+}$  (40 pm), menyebabkan terjadinya penurunan nilai parameter kisi. Oleh karena itu, jumlah ion  $Zr^{4+}$  yang masuk dalam struktur MCM-41 dapat mempengaruhi regularitas struktur Zr-MCM-41. Semakin banyak jumlah ion  $Zr^{4+}$  yang ditambahkan, regularitas struktur Zr-MCM-41 semakin berkurang.

#### 4.2.1.3 Hasil XRD Zr-Al-MCM-41

Padatan Zr-Al-MCM-41 disintesis dengan rasio Si/Al dibuat tetap = 60 untuk mengetahui pengaruh penambahan ion  $Zr^{4+}$  terhadap struktur Al-MCM-41. Pola difraktogram padatan Zr-Al-MCM-41 hasil sintesis ditunjukkan pada Gambar 4.3 dan sebagai pembandingan juga ditampilkan difraktogram dari Al-MCM-41.

Seperti yang terlihat pada Gambar 4.3 (b), puncak-puncak karakteristik MCM-41 teramati pada difraktogram Zr-Al-MCM-41 (40), meskipun intensitasnya lebih rendah jika dibandingkan dengan Al-MCM-41 (60) pada Gambar 4.3 (a). Intensitas puncak utama ini terlihat semakin kecil pada difraktogram Zr-Al-MCM-41 (25) (Gambar 4.3.c) yang memiliki kandungan ion zirkonium lebih banyak dari Zr-Al-MCM-41 (40). Perbandingan nilai 2 $\theta$  dari semua difraktogram tersebut dapat dilihat pada Tabel 4.2.



Gambar 4.3 Difraktogram (a) Al-MCM-41 (60); (b) Zr-Al-MCM-41 (40); Zr-Al-MCM-41 (25)

Tabel 4.1 Perbandingan Difraktogram Zr-Al-MCM-41 dan Al-MCM-41 Hasil Sintesis

Puncak	Al-MCM-41 (60)		Zr-Al-MCM-41			
			Si/(Zr+Al)=40		Si/(Zr+Al)=25	
	2θ (°)	d (Å)	2θ (°)	d (Å)	2θ (°)	d (Å)
1	2,44	36,15	2,42	36,43	2,53	34,83
2	4,06	21,74	4,22	20,89	4,25	20,77
3	4,56	19,36	4,74	18,62	4,78	18,47
4	6,08	14,51	5,92	14,91	5,96	14,81

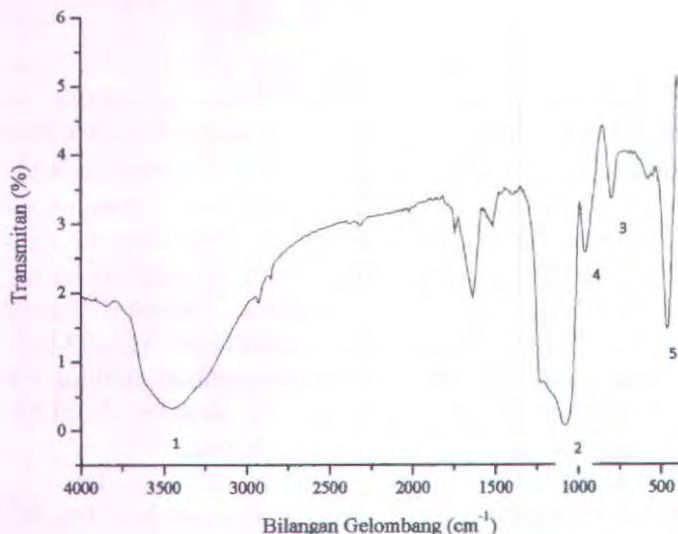
Tabel 4.2 menunjukkan bahwa nilai  $2\theta$  difraktogram Zr-Al-MCM-41 (40) adalah  $2,42^\circ$  yang diikuti dua puncak tambahan pada  $2\theta = 4,22$  dan  $4,74^\circ$ . Sedangkan pada Zr-Al-MCM-41 (25) adanya puncak dengan sudut  $2\theta = 2,53^\circ$  serta adanya puncak tambahan pada sudut  $4,25$  dan  $4,78^\circ$ . Pengamatan ini menunjukkan bahwa penambahan ion zirkonium ke dalam Al-MCM-41 menurunkan keteraturan struktur karakteristik MCM-41 dari Zr-Al-MCM-41 yang terbentuk. Semakin banyak ion zirkonium yang ditambahkan, padatan Zr-Al-MCM-41 yang terbentuk tidak lagi menunjukkan keteraturan struktur MCM-41 dan bertambah amorf. Kerusakan dari struktur Zr-Al-MCM-41 (25) tersebut kemungkinan terjadi karena Si-O-Zr terasosiasi tidak stabil akibat pengaruh jari-jari ion  $Zr^{4+}$  dan  $Al^{3+}$  yang mempunyai ukuran yang lebih besar dari ion  $Si^{4+}$ . Ion  $Zr^{4+}$  yang memiliki jari-jari 59 pm dan ion  $Al^{3+}$  yang memiliki jari-jari 53 pm mensubstitusi ion  $Si^{4+}$  yang memiliki ukuran lebih kecil (jari-jari ionnya = 40 pm), menyebabkan terjadinya kerusakan struktur Zr-Al-MCM-41 yang terbentuk (Muhamed, 2005).

#### 4.2.2 Karakterisasi dengan FT-IR

FT-IR digunakan untuk membantu mendapatkan informasi dalam memperkirakan struktur molekul padatan Al-MCM-41, Zr-MCM-41, dan Zr-Al-MCM-41 hasil sintesis.

##### 4.2.2.1 Hasil FT-IR Al-MCM-41

Spektra FT-IR padatan Al-MCM-41 yang diukur pada rentang bilangan gelombang  $400 - 4000 \text{ cm}^{-1}$ , seperti terlihat pada Gambar 4.4, menunjukkan serapan lebar pada bilangan gelombang  $3421 \text{ cm}^{-1}$  yang merupakan daerah serapan OH dari air.



Gambar 4.4 Spektra FT-IR dari Al-MCM-41 Hasil Sintesis

Serapan pada bilangan gelombang 1227 dan 799  $\text{cm}^{-1}$  secara berturut-turut merupakan daerah serapan gugus Si-O-Si vibrasi ulur asimetri dan vibrasi ulur simetri. Serapan pada bilangan gelombang 961  $\text{cm}^{-1}$  merupakan daerah serapan gugus Si-O dimana O berikatan dengan H yang merupakan serapan spesifik dari padatan MCM-41. Sedangkan serapan pada bilangan gelombang 459  $\text{cm}^{-1}$  merupakan daerah serapan Si-O tekuk.

