

## Silikat dan Titanium Silikat Mesopori-Mesostruktur Berbasis Struktur Heksagonal dan Kubik

Hari Sutrisno<sup>1)</sup>, Retno Arianingrum<sup>1)</sup> dan Ariswan<sup>2)</sup>

<sup>1)</sup>Jurusan Pendidikan Kimia, FMIPA, Universitas Negeri Yogyakarta (UNY)

<sup>2)</sup>Jurusan Pendidikan Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Yogyakarta (UNY)

Diterima Januari 2005, disetujui untuk dipublikasi Maret 2005

### Abstrak

Telah berhasil disintesis dan dipelajari material mesopori-mesostruktur silikat (MCM-41 & MCM-48) dan titanium silikat (Ti-MCM-41 & Ti-MCM-48). Material MCM-41 dan MCM-48 diperoleh dari hidrolisis dan kondensasi tetraetil ortosilikat (TEOS) sebagai sumber silika dan surfaktan cetiltrimetil amonium bromida (CTAB) sebagai pencetak. NaOH sebagai pembentuk basa dan air sebagai pelarut, sedangkan pada sintesis Ti-MCM-41 dan Ti-MCM-48 ditambahkan kristal  $[Ti_8O_{12}(H_2O)_{24}]Cl_8.HCl.7H_2O$  sebagai sumber titanium. Surfaktan dapat dihilangkan melalui kalsinasi dalam tungku pemanas pada suhu 550 °C selama 5 jam. MCM-41 dan Ti-MCM-41, masing-masing memiliki struktur heksagonal dengan grup bidang p6, dan parameter kisi berturut-turut, yaitu  $a = 44,09$  dan  $49,48 \text{ \AA}$ , sedangkan MCM-48 dan Ti-MCM-48, masing-masing memiliki struktur kubik dengan grup ruang Ia3d dan parameter kisi, yaitu  $a = 87,46$  dan  $94,42 \text{ \AA}$ .

**Kata kunci** : mesopori-mesostruktur, MCM-41, MCM-48, Ti-MCM-41, Ti-MCM-48, Struktur Heksagonal, Struktur Kubik

### Abstract

Silicalite (MCM-41 & MCM-48) and titanium silicalite (Ti-MCM-41 & Ti-MCM-48) mesoporous-mesostucture material have been synthesized and studied. Its have been obtained from hydrolysis and condensation of reactant : tetraethyl orthosilicate (TEOS) as silicium source and cetyltrimethyl ammonium bromide (CTAB) surfactant as template, NaOH as base and water solution. Ti-MCM-41 & Ti-MCM-48 mesoporous-mesostucture material have been synthesized from crystal of  $[Ti_8O_{12}(H_2O)_{24}]Cl_8.HCl.7H_2O$  as titanium source. Surfactant was removed by calcinations at 550°C for 5 hours. MCM-41 and Ti-MCM-41 are crystallized on the hexagonal structure, plane group p6 with unit cell parameter:  $a = 44.09$  and  $49.48 \text{ \AA}$  respectively, meanwhile MCM-48 and Ti-MCM-48 are crystallized on the cubic structure, space group Ia3d with unit cell parameter:  $a = 87.46$  and  $94.42 \text{ \AA}$  respectively.

**Keywords** : mesoporous-mesostucture, MCM-41, MCM-48, Ti-MCM-41, Ti-MCM-48, hexagonal structure, cubic structure

### 1. Pendahuluan

Perkembangan material mesopori-mesostruktur sangat pesat menjadi perhatian banyak peneliti, terutama sejak ditemukannya anggota keluarga M41S dari silikat atau aluminosilikat mesopori-mesostruktur oleh peneliti dari Mobil Oil Corporation pada tahun 1992<sup>1)</sup>. Surfaktan sebagai agen strukturasi (pencetak atau pembentuk struktur) digunakan untuk mendapatkan material silikat dengan struktur lapis (*lamellar*) (MCM-50), heksagonal (MCM-41) dan kubik (MCM-48).

