

Characterization of MCM-41 Mesoporous Silica using the Hydrothermal Method

Karakterisasi Silika Mesopori MCM-41 menggunakan Metode Hidrotermal

Iin Indriani^{1*}, Herdie Idriawien Gusti², Ayu Safitri Agustina³, Syahdam Karneng⁴
^{1,2,3,4}Program Studi Kimia, Universitas Muhammadiyah Bulukumba, Indonesia

*e-Mail Corresponding Author: iinindriani722@gmail.com

ABSTRACT

This research was conducted to determine the characteristics of MCM-41 mesoporous silica. The mesoporous silica synthesis process used the hydrothermal method. The main ingredients used were cetyltrimethyl ammonium chloride (STAK) surfactant as a structure directing agent and ludox HS-40 as a silica source. The synthesized MCM-41 mesoporous silica was then characterized by using X-Ray Powder Diffraction (XRD) and Fourier Transform Infrared (FTIR). The XRD characterization results showed several peaks indexed with decreasing intensity, namely (100), (110) (200) and (210). This is a typical peak possessed by MCM-41 mesoporous silica. These peaks followed a hexagonal structure pattern. The FTIR spectrum showed several distinctive peaks belonging to MCM-41 mesoporous silica.

Keywords: Mesoporous silica; MCM-41; Hydrothermal

ABSTRAK

Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui karakteristik dari silika mesopori MCM-41. Proses sintesis silika mesopori menggunakan metode hidrotermal. Bahan utama yang digunakan yakni surfaktan setiltrimetil ammonium klorida (STAK) sebagai agen pengarah struktur dan ludox HS-40 sebagai sumber silika. Silika mesopori MCM-41 yang telah disintesis kemudian dikarakterisasi menggunakan X-Ray Powder Diffraction (XRD) dan Fourier Transform Infrared (FTIR). Hasil karakterisasi XRD menunjukkan beberapa puncak yang diindeks dengan intensitas yang menurun yakni (100), (110) (200) dan (210). Hal ini merupakan puncak khas yang dimiliki oleh silika mesopori MCM-41. Puncak-puncak ini yang mengikuti pola struktur heksagonal. Spektrum FTIR memperlihatkan beberapa puncak khas yang dimiliki oleh silika mesopori MCM-41.

Kata kunci: Silika mesopori; MCM-41; Hidrotermal.

1. PENDAHULUAN

Silika mesopori MCM-41 (*Mobil Composition of Matter No.41*) pertama kali disintesis tahun 1992 oleh *Mobil Oil Corporation* (Beck dkk., 1992). Silika mesopori MCM-41 merupakan bahan mesopori dari kelompok M41S yang memiliki susunan pori heksagonal yang teratur dari pori-pori satu dimensi dengan diameter antara 1,5 hingga 10 nm, dan matriks silikanya seperti sarang lebah (Kim dkk., 1995). Material ini memiliki tekstur yang baik, ukuran pori sempit terstruktur, luas permukaan spesifik besar ($700-1100 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$), stabilitas termal yang baik, sifat yang relatif hidrofobik dan gugus silanol ($-\text{Si-OH}$) yang banyak (Shariatnia dan Zahraee, 2017; Cakiryilmaz dkk., 2018). Selain itu, silika mesopori MCM-41 juga memiliki nilai non-toksisitas dan kapasitas penyerapan yang tinggi (Pineda dkk., 2018; Nhavene dkk., 2018; Buan dkk., 2018).

Ukuran pori silika mesopori MCM-41 dapat disesuaikan melalui penggunaan surfaktan sebagai *template*. Berbagai faktor yang mempengaruhi pembentukan struktur pori dan ukuran pori dalam proses sintesis silika mesopori MCM-41 diantaranya jenis surfaktan yang digunakan serta parameter reaksi seperti pH dan temperatur (Beck dkk., 1992).

Silika mesopori MCM-41 dengan berbagai keunggulan yang dimiliki sangat menguntungkan untuk diaplikasikan dalam berbagai bidang. Bukan hanya menggunakan material MCM-41 murni, tetapi juga telah banyak peneliti yang memodifikasi material MCM-41 dengan berbagai unsur atau senyawa untuk diterapkan dalam berbagai jenis aplikasi.

