

**MODIFIKASI PERMUKAAN SILIKA
SEBAGAI MATERIAL PENDUKUNG BAGI KATALIS
SENYAWA KOMPLEK TEMBAGA(II) ASETONITRIL:
SINTESIS DAN KARAKTERISASI**

Skripsi Sarjana Kimia

OLEH:

HOSLI HIDAYAT
05 132 063



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ANDALAS
PADANG
2011**

ABSTRAK

MODIFIKASI PERMUKAAN SILIKA SEBAGAI MATERIAL PENDUKUNG BAGI KATALIS SENYAWA KOMPLEK TEMBAGA(II) ASETONITRIL: SINTESIS DAN KARAKTERISASI

Oleh :

Hosli Hidayat (05132063), Dr. Syukri, M.Si* dan Admi, M.Si**

**Dosen pembimbing I, **Dosen pembimbing II*

Telah dilakukan penelitian tentang sintesis silika modifikasi dan katalis tergrafting. Hasil analisis EDX mengkonfirmasi adanya Si, O, Al, Cl dan Cu yang merupakan unsur-unsur penyusun immobilat. Sedangkan kandungan logam Cu pada immobilat adalah sebesar 6,69 %. Proses modifikasi silika induk serta *grafting* ion kompleks tembaga(II) diselidiki melalui analisis FTIR dimana terjadi perubahan pola serapan gugus-gugus fungsi >Si-OH, N-H anilin, CN asetonitril dan NO₃ dari ion nitrat. Terbentuknya spesies anionik (>Si—OAlCl₃)⁻ dan kationik ([Cu(NCCH₃)₆]²⁺) pada permukaan silika modifikasi memberikan pengaruh terhadap morfologi immobilat. Hal ini dikonfirmasi oleh hasil analisis SEM dan mikroskop optik yang memperlihatkan bentuk, ukuran dan dispersi partikel immobilat menjadi lebih homogen dibandingkan dengan silika induk.

Katakunci: tembaga(II) asetonitril, material pendukung, silika modifikasi, *grafting*, immobilat

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Berbagai penelitian terkini dalam usaha pencarian katalis baru berbasis senyawa kompleks logam transisi, baik yang bertujuan akademis maupun industri diarahkan pada penemuan dan pengembangan prosedur yang memperhatikan keselamatan lingkungan.⁽¹⁰⁾ Senyawa kompleks logam transisi telah banyak dipelajari sebagai katalis dalam beberapa reaksi organik. Sifat-sifat kimia yang dimiliki logam pusat akan memberikan pengaruh pada reaktivitas senyawa kompleks tersebut.^(8,9,10)

Beberapa senyawa kompleks dari tembaga(II) dengan asetonitril sebagai ligan pelarut (*solvent ligand*) telah berhasil disintesis baik pada fasa homogen maupun fasa heterogen. Pada fasa homogen, katalis senyawa kompleks tembaga(II) asetonitril ini memberikan hasil yang signifikan pada beberapa reaksi organik seperti aziridinasi dan siklopropanasi beberapa senyawa olefin.⁽¹⁻⁴⁾

Masalah utama yang dimiliki katalis homogen pada umumnya adalah sulit untuk memisahkan katalis dengan produk yang dihasilkan, sehingga tidak dapat dipakai ulang. Selain itu, akumulasi logam transisi dan ligan organik yang bersifat toksik dapat mencemari lingkungan sekitar. Usaha alternatif yang terus dikembangkan terkait nilai ekonomi dan isu lingkungan dari katalis homogen ini adalah dengan melakukan *grafting* (ditempelkan secara kimia) pada suatu material *support*, sehingga dihasilkan katalis yang heterogen.⁽⁸⁾

Senyawa kompleks tembaga(II) asetonitril dilaporkan telah berhasil *digrafting* pada beberapa material *support* baik pada *support* anorganik, seperti silika⁽¹⁻³⁾ maupun pada *support* organik, seperti *poly-4-vinylpyridine* (P4VP).⁽⁴⁾ Pada banyak kasus, proses *grafting* katalis homogen pada material *support* terjadi melalui ikatan kovalen. Metoda ikatan kovalen ini dilaporkan dapat memberikan pengaruh pada kereaktifan dan selektivitas dari katalis karena berakibat mengurangi asiditas Lewis ion logam pusatnya.⁽¹⁻⁴⁾

Pada penelitian ini akan *digrafting* suatu katalis senyawa kompleks tembaga(II) dengan ligan pelarut asetonitril pada silika induk. Agar interaksi antara kompleks $[\text{Cu}(\text{NCCH}_3)_6]^{2+}$ dan silika induk tidak terjadi secara kovalen, maka silika induk terlebih dahulu dimodifikasi dengan mereaksikannya dengan

basa Bronsted anilin ($C_6H_5NH_2$) kemudian diintroduksi dengan asam Lewis aluminium triklorida ($AlCl_3$). Katalis kompleks $[Cu(NCCH_3)_6]^{2+}$ yang berhasil digrafting pada silika modifikasi selanjutnya dikarakterisasi dengan FTIR, SEM, EDX dan Mikroskop Optis.

1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, maka dapat dirumuskan suatu permasalahan, apakah anilin ($C_6H_5NH_2$) dan aluminium triklorida ($AlCl_3$) dapat digunakan sebagai modifikator silika. Selanjutnya akan dipelajari apakah silika modifikasi tersebut dapat digunakan sebagai *support* bagi ion kompleks tembaga(II) asetonitril.

