

SINTESIS LEMPUNG TERPILAR SiO₂

Darwanta, Sriyanto, dan Tika Romadhoni

Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Cenderawasih Jayapura

ABSTRACT

Research silica pillared clay from Merauke (Papua) natural clay was conducted. Pillarization was introduced with benzalkonium chloride as template so intercalation of tetraethyl orthosilicate (TEOS) as a source of silica successfully. Concentration of clay suspension was varied : 10 %, 15 % and 25 % (%w/w). Result material was calcined at 600°C for 4 hours and characterized with XRD instrument at 2 θ angle = 2,5 - 15°. Research showed that all of variation of suspension clay concentration resulted pillared clay. Concentration of suspension clay 15 % as optimum concentration to yielded pillared clay with reason more material resulted and basal spacing increased from 15,14 Å (natural clay) to 45,02 Å (pillared clay) or increased 2,97 times

Keywords : pillared clay, silica pillared, TEOS

PENDAHULUAN

Mineral lempung/tanah liat (*clay*) adalah mineral alam yang merupakan hasil pelapukan batuan. Dahulu mineral lempung banyak digunakan sebagai katalis dalam industri minyak bumi. Namun karena keterbatasan sifatnya khususnya ketahanan termalnya yang rendah maka pada tahun 1931-1961 penggunaan katalis lempung banyak digantikan oleh mineral zeolit sintetik meskipun konsekuensinya mahal. Akhir-akhir ini katalis berbasis lempung kembali banyak dikembangkan dengan memodifikasinya sehingga menjadi material katalis dengan sifat-sifat yang unggul. Salah satu metode modifikasi lempung adalah dengan pemiliran. Dengan proses pemiliran maka ruang antar lapis lempung dan luas muka spesifik menjadi besar. Penampilan fisik seperti luas permukaan, porositas, homogenitas pilar serta ketahanan termal katalis merupakan faktor penting dalam unjuk kerja katalis lempung terpilar, dimana sifat-sifat tersebut sangat dipengaruhi oleh proses

preparasinya (Vansant dkk.,1998; Gil,dkk.,2000).

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan oleh Yamanaka *et al* (1992), Han *et al* (1997), Kosuge and Singh (2000), Kwon *et al* (2000), Liu *et al* (2001) penggunaan sol silika oksida sebagai pilar pada lempung dapat meningkatkan luas muka spesifik hingga 850 m²/g dan stabilitas termal hingga 800°C. Material dengan luas muka yang tinggi sangat baik sebagai pengemban logam katalis. Keberhasilan penelitian ini akan menghasilkan material dengan sifat-sifat yang unggul dengan potensi aplikasi yang luas dengan bahan dasar lempung alam dari Merauke, Papua.

METODE PENELITIAN

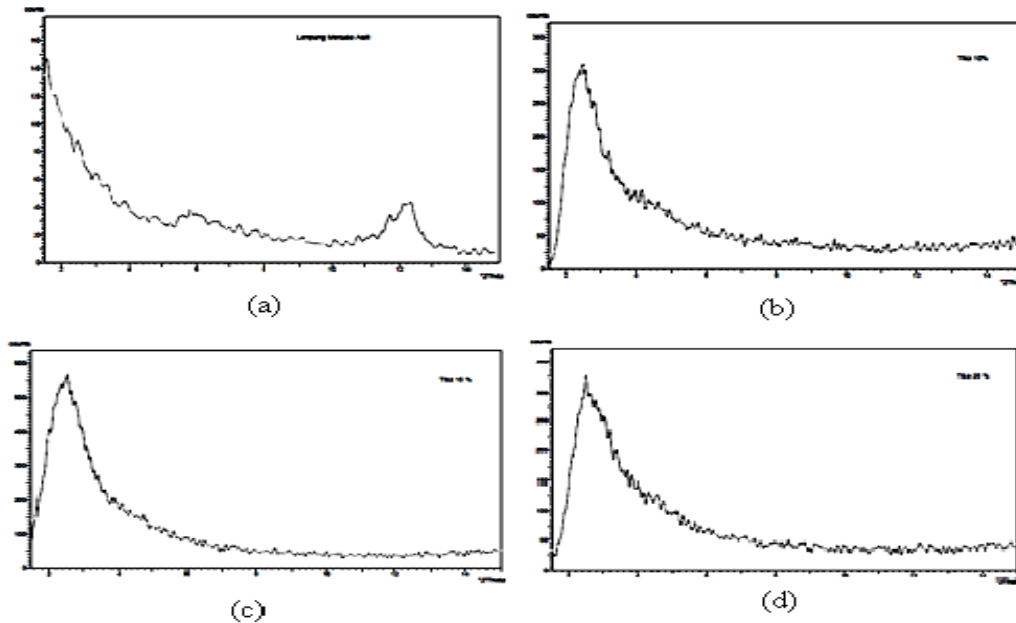
Pemiliran dilakukan untuk lempung alam Merauke dengan pengarah (*template*) benzalkonium klorida prosedur mengacu pada metode Han (1997). Pemiliran dilakukan dengan menggunakan variasi suspensi lempung: 10 % , 15 % dan 25 %. Proses awal pemiliran dilakukan dengan menambahkan 40,8 g benzalkonium klorida ke dalam suspensi lempung dan diaduk dengan pengaduk magnet selama 24 jam, kemudian disaring dan dan dicuci dengan menggunakan etanol dan air, padatan

