

Synthesis of Mg/Al Hydrotalcite by Using Low Supersaturated Precipitation Method with Variation of Mole Ratio

Christanty Wahyu Septyaningrum, Sri Handayani, Cahyorini Kusumawardani, Kun Sri Budiasih

*Jurusan Pendidikan Kimia, FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta
e-mail: irienuny@yahoo.com, handayani137uny@yahoo.com, ks_budiasih@yahoo.co.uk*

ABSTRACT

This research aims to synthesize Mg/Al hydrotalcite with mole ratio variations of Mg/Al precursor through low supersaturated precipitation method. Mg/Al hydrotalcite was synthesized with Mg/Al mole ratio variation of 1:1, 2:1, 3:1, and 4:1. Mg/Al hydrotalcite was synthesized using NaOH and Na₂CO₃ base solutions. The mixture of precursor was stirred for 2 hours then treated by hydrothermal at 100 °C for 4 hours. Results of the synthesis Mg/Al hydrotalcite with mole ratio variations is a white powder. The formation of the structure of Mg/Al hydrotalcite showed by certain peaks in the FTIR spectra and XRD diffractogram.

The results of data analysis showed that variation of mole ratio Mg/Al causes a shift of peak in the XRD diffractogram shifted towards the left along with a comparative increase in mole ratio Mg/Al, but the main functional groups on the compound Mg/Al hydrotalcite increasingly formed with better.

Keywords: Mg/Al hydrotalcite, low supersaturated precipitation method, hydrothermal.

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh variasi perbandingan mol Mg/Al terhadap karakter struktur senyawa hidrotalsit Mg/Al. Hidrotalsit Mg/Al disintesis dengan perbandingan mol Mg/Al 1:1, 2:1, 3:1, dan 4:1. Sintesis menggunakan larutan basa NaOH dan Na₂CO₃. Campuran prekursor yang telah diaduk selama 2 jam ini kemudian dihidrotermal pada temperatur 100°C selama 15 jam. Hasil sintesis pada variasi mol hidrotalsit Mg/Al berupa serbuk berwarna putih. Terbentuknya struktur hidrotalsit Mg/Al ditandai dengan adanya puncak-puncak pada spektra FTIR dan difraktogram XRD.

Hasil analisis data menunjukkan bahwa variasi perbandingan mol Mg/Al menyebabkan terjadinya pergeseran puncak pada difraktogram XRD bergeser ke arah kiri seiring dengan meningkatnya rasio mol Mg/Al, akan tetapi gugus-gugus fungsi utama pada senyawa hidrotalsit Mg/Al semakin tidak terbentuk dengan baik.

Kata kunci: hidrotalsit Mg/Al, metode presipitasi tak jenuh, hidrotermal.

Pendahuluan

Hidrotalsit merupakan material yang banyak digunakan sebagai padatan pendukung katalis, adsorben, penukar anion, penangkap anion, dan stabilizer.

Rumus umum hidrotalsit adalah [M₁-

$x^{2+}M_x^{3+}(OH)_2]^{b-}[A^n]_{b/n}.mH_2O$. M²⁺ dan M³⁺

adalah kation divalen dan trivalen dengan

kisaran x normal antara 0,17 sampai 0,33. Aⁿ⁻

adalah anion organik atau anorganik pada

antar lapis dengan muatan negatif yang dapat dipertukarkan. Parameter b merupakan muatan lapisan sedangkan m merupakan jumlah molekul H_2O . Selain itu bagian antar lapis pada hidrotalsit berisi anion dan air yang bersifat bebas berpindah dengan memutus ikatannya dan membentuk ikatan baru. Air tersebut dapat dieliminasi tanpa merusak struktur inti hidrotalsit.

Sintesis katalis hidrotalsit dapat dilakukan dengan preparasi metode ko-presipitasi yang melibatkan proses titrasi, presipitasi pada larutan jenuh (*high supersaturation*) ataupun pada larutan encer (*low supersaturation*) yang dilakukan melalui peningkatan pH.

Pada sintesis hidrotalsit dengan metode presipitasi, terdapat beberapa parameter yang mempengaruhi karakter hidrotalsit variasi jumlah mol Mg/Al yang dihasilkan, antara lain perbandingan jumlah mol Mg/Al. Kishore dan Kannan menyebutkan bahwa katalis hidrotalsit Mg/Al dengan perbandingan 4:1 mampu memberikan aktivitas maksimum sebagai suatu katalis yang baik.