Penemuan tersebut mengundang minat untuk mengembangkan material sejenis, yaitu titanium silikat mesopori-mesostruktur. Hal ini didorong atas penemuan prekursor baru titanium aquo-okso klorida dengan rumus struktur  $[Ti_8O_{12}(H_2O)_{24}] Cl_8.HCl.7H_2O$ <sup>2)</sup>. Kristal ini memiliki sistem monoklinik, grup ruang Cc, dan parameter kisi-kisi :  $a = 20,3152(11) \text{ \AA}$ ;  $b = 11,718(7) \text{ \AA}$ ;  $c = 24,2606(16) \text{ \AA}$  dan  $\beta = 111,136(7)^\circ$ . Senyawa ini tersusun dari kation oktamerik  $[Ti_8O_{12}(H_2O)_{24}]^{8+}$ , molekul air dan anion  $Cl^-$ . Struktur kation oktamerik berupa kluster dengan simetri pseudo kubik tersusun

dari 8 oktahedral  $TiO_3(H_2O)_3$  yang terhubung melalui puncak anion okso. Kristal tersebut bersifat mudah larut dalam air, aseton dan alkohol, sedangkan dalam air dengan konsentrasi tinggi mudah terkondensasi. Penemuan prekursor ini mendorong penelitian baru, yaitu penggunaan ion Ti(IV) dalam kerangka silikat MCM-41 dan MCM-48. Hal ini didasarkan atas kenyataan bahwa Ti(IV) memiliki bilangan koordinasi 4 di samping 5,6 dan 8 dalam senyawanya dengan oksigen (ion okso), sehingga dimungkinkan untuk mengganti posisi ion Si(IV) yang memiliki struktur geometri tetrahedral.

Mesopori-mesostruktur Ti-MCM-41 dan TiMCM-48 memiliki prospek sebagai katalis pada proses hidroksilasi, amoksimasi, epoksidasi, oksidasi senyawa organik melalui mekanisme pusat V<sup>3)</sup>. Perubahan spesies Ti(IV) menjadi Ti(III) selanjutnya berubah kembali menjadi Ti(IV) merupakan konsep dasar yang terjadi pada proses katalitik redoks senyawa organik di atas. Aktifitas dan selektifitas katalitik material mesopori-mesostruktur di atas, dipengaruhi oleh berbagai faktor di antaranya, morfologi, kristalinitas, kemurnian, porositas, dan kuantitas atom titanium yang masuk dalam kerangka

silikat. Berdasarkan faktor tersebut, penelitian ini bertujuan untuk mempelajari sintesis silikat dan titanium mesopori-mesostruktur dengan struktur heksagonal dan kubik.

## 2. Material dan Metode

### 2.1. Material

Bahan-bahan yang digunakan untuk sintesis MCM-41 dan MCM 48, yaitu larutan tetraetilorto silikat (TEOS) (Aldrich, 98%) sebagai sumber atom Si, cetiltrimetil ammonium bromida (CTAB) (Merck, 99 %) merupakan surfaktan yang berfungsi sebagai pencetak (*template*), NaOH (Merck) sebagai pengkondisi basa dan akuades sebagai pelarut. Ti-MCM-1 dan Ti-MCM-48 disintesis dari bahan seperti pada MCM-41 dan MCM-48, dengan penambahan kristal  $[\text{Ti}_8\text{O}_{12}(\text{H}_2\text{O})_{24}]\text{Cl}_8\cdot\text{HCl}\cdot 7\text{H}_2\text{O}$  sebagai sumber logam titanium.

### 2.2. Sintesis silikat dan titanium silikat mesopori-mesostruktur

MCM-41 dihasilkan dari reaksi bahan di atas dengan komposisi mol, yaitu  $\text{SiO}_2 : \text{CTAB} : \text{NaOH} : \text{H}_2\text{O} = 1 : 0,28 : 0,35 : 45$ . Larutan campuran dengan volume total sekitar 10 mL dalam wadah teflon tersebut diaduk selama 2 jam pada suhu kamar hingga homogen. Selanjutnya wadah teflon dimasukkan ke dalam reaktor (*bomb hydrothermal*) dan dipanaskan dalam oven pada tekanan *autogeneous* dengan suhu  $120^\circ\text{C}$  selama 4 hari. Endapan yang terbentuk disaring dan dicuci dengan akuades hingga bersih, selanjutnya dikeringkan pada suhu  $100^\circ\text{C}$  selama 1 jam dan dikalsinasi pada suhu  $550^\circ\text{C}$  selama 5 jam. Padatan yang dihasilkan dikarakterisasi dengan difraktometer sinar-X dan spektrofotometer FT-IR.

Ti-MCM-41 disintesis menggunakan cara kerja yang sama sebagaimana pada sintesis MCM-41 dengan menambahkan kristal  $[\text{Ti}_8\text{O}_{12}(\text{H}_2\text{O})_{24}]\text{Cl}_8\cdot\text{HCl}\cdot 7\text{H}_2\text{O}$ . Komposisi mol reaktan, yaitu  $\text{SiO}_2 : \text{TiO}_2 : \text{CTAB} : \text{NaOH} : \text{H}_2\text{O} = 1 : 0,03 : 0,25 : 0,45 : 50$ .