Spektra FT-IR padatan Al-MCM-41 hasil sintesis tersebut memiliki pola yang serupa dengan spektra FT-IR yang dilaporkan oleh Jermi dan Pandurangan (2005), seperti pada Gambar 2.11, dan juga tidak menunjukkan perbedaan yang signifikan dibandingkan dengan spektra FT-IR padatan Al-MCM-41 yang telah dilaporkan oleh Poh *et al.*, (2006), seperti ditunjukkan pada Tabel 4.2.

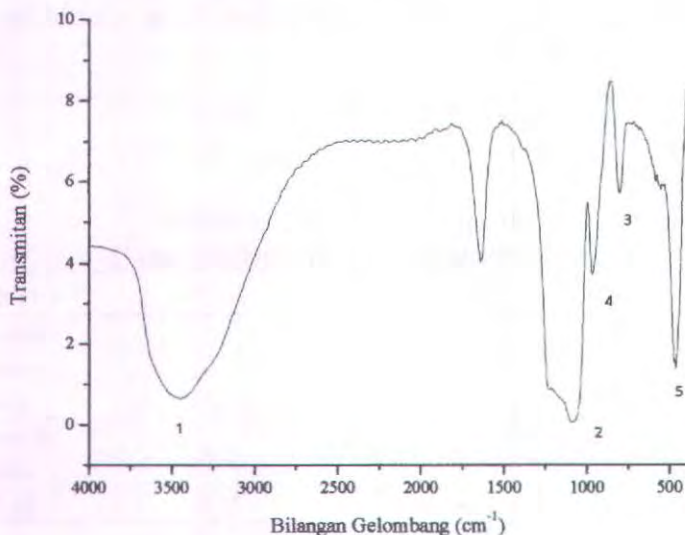
Tabel 4.2 Perbandingan puncak serapan Al-MCM-41 hasil sintesis dengan Al-MCM-41 yang telah dilaporkan (Poh *et al.*, 2006)

Puncak	Al-MCM-41 (Hasil Sintesis)	Al-MCM-41 (Poh <i>et al.</i> , 2006)	Gugus
	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )	
1	3421	3420	OH dari air
2	1227	1229	Vibrasi ulur asimetri Si-O-Si
3	799	799	Vibrasi ulur simetri Si-O-Si
4	961	965	Si-OH
5	459	455	vibrasi tekuk Si-O

#### 4.2.2.2 Hasil FT-IR Zr-MCM-41

Spektra FT-IR padatan Zr-MCM-41 hasil sintesis dapat dilihat pada Gambar 4.5. Pola spektra FT-IR tersebut sintesis tidak berbeda jauh dengan pola spektra FT-IR padatan Zr-MCM-41 yang disintesis oleh Xiaomei *et al.*, (2009) seperti terlihat pada Gambar 2.10 dan Tabel 4.3.

Adanya serapan lebar pada bilangan gelombang 3422 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya gugus OH dari air. Vibrasi ulur asimetri dan vibrasi ulur simetri Si-O-Si secara berturut-turut teramati dari serapan pada bilangan gelombang 1223 dan 802 cm<sup>-1</sup>. Puncak pada bilangan gelombang 964 merupakan daerah serapan gugus Si-O dimana O berikatan dengan H yang merupakan serapan spesifik dari gugus MCM-41.



Gambar 4.5 Spektra FT-IR dari Zr-MCM-41 Hasil Sintesis

Menurut Xu, (2001) puncak pada bilangan gelombang antara  $945-965\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi ulur Si-O-Si dalam ikatan heteroatom Si-O-Zr. Hui, (2006) juga melaporkan bahwa puncak pada bilangan gelombang antara  $900 - 1000\text{ cm}^{-1}$  merupakan daerah vibrasi ulur Si-O-M. Sedangkan puncak pada bilangan gelombang  $463\text{ cm}^{-1}$  merupakan serapan vibrasi tekuk gugus Si-O.

Berdasarkan data tersebut, dapat diperkirakan bahwa pada padatan Zr-MCM-41 hasil sintesis, ion zirkonium telah masuk ke dalam kerangka MCM-41.

Tabel 4.3 Perbandingan puncak serapan Zr-MCM-41 hasil sintesis dengan Zr-MCM-41 literatur (Xiaomei *et al.*, 2009)

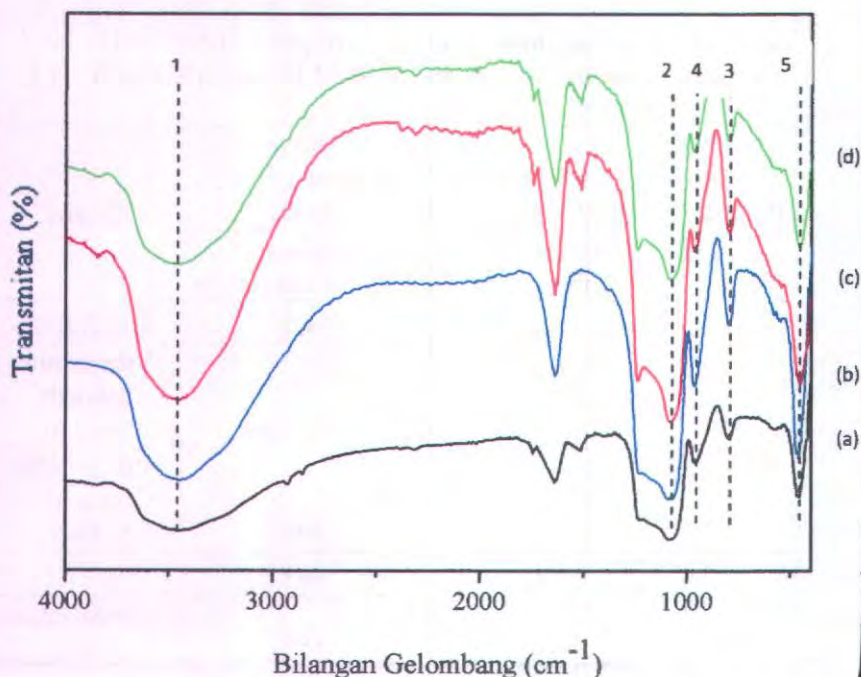
Puncak	Zr-MCM-41 (Hasil Sintesis)	Zr-MCM-41 (Xiaomei <i>et al.</i> , 2009)	Gugus
	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )	
1	3422	3420	OH dari air
2	1223	1000-1260	Vibrasi ulur asimetri Si-O-Si
3	802	798	Vibrasi ulur simetri Si-O-Si
4	964	961	Si-OH
5	463	459	Vibrasi tekuk Si-O

#### 4.2.2.3 Hasil FT-IR Zr-Al-MCM-41

Spektra FT-IR padatan Zr-Al-MCM-41 hasil sintesis ditunjukkan pada Gambar 4.6. Sebagai pembandingan juga ditampilkan spektra FT-IR dari padatan Al-MCM-41 dan Zr-MCM-41.

