



KAJIAN KARAKTERISTIK MCM-41 YANG DIMODIFIKASI DENGAN LOGAM Zn SECARA *DIRECT SYNTHESIS*

Characteristic Study of the MCM-41 Modified with Zn by Direct Synthesis

Nur Hasanah^{1,*}, Sutarno², dan Eko Sri Kunarti²

¹Program Studi Pendidikan Kimia, FKIP, Universitas Sebelas Maret
Jl. Ir. Sutami No. 36A, Surakarta, Jawa Tengah 57126, Indonesia

²Program Studi Ilmu Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Gadjah Mada
Jl. Sekip Utara, Bulaksumur, Yogyakarta 55281, Indonesia

*Untuk korespondensi: e-mail: chazanah.khan@gmail.com

Received: August 08, 2018

Accepted: December 16, 2018

Online Published: December 31, 2018

DOI : 10.20961/jkpk.v3i3.22808

ABSTRAK

Modifikasi MCM-41 dengan logam Zn dengan metode *direct synthesis* telah berhasil dilakukan. Tujuan penelitian ini adalah: (i) mengetahui morfologi MCM-41 hasil sintesis, (ii) mengetahui rasio Si/Zn yang optimal yang digunakan dalam memodifikasi MCM-41, dan (iii) mengetahui kristalinitas dan diameter pori MCM-41 hasil sintesis dan MCM-41 termodifikasi Zn. Logam Zn ditambahkan ke matriks MCM-41 dengan cara *direct synthesis* menggunakan prekursor zink nitrat dengan berbagai variasi rasio Si/Zn. Penambahan logam Zn dengan *direct synthesis* bertujuan untuk memperoleh diameter pori yang lebih besar tanpa merusak struktur MCM-41. Karakterisasi material menggunakan XRD, FTIR, TEM, dan adsorpsi gas N₂. Hasil karakterisasi MCM-41 dengan TEM menunjukkan bahwa material memiliki bentuk sferis dengan morfologi pori yang seragam. Hasil pengujian dengan XRD menunjukkan bahwa MCM-41 telah berhasil disintesis yang ditunjukkan oleh kristalinitas yang baik dengan munculnya tiga puncak difraktogram khas MCM-41. Rasio Si/Zn yang optimal untuk modifikasi MCM-41 dengan logam Zn secara *direct synthesis* adalah rasio Si/Zn=100. MCM-41 termodifikasi menunjukkan penurunan kristalinitas dan peningkatan diameter pori yakni 35,58 Å dibanding MCM-41 yang mempunyai diameter pori 31,42 Å.

Kata Kunci: MCM-41; modifikasi, *direct synthesis*

ABSTRACT

Modification of MCM-41 with zinc (Zn) by direct synthesis has been attempted. The aims of this research were (i) to show morphology of MCM-41, (ii) to know the optimal ratio of Si/Zn in MCM-41 modification, and (iii) to know crystallinity and pore diameter of MCM-41 and MCM-41 modified by Zn. Zn metal added to MCM-41 matrix by direct synthesis used zinc nitrate as precursor with ratio Si/Zn variation. Zn added by *direct synthesis* to get larger diameter without changing the structure of MCM-41. Characterization of material was used XRD, FTIR, TEM, and N₂ adsorption. Characterization of MCM-41 with TEM show that material has spherical shape with uniform pore morphology. The result of XRD show that synthesized MCM-41 has good crystallinity with three peaks observed specific to MCM-41. Ratio of Si/Zn optimal to modification MCM-41 is Si/Zn= 100. Modified MCM-41 show decrease in crystallinity and increase pore diameter that is 35.58 Å compared with MCM-41 with pore diameter 31.42 Å.

Keywords: MCM-41, modification, *direct synthesis*

PENDAHULUAN

MCM-41 merupakan material padatan berpori yang tersusun dari silika amorf, memiliki struktur teratur dan rongga seragam, membentuk susunan heksagonal dengan luas permukaan yang besar, serta memiliki stabilitas termal yang baik [1]. Material MCM-41 masuk dalam klas mesopori. Kelebihan MCM-41 adalah memiliki diameter pori yang dapat diatur melalui berbagai cara, yakni pemilihan surfaktan, penambahan senyawa organik, penambahan logam, dan pengubahan parameter reaksi [2]. Template yang sering digunakan pada sintesis MCM-41 adalah ion amonium kuarterner dengan rantai alkil yang panjang misalnya heksadesil [3].

Material MCM-41 telah berhasil disintesis menggunakan berbagai metode. Oshima *et al* melakukan sintesis MCM-41 dengan metode hidrotermal dan memperoleh material dengan kristalinitas tinggi. Monokhonoana *et al* dan Yunita melakukan sintesis MCM-41 pada temperature kamar [4-6], Ortiz *et al* menggunakan metode sol-gel dalam sintesis MCM-41 dan menghasilkan material MCM-41 dengan pori seragam dan kristalinitas tinggi [7].