MCM-48 disintesis dari reaksi TEOS, CTAB, NaOH, dan air. Komposisi mol campuran yaitu :  $\text{SiO}_2 : \text{CTAB} : \text{NaOH} : \text{H}_2\text{O} = 1 : 0,65 : 0,125 : 62$ . Larutan campuran yang memiliki volume total sekitar 10 mL dalam wadah teflon, diaduk selama 2 jam pada suhu kamar hingga homogen. Wadah teflon dimasukkan ke dalam reaktor (*bomb hydrothermal*) dan dipanaskan dalam oven pada tekanan *autogeneous* dengan suhu  $100^\circ\text{C}$  selama 4 hari. Endapan yang terbentuk kemudian disaring dan dicuci dengan akuades hingga bersih. Selanjutnya, endapan dikeringkan pada suhu  $100^\circ\text{C}$  selama 1 jam dan dikalsinasi pada suhu  $500^\circ\text{C}$  selama 5 jam. Serbuk dikarakterisasi dengan difraktometer sinar-X dan spektrofotometer FT-IR

Sintesis Ti-MCM-48 dilaksanakan dengan mereaksikan  $[\text{Ti}_8\text{O}_{12}(\text{H}_2\text{O})_{24}]\text{Cl}_8\cdot\text{HCl}\cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , TEOS, CTAB, NaOH, dan air melalui cara kerja

sebagaimana sintesis MCM-48. Komposisi mol reaktan yaitu  $\text{SiO}_2 : \text{TiO}_2 : \text{CTAB} : \text{NaOH} : \text{H}_2\text{O} = 1 : 0,03 : 0,65 : 0,125 : 62$ .

### 2.3. Karakterisasi

Alat-alat yang digunakan untuk karakterisasi padatan mesopori-mesostruktur, yaitu difraktometer sinar-X serbuk merk Shimadzu Seri-6000 dan Spektrofotometer Infra Merah merk Shimadzu (FT-IR) 8201PC.

Pengukuran FT-IR menggunakan metode pelet KBr pada bilangan gelombang vibrasi  $400\text{--}4000\text{ cm}^{-1}$ . Grafik hasil pengukuran dengan difraktometer sinar-X dan spektrofotometer FT-IR digambarkan dengan program Winplotr<sup>4)</sup>.

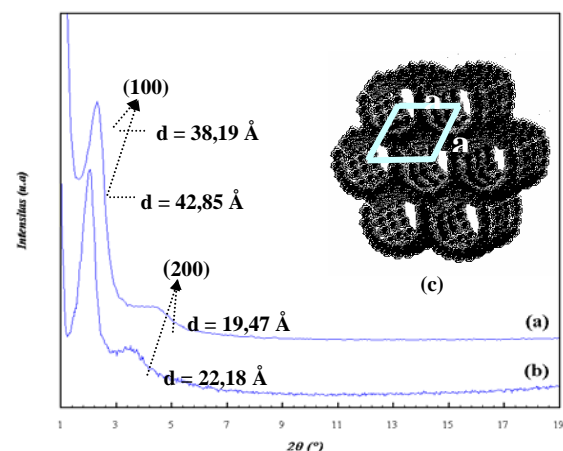
### 2.4. Analisis kristalografi

Analisis kristalografi heksagonal dan kubik mesopori-mesostruktur, yang meliputi sistem kristal, parameter kisi dan bidang-bidang kristal dilakukan melalui perhitungan kristalografi sederhana berdasarkan aturan bidang refleksi berbasis faktor struktur dan amplitudo hamburan sinar-X oleh atom dalam sel satuan<sup>5)</sup>. Atas dasar sistem kristal dan parameter kisi dari perhitungan, diterapkan untuk memperoleh harga sudut ( $2\theta$ ) bidang-bidang kristal secara teoritis dengan program Powder-X<sup>6)</sup>.

## 3. Hasil dan Diskusi

### 3.1. Sintesis MCM-41 dan Ti-MCM-41

Material silikat mesopori-mesostruktur yang dihasilkan memiliki struktur rentang panjang heksagonal, sedangkan struktur rentang pendek berupa material amorf. Bukti adanya struktur heksagonal dijumpai bidang (100) dan (200) setelah kalsinasi dari hasil difraksi sinar-X (Gambar 1). Pada struktur lapis/layer tidak akan dijumpai bidang tersebut setelah kalsinasi, hanya akan muncul pada material sebelum kalsinasi.