Seperti terlihat pada Gambar 4.6, jika dibandingkan dengan Al-MCM-41 dan Zr-MCM-41 hasil sintesis, puncak-puncak serapan karakteristik padatan Zr-Al-MCM-41 teramati pada bilangan gelombang yang hampir sama. Nilai masing-masing puncak serapan FT-IR dari seluruh padatan hasil sintesis yang direkam pada daerah bilangan gelombang 400-4000 cm<sup>-1</sup> ditabulasikan pada Tabel 4.4.





Gambar 4.6 Spektra FT-IR (a) Al-MCM-41 (60), (b) Zr-MCM-41 (25), (c) Zr-Al-MCM-41 (25), (d) Zr-Al-MCM-41 (40)

Berdasarkan spektra IR pada Gambar 4.6 tersebut diketahui bahwa puncak lebar yang muncul pada bilangan gelombang  $3421\text{cm}^{-1}$  merupakan daerah serapan gugus OH dari air. Serapan vibrasi ulur simetri dan asimetri Si-O-Si terlihat pada bilangan gelombang  $798\text{-}802$  dan  $1222\text{-}1238\text{ cm}^{-1}$ . Puncak karakteristik dari gugus Si-O dimana O berikatan dengan H muncul pada bilangan gelombang  $964\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan bahwa struktur MCM-41 telah terbentuk pada padatan Zr-Al-MCM-41 dengan variasi rasio  $\text{Si}/(\text{Zr}+\text{Al}) = 40$  dan  $25$ . Sedangkan serapan vibrasi tekuk dari gugus Si-O muncul pada bilangan gelombang  $455\text{ cm}^{-1}$ . Munculnya puncak serapan pada bilangan gelombang

disekitar 964 dan 455  $\text{cm}^{-1}$  untuk padatan Zr-Al-MCM-41 dengan variasi rasio  $\text{Si}/(\text{Zr}+\text{Al}) = 40$  dan 25 mengindikasikan bahwa struktur kerangka Al-MCM-41 tidak berubah dengan adanya ion zirkonium. Kecenderungan yang sama juga dilaporkan oleh Komariyah, (2009) untuk padatan Ni-Al-MCM-41. Penambahan ion Ni ke dalam Al-MCM-41 dilaporkan tidak merubah struktur framework Al-MCM-41.

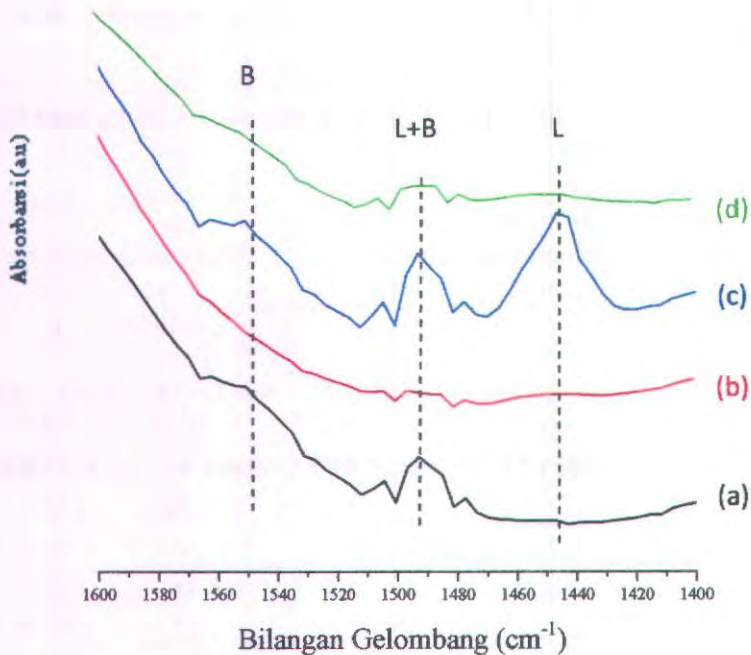
Tabel 4.4 Identifikasi puncak-puncak serapan FT-IR padatan hasil sintesis

Puncak	Bilangan Gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )	Bilangan Gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )	Bilangan Gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )	
	Al-MCM-41	Zr-MCM-41	Zr-Al-MCM-41	
			Si/(Zr+Al) = 25	Si/(Zr+Al) = 40
1	3421,12	3421,83	3421,83	3421,83
2	1226,77	1222,91	1238,34	1238,34
3	798,56	802,41	798,56	798,56
4	960,58	964,44	964,44	968,3
5	459,07	462,93	455,22	459,07

#### 4.2.3 Karakterisasi dengan FT-IR Piridin

Masuknya ion logam zirkonium dalam padatan Al-MCM-41 akan dapat meningkatkan keasaman padatan. Pada penelitian Eswaramoorthi *et al.*, (2004) dikatakan bahwa padatan Zr-Al-MCM-41 dapat digunakan pada hidroisomerisasi ataupun *hydrocracking*. Adanya ion logam pada struktur Al-MCM-41 akan menjadi sisi asam Lewis dan berperan sebagai sisi aktif pada proses katalisis. Penelitian yang telah dilakukan Selvaraj *et al.*, (2005) juga menjelaskan bahwa adanya ion logam akan meningkatkan jumlah sisi asam. Karakterisasi dengan FT-IR

piridin pada penelitian ini adalah untuk mengamati tipe sisi asam dari padatan hasil sintesis. Hasil spektra FT-IR piridin dari padatan Al-MCM-41, Zr-MCM-41 dan Zr-Al-MCM-41 ditunjukkan pada Gambar 4.7.