Modifikasi material MCM-41 salah satunya dilakukan dengan cara penyisipan logam pada kerangka MCM-41 yang bertujuan untuk memperoleh luas permukaan material yang lebih besar. Selain itu, diameter pori dapat diubah sesuai dengan metode dan jenis logam yang disisipkan. Penyisipan logam secara langsung pada MCM-41 juga akan meningkatkan diameter pori material [8].

Modifikasi MCM-41 dengan cara pemasukan logam Zn dilakukan secara *direct*

synthesis (langsung). Modifikasi dilakukan dengan variasi rasio Si/Zn untuk mendapatkan rasio yang paling optimal. Dengan cara *direct synthesis* diharapkan logam Zn akan masuk ke dalam kerangka MCM-41 sehingga dihasilkan material Zn-MCM-41 dengan diameter pori yang lebih besar daripada MCM-41 [9].

Manfaat dari penelitian ini adalah memberikan alternatif metode sintesis MCM-41 yang lebih mudah dan cepat. Penggunaan metode sonokimia pada penelitian ini merupakan metode baru yang lebih *green chemistry*.

METODE PENELITIAN

1. Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam sintesis material mesopori MCM-41 dan Zn-MCM-41 adalah larutan tetraetil ortosilikat $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ (TEOS, Merck 98% p.a) sebagai sumber silika, padatan cetiltrimetilammonium bromide (CTAB, Merck 99% p.a) sebagai surfaktan pencetak, padatan Zink nitrat ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ Merck p.a) sebagai sumber Zn, etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ Merck 98% p.a), larutan ammonia (NH_3 Merck p.a), methanol (CH_3OH Merck p.a), dan akuades.

2. Alat Penelitian

Peralatan yang digunakan adalah seperangkat peralatan gelas laboratorium seperti gelas beker, kaca arloji, gelas ukur, dan spatula. Selain itu, digunakan pula timbangan analitik (AND GR-200), pengaduk magnet, pH indikator (Merck), *muffle furnace*, oven, cawan krus, dan *ultrasonic cleaner* (Branson 220 V).

Instrumen untuk karakterisasi material meliputi TEM (JEOL JEM 1400), difraktometer sinar-X (Shimadzu XRD 6000), spektrofotometer inframerah FTIR (Shimadzu Prestige FTIR 21), instrumen adsorpsi-desorpsi N₂ BET (Brunauer, Emmet, and Teller)-BJH.

3. Prosedur Penelitian dan Pengumpulan Data

a. Sintesis Material MCM-41

Sintesis MCM-41 dilakukan pada temperatur kamar dengan metode sonokimia. Sintesis diawali dengan melarutkan CTAB ke dalam akuades dengan rasio mol CTAB/Si=0,16, dan dilakukan pengadukan sampai larutan homogen. Selanjutnya pada temperatur kamar ditambahkan 34 mL etanol dan 10 mL larutan amonia, pH dikondisikan pada 10-11. Langkah selanjutnya adalah TEOS ditambahkan secara bertetes-tetes pada larutan campuran, dan tetap diaduk selama 3 jam sampai diperoleh gel putih.

Gel yang terbentuk kemudian disonikasi selama 3 jam. Sampel padat dipisahkan dengan filtrasi, dan dicuci dengan akuades sampai pH netral. Padatan yang didapatkan dioven pada suhu 100°C selama 6 jam. Selanjutnya sampel dikalsinasi pada suhu 550°C selama 6 jam. Sampel yang didapat kemudian dianalisis dengan TEM, XRD, FTIR, dan adsorpsi-desorpsi gas N₂ (BET-BJH).

b. Sintesis material Zn-MCM-41

Sintesis Zn-MCM-41 dilakukan pada temperatur kamar dengan metode sonokimia. Langkah pelaksanaan sintesis Zn-MCM-41 adalah sebagai berikut: Sintesis diawali dengan melarutkan CTAB ke dalam akuades dengan rasio mol CTAB/Si=0,16, dan dilakukan

pengadukan sampai larutan homogen. Kemudian ditambahkan 34 mL etanol dan 10 mL larutan amonia, pH dikondisikan pada 10-11. Selanjutnya, ke dalam campuran tersebut ditambahkan Zink nitrat dengan variasi perbandingan mol Si/Zn=33,33, 50, 100, dan 200. Langkah selanjutnya adalah menambahkan TEOS secara bertetes-tetes pada larutan campuran, dan tetap diaduk selama 3 jam sampai diperoleh gel putih.