Penelitian tentang variasi mol Mg/Al dalam suatu sintesis diperlukan untuk mempelajari pengaruh variasi perbandingan mol Mg/Al terhadap karakter struktur senyawa hidrotalsit Mg/Al.

Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah sebagai berikut: Mengetahui pengaruh variasi perbandingan mol Mg/Al terhadap karakter struktur senyawa hidrotalsit Mg/Al.

Metode Penelitian

Sebanyak 1,2821 g magnesium nitrat dan 1,9042 g aluminium nitrat masing-masing dilarutkan dalam 100 mL akuabides dengan gas N_2 dan diaduk selama 15 menit. Kedua larutan dicampur dan diaduk selama 30 menit. Campuran 1,4141 g NaOH dan 3,7283 g Na_2CO_3 dilarutkan dalam 50 mL akuabides, kemudian ditambahkan ke dalam campuran larutan Mg/Al. Nilai pH pada larutan ini berkisar 9-11. Campuran larutan dimasukkan ke dalam botol teflon, dihidrotermal $100^\circ C$ selama 15 jam. Padatan yang diperoleh dipisahkan dan dicuci. Hasil padatan dikeringkan pada temperatur $80^\circ C$ selama 15 jam. Menggunakan prosedur yang sama dilakukan variasi mol Mg/Al pada perbandingan mol 2:1, 3:1, dan 4:1. Karakterisasi katalis hidrotalsit Mg/Al dengan menggunakan X-ray difraktometer dan Spektroskopi Infra-Merah.

Pembahasan

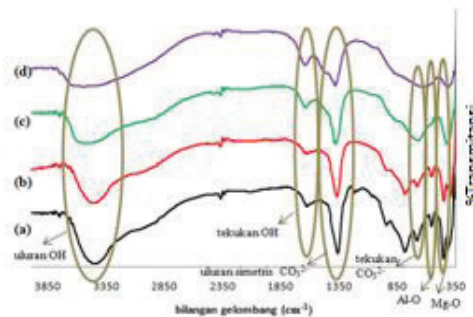
Hasil sintesis hidrotalsit Mg/Al dengan variasi rasio mol 1:1, 2:1, 3:1, 4:1 kemudian

dianalisis karakter struktur senyawanya dengan menggunakan Spektroskopi Fourier Transform Infrared (FTIR) dan X-ray difraktometer (XRD).

Hasil analisis FTIR pada variasi rasio mol senyawa hidrotalsit Mg/Al ini dilakukan pada bilangan gelombang 400-4000 cm^{-1} untuk mengidentifikasi gugus-gugus fungsi yang terdapat di dalam material hidrotalsit Mg/Al, yaitu seperti adanya gugus fungsi dari ion hidroksida (OH^-), ion karbonat (CO_3^{2-}), dan puncak-puncak pada ikatan O-H, C-O, Mg-O, dan Al-O.

Berdasarkan spektra FTIR (Gambar 1) dapat dikatakan bahwa adanya serapan

dengan puncak melebar pada daerah 3400-3500 cm^{-1} yang menunjukkan adanya vibrasi ulur O-H dari gugus hidroksi di dalam lembaran-lembaran Mg/Alhydro-talcite-like dengan molekul-molekul air dalam partikel atau dalam antar lapis semakin datar semakin tidak terbentuk dengan bertambahnya variasi mol pada material hidrotalsit, sehingga serapan pada daerah sekitar 1650 cm^{-1} yang menunjukkan adanya tekukan OH yang berasal dari molekul air pada daerah antar lapis yang terikat dengan anion interlayer pun juga semakin tidak terbentuk.



Gambar 1. Spektra FTIR senyawa hidrotalsit Mg/Al (a)1:1 (b)2:1 (c)3:1 (d) 4:1

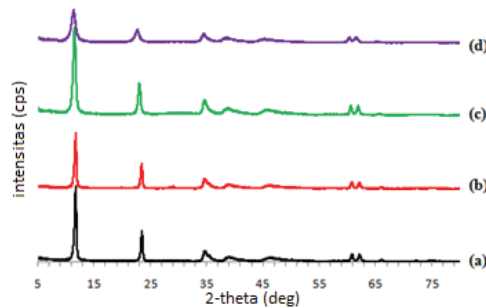
Semakin besar variasi mol pada material hidrotalsit ini menunjukkan uluran simetris O=C-O pada daerah 1385 cm^{-1} juga semakin tidak terbentuk. Pada daerah 650 cm^{-1} menunjukkan adanya tekukan O=C-O dari CO_3^{2-} juga semakin tidak terbentuk, ini dimulai pada hidrotalsit Mg/Al 3:1 dan

hidrotalsit Mg/Al 4:1. Hasil penelitian Davydov (1984) dan Shiddiq (2005) dalam Heraldly dkk menyebutkan bahwa puncak pada daerah $\pm 550 \text{ cm}^{-1}$ merupakan uluran Al-O sehingga puncak pada daerah 555,50 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi uluran Al-O dan vibrasi uluran Mg-O terdapat pada daerah