Gambar 4.7 Spektra FT-IR piridin (a) Al-MCM-41 (60), (b) Zr-MCM-41 (25), (c) Zr-Al-MCM-41 (25), (d) Zr-Al-MCM-41 (40)

Sesuai dengan yang diharapkan, spektra FT-IR piridin pada gambar 4.7, menunjukkan pita serapan di sekitar 1450–1650  $\text{cm}^{-1}$  untuk piridin teradsorpsi pada kedua sisi asam Lewis dan asam Brønsted.

Berdasarkan pengamatan, padatan Al-MCM-41 dan Zr-MCM-41 memiliki sisi asam Lewis yang teridentifikasi dari

munculnya puncak pada 1450 dan 1446  $\text{cm}^{-1}$ , serta memiliki gabungan kedua sisi asam Lewis dan Brønsted yang teridentifikasi dari munculnya puncak pada bilangan gelombang 1492 dan 1496  $\text{cm}^{-1}$ . Begitu pula dengan Zr-Al-MCM-41 (25) dan (40), adanya sisi asam Lewis terlihat dari munculnya puncak bilangan gelombang 1446 dan 1450  $\text{cm}^{-1}$ , adanya sisi asam Brønsted terlihat dari munculnya puncak pada bilangan gelombang 1492  $\text{cm}^{-1}$  dan adanya gabungan dari keduanya terlihat dari munculnya puncak pada bilangan gelombang 1550  $\text{cm}^{-1}$  dan 1504  $\text{cm}^{-1}$ .

Puncak pada bilangan gelombang disekitar 1450  $\text{cm}^{-1}$  muncul karena adanya adsorpsi piridin pada sisi asam Lewis, dimana piridin menggunakan pasangan elektron bebas untuk berikatan dengan orbital kosong sampel. Sedangkan puncak yang menunjukkan adanya sisi asam Brønsted muncul karena adanya vibrasi untuk ion piridinium ( $\text{C}_5\text{H}_5\text{NH}^+$ ), dimana piridin berikatan dengan proton dari gugus OH.

Jika padatan Zr-Al-MCM-41 dibandingkan dengan padatan Al-MCM-41, terjadi peningkatan keasaman karena penambahan ion zirkonium, seperti ditunjukkan pada Tabel 4.7. Kecenderungan ini juga dilaporkan oleh Fang *et al.*, (2005) bahwa kation logam (zirkonium) sebagai fasa aktif dapat menciptakan pusat keasaman yang baru pada permukaan Al-MCM-41.

Intensitas puncak meningkat dengan meningkatnya kandungan Zr, yang merupakan indikasi bahwa keasaman padatan meningkat sebanding dengan kandungan zirkonium. Hal ini kemungkinan dikarenakan adanya polarisasi ikatan dari  $\text{Si-O}^{\delta-}$  ---  $\text{Zr}^{\delta+}$  dalam Zr-Al-MCM-41, sehingga kemungkinan yang terjadi adalah terbentuknya ikatan  $\text{Si-O---Zr}$  dan  $\text{Si-O}$  (Eswaramoorthi *et al.*, 2004).

Tabel 4.5 Jumlah asam Lewis dan asam Brønsted padatan Al-MCM-41 dan Zr-Al-MCM-41 hasil sintesis

Jenis Asam	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )	
	Al-MCM-41	Zr-Al-MCM-41	
		Si/(Zr+Al)=25	Si/(Zr+Al)=40
Lewis	1446	1446	1450
Brønsted		1550	1504
Lewis dan Brønsted	1492	1492	1492

Bila besarnya keasaman padatan hasil sintesis dibandingkan dengan keasaman padatan serupa yang dilaporkan oleh Eswaramoorthi *et al.*, (2004), tingkat keasaman padatan yang dimiliki Eswaramoorthi lebih tinggi. Hal ini dikarenakan jumlah ion logam Al yang digunakan oleh Eswaramoorthi dalam sintesis Zr-Al-MCM-41 lebih banyak dibanding ion logam Al yang digunakan dalam penelitian ini. Poh *et al.*, (2006) mengatakan bahwa penambahan ion Al dapat mempengaruhi tingkat keasaman sisi Brønsted.

## BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

### 5.1 Kesimpulan

Padatan Al-MCM-41, Zr-MCM-41, dan Zr-Al-MCM-41 telah berhasil disintesis dengan metode hidrotermal. Hasil karakterisasi menggunakan XRD menunjukkan adanya puncak-puncak difraktogram pada sudut  $2\theta$  kurang dari  $10^\circ$ . Katalis Al-MCM-41 (60) memiliki struktur yang mirip dengan padatan MCM-41 serta memiliki kristalinitas lebih tinggi dibanding Zr-MCM-41, Zr-Al-MCM-41 (40) dan Zr-Al-MCM-41 (25). Penambahan ion zirkonium dalam proses sintesis menyebabkan perubahan struktur Al-MCM-41 yang ditandai dengan penurunan intensitas puncak-puncak difraktogramnya. Meskipun demikian, spektra FT-IR dari semua padatan hasil sintesis menunjukkan pola spektra yang sama dengan MCM-41. Sedangkan hasil karakterisasi menggunakan FT-IR piridin menunjukkan bahwa Zr-Al-MCM-41 (25) memiliki keasaman paling tinggi dibandingkan dengan ketiga padatan yang lain. Oleh karena itu, dapat dikatakan bahwa semakin banyak ion zirkonium yang ditambahkan, maka keasaman padatan yang terbentuk semakin besar.

### 5.2 Saran

Sebaiknya perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk uji aktivitas, sehingga diharapkan katalis Zr-Al-MCM-41 dapat digunakan untuk reaksi hidroisomerisasi atau reaksi *hydrocracking*.