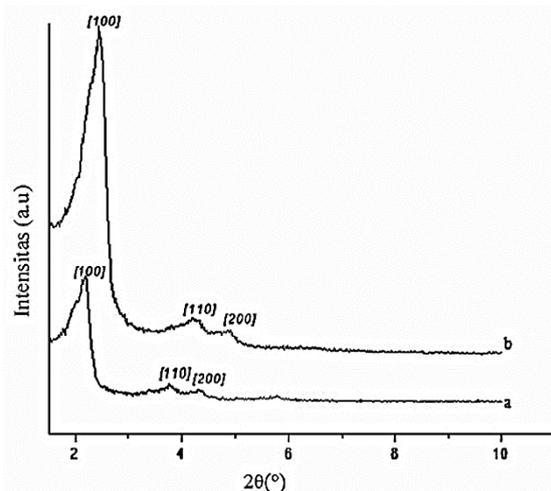
Gel yang terbentuk kemudian disonikasi selama 3 jam. Sampel padat dipisahkan dengan filtrasi, dan dicuci dengan akuades dan metanol sampai pH netral, dan padatan yang didapat dioven pada suhu 100°C selama 6 jam. Selanjutnya sampel dikalsinasi pada suhu 550°C selama 6 jam. Sampel yang didapat kemudian dianalisis dengan XRD, FTIR, dan adsorpsi-desorpsi gas N₂ (BET-BJH).

HASIL DAN PEMBAHASAN

1. Hasil karakterisasi MCM-41 dengan difraksi sinar X

Sintesis MCM-41 dalam penelitian ini menggunakan metode sonokimia, yakni kombinasi sol-gel dengan sonikasi yang berperan menggantikan proses *aging* pada temperatur kamar. Hasil karakterisasi MCM-41 sebelum dan setelah kalsinasi disajikan pada Gambar 1. Material MCM-41 setelah kalsinasi memiliki intensitas yang lebih tinggi dibandingkan MCM-41 sebelum kalsinasi. Selain itu, MCM-41 setelah kalsinasi mempunyai nilai 2 θ yang lebih besar daripada MCM-41 sebelum kalsinasi, yang berarti bahwa nilai parameter kisinya lebih kecil. Keberhasilan dalam sintesis MCM-41 dikonfirmasi menggunakan data JCPDF, dan

MCM-41 hasil sintesis pada penelitian ini memiliki puncak dan nilai *spacing* yang hampir sama dengan data JCPDF No. 49-1712 (Lampiran 1). Hal ini menunjukkan bahwa MCM-41 telah berhasil disintesis. Adanya kenaikan intensitas puncak pada MCM-41 setelah kalsinasi ini diakibatkan oleh hilangnya surfaktan CTAB yang mengakibatkan material semakin kristalin dengan penataan kristal yang semakin teratur. Selain itu, hilangnya surfaktan CTAB menyebabkan MCM-41 memiliki unit sel yang lebih kecil.



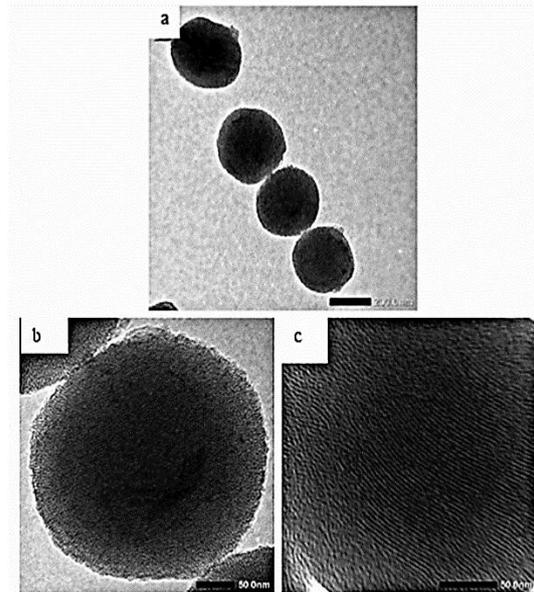
Gambar 1. Difraktogram MCM-41: (a) sebelum kalsinasi dan (b) setelah kalsinasi

MCM-41 hasil sintesis pada gambar (b) menunjukkan tiga puncak utama pada $2\theta=2,35^\circ$; $2\theta=4,19^\circ$; dan $2\theta=4,80^\circ$ yang berturut-turut merupakan difraksi bidang kristal $[100]$, $[110]$, dan $[200]$. Hal ini menunjukkan bahwa MCM-41 hasil sintesis memiliki keteraturan pori yang baik yang ditandai dengan munculnya tiga puncak utama MCM-41.

2. Hasil karakterisasi MCM-41 dengan TEM

Analisis dengan TEM dilakukan untuk mengetahui morfologi, struktur, serta

keteraturan pori padatan MCM-41 hasil sintesis. Hasil TEM material MCM-41 yang disintesis disajikan dalam Gambar 2.