* *Alamat Korespondensi:*

Jurusan Kimia, Kampus UNCEN-WAENA,
Jl. Kamp. Wolker, Jayapura Papua. 99358
Telp: +62 967 572115,
email: darwanta72uncen@gmail.com

dikeringkan pada suhu 80 °C selama 3 jam. Padatan yang telah kering digerus halus. Larutan pemilar dibuat dengan mereaksikan dengan 62,455 g TEOS. Larutan pemilar dicampurkan dengan suspensi lempung diaduk selama 1 jam, ditambahkan 10 mL aquades dan diaduk. Setelah beberapa menit, gel berwarna abu-abu akan terbentuk. Padatan disaring dan dicuci dengan menggunakan etanol dan air kemudian dikeringkan pada suhu 80 °C. Padatan digerus halus dan dikalsinasi pada suhu 600 °C selama 4 jam. Padatan hasil sintesis selanjutnya dikarakterisasi dengan XRD.

lebarnya jarak antarlapis lempung, maka akan semakin mudah dan semakin banyak TEOS yang masuk ke dalam antarlapis lempung sehingga akan diperoleh *basal spacing* yang besar pula. Interkalasi TEOS pada antarlapis lempung dapat terjadi secara spontan/cepat pada temperatur kamar dan dihasilkan cairan kental yang berwarna keabu-abuan. Hal yang serupa dinyatakan oleh Kwon (2001) yang menyatakan terjadinya perubahan warna pada saat interkalasi larutan pemilar TEOS. Benzalkanium klorida adalah molekul organik yang akan terurai dengan pemanasan ketika dikalsinasi, sementara itu



Gambar 1. Difraktogram Lempung alam Merauke (a) ; Lempung terpillar SiO₂ suspensi : 10% (b) ; 15% (c) dan 25% (d)

HASIL DAN PEMBAHASAN

Lempung yang telah terinterkalasi benzalkanium klorida, ke dalamnya ditambahkan TEOS. Penggunaan TEOS adalah sebagai sumber silika yang akan menjadi pemilar. Benzalkanium merupakan molekul pemilar awal (*template*) yang bermuatan positif akan berinteraksi dengan lapis lempung yang bermuatan negatif. Adanya interaksi keduanya menyebabkan jarak antarlapis lempung akan semakin lebar. Dengan semakin

TEOS akan berubah menjadi oksida silika (SiO₂) yang stabil dan menjadi pilar dari struktur lapis lempung.

Variasi suspensi yang dilakukan adalah 10 %, 15 %, dan 25 % (b/b). Variasi konsentrasi suspensi dilakukan dengan tujuan mencari konsentrasi suspensi yang menghasilkan lempung terpillar paling baik. Keberhasilan pemiliran struktur lempung akan dapat dilihat dari kenaikan *basal spacing* yang besar pada daerah antarlapis lempung. Difraktogram dari lempung alam Merauke dan lempung terpillar SiO₂

dengan suspensi 10%, 15 % dan 25% disajikan dalam pada gambar 1.

Berdasarkan gambar 1 terlihat dengan jelas, bahwa dengan variasi suspensi lempung 10 %, 15% dan 25%, pemiliran telah berhasil dilakukan yang ditandai dengan bergesernya puncak d_{001} ke arah sudut 2θ yang lebih kecil. Pergeseran puncak d_{001} ke arah sudut 2θ yang lebih kecil tersebut menunjukkan telah terjadi peningkatan ruang antar lapis lempung. Data peningkatan *basal spacing* untuk lempung terpillar hasil sintesis ditampilkan dalam **tabel 1**. Dengan diketahuinya *basal spacing*, dapat ditentukan peningkatan jarak antarlapis lempung hasil pemiliran.