## DAFTAR PUSTAKA

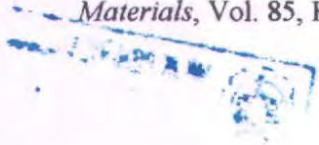
- Ajaikumar, S., Pandurangan, A., (2008), "Reaction of Benzaldehyde with Various Aliphatic Glycols in the Presence of Hydrophobic Al-MCM-41: A Convenient Synthesis of Cyclic Acetals", *Journal of Molecular Catalysts A: Chemical*, Vol. 290, Hal. 35-43.
- Beck, J.S., Vartuli, J.C., Roth, W.J., Leonowicz, M.E., Kresge, C.T., Schmitt, K.D., Chu, G.T.W., Olson, D.H., Sheppard, E.W., McCullen, S.B., Higgins dan J.B., Schlenker, J.L., (1992), "A New Family of Mesoporous Molecular Sieves Prepared With Liquid Crystal Template", *American Journal of Chemical Society*, Vol. 114, Hal. 10834-10843.
- Behrens, G. dan Stucky, G. D., (1993), "Order Molecular Arrays as Templates: A New Approach to Synthesis Mesoporous Materials", *Angewante Chemistry, International English Edition*, Vol. 32, Hal. 696-669.
- Bhattacharyya, K.G, Talubdar, A.K., Das, P. Dan Silvansaker, s., (2001), "Accetylation of Phenol with Al-MCM-41", *Catalyst Communication*, Vol. 2, Hal. 105-111.
- Birjega, R., nenu, C., Ganea, R., Pop, Gr., Șerban, S., Blaseo, T., (2002), "Synthesis and Characterization of Bimetallic Ga,Al-MCM-41 and Fe,Al-MCM-41", *Studies in Surface Science and Catalysis*, Vol. 142, Hal. 1331-1338.
- Blin, J, L., Harrier, G., Otjacqueus, C., Bao-Lian So, (2000), "New Way to Synthesize: MCM-41 and MCM-48 Material with Toilered Pore Size", *Studies in Surface Science and Catalysis*, Vol. 129, Hal. 57-66.

- Borade, B. R., Jaime, Perez, Clearfield, A., (1998), "Synthesis of Mesoporous Aluminophosphate", *Journal of Molecular Structure*, Vol. 470, Hal. 221-228.
- Byrappa K dan Yoshimura M: Handbook of Hydrothermal Technology (Noyes Publication/William Andrew Publishing LLC, U.S.A.2007)
- Chen, L.Y., Jaeniche. S, Chua G.K., (1997), "Thermal and Hydrothermal Stability of Framework-Substituted MCM-4", *Mesoporous Material*, Vol 12, Hal. 323-330.
- Chen, F. C., Wang, A. J., Norena, E. L., Aguilar, J., Navarrek, J., salas, P., (2007), "Synthesis and Physicochemical Properties of Zr-MCM-41 Mesoporous Molecular Sieves and Pt/H<sub>3</sub>PW<sub>12</sub>O<sub>40</sub>/ZrMCM-41 Catalysts", *Journal of Solid State Chemistry*, Vol.180, Hal. 2958-2972.
- Corma, A., Nawaro, M, T., Perez-Pariente, Sanches, S., (1994), "Preparation and Properties of Ti-containing MCM-41", *Studies in Surface Science and Catalysis*, Vol.84, hal. 69-75.
- Eswaramoorthi, I., Sundaramurthi, V., Lingappan, N., (2004), "Hydroisomerisation of C<sub>6</sub>-C<sub>7</sub> n-alkane over Pt Loaded Zirkonium Containing Al-MCM-41 Molecular Sieves" *Microporous and Mesoporous Material*, Vol. 71, Hal. 109-111.
- Jentys, A., Kleestofer, Vinek, H., (1999), "Concentration of Surface Hydroxyl Groups on MCM-41", *Microporous and Mesoporous Material*, Vol. 27, Hal. 321-328.
- Jia Yuan Yang, Yang, J., Fang, Wang, H., Zhaou Yu, (2009), "The Metal Incorporated Mesoporous Carbon With high



Performance in Capture and Degradation of Volatile nitrosamines”, *Catalyst Today*, Vol. 148, Hal. 88-96.

- Kaftan, (2004), “ a Novel Sorbent (MCM-41 Immobilized With N-Methylglucamine) for Removal/ Preconcentration of Boron from Water Syntesis, Characterzation, and Apliction to Water Samples”, *Dissetation to The Graduate School in Partial Fulfilment of The Requirements for The Master of Science*, Izmir Institute of Technology Izmir, Turkey.
- Kresge C.T., Chaster A.W., Oleck S.M., (1992), “Control of Metal Radial Profiles in Alumina Supports by Carbon Diokxide”, *Applied Catalysist A: General*. Vol. 81, Hal. 215-226
- Lee, Ki-Soo, Chang-Gun, Yim,H, J., (2000), “Characteristic of Zirconocene Catalysts Supported on Fe-MCM-41 foe Ethylene Polymerization”, *Journal of Molecular Catalysis A:Chemical*, Vol.159, Hal. 301-308.
- Mouli, C, K., Sundaramurthy, V., Dalai, K, A., Rising, Z., (2007), “Selective Ring Opening of Decalin with Pt-Ir on Zr Modified MCM-41”, *Applied Catalysis A: General*, Vol. 321, Hal. 17-26
- Nawrocki, J., Ziolek, M., Kasprzyk, B., Nowak, I., (2002), “A Possible Use of Modified Mesoporous Molecular Sieves in Water Treatment Process”, *Studies in Surface Science and Catalysis*, Vol.141, Hal. 591-598.
- Palani, A., pandurangan, A., (2006), “Esterification of Terephthalic Acid with Methanol Over Mesoporous Al-MCM-41 Molecular Sieves”, *Journal of Molecular Catalyst A: Chemical*, Vol. 245, Hal. 101-105

- Perego, C., dan Villa, P., (1997), "Chatalys and Preparation Methods", *Catalysis Today*, Vol. 34, Hal. 281-305
- Poh, Eng Ng., Nur, H., Nazlan, M., Muhid, M., Hamdan, H., (2006), "Sulphated Al-MCM-41: Mesoporous Solid Brønsted Acid Catalysts for Dibenzoylation of Biphenyl", *Catalysis Today*, Vol. 114, Hal. 257-262.
- Rakshe, B., Ramasamy V, V., Ramasamy, V, A., (1999), "Acidity and m-xylene Isomerization Activity of Large Pore, Zirconium-Containing Alumini-silikate with BEA Structure", *Journal Catalyst*, Vol. 188, Hal. 252-260.
- Reddy, M, K., Wei Boli, Song C., (1998), " Mesoporous Molecular Sieves MCM-41 Supported Co-Mo Catalyst for Hydrosulfurization of Petroleum resids", *Catalysis Today*, Vol. 43, Hal. 261-272.
- Tanabe, M., Hokim, J., Nivea, (1997), "Characterizatoin and Catalytic Activity of the Al-MCM-41 Prepared by Methode of Gel Equalibrium Adjustment", *Microporous Material*, Vol. 10, Hal. 85-93.
- Tuel, A., Gontier, S., (1996), "Novel Zirconium Containing Mesoporous Silicas for Oxydation Reaction in the Liquid Phase", *Applied Catalyst A: General*, Vol. 143, Hal. 125-135.
- Schubert, U. dan Hüsing, N., (2005), "Synthesis of Inorganic Materials", Second Revised, Wiley-VCH, New York.
- Selvaraj, M., Lee, G, T., (2005), "t-Butylation of Toluena with t-butyl Alcohol Over Mesoporous Zn-Al-MCM-41 Molecular Sieves", *Microporous and Mesoporous Materials*, Vol. 85, Hal. 59-79.
- 