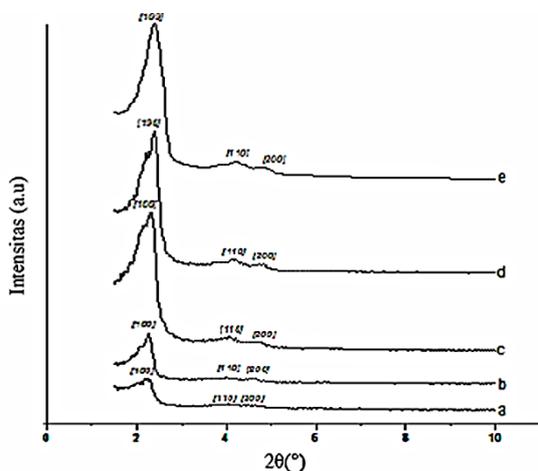


Gambar 2. Mikrograf TEM MCM-41 waktu sonikasi 3 jam: (a) perbesaran 20.000, (b) 80.000 dan (c) 120.000 kali

Bentuk sferis dari partikel ini dikarenakan oleh adanya penggabungan rantai pendek alkohol (etanol) pada gel mula-mula. Keberadaan alkohol ini dapat mengontrol morfologi partikel selama proses sintesis. Bentuk sferis ini memiliki keuntungan yakni luas permukaan yang besar dan partikelnya homogen. Dari gambar mikrograf TEM padatan MCM-41 dengan perbesaran 80.000 (Gambar 2(b)) terlihat bahwa MCM-41 hasil sintesis memiliki bentuk sferis dengan pori yang teratur dan seragam. Kenampakan pori yang seragam ini terlihat lebih jelas pada mikrograf TEM perbesaran 120.000 (Gambar 2(c)) dimana pada permukaan material terlihat keseragaman mesopori melengkung menyerupai pipa seperti kanal dengan pipa-pipa yang teratur dan homogen.

3. Hasil karakterisasi Zn-MCM-41 dengan difraksi sinar X dan pengaruh rasio Si/Zn

Keberadaan Zn di dalam kerangka MCM-41 dikonfirmasi dengan difraksi sinar-X. Terdapat perubahan yang signifikan akibat masuknya logam Zn dengan cara sintesis secara langsung terhadap karakter MCM-41. Perbedaan intensitas puncak antara MCM-41 dan Zn-MCM-41 dapat dilihat pada Gambar 3. Perubahan utama yang terlihat karena pemasukan logam Zn ke dalam MCM-41 adalah penurunan intensitas puncak utama yakni pada $d[100]$ yang berarti terjadi penurunan kristalinitas material, serta adanya pergeseran sudut 2θ yang bergeser ke nilai yang lebih kecil yang diikuti dengan peningkatan harga parameter kisi (unit sel) material.

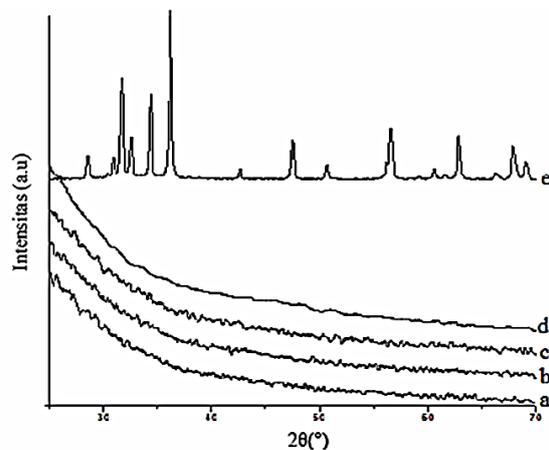


Gambar 3. Pola difraksi sinar X: Zn-MCM-41: (a) Si/Zn=33,33; (b) Si/Zn=50; (c) Si/Zn=100; (d) Si/Zn=200, dan (e) MCM-41

Terjadinya penurunan intensitas puncak dan meningkatnya parameter kisi ini dapat menjadikan alasan bahwa diperkirakan logam Zn masuk ke dalam kerangka MCM-41. Hal ini disebabkan oleh penataan atom yang kurang teratur setelah masuknya logam Zn ke dalam kerangka MCM-41 yang

disebabkan oleh perbedaan panjang ikatan antara Zn-O dengan Si-O pada kerangka MCM-41 [9]. Jari-jari ionik Zn^{2+} ($0,74 \text{ \AA}$) lebih besar daripada Si^{4+} ($0,41 \text{ \AA}$), sehingga akan meningkatkan jarak ikat M-O dimana M bisa berupa Si atau Zn.

Keberadaan logam Zn pada kerangka MCM-41 juga diperkuat dengan difraktogram Zn-MCM-41 pada harga sudut 2θ yang besar (20° - 70°) seperti disajikan pada Gambar 4.



Gambar 4. Pola difraksi sinar X pada sudut besar Zn-MCM-41: (a) Si/Zn=33,33; (b) Si/Zn=50; (c) Si/Zn=100; (d) Si/Zn=200; dan (e) ZnO

Pengukuran sampel pada sudut 2θ besar ini untuk membuktikan ketiadaan ZnO pada material Zn-MCM-41 hasil sintesis. Dengan pemikiran bahwa jika logam Zn masuk ke dalam kerangka MCM-41, maka tidak akan ditemukan logam Zn dalam bentuk oksidanya, yakni ZnO. Hal ini dikarenakan logam Zn dalam bentuk oksida ini hanya akan muncul jika logam Zn berada di permukaan MCM-41, bukan pada kerangka MCM-41 [10]. Oksida Zn dapat dikenali dengan munculnya puncak tertinggi pada sudut 2θ dengan harga sekitar 36° . Pada sampel Zn-MCM-41 hasil sintesis dengan berbagai variasi rasio mol Si/Zn ternyata

tidak ditemukan adanya puncak pada sudut $2\theta=36^\circ$, sehingga diperkirakan Zn tidak berada di permukaan sebagai oksida, melainkan masuk ke dalam kerangka MCM-41 menggantikan Si.