Berdasarkan data **tabel 1** terlihat bahwa lempung alam mempunyai sudut 2θ untuk puncak d_{001} sebesar $5,83^\circ$. Puncak d_{001} pada sudut ini merupakan sudut yang khas dari golongan montmorillonit sebagai mineral utama penyusun lempung. Pada data **tabel 1** dapat dilihat bahwa puncak d_{001} , untuk lempung terpillar bergeser ke arah 2θ yang lebih kecil. Pergeseran puncak ini menandakan masuk atau menyisipnya molekul TEOS ke dalam antarlapis lempung. TEOS selanjutnya berubah menjadi pilar dengan proses kalsinasi. Dari kajian konsentrasi suspensi yang dilakukan terlihat kecenderungan yang nyata bahwa makin besar suspensi lempung, maka peningkatan *basal spacing* cenderung semakin menurun. Semakin pekat suspensi maka struktur lempung makin sulit mengembang (*swelling*) secara maksimum.

Tabel 1. Pergeseran sudut 2θ untuk puncak d_{001} dan peningkatan *basal spacing* untuk lempung terpillar SiO_2 dengan variasi suspensi lempung.

| Variasi suspensi (%) | Sudut 2θ untuk puncak d_{001} (derajat) | <i>Basal spacing</i> (Å) | Multiplikasi Peningkatan <i>basal spacing</i> * |
|----------------------|--|--------------------------|---|
| Lempung alam | 5,83 | 15,14 | - |
| 10% | 1,93 | 45,71 | 3,01 |
| 15% | 1,96 | 45,02 | 2,97 |
| 25% | 2,47 | 35,71 | 2,35 |

Keterangan :

* = terhadap *basal spacing* lempung alam

Proses *swelling* adalah hidrasi kationation yang ada pada ruang antar lapis lempung sehingga struktur lempung mengembang dan porinya lebih mudah dibuka. Peningkatan *basal spacing* yang besar sangat diharapkan dalam proses pemiliran. Akan tetapi jumlah akhir dari katalis hasil sintesis juga penting untuk dipertimbangkan. Sehingga meskipun pada variasi suspensi 10% mempunyai peningkatan *basal spacing* terbesar (3,01 kali lipat dari lempung alam), tetapi pada penelitian ini dipilih variasi suspensi 15 % sebagai kondisi optimum. Karena *basal spacing* tidak terpaut jauh dengan variasi 10 % (3,01 kali lipat lempung alam) tetapi jumlah padatan katalis hasil sintesis telah meningkat lebih signifikan. Peningkatan *basal spacing* yang besar dari lempung terpillar akan menghasilkan material dengan luas permukaan yang besar. Padatan yang mempunyai luas muka yang besar sangat baik sebagai material pengembangan logam katalis. Sehingga katalis akhir yang terbentuk akan mempunyai efek sinergi yang saling mendukung untuk memberikan unjuk kerja katalis yang maksimum

SIMPULAN

Pemiliran lempung alam asal Merauke Papua dengan pilar silika berpengaruh benzalkanium klorida telah berhasil dengan variasi suspensi lempung 15 % sebagai konsentrasi suspensi lempung yang optimal dengan memberikan peningkatan basal spacing 2,97 kali dari *basal spacing* lempung asli.

SARAN

Penting dilakukan pengukuran serapan gas sehingga fakta telah terjadi pemiliran akan dikuatkan dengan luas muka spesifik dan volume pori yang meningkat.

DAFTAR PUSTAKA

Gil, A., Vicente, A., Gandia, M., 2000, *Micro. Mes Mat.*, 34, 115-125.

Han, Y.S., Matsumoto, H., and Yamanaka, S., 1997, Preparation of New Silica Sol-Based Pillared Clays with High Surface Area and High Thermal Stability, *Chem Mater*, 9, 2013-2018

Kwon, O., Park, K., and Jeong, S., 2000, Preparation of Porous Silica-Pillared Montmorillonite; Simultaneous Intercalation of Amine-tetraethyl Orthosilicate into the H-Montmorillonite and Intragallery Amine-catalyzed Hydrolysis of Tetraethyl Orthosilicate, *Bull. Korean Chem. Soc.*, Vol-22, No. 7, 678-684

Liu, Z.H., Ooi, K., Kanoh, H., Tang, W., Yang, X. and Tomida, T., 2001, Synthesis of Thermally Stable Silica-Pillared Layered Manganese Oxide by an Intercalation/Solvothermal Reaction, *Chem Mater*, 13, 473-478

Vansant, E.F., 1998. *Adsorption in Porous Materials*. University of Antwerp, Wilrijk, Belgium

Yamanaka, S., Inoue, Y., Hattori, M., Okumura, F., Yoshikawa, M., 1992, *Bull. Chem. Soc. Jpn.* 65, 2494

UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terimakasih disampaikan kepada Kementerian RISTEK RI atas dukungan dana melalui program Riset SINas tahun 2014.