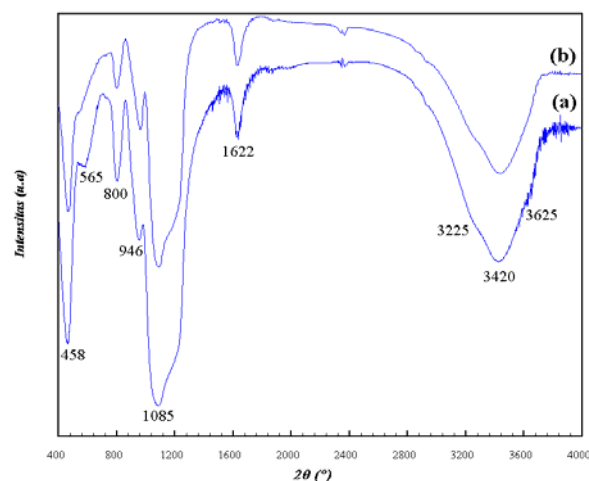
**Gambar 1.** (a). Difraktogram sinar-x material (a). MCM-41, (b). Ti-MCM-41 dengan  $[\text{Ti}_8\text{O}_{12}(\text{H}_2\text{O})_{24}]\text{Cl}_8\cdot\text{HCl}\cdot 7\text{H}_2\text{O}$  sebagai sumber titanium dari dan (c). Parameter kisi MCM-41 ( $a = 44,09\text{ \AA}$ ) & Ti-MCM-41 ( $a = 49,48\text{ \AA}$ ).

Hasil karakterisasi MCM-41 sebagaimana difraktogram sinar-X pada Gambar 1(a) diperoleh dua puncak, yaitu  $2\theta = 2,31^\circ$  ( $d = 38,91 \text{ \AA}$ ) dan  $4,44^\circ$  ( $d = 19,47 \text{ \AA}$ ) yang berturut-turut merupakan refleksi bidang kristal (100) dan (200). Bidang kristal (100) dan (200) dimungkinkan merupakan pola difraksi sinar-X material mesopori-mesostruktur dengan struktur layer (*lamellar*) (MCM-50) atau heksagonal (MCM-41). Pola difraksi sinar-X di atas berasal dari padatan yang telah melalui proses kalsinasi pada suhu  $500^\circ\text{C}$  selama 5 jam, sehingga sangat tidak mungkin bahwa pola difraksi sinar-X tersebut dari material mesopori-mesostruktur dengan struktur layer (*lamellar*) (MCM-50). Material mesopori-mesostruktur dengan struktur layer (*lamellar*) (MCM-50) berubah menjadi amorf dengan adanya pemanasan, sebaliknya tidak terjadi pada material mesopori-mesostruktur dengan struktur heksagonal (MCM-41). Berdasarkan penjelasan tersebut, disimpulkan bahwa difraktogram pada Gambar 1 merupakan pola difraksi sinar-X dari material mesopori-mesostruktur heksagonal (MCM-41 dan Ti-MCM-41).

Parameter kisi kristal heksagonal silikat mesopori-mesostruktur MCM-41 dan Ti-MCM-41 tersebut sebesar 44,09 dan 49,48  $\text{\AA}$ . Perhitungan diperoleh berdasarkan faktor struktur atau amplitudo hamburan atom dalam sel satuan. Parameter kisi pada MCM-41 lebih kecil dibandingkan Ti-MCM-41, karena jari-jari Ti(IV) lebih besar dibandingkan Si(IV) yaitu Si(IV) pada bilangan koordinasi 4 dan 6 berturut-turut 40 dan 56 pm, sedangkan Ti(IV) pada bilangan koordinasi 4; 5; 6 dan 8 berturut-turut 56; 65; 74,5 dan 88 pm<sup>7</sup>. Pada difraktogram sinar-X titanium silikat mesopori-mesostruktur (Ti-MCM-41) sebagaimana pada Gambar 1(b) tidak ditemukan adanya titanium oksida ( $\text{TiO}_2$ ) dengan struktur anatase,  $\text{TiO}_2(\text{B})$ , rutil, brookit, holandit dan  $\text{TiO}_2$ -tipe  $\text{PbO}_2$ , sehingga disimpulkan bahwa kemurnian titanium silikat mesopori-mesostruktur yang dihasilkan sangat tinggi.