Data struktural MCM-41 dan Zn-MCM-41 hasil sintesis disajikan dalam Tabel 1. Berdasarkan data tersebut, diperoleh bahwa adanya logam Zn mengakibatkan penurunan intensitas puncak pada bidang $[100]$ dengan semakin kecil rasio mol Si/Zn. Semakin bertambahnya logam Zn yang dimasukkan dalam proses sintesis maka sudut 2θ bergeser ke nilai yang lebih kecil, yang mengakibatkan parameter kisi atau unit sel (a_0) semakin besar, sehingga dengan asumsi bahwa dinding pori berukuran 10 \AA , maka harga diameter pori menurut data XRD semakin besar.

Tabel 1. Data struktural MCM-41 waktu sonikasi optimum dan Zn-MCM-41 dengan berbagai rasio mol Si/Zn

Sampel	Intensitas Relatif (%)	$2\theta(^{\circ})$ $d[100]$	$d[100]$ (A)	a_0^a (A)	DXRD ^b (A)
MCM-41	100	2,36	37,43	43,22	33,22
Zn-MCM-41 (Si/Zn=200)	88,46	2,28	38,68	44,66	34,66
Zn-MCM-41 (Si/Zn=100)	86,53	2,19	40,30	46,53	36,53
Zn-MCM-41 (Si/Zn=50)	30,76	2,18	40,42	46,67	36,67
Zn-MCM-41 (Si/Zn=33,3)	21,15	2,16	40,84	47,16	37,16

Keterangan: (a) merupakan harga parameter kisi= $2d\sqrt{3}$, (b) merupakan harga perkiraan diameter pori, $D_{XRD}=a_0(A)-10A$, dengan asumsi ketebalan dinding pori relatif tetap 10 \AA (Sutarno, 2015)

Pada material Zn-MCM-41 dengan rasio mol Si/Zn=200 terlihat adanya penurunan intensitas puncak pada $d[100]$ sebesar 11,54%, pada rasio mol Si/Zn=100 terjadi penurunan intensitas sebesar 13,47%, pada rasio Si/Zn=50 terjadi penurunan intensitas sebesar 69,24%, dan dengan rasio Si/Zn=33,33 terjadi penurunan intensitas

paling besar yakni 78,85%. Pada rasio mol Si/Zn=200 dan 100 dapat dikatakan bahwa penurunan intensitas yang terjadi relatif kecil, tidak mencapai 25%, hal ini berarti struktur MCM-41 masih dapat dipertahankan. Sedangkan pada rasio mol Si/Zn=50 dan 33,33 terjadi penurunan intensitas yang relatif besar yakni lebih dari 50% sehingga dapat dikatakan bahwa struktur MCM-41 tidak dapat dipertahankan. Dari hasil data ini, diperoleh bahwa semakin kecil rasio mol Si/Zn (semakin banyak logam Zn yang dimasukkan) maka penurunan intensitas yang terjadi pada material semakin besar.

Berdasarkan data pada Tabel 1 terlihat bahwa semakin kecil rasio mol Si/Zn (semakin banyak logam Zn yang dimasukkan) diperoleh bahwa pergeseran 2θ semakin ke kiri atau nilainya semakin kecil, yang juga berarti bahwa parameter kisi atau unit sel material semakin besar, dan diameter pori material makin besar (dengan asumsi tebal dinding pori relatif tetap 10 \AA). Peningkatan harga parameter kisi (a_0) yang diidentikkan dengan meningkatnya diameter pori material MCM-41 setelah dimasuki oleh logam Zn ini diperkirakan logam Zn telah masuk ke dalam kerangka MCM-41 [9].

Keteraturan pori material diidentifikasi berdasarkan adanya puncak kuat pada 2θ pada $1,8^\circ-2,40^\circ$ yang merupakan difraksi bidang $[100]$ dan empat puncak pada 2θ antara $3,00^\circ-8,00^\circ$ yaitu antara $2\theta=3,50^\circ-4,12^\circ$ untuk difraksi bidang $[110]$, $2\theta=4,31^\circ-4,82^\circ$ merupakan difraksi bidang $[200]$, $2\theta=5,64^\circ-6,00^\circ$ untuk difraksi bidang $[210]$, dan $2\theta=6,70^\circ$ untuk difraksi bidang $[300]$ [1]. Pada material Zn-MCM-41 dengan rasio mol Si/Zn=200 memiliki 3 puncak pada $2\theta=2,28^\circ$

yang merupakan difraksi bidang $[100]$, pada $2\theta=4,12^\circ$ untuk difraksi bidang $[110]$, dan pada $2\theta=4,76^\circ$ yang merupakan difraksi bidang $[200]$. Hal ini menunjukkan bahwa material Zn-MCM-41 dengan rasio mol Si/Zn=200 memiliki keteraturan pori yang baik.