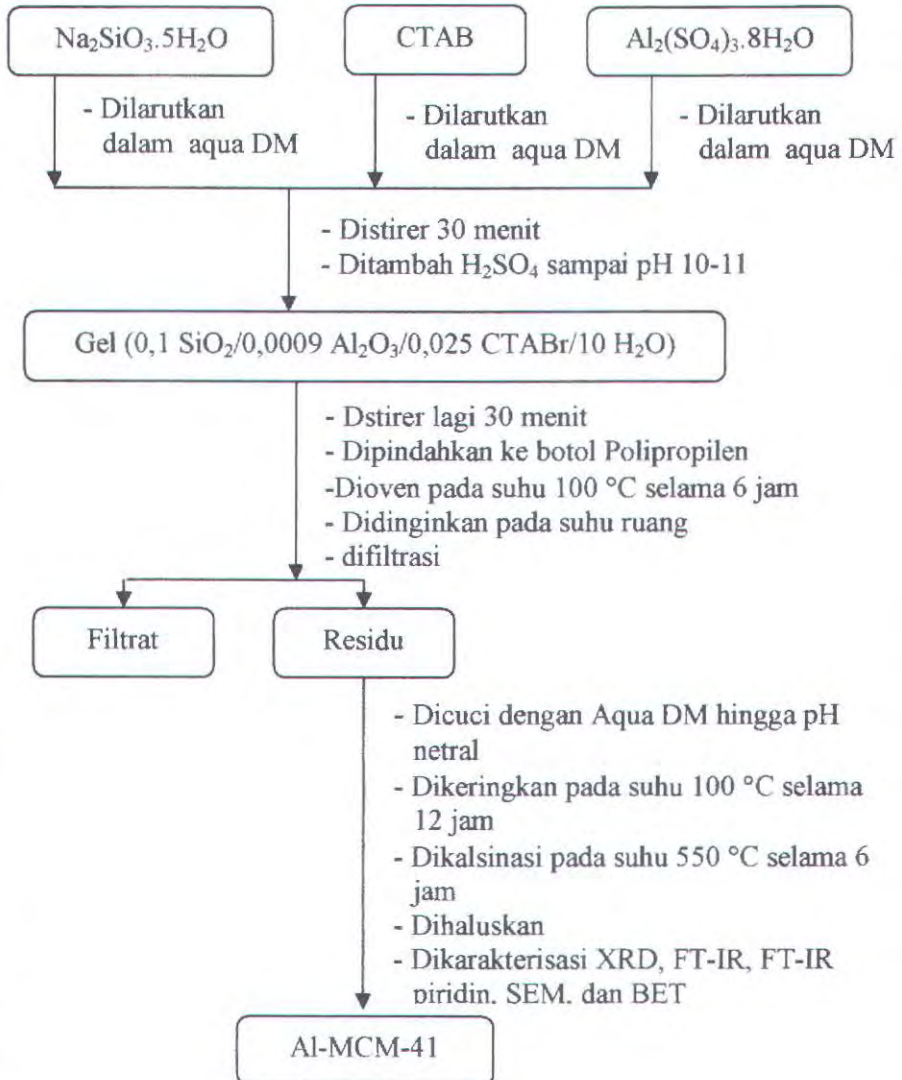
- Sibilia, P. (1996), *Guide to Material Characterization and Chemical Analysis*, 2<sup>nd</sup> Edition, John Wiley-VCH, New York.
- Tatiana, Y. (2007), *Surface Chemistry Studies of SnO<sub>2</sub>-Pt/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Catalyst for Environmentally Improved Catalytic Oxidation of Carbon Monoxide, Propylene and for Cyclopropane Isomerization*, Tesis Ph.D., University of Pannonia, Veszprém.
- West, Anthoni R., (1989), "Solid State Chemistry and Its Application, John Wiley & Sons, New York.
- Whyman, R., (1994), *Applied Organometallic Chemistry and Catalysis*, Oxford University Press, New York.
- Xiaomei, Zhou, U., Chen, C., Xiaoqiang Li, Xu Jie, (2009), "Direct synthesis and Characterization of Bifunctional Me-Zr-MCM-41", *Material Letters*, Vol. 63, Hal. 1754-1756.
- Ying, Z., Zhaohui Li, Yang z., Xiaonu, S., Hangxu, L., (2006), "Synthesis and Characterization of Fe-Ce-MCM-41", *Material Letters*, Vol. 60, Hal. 3221-3223.
- Zanjanchi, M.A., Vaziri. M., (2008), "Spectral Studes on The Interaction of Acetylacetone with Aluminium Containing MCM-41 Mesoporous Materials", *Materials Chemistry and Physics*, Vol. 110, Hal. 61-67.
- Zhao, Xiu., Lu, Max., dan Graeme J., (2006), "Advanced in Mesoporous Molecular Sieve MCM-41", *Industrial Engineering Chemical. Research*, Vol. 35, Hal. 2075-2090.