Suatu kristal heksagonal memiliki parameter kisi:  $a = b$ ,  $c$ ,  $\alpha = \beta = 90^\circ$ ,  $\gamma = 120^\circ$ . Material logam silikat mesopori-mesostruktur memiliki struktur amorf secara struktur rentang pendek, tetapi secara rentang panjang memiliki struktur kristalin, dengan demikian material heksagonal mesopori-mesostruktur yang berupa suatu lorong merupakan material 2 dimensi dengan parameter kisi  $a = b$ , sedangkan  $c = \infty$  (tak terbatas). Atas dasar tersebut grup bidang material heksagonal mesopori-mesostruktur termasuk dalam grup bidang sistem bidimensional, dimana untuk heksagonal dua dimensi terdiri dari 2 grup bidang yaitu  $p6$  atau  $p6mm$ <sup>8</sup>. Adanya kisi  $c = \infty$  pada material heksagonal mesopori-mesostruktur di atas, mengakibatkan bidang-bidang kristal yang dimiliki atau muncul pada difraktogram, hanya bidang kristal (hk0). Berbagai jenis heksagonal logam silikat mesopori-mesostruktur yang telah ditemukan terdiri dari dua jenis grup bidang yaitu  $p6$  dan  $P6_3/mmc$ <sup>9</sup>. Dari

kedua grup bidang tersebut,  $p6$  merupakan grup bidang untuk struktur dua dimensi, sedangkan  $P6_3/mmc$  untuk struktur tiga dimensi. Berdasarkan difraktogram difraksi sinar-X pada Gambar 1, maka material heksagonal mesopori-mesostruktur memiliki grup bidang  $p6$ , karena bidang difraksi yang muncul merupakan bidang kristal (hk0) yang merupakan karakteristik heksagonal dua dimensi, yaitu (100) dan (200).

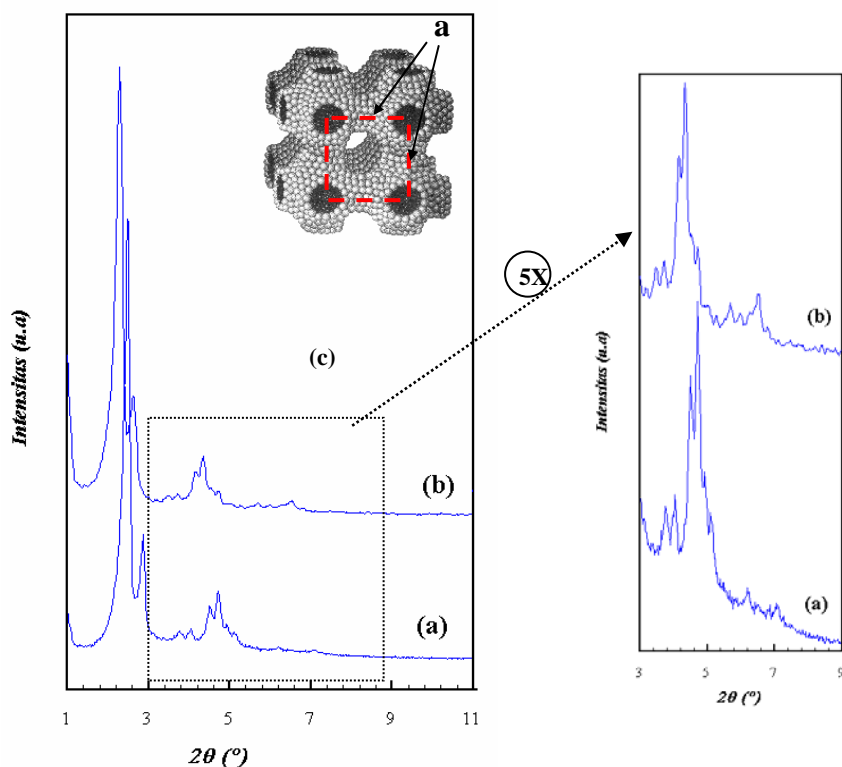


**Gambar 2.** Spektra FT-IR silikat mesopori-mesostruktur heksagonal: (a). MCM-41 dan (b). Ti-MCM-41.

Spektra FT-IR silikat mesopori-mesostruktur MCM-41 dan Ti-MCM-41 dapat dilihat pada Gambar 2. Pita serapan pada daerah bilangan gelombang  $458 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi tekuk Si-O-Si, sedangkan bilangan gelombang 800 dan  $1085 \text{ cm}^{-1}$  merupakan vibrasi ulur simetrik dan asimetrik Si-O-Si dari struktur tetrahedral. Pita serapan kerangka silikat tipe zeolit MFI atau MEL sangat khas muncul pada bilangan gelombang 565 dan  $946 \text{ cm}^{-1}$  yang masing-masing secara berturut-turut merupakan vibrasi tekuk dan ulur Si-O-Si<sup>10</sup>. Spektra pada bilangan gelombang  $1620 \text{ cm}^{-1}$  dan pada bilangan gelombang 3225 dan  $3420 \text{ cm}^{-1}$  merupakan vibrasi simetrik-asimetri O-H dari  $\text{H}_2\text{O}$ , sedangkan bilangan gelombang  $3625 \text{ cm}^{-1}$  merupakan vibrasi O-H dari silanol (Si-OH)<sup>11</sup>.