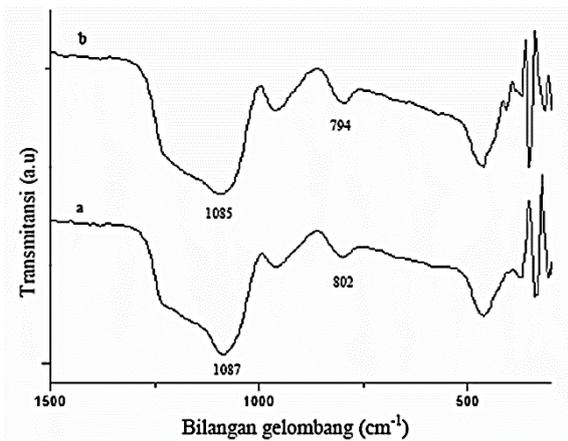
Material Zn-MCM-41 dengan rasio Si/Zn=100 memiliki 3 puncak pada $2\theta=2,19^\circ$ yang merupakan difraksi bidang $[100]$ dan memiliki intensitas paling tinggi, pada $2\theta=4,07^\circ$ yang merupakan difraksi bidang $[110]$, dan pada $2\theta=4,58^\circ$ yang merupakan difraksi bidang $[200]$. Hal tersebut menunjukkan bahwa Zn-MCM-41 dengan rasio mol Si/Zn=100 juga memiliki keteraturan pori yang baik. Jika dibandingkan dengan Zn-MCM-41 dengan rasio mol Si/Zn=200, nilai 2θ pada Zn-MCM-41 (Si/Zn=100) lebih kecil daripada Zn-MCM-41 (Si/Zn=200). Pergeseran nilai 2θ ke nilai yang lebih kecil ini menunjukkan bahwa terjadi peningkatan parameter kisi yang juga mengakibatkan peningkatan diameter pori material.

Pada material Zn-MCM-41 dengan rasio mol Si/Zn=50 menunjukkan 3 puncak pada $2\theta=2,18^\circ$; $3,96^\circ$; dan $4,54^\circ$ yang berturut-turut merupakan bidang difraksi $[100]$, $[110]$, dan $[200]$. Hal ini juga menunjukkan bahwa Zn-MCM-41 dengan rasio mol Si/Zn=50 memiliki keteraturan pori yang baik. Untuk material Zn-MCM-41 dengan rasio mol Si/Zn=33,33 menunjukkan 3 puncak utama pada $2\theta=2,16^\circ$; $3,99^\circ$; dan $4,54^\circ$ yang berturut-turut merupakan difraksi bidang $[100]$, $[110]$, dan $[200]$. Sehingga, dapat dikatakan bahwa Zn-MCM-41 dengan rasio mol Si/Zn=33,33 memiliki keteraturan pori yang baik.

Dari uraian tersebut, diperoleh bahwa semakin kecil rasio mol Si/Zn ternyata keteraturan pori material masih dapat dipertahankan, walaupun intensitas material tidak dapat dipertahankan. Selain itu, semakin kecil rasio mol Si/Zn menyebabkan pergeseran harga 2θ semakin ke kiri atau semakin kecil yang mengindikasikan meningkatnya parameter kisi material (a_0) yang berarti juga diameter pori material semakin besar. Untuk memilih material yang paling baik untuk aplikasi, maka ditentukan berdasarkan dua kriteria yakni struktur material masih dapat dipertahankan, dan memiliki harga parameter kisi yang besar dengan kata lain memiliki diameter pori yang besar. Material Zn-MCM-41 dengan rasio mol Si/Zn=50 dan 33,33 terjadi kerusakan struktur yang signifikan sehingga kedua material ini tidak akan dipilih untuk aplikasi. Zn-MCM-41 dengan rasio mol Si/Zn=200 dan 100 merupakan material yang strukturnya tidak mengalami kerusakan secara signifikan dimana persentase kerusakan struktur hanya selisih 1,93%, sementara jika dilihat dari harga parameter kisi atau perkiraan diameter porinya, terdapat selisih yang signifikan, yakni 1,87 Å. Oleh karena itu, material yang optimal adalah Zn-MCM-41 dengan rasio mol Si/Zn=100 karena selain struktur MCM-41 masih bisa dipertahankan, juga memiliki harga parameter kisi yang lebih besar.

4. Perbandingan karakter MCM-41 dengan Zn-MCM-41 dengan FTIR

Karakterisasi dengan spektroskopi inframerah dari material MCM-41 dan Zn-MCM-41 disajikan dalam Gambar 5.