Pada penelitian ini, sintesis silika mesopori MCM-41 dilakukan dengan menggunakan metode hidrotermal. Bahan utama yang digunakan adalah surfaktan sebagai agen pengarah struktur dan natrium silikat. Surfaktan yang digunakan pada penelitian ini adalah surfaktan kationik. Jenis surfaktan yang digunakan adalah setiltrimetilamonium klorida (STAK), sedangkan Ludox HS40 sebagai sumber silikat. Penambahan garam berupa NaCl juga dilakukan selama proses sintesis yang diharapkan dapat menambah efektifitas dari MCM-41 sebagai adsorben. Hasil sintesis yang diperoleh kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD (X-Ray Powder Diffraction) dan Fourier Transform Infrared (FTIR) untuk melihat karakteristik silika mesopori MCM-41.

2. METODOLOGI PENELITIAN

2.1 Alat Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain gelas kimia yang sering digunakan dalam laboratorium, neraca analitik (*Ohaus*), botol *polypropylene*, batang pengaduk, magnetik stirrer (*cole-palmer*), oven (*spnisosfd*), thermometer dan aluminium foil. Karakterisasi MCM-41 digunakan Spektrofotometer *Fourier Transform Infra Red* (FT-IR) *Prestige-21* (*Shimadzu*) dan Difraktometer sinar-X (*Rigaku*).

2.2 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah natrium hidroksida (NaOH) Pro Analysis, Ludox HS40 (39.5 wt % SiO_2 , 0.4 wt % Na_2O dan 60.1 wt % H_2O , Du Pont), amonia (NH_3) Pro Analysis, setiltrimetilamonium klorida (STAK, Sigma Aldrich), asam asetat (CH_3COOH , Merck), Natrium klorida (NaCl) Pro Analysis,

akuades, kertas saring Whatman no. 42 dan kertas pH universal (E-Merck).

2.3 Prosedur Kerja

Silika mesopori MCM-41 disintesis menggunakan metode hidrotermal oleh Taba (2008) yaitu: 46,9 g NaOH 1M dicampur dengan 14,3 g Ludox HS40. Campuran ini digunakan untuk membuat larutan natrium silikat dengan rasio Na/Si 0,5. Campuran gel yang dihasilkan kemudian dipanaskan sambil diaduk selama 2 jam pada suhu 80°C. Dalam botol polypropylene, 0,29 g larutan NH₃ 28% dicampur dengan 20 g larutan STAK 25%. Larutan natrium silikat yang telah dingin kemudian ditambahkan tetes demi tetes ke dalam campuran yang ada pada botol polypropylene sambil diaduk dengan cepat pada suhu kamar. Setelah diaduk selama 1 jam, campuran gel dipanaskan pada suhu 97°C selama 24 jam. Campuran dalam botol polypropylene kemudian didinginkan sampai suhu kamar dan pH campuran diatur menjadi 10 dengan menambahkan asam asetat (30%) sambil diaduk dengan kuat. Setelah pengaturan pH, campuran dipanaskan kembali hingga 97°C selama 24 jam dan didinginkan hingga suhu kamar. Penyesuaian pH dan proses pemanasan diulang sebanyak dua kali. Endapan MCM-41 dengan surfaktan kemudian disaring, dicuci dengan akuades lalu dikeringkan dalam oven pada suhu 97°C.

Untuk meningkatkan kestabilan hidrotermal, selanjutnya ditambahkan NaCl sebanyak 2,74 g ke dalam campuran setelah dilakukan penyesuaian pH dan proses pemanasan pertama, kemudian campuran dipanaskan kembali pada suhu 97°C selama 24 jam dan didinginkan hingga suhu kamar sebelum dilakukan pengaturan pH kedua dan proses pemanasan (Ryoo dkk., 1997).

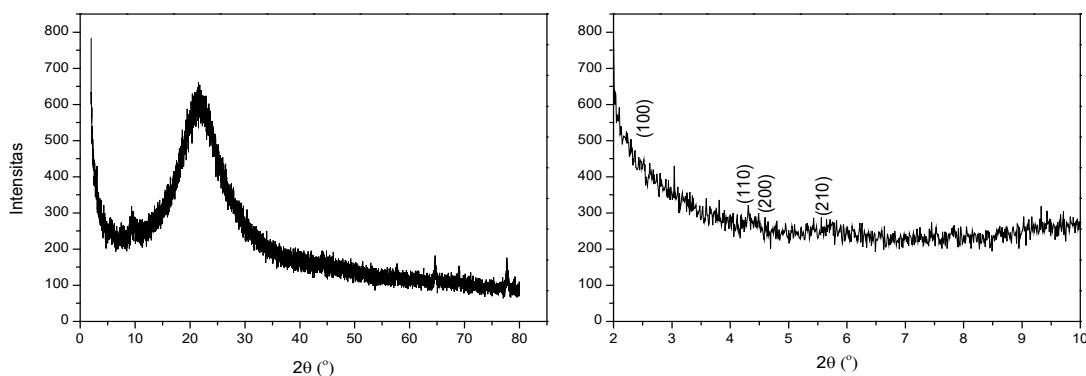
3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Silika mesopori MCM-41 disintesis menggunakan metode hidrotermal. Terdapat dua bahan utama yang digunakan yakni setiltrimetilamonium klorida (STAK) dan Ludox HS40. Selama proses sintesis berlangsung, dilakukan pengaturan pH sebanyak 3 kali menjadi pH 10 untuk menghasilkan silika mesopori MCM-41 yang sesuai. Hasil sintesis diperoleh bubuk silika mesopori MCM-41 berwarna putih yang dapat dilihat pada gambar 1.