### 3.2. Sintesis MCM-48 dan Ti-MCM-48

Difraktogram sinar-X silikat mesopori-mesostruktur kubik (MCM-48) dan titanium silikat mesopori-mesostruktur (Ti-MCM-48) dapat dilihat pada Gambar 3. Difraktogram sinar-X tersebut menunjukkan sudut difraksi dari bidang (211) pada MCM-48 ( $2,483 \text{ \AA}$ ) lebih besar dibandingkan Ti-MCM-48 ( $2,479 \text{ \AA}$ ).



**Gambar 3.** Difraktogram sinar-X mesopori-mesostruktur kubik : (a). silikat (MCM-48), (b). titanium silikat (Ti-MCM-48) dari sumber titanium  $[\text{Ti}_8\text{O}_{12}(\text{H}_2\text{O})_{24}]\text{Cl}_3 \cdot \text{HCl} \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  dan (c). Parameter kisi kubik,  $1a3d$ .

Berdasarkan perhitungan dengan analisis kristalografi sederhana berbasis struktur kubik menunjukkan bahwa kedua mesopori-mesostruktur ini memiliki sistem kristal kubik pusat badan dengan parameter kisi yaitu MCM-48 sebesar 87,46 Å, sedangkan Ti-MCM-48 sebesar 94,42 Å. Parameter kisi MCM-48 lebih kecil daripada Ti-MCM-48, hal ini disebabkan masuknya logam titanium dalam kerangka silikat mengakibatkan pengembangan parameter kisi karena jari-jari atom Ti(IV) dalam koordinasi 4 lebih besar daripada atom Si(IV). Penentuan grup ruang dalam artikel ini didasarkan atas Tschierske<sup>12)</sup> yang menyatakan bahwa sistem liotropik kubik mesofasa terdiri dari 2 jenis, yaitu fasa kubik sferoid (*spheroid*) ( $\text{Cub}_i$ ) dan fasa kubik bikontinyu (*bicontinuous*) ( $\text{Cub}_v$ ). Grup ruang fasa kubik sferoid terdiri dari 4 grup ruang yaitu  $Pm3n$ ,  $Im3m$ ,  $Fm3m$  dan  $Fd3m$ , sedangkan fasa kubik bikontinyu terdiri dari 3 grup ruang, meliputi  $Pn3m$ ,  $Im3m$  dan  $Ia3d$ . Berdasarkan perhitungan difraktogram Gambar 3(a) dan 3(b) menunjukkan bahwa keduanya merupakan kristal kubik pusat badan (I). Berdasarkan hal tersebut di atas, dengan

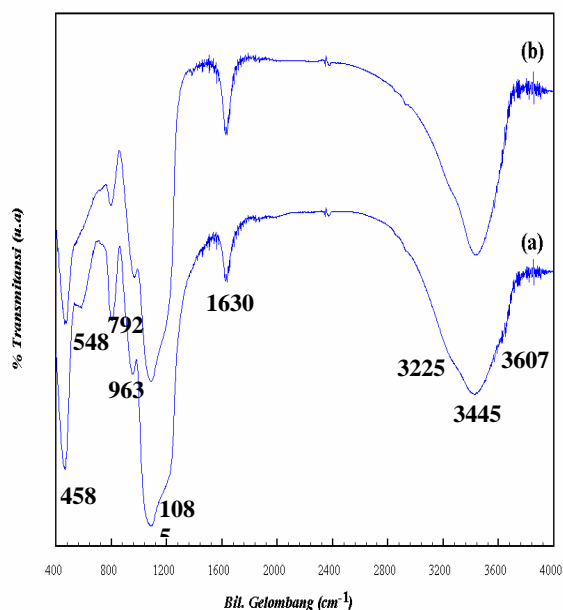
demikian ada 4 kemungkinan grup ruang yaitu  $Pm3n$ ,  $Pn3m$ ,  $Im3m$  dan  $Ia3d$ . Berbagai jenis kubik mesopori-mesostruktur yang telah dipelajari memiliki grup ruang  $Pm3n$  atau  $Ia3d$ <sup>9)</sup>. Material kubik mesopori-mesostruktur dengan grup ruang  $Pm3n$  dikenal dengan sebutan SBA-1, sedangkan grup ruang  $Ia3d$  dikenal sebagai MCM-48. Penentuan grup ruang kristal lebih tepat dan sangat meyakinkan dapat dilakukan dengan TEM (*Transmission Electron Microscopy*) melalui teknik CBED (*Convergent Beam Electron Diffraction*).