Gambar 5. Spektra inframerah: (a) MCM-41 dan (b) Zn-MCM-41 rasio mol Si/Zn=100

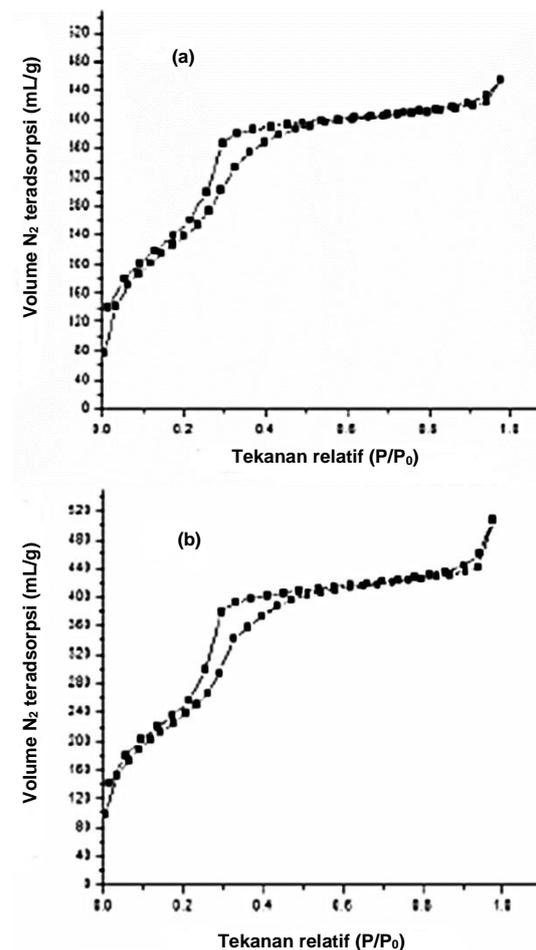
Untuk menunjukkan perbedaan kedua material tersebut, maka dilakukan analisis pada bilangan gelombang yang peka terhadap kerangka struktur, yakni pada bilangan gelombang 300 cm^{-1} sampai 1150 cm^{-1} . Bilangan gelombang yang dimaksud meliputi vibrasi ulur asimetris berupa bahu pita di daerah 1150-1050 cm^{-1} , vibrasi ulur simetris Si-O-Si di daerah 820-750 cm^{-1} , vibrasi cincin ganda di daerah 650-500 cm^{-1} dan vibrasi bukaan pori di daerah 420-300 cm^{-1} .

Karakteristik puncak serapan pada material MCM-41 pada bilangan gelombang 1087 cm^{-1} dan 802 cm^{-1} bergeser ke panjang gelombang yang lebih kecil pada material Zn-MCM-41 yakni berturut-turut menjadi 1085 cm^{-1} dan 794 cm^{-1} . Bilangan gelombang pada 1087 cm^{-1} tersebut merupakan vibrasi ulur asimetris dan pada daerah 802 cm^{-1} merupakan vibrasi ulur simetris Si-O-Si. Kedua bilangan gelombang karakteristik ini bergeser ke bilangan gelombang yang lebih kecil mengindikasikan masuknya Zn dalam kerangka MCM-41, dimana dengan masuknya Zn akan terjadi peningkatan jarak T-OT (T dapat berupa Si atau Zn) pada dinding pori yang disebabkan oleh perubahan jari-jari ionik karena substitusi

atom Si dengan atom Zn yang memiliki jari-jari ionik lebih besar.

5. Perbandingan MCM-41 dengan Zn-MCM-41 berdasar Hasil Analisis Porositas

Hasil isoterm adsorpsi-desorpsi MCM-41 dan Zn-MCM-41 menunjukkan klasifikasi tipe IV yang merupakan ciri khas material mesopori. Bentuk histeresis MCM-41 menunjukkan jenis H1 yang merupakan hasil dari bentuk kapiler silinder yang teratur [11].



Gambar 6. Kurva isoterm (a) MCM-41 dan (b) Zn-MCM-41 (rasio mol Si/Zn=100)

Berdasarkan hasil adsorpsi N_2 menunjukkan bahwa MCM-41 dan Zn-MCM-41 merupakan material mesopori dengan diameter pori berturut-turut adalah 31,42 Å dan

35,58 Å (Tabel 2). Adanya penambahan logam Zn pada sintesis MCM-41 menyebabkan penurunan luas permukaan pori dari 894,7 m².g⁻¹ menjadi 881,3 m².g⁻¹, peningkatan diameter pori dari 31,42 Å menjadi 35,58 Å yakni meningkat sebesar 4,16 Å, serta peningkatan volume pori dari 0,7028 cm³.g⁻¹ menjadi 0,7838 cm³.g⁻¹.