Gambar 1. Silika mesopori MCM-41

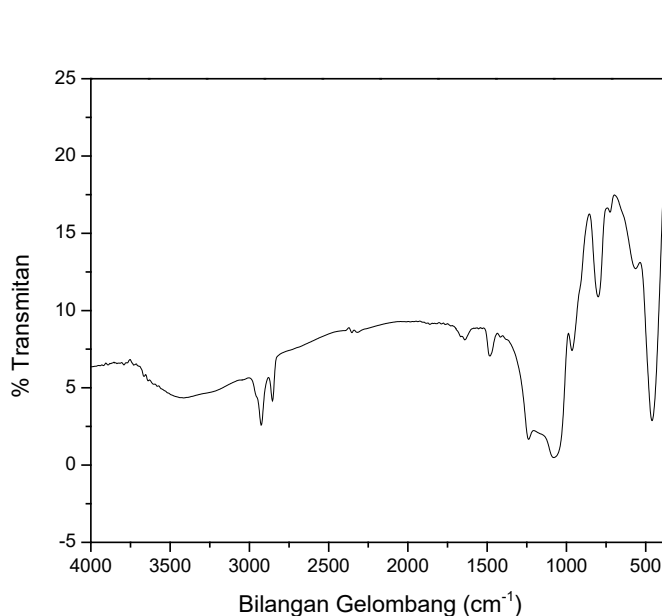
Karakterisasi menggunakan XRD (X-Ray Diffraction) bertujuan untuk mengidentifikasi struktur kristal dari silika mesopori MCM-41 sekaligus memastikan bahwa material hasil sintesis merupakan silika mesopori MCM-41. Pola difraksi silika mesopori MCM-41 dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Pola difraksi sinar X silika mesopori MCM-41

Pola difraksi sinar X silika mesopori MCM-41 menunjukkan beberapa puncak karakteristik yang diindeks secara menurun yakni (100), (110) (200) dan (210) (Tayebek dkk., 2015; Bernal dkk., 2019). Hasil difraktogram menunjukkan beberapa puncak sesuai dengan puncak khas yang dimiliki oleh silika mesopori MCM-41. Puncak-puncak ini yang mengikuti pola struktur heksagonal (Sohrabnezhad dkk., 2018).

Karakterisasi selanjutnya adalah *Fourier Transform Infra Red* (FTIR). Spektrum FTIR silika mesopori MCM-41 ditunjukkan pada Gambar 3. Pengujian ini bertujuan untuk melihat gugus fungsi yang terdapat pada silika mesopori MCM-41.



Hasil spektrum menunjukkan adanya serapan lebar pada daerah bilangan gelombang $3439,07 \text{ cm}^{-1}$. Serapan pada daerah ini menandakan vibrasi ikatan -OH yang berasal dari vibrasi gugus silanol (Admi dkk., 2020). Pada daerah bilangan gelombang $1641,42 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi ikatan -OH dari molekul air. Serapan pada daerah bilangan gelombang $2924,09 \text{ cm}^{-1}$ dan $2854,65 \text{ cm}^{-1}$ merupakan karakteristik dari metilena (-CH₂). Ikatan C-H dari gugus metilena (-CH₂) berasal dari surfaktan STAK yang digunakan. Hal ini dibuktikan dengan adanya serapan pada daerah bilangan gelombang $1483,26 \text{ cm}^{-1}$ yang merupakan vibrasi tekuk asimetri untuk ikatan C-H pada metilena (Admi dkk., 2020; de Paula dkk., 2020).