Bidang-bidang kristal yang ada dalam struktur tersebut secara lengkap ditampilkan pada Tabel 1. Berdasarkan parameter kisi dari masing-masing MCM-48 dan Ti-MCM-48 yang diperoleh melalui perhitungan di atas, diperoleh bidang-bidang kristalnya dengan program Powder-X. Keberhasilan pengindeksan ditunjukkan melalui harga R (faktor kesalahan)<sup>14)</sup> untuk MCM-48 dan Ti-MCM-48 yaitu 0,0063 dan 0,0121. Semakin kecil harga yang dihasilkan berarti faktor kesalahan semakin kecil atau faktor kepercayaan semakin besar.

**Tabel 1.** Bidang-bidang kristal (hkl) pada Difraktogram sinar-X MCM-48 dan Ti-MCM-48

MCM-48 Parameter kisi $a = 87,46 \text{ \AA}$			Ti-MCM-48 Parameter kisi $a = 94,424 \text{ \AA}$			Hkl
$2\theta$ (°) eksp.	$2\theta$ (°) hit.	$2\theta$ (°) eksp.- $2\theta$ (°) hit.	$2\theta$ (°) eksp.	$2\theta$ (°) hit.	$2\theta$ (°) eksp.- $2\theta$ (°) hit.	
2,483	2,483	0,000	2,290	2,290	0,000	211
2,859	2,867	0,008	2,621	2,644	0,023	220
3,765	3,793	0,028	3,484	3,498	0,014	321
4,037	4,055	0,018	3,719	3,740	0,021	400
4,511	4,534	0,013	4,163	4,182	0,019	420
4,714	4,726	0,012	4,340	4,356	0,026	332
4,915	4,937	0,022	-	-	-	422
5,106	5,130	0,024	4,751	4,768	0,017	431 / 510
6,193	6,181	0,012	5,689	5,765	0,076	532
7,056	7,027	0,029	6,516	6,480	0,036	444
$R = \sqrt{\frac{1}{n(\text{hkl})[n(\text{hkl})-1]} \sum  2\theta_{\text{eks}} - 2\theta_{\text{hit}} ^2} = 0,0063$			$R = \sqrt{\frac{1}{n(\text{hkl})[n(\text{hkl})-1]} \sum  2\theta_{\text{eks}} - 2\theta_{\text{hit}} ^2} = 0,0121$			

Keterangan : R : Faktor kesalahan dan n(hkl) : jumlah bidang refleksi terhitung



**Gambar 4.** Spektra FT-IR mesopori-mesostruktur kubik : (a). silikat (MCM-48), dan (b). titanium silikat (Ti-MCM-48).

Spektra FT-IR MCM-48 dan Ti-MCM-48 dapat dilihat pada Gambar 4. Berdasarkan spektra FT-IR tersebut terlihat ada 2 jenis struktur yang menyusun kerangka kubik MCM-48 maupun Ti-MCM-48 yaitu kerangka tetrahedral dan silikat tipe zeolit MFI atau MEL. Kedua jenis struktur penyusun kubik ini sama sebagaimana dalam heksagonal MCM-41 atau Ti-MCM-41. Pita serapan pada bilangan gelombang 458  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi tekuk Si-O-Si, sedangkan bilangan gelombang 792 dan 1085  $\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi ulur simetrik-asimetrik Si-O-Si struktur tetrahedral. Pita serapan kerangka silikat tipe zeolit MFI atau MEL sangat khas muncul pada bilangan gelombang 548 dan 963

$\text{cm}^{-1}$  yang berturut-turut merupakan vibrasi tekuk dan ulur Si-O-Si<sup>10</sup>). Penggantian Si(IV) dengan Ti(IV) mengakibatkan intensitas pita serapan pada bilangan gelombang 548  $\text{cm}^{-1}$  menjadi berkurang, sedangkan pita serapan pada bilangan gelombang 963  $\text{cm}^{-1}$  meningkat. Hal ini berarti bahwa pita serapan pada bilangan gelombang 963  $\text{cm}^{-1}$  merupakan spesifik vibrasi tekuk dan ulur Ti-O-Si.