Tabel 2. Hasil karakterisasi struktur pori isoterm adsorpsi-desorpsi nitrogen

Material	a_0 (Å)	A_{BET} (m ² /g)	D_p (Å)	V_p (cm ³ /g)	W_{dp} (Å)
MCM-41	43,22	894,70	31,42	0,70	11,80
Zn-MCM-41	46,53	881,30	35,58	0,78	10,95

A_{BET} = Luas area permukaan BET,
 D_p =diameter pori, V_p =volume pori,
 W_{dp} =tebal dinding pori

Penurunan luas permukaan yang terjadi pada MCM-41 setelah penambahan logam Zn secara langsung dalam proses sintesis diperkirakan terjadi karena adanya ketidakteraturan dalam penataan atom pada kerangka MCM-41 yakni Si-O-Si dimana atom Si digantikan oleh Zn. Logam Zn yang masuk pada kerangka MCM-41 akan mengakibatkan perubahan ikatan yang dapat mengubah struktur dengan penataan atom-atom yang kurang teratur sehingga luas permukaan menurun. Sedangkan peningkatan ukuran diameter pori disebabkan karena perbedaan panjang ikatan antara Zn-O dengan Si-O akibat perbedaan jari-jari ionik, dimana jari-jari ionik Zn²⁺ (0,74 Å) lebih besar daripada Si⁴⁺ (0,41 Å) sehingga panjang ikatan Zn-O akan lebih besar daripada Si-O. Adanya logam Zn mempengaruhi luas permukaan dan diameter pori MCM-41 [9].

Berdasarkan hasil karakterisasi dengan XRD, spektroskopi inframerah, dan adsorpsi-desorpsi N₂ dapat diperkirakan bahwa logam

Zn berada pada kerangka MCM-41 dan atom Zn menggantikan atom Si dengan terjadinya substitusi isomorfis pada MCM-41.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil dan pembahasan, dapat diambil kesimpulan bahwa : (i) morfologi MCM-41 hasil sintesis memiliki bentuk sferis dengan pori yang teratur dan seragam, (ii) rasio Si/Zn yang optimal untuk modifikasi MCM-41 dengan logam Zn secara direct synthesis adalah rasio Si/Zn=100 karena selain struktur MCM-41 masih bisa dipertahankan, juga memiliki harga parameter kisi yang lebih besar, (iii) MCM-41 termodifikasi menunjukkan penurunan kristalinitas dan peningkatan diameter pori yakni 35,58 Å dibanding MCM-41 yang mempunyai diameter pori 31,42 Å.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi yang telah memberikan bantuan dana penelitian demi terselesaikannya penelitian ini.

DAFTAR RUJUKAN

- [1] J. S. Beck *et al.*, "A New Family of Mesoporous Molecular Sieves Prepared with Liquid Crystal Templates," *J. Am. Chem. Soc.*, vol. 114, pp. 10834-10843, 1992.
- [2] X. S. Zhao, G. Q. Lu, and G. J. Millar, "Advances in Mesoporous Molecular Sieve MCM-41," *Ind. Eng. Chem. Res.*, vol. 35, pp. 2075-2090, 1996.
- [3] G. Zhang, T. Ling, and Z. Gaoyong, "Effect of Hydrophobic Carbon Chain Length on the Crystal Structure of MCM-41," *Chin. J. Chem. Eng.*, vol. 16, pp. 63-634, 2008.

- [4] S. Oshima *et al.*, "Adsorption Behavior of Cadmium(II) and Lead(II) on Mesoporous Silicate MCM-41," *J. Sep. Sci. Tech.*, vol. 41, pp. 1635–1643, 2006.
- [5] M. P. Mokhonoana and N. J. Coville, "Synthesis of [Si]-MCM-41 from TEOS and Water Glass: The Water Glass-Enhanced Condensation of TEOS Under Alkaline Conditions," *J. Ceram. Trans.*, vol. 54, pp. 83-92, 2010.
- [6] I. Yunita, "Pengaruh Waktu Aging dan Rasio mol Mol Si/Al Terhadap Sintesis MCM-41 pada Temperatur Kamar," *Tesis*, Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta, 2012.
- [7] H. I. M. Ortiz, C. L. A. Gracia, and M. Y. Olivares, "Preparation of Spherical MCM-41 Molecular Sieve At Room Temperature: Influence of the Synthesis Condition in the Structural Properties," *Ceram. Int.*, vol. 38, pp. 6353-6358, 2012.
- [8] C. M. M. L. Riberio *et al.*, "Comparative Study of Al-MCM Materials Prepared at Room Temperature with Different Aluminium Source and by Some Hydrothermal Methods," *Micropor. Mesopor. Mater.*, vol. 92, pp. 270-285, 2006.
- [9] J. S. Albero, S. I. Escibano, and R. G. Reinoso, "Preparation and Characterization of Zinc Containing MCM-41 Spheres," *Micropor. Mesopor. Mater.*, vol. 113, pp. 362–369, 2007.
- [10] G. D. Mihai *et al.*, "ZnO Nanoparticles Supported on Mesoporous MCM-41 and SBA-15: A Comparative Physicochemical and Photocatalytic Study," *J. Mater. Sci.*, vol. 45, pp. 5786-5794, 2010.
- [11] M. Ahda, "Sintesis MCM-41 dengan Metode Hidrotermal: Pengaruh Waktu Hidrotermal, Rasio mol CTA/TMA, dan Rasio mol Si/Al," *Tesis*, Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta, 2011.