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan latar belakang dan perumusan masalah yang telah dipaparkan di atas, maka penelitian ini ditujukan untuk:

1. Mempelajari proses modifikasi silika berdasarkan prinsip Basa Bronsted dan Asam Lewis.
2. Mempelajari metoda *grafting* senyawa kompleks tembaga(II) asetonitril pada silika yang telah dimodifikasi dengan anilin dan aluminium klorida.
3. Mengetahui cara mengkarakterisasi katalis senyawa kompleks pada *support* silika modifikasi dengan FTIR, SEM, EDX dan Mikroskop Optis.

1.4 Manfaat Penelitian

Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat dijadikan sebagai dasar teori yang kuat untuk mengembangkan berbagai penelitian mengenai katalis kompleks logam transisi (terutama deret pertama) berbasis ligan pelarut dan metoda untuk memodifikasi silika, sehingga dapat dihasilkan material *support* yang stabil.

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Sintesis silika modifikasi dan katalis *tergrafting* dapat dilakukan. Hal ini diindikasikan oleh analisis EDX yang mengkonfirmasi adanya Si, O, Al, Cl dan Cu yang merupakan unsur-unsur penyusun immobilat. Sedangkan kandungan logam Cu pada immobilat adalah sebesar 6,69 % dengan rendemen sebesar 71%.

Proses modifikasi silika induk serta *grafting* ion kompleks tembaga(II) diselidiki melalui analisis FTIR dimana terjadi perubahan pola serapan gugus-gugus fungsi $>Si-OH$ silika, $H-N-H$ anilin, CN asetonitril dan NO_3 dari ion nitrat. Terbentuknya spesies anionik ($>Si-OAlCl_3$)⁻ dan kationik ($[Cu(NCCH_3)_6]^{2+}$) pada silika modifikasi ternyata memberikan pengaruh terhadap morfologi immobilat. Hal ini dikonfirmasi oleh hasil analisis SEM dan mikroskop optik yang memperlihatkan bentuk, ukuran dan dispersi partikel immobilat menjadi lebih homogen dibandingkan dengan silika induk.

5.2 Saran

Dari penelitian yang telah dilakukan, maka diajukan beberapa saran sebagai pertimbangan untuk melakukan penelitian selanjutnya, yaitu;

1. Pengembangan penelitian yang kedepannya diarahkan untuk menguji aktifitas katalitik dari katalis *tergrafting* yang berhasil disintesis untuk reaksi organik yang sederhana, seperti hidrogenasi alkena.
2. Meneliti logam-logam transisi terutama deret pertama yang mungkin aktif sebagai katalis.
3. Meneliti senyawa-senyawa lainnya, baik organik maupun anorganik yang dapat dijadikan modifikator untuk *support* silika, sehingga dapat dihasilkan suatu *support* yang lebih stabil.

DAFTAR PUSTAKA

- (1) Syukri, C. E. Fischer, A. I. Al-Hmaideen, Yang Li, Ying Zheng, F. E. Kühn, *Modified MCM-41-Supported Acetonitrile Ligated Copper(II) and its Catalytic Activity in Cyclopropanation of Olefins*, Microporous and Mesoporous Materials, 113, **2008**, p. 171
- (2) Sakthivel. A., S. Syukri, A. K. Hijazi and F. E. Kühn, *Heterogenization of $[Cu(NCCH_3)_6][BF_4]_2$ on mesoporous AlMCM-41/AlMCM-48 and its Application as Cyclopropanation Catalyst*, Catalysis Letters, 111, **2006**, p. 43
- (3) Sakthivel. A., A. K. Hijazi, M. Hanzlik, A. S.T. Chiang, F. E. Kühn, *Heterogenization of $Cu(NCCH_3)_6[B(C_6F_5)_4]_2$ and its Application in Catalytic Olefin Aziridination*, Applied Catalysis A: General, 294, **2005**, p. 161
- (4) Syukri, A. K. Hijazi, A. Sakthivel, A. I. Al-Hmaideen and F. E. Kühn, *Heterogenization of Solvent-Ligated Copper(II) Complexes on Poly(4-Vinylpyridine) for the Catalytic Cyclopropanation of Olefins*, Inorganica Chimica Acta, 360, **2007**, p. 197
- (5) Sumate, C., S. Chavadej, E. Gulari, *Borane-Functionalized Silica Supports In Situ Activate Heterogeneous Zirconocene Catalysts for MAO-Free Ethylene Polymerization*, Journal of Molecular Catalysis, 185, **2002**, p. 167
- (6) P.K. Jal, S. Patel, B.K. Mishra, *Chemical Modification of Silica Surface by Immobilization of Functional Groups for Extractive Concentration of Metal Ions*, Talanta, 62, **2004**, p. 1005
- (7) Price, M. P., James H. Clark and Duncan J. Macquarrie, *Modified Silicas for Clean Technology*, J. Chem. Soc., Dalton Trans., **2000**, p. 101
- (8) X. S. Zhao, X. Ying Bao, Wanping Guo, and Fang Yin Lee, *Immobilizing Catalysts on Porous Materials*, Materials Today, Vol. 9, No. 3, p. 32
- (9) Blaser, H. U., A. Indolese and A. Schnyder, *Applied Homogeneous Catalysis by Organometallic Complexes*, Current Science, Vol. 78, No. 11, **2000**, p. 1336
- (10) Housecroft, Catherine E., Alan G. Sharpe, *Inorganic Chemistry*, 2nd ed., Pearson Prentice Hall, **2005**
- (11) Santen. R. A., J. A. Moulijn, van Leeuwen Piet W. N, B. A. Averill, *Catalysis: An Integrated Approach*, 2nd ed., Elsevier Science & Technology Books, **1999**