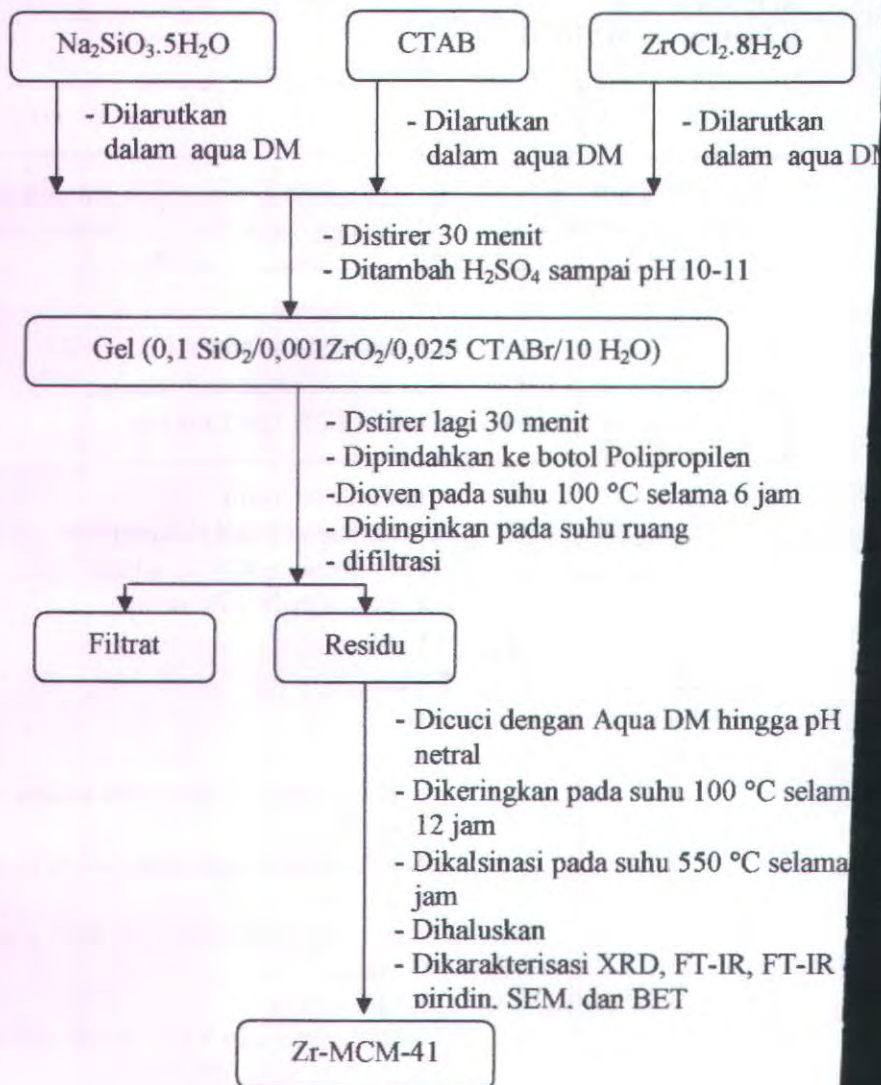
## LAMPIRAN

### A. Perhitungan

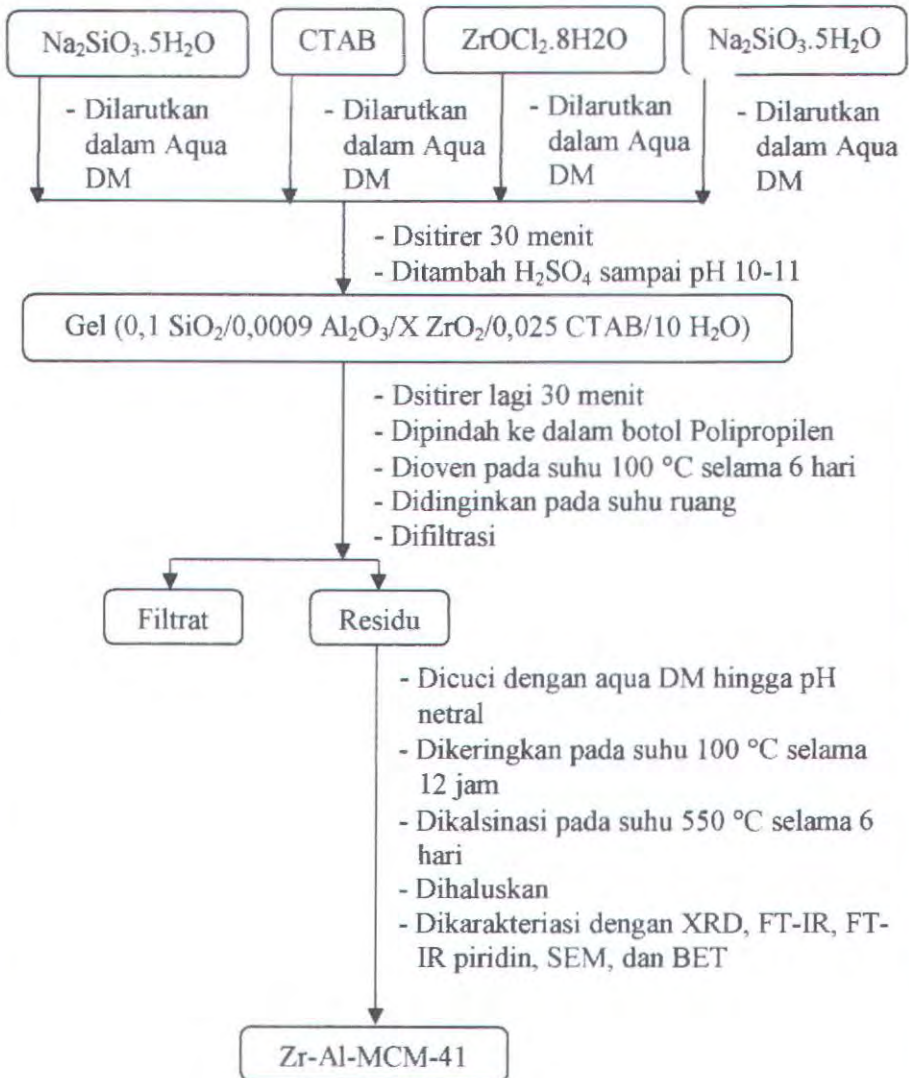
#### 1. Sintesis Al-MCM-41



## 2. Sintesis Zr-MCM-41



### 3. Sintesis Zr-Al-MCM-41



## B. Perhitungan

### 1. Sintesis Al-MCM-41

Perbandingan mol gel Al-MCM-41 adalah 0,1 SiO<sub>2</sub>/0,0009 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/0,025 CTABr/10 H<sub>2</sub>O

$$\frac{Si}{Al} = 60$$

$$\frac{Si}{Al} = \frac{0,1 \times ArSi}{Mol Al \times 2 \times 26,89}$$

$$mol Al = \frac{0,1 \times 28,09 \text{ gr/mol}}{60 \times 2 \times 26,89 \text{ gr/mol}} = 0,0009$$

- Mol Al = 0,0009 mol

$$\begin{aligned} \text{massa Al} &= \text{mol Al} \times \text{Mr Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O} \\ &= 0,0009 \text{ mol} \times 666,42 \text{ g/mol} \\ &= 0,5998 \text{ gram} \end{aligned}$$