4. KESIMPULAN

Hasil penelitian menunjukkan bahwa silika mesopori MCM-41 yang disintesis menunjukkan karakteristik yang sesuai dengan silika mesopori MCM-41. Karakterisasi menggunakan XRD menunjukkan beberapa puncak yang diindeks dengan intensitas yang menurun yakni (100), (110), (200), dan (210). Puncak-puncak ini merupakan puncak khas yang dimiliki oleh silika mesopori MCM-41. Begitupun dengan spektrum FTIR yang memperlihatkan beberapa puncak khas yang dimiliki oleh silika mesopori MCM-41.

REFERENSI

- Admi., Ramadhani, F., & Syukri. (2020). Sintesis dan Karakterisasi Enkapsulat Katalis Nikel (II) pada Silika Mesopori Modifikasi. *Jurnal Riset Kimia*, 11(2), 89-96.
- Beck, J. S. (1992). A New Family of Mesoporous Molecular Sieves Prepared with Liquid Crystal Templates. *J. Am. Chem. Soc*, 114(27), 10834-10843.
- Bernal, Y. P., Alvarado, J., Juárez, R. L., Rojas, M. A. M., de Vasconcelos, E. A., de Azevedo, W. M., Iniesta, S. A., & Cab, J. V. (2019). Synthesis and Characterization of MCM-41 powder and Its Deposition by Spin-coating. *International Journal for Light and Electron Optics*, 185, 429–440.
- Buan, Y., Wang, S., Wang, X., Sun, C., Wang, Y. & Hu, L. (2018). Preparation of Mesoporous Al-MCM-41 from Natural Palygorskite and its Adsorption Performance for Hazardous Aniline Dye-basic Fuchsin. *Microporous and Mesoporous Materials*, 266-274.
- Cakiryilmaz, N., Arbag, H., Oktar, N., Dogu, G. & Dogu, T. (2018). Catalytic Performances of Ni and Cu Impregnated MCM-41 and Zr-MCM-41 for Hydrogen Production through Steam Reforming of Acetic Acid. *Catal.Today*, 323, 191-199.
- De Paula, G. M., de Paula, L. N. R., & Rodrigues, M. G. F. (2020). Production of MCM-41 and SBA-15 Hybrid Silicas from Industrial Waste. *Silicon*, <https://doi.org/10.1007/s12633-020-00831-5>.
- Kim, J. M., Kwak, J. H. M., Jun, S. & Ryoo, R. (1995). Ion Exchange and Thermal Stability of MCM-41. *J. Phys. Chem*, 99(45), 16742-16747.
- Nhavene, E. P. F., Silva, W. M., Junior, R. R. T., Gastelois, P. L., Venancio, R., Bastista, R. J. C., Machado, C. R., Macedo, W. A. A. & Sousa, E. M. B. (2018). Chitosan Grafted into Mesoporous Silica Nanoparticles as Benzimidazol Carrier for Chagas Diseases Treatment. *Microporous and Mesoporous Materials*, 272, 265-275.
- Pineda., Ojedam, M., Romero, A. A., Balu A. M. & Luque R. (2018). Mechanochemical Synthesis of Supported Cobalt Oxide Nanoparticles on Mesoporous Materials as Versatile Bifunctional Catalysts. *Microporous Mesoporous Mater*, 272, 129–136.
- Ryoo, R., & Jun, S. (1997). Improvement of Hydrothermal Stability of MCM-41 Using Salt Effects during the Crystallization Process. *J. Phys. Chem. B*, 101, 317–320.
- Shariatnia, Z., & Zahraee, Z. (2017). Controlled Release of Metformin from Chitosan-based Nanocomposite Films Containing Mesoporous MCM-41 Nanoparticles as Novel Drug Delivery Systems. *J. Colloid. Interf. Sci*, 501, 60-76.
- Sohrabnezhad, S., Jafarzadeh, A., & Pourahmad, A. (2018). Synthesis and

Characterization of MCM-41 Ropes. *Materials Letters*, 212, 16–19.

- Taba, P. (2008). Adsorption of Water and Benzene Vapour in Mesoporous Materials. *Makara, Sains*, 12(2), 120-125.
- Tayebbee, R., Amini, M. M., Akbari, M., & Ali, A. A. (2015). A Novel Inorganic-organic Nanohybrid Material H₄SiW₁₂O₄₀/pyridino-MCM-41 as Efficient Catalyst for the Preparation of 1-amidoalkyl-2-naphthols under Solvent-free Conditions. *Dalton Trans*, 44, 9596–9609.