**4. Kesimpulan**

- a). Silikat mesopori-mesostruktur heksagonal (MCM-41) dengan parameter kisi 44,09 Å dan grup bidang *p6*, berhasil disintesis dari reaksi tetraetil ortosilikat sebagai sumber silikon, surfaktan cetiltrimetilamonium bromida, NaOH sebagai pembentuk suasana basa, dan air.
- b). Titanium silikat mesopori-mesostruktur heksagonal (Ti-MCM-41) dengan parameter kisi 49,48 Å dan grup bidang *p6*, berhasil disintesis dari reaksi kristal  $[\text{Ti}_8\text{O}_{12}(\text{H}_2\text{O})_{24}] \text{Cl}_8 \cdot \text{HCl} \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , tetraetil ortosilikat dan cetiltrimetilamonium bromida, NaOH dan air.
- c). Silikat mesopori-mesostruktur kubik (MCM-48) dengan parameter kisi 87,46 Å dan grup ruang *Ia3d* berhasil disintesis dari reaksi tetraetil ortosilikat, cetiltrimetil amonium bromida, NaOH dan air.
- d). Titanium silikat mesopori-mesostruktur kubik (Ti-MCM-48) dengan parameter kisi 94,42 Å dan grup ruang *Ia3d* berhasil disintesis dari reaksi kristal  $[\text{Ti}_8\text{O}_{12}(\text{H}_2\text{O})_{24}] \text{Cl}_8 \cdot \text{HCl} \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , tetraetil ortosilikat, cetiltrimetilamonium bromida, NaOH dan air.

**Ucapan Terima Kasih**

Penelitian ini dibiayai oleh Proyek Hibah Bersaing XII dengan nomor kontrak: 019/P4T/DPPM/PHB XII/III/2004. Terima kasih diucapkan kepada Mendiknas dan Direktur DP3M Depdiknas.

**Daftar Pustaka**

1. Kresge, C.T., Leonowicz, M.E., Roth, W.J., Vartuli, J.C. & Beck, J.S., "Ordered Mesoporous Molecular Sieves Synthesized by a Liquid-crystal Template Mechanism", *Nature* **359**, 710-712, (1992).
2. Brohan, L., Sutrisno, H., Joubert, O., Caldes-Rouillon, M.T., & Piffard, Y., "Titanium Aquo-Oxochloride dan Preparation Method", CNRS-France Patent PCT WO 2004/101436 A2, (2004).
3. Prakash, A.M., Sung-suh, H. & Kevan, L., "Electron Spin Resonance for Isomorphous Substitution of Titanium in Titanosilicate TiMCM-41 Mesoporous Molecular Sieves", *J. Phys. Chem. B.* **102**, 857-864, (1998).
4. Roisnel, T. & Rodriguez-Carvajal, J., "WinPlotr", Laboratoire Leon Brillouin (CEA-CNRS), Gif-sur-Yvette, (2001).
5. Williams, D.B., & Carter, C.B., "Transmission Electron Microscopy : Diffraction II", Plenum Press., New York, (1996).
6. Dong, C., "Powder-X", Institut of Physics-Chinese Academy of Sciences, Beijing, (1992).
7. Huheey, J., "Inorganic Chemistry : Principles of Structure and Reactivity", Harper International Edition, New York, (1983).
8. Schwarzenbach, D., "Cristallographie", Presses Polytechnique et Universitaires Romandes, Lausanne, (1996).
9. Ciesla, U. & Schüth, F., "Ordered Mesoporous Materials", *Microporous and Mesoporous Materials* **27**, 131-149, (1999).
10. Gao, H., Lu, W., & Chen, Q.L., "Characterization of Titanium Silicalites-1 Prepared from Aqueous  $TiCl_3$ ", *Microporous and Mesoporous Materials* **34**, 307-315, (2000).
11. Bosman, H.J.M., "Characterization on the Acidity of  $SiO_2-ZrO_2$  Mixed Oxides", *Master Thesis*, Technische Universiteit Eindhoven, (1995).
12. Tschierske, C., "Non-conventional Liquid Crystals- the Importance of Micro-Segregation for self-Organisation", *J. Mat. Chem.* **8:7**, 1485-1508, (1998).
13. Evain, M., "U-fit v1.3", Institute des Materiaux de Nantes, Nantes, (1992).
14. Pierre, A.C., "Introduction aux Procédés Sol-Gel", Editions Septima, Paris, (1992).