400-416 cm^{-1} . Gugus Mg-O dan Al-O ditunjukkan pada 2 puncak yang saling berdekatan, namun semakin besar variasi mol pada material hidrotalsit ini puncak Mg-O maupun Al-O semakin tidak terbentuk jelas.

Berdasarkan dari data JCPDS nomor 22-0700 menunjukkan bahwa tiga puncak tertinggi pada nilai $2\theta = 11,4^\circ$; $22,7^\circ$; dan $34,4^\circ$. Nilai 2θ ini merupakan ciri khas dari senyawa hidrotalsit Mg/Al standar.

Hidrotalsit Mg/Al hasil sintesis (Gambar 2) menunjukkan bahwa hidrotalsit Mg/Al dengan rasio 1, 2, 3, dan 4 diperoleh nilai d berturut-turut sebesar $7,574\text{\AA}$, $7,567\text{\AA}$, $7,701\text{\AA}$, dan $7,807\text{\AA}$. Hasil ini sesuai dengan penelitian Kloprogge [1] yang menunjukkan bahwa karakteristik hidrotalsit dengan anion antar lapis berupa CO_3^{2-} dicirikan pada harga d sekitar $7,80\text{\AA}$.



Gambar 2. Difraktogram XRD hidrotalsit Mg/Al (a) 1:1 (b) 2:1 (c) 3:1 (d) 4:1

Kesimpulan

Berdasarkan hasil dan pembahasan maka dapat disimpulkan bahwa:

Variasi perbandingan mol Mg/Al menyebabkan terjadinya pergeseran puncak pada difraktogram XRD bergeser ke arah kiri seiring dengan meningkatnya perbandingan rasio mol Mg/Al, akan tetapi gugus-gugus fungsi utama pada senyawa hidrotalsit Mg/Al semakin tidak terbentuk dengan baik.

Pustaka

- Frost, R.L., Musumeci, A.W., Kloprogge, J.T., Weier, M.L., Adebajo, M.O. and Martens, W., 2006, Thermal Decomposition of Synthetic Hydrotalcites Reevesite and Pyroaurite, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, **86**(1), 205-209.
- Heraldly, E., Pranoto., Dian, M., Khoirina D.N., Boshido, B.D., Imam,S., 2006,

- Studi Pengaruh Perbedaan Rasio Mol antara Mg/Al dalam Sintesis Mg/Al Hydrotalcite like, *Alchemy Journal*, **5**, 54-59.
- Kishore, D dan Kannan, S., 2004, Environmentally Benign Route for Isomerization of Safrole-Hydrotalcite as Solid Base Catalyst, *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, **223**, 225-230.
- Kloprogge, J.T., Hickey, L., Frost, R.L., 2004, FT-Raman and FT-IR Spectroscopic Study of Synthetic Mg/Zn/Al-Hydrotalcites, *Journal of Raman Spectroscopy*, **35**, 967-974.
- Kustrowski, P., Sulkwska D., Chmielarz, L., Lasocha, A., Dudek, B., Dziembaj, R., 2005, Influence of Thermal Treatment Conditions on the Activity of Hydrotalcite-derived Mg-Al Oxides in the Aldol Condensation of Acetones, *Microporous and Mesoporous Materials*, **1**, 11-22.
- Narayanan, S. dan Krishna, K., 1998, Hydrotalcite Supported Palladium Catalysts Part I: Preparation, Characterization of Hydrotalcites and Palladium on Uncalcined Hydrotalcites for CO, *Journal of Applied Catalysis A: General*, **174**, 221-229.
- Negron, G., Guerra, N., Lomas, L., Gavino, R., Cardenas, G., 2003, Calcined Mg-Al Hydrotalcites Catalyst in the Regioselective Synthesis of Silylated Vicinal Azidoalcohols, *Regional Issue "Organic Chemistry in Mexico"*, **11**, 179-184.