- Mol Si = 0,1 mol

$$\begin{aligned} \text{Massa SiO}_2 &= \text{mol SiO}_2 \times \text{Mr Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} \\ &= 0,1 \text{ mol} \times 212,045 \text{ g/mol} \\ &= 21,2045 \text{ gram} \end{aligned}$$

- Mol CTABr = 0,025 mol

$$\begin{aligned} \text{Massa CTABr} &= \text{mol CTABr} \times \text{Mr CTABr} \\ &= 0,025 \text{ mol} \times 364,46 \text{ g/mol} \\ &= 9,1115 \text{ gram} \end{aligned}$$

- Mol Aqua DM = 10 mol

$$\begin{aligned} \text{Massa Aqua DM} &= \text{mol Aqua DM} \times \text{Mr Air} \\ &= 10 \text{ mol} \times 18 \text{ g/mol} \\ &= 180 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\rho = \frac{m}{v}$$

$$V = \frac{m}{\rho}, \quad V = \frac{180 \text{ g}}{1 \text{ g/ml}} = 180 \text{ mL}$$

## 2. Sintesis Zr-Al-MCM-41

Perbandingan mol gel Zr-Al-MCM-41 0,1 SiO<sub>2</sub>/0,0009 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/X ZrO<sub>2</sub>/0,025 CTABr/10 H<sub>2</sub>O, dimana nilai X adalah 0,001 dan 0,0008

$$\frac{Si}{(Al+Zr)} = 25$$

- Mol Al = 0,0009 mol

$$\begin{aligned} \text{Massa Al} &= \text{mol Al} \times \text{Mr Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O} \\ &= 0,0009 \text{ mol} \times 666,42 \text{ g/mol} \\ &= 0,5998 \text{ gram} \end{aligned}$$

- Mol Zr = 0,001 mol

$$\begin{aligned} \text{Massa Zr} &= \text{mol Zr} \times \text{Mr ZrOC}_2\text{H}_8\text{O} \\ &= 0,001 \text{ mol} \times 322,28 \text{ g/mol} \\ &= 0,3223 \text{ gram} \end{aligned}$$

- Mol Si = 0,1 mol

$$\begin{aligned} \text{Massa SiO}_2 &= \text{mol SiO}_2 \times \text{Mr Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} \\ &= 0,1 \text{ mol} \times 212,045 \text{ g/mol} \\ &= 21,2045 \text{ gram} \end{aligned}$$

- Mol CTABr = 0,025 mol

$$\begin{aligned} \text{Massa CTABr} &= \text{mol CTABr} \times \text{Mr CTABr} \\ &= 0,0025 \text{ mol} \times 364,46 \text{ g/mol} \\ &= 9,1115 \text{ gram} \end{aligned}$$

- Mol Aqua DM = 10 mol

$$\begin{aligned} \text{Massa Aqua DM} &= \text{mol Aqua DM} \times \text{Mr Air} \\ &= 10 \text{ mol} \times 18 \text{ g/mol} \\ &= 180 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\rho = \frac{m}{v}$$

$$V = \frac{m}{\rho}, V = \frac{180 \text{ g}}{1 \text{ g/mL}} = 180 \text{ mL}$$



Tabel 1. Komposisi sintesis Zr-Al-MCM-41

Sampel	Mol Gel (mol)	SiO <sub>2</sub> (gram)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (gram)	ZrO <sub>2</sub> (gram)	CTABr (gram)	H <sub>2</sub> O (mL)
Zr-Al-MCM-41 (25)	0,001	21,2045	0,5998	0,3223	9,1115	180
Zr-Al-MCM-41 (40)	0,0008	21,2045	0,5998	0,2578	9,1115	180

### 3. Sintesis Zr-MCM-41

- Mol Zr = 0,001 mol

$$\begin{aligned} \text{Massa Zr} &= \text{mol Zr} \times \text{Mr ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O} \\ &= 0,001 \text{ mol} \times 322,28 \text{ g/mol} \\ &= 0,3223 \text{ gram} \end{aligned}$$

- Mol Si = 0,1 mol

$$\begin{aligned} \text{Massa SiO}_2 &= \text{mol SiO}_2 \times \text{Mr Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} \\ &= 0,1 \text{ mol} \times 212,045 \text{ g/mol} \\ &= 21,2045 \text{ gram} \end{aligned}$$

- Mol CTABr = 0,025 mol

$$\begin{aligned} \text{Massa CTABr} &= \text{mol CTABr} \times \text{Mr CTABr} \\ &= 0,0025 \text{ mol} \times 364,46 \text{ g/mol} \\ &= 9,1115 \text{ gram} \end{aligned}$$

- Mol Aqua DM = 10 mol

$$\begin{aligned} \text{Massa Aqua DM} &= \text{mol Aqua DM} \times \text{Mr Air} \\ &= 10 \text{ mol} \times 18 \text{ g/mol} \\ &= 180 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\rho = \frac{m}{v}$$

$$V = \frac{m}{\rho}, \quad V = \frac{180 \text{ g}}{1 \text{ g/ml}} = 180 \text{ mL}$$

## BIODATA PENULIS



Nama lengkap penulis Faurista Agustin Lestari, lahir di Surabaya, 18 Agustus 1987. Merupakan anak kedua dari dua bersaudara pasangan Puguh Santoso dan Maria. Penulis telah menempuh pendidikan formal yaitu di TK Ruwabi (1994), SDN Siwalankerto II/419 (2000), SMP Negeri 21 (2003), SMA Negeri 16 (2006), dan penulis diterima di jurusan kimia MIPA ITS tahun 2006. Lulus dari ITS dengan mengambil skripsi di bidang

kimia anorganik di bawah bimbingan Ratna Ediati, MS., Ph.D., ([rediati@chem.its.ac.id](mailto:rediati@chem.its.ac.id)) dengan judul “Sintesis Zr-Al-MCM-41 dengan Metode Hidrotermal dan Karakterisasinyap”. Penulis sempat aktif di Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMKA) ITS menjabat sebagai kepala departemen Humas dan sebagai Asisten Laboratorium Kimia Dasar, Kimia Unsur, Sintesis Senyawa Anorganik, dan Metode Pemisahan dan pemurnian. Penulis juga pernah mengikuti Kerja Praktek (*On the Job Training*) di PT. TPC Indo Plastic and Chemicals.