

## INTISARI

### **Nanokomposit SiO<sub>2</sub>-ZrO<sub>2</sub>/Montmorillonit K10 dan SiO<sub>2</sub>-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Montmorillonit K10: Preparasi dengan radiasi gelombang mikro dan aktivitas katalis**

Oleh:

Serly J. Sekewael

12/336426/SPA/00430

Sintesis nanokomposit SiO<sub>2</sub>-ZrO<sub>2</sub>/montmorillonit K10 (SZMK-700) dan SiO<sub>2</sub>-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/montmorillonit K10 (SFMK-700) telah berhasil dilakukan melalui metode interkalasi dan pilarisasi partikel-partikel koloid silika-zirkonia dan silika-besi ke dalam antarlapis silikat lempung montmorillonit K10. Konversi termal dari polikation yang telah terinterkalasi dilakukan melalui radiasi gelombang mikro 700 W selama 10 menit. Keseluruhan proses ini menghasilkan partikel-partikel SiO<sub>2</sub>-ZrO<sub>2</sub> atau SiO<sub>2</sub>-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, yang menopang antarlapis montmorillonit K10 dan yang tersebar pada permukaan padatan nanokomposit. Produk nanokomposit dikarakterisasi sifat fisik dan kimia menggunakan metode XRD, FTIR, *surface area analyzer*, TEM, SEM-EDAX, dan TGA/DTA. Stabilitas termal nanokomposit pada 300 dan 500 °C juga telah diuji. Keasaman total permukaan ditentukan dengan menggunakan adsorpsi gas amonia dan analisis menggunakan FTIR. Aktivitas katalitik dari produk nanokomposit dan montmorillonit K10 dievaluasi melalui reaksi esterifikasi asam laurat dengan metanol.

Hasil karakterisasi menunjukkan perlakuan/modifikasi kimia dan fisik pada montmorillonit K10 mengakibatkan meningkatnya sifat-sifat fisikokimia seperti: keasaman total permukaan meningkat sebesar 3,3 dan 2,1%, masing-masing untuk SZMK-700 dan SFMK-700; meningkatnya kekuatan situs asam Brønsted atau Lewis; luas permukaan meningkat sebesar 248,85 m<sup>2</sup>/g; peningkatan rata-rata radius pori montmorillonit K10; dan distribusi pori yang lebih seragam. Proses pilarisasi menyebabkan struktur lapisan montmorillonit K10 menjadi lebih teratur sebagaimana dibuktikan oleh citra TEM. Selain itu, agitasi termal menunjukkan bahwa nanokomposit memiliki daya tahan termal sampai 500 °C. Hasil ini menunjukkan bahwa nanokomposit tersebut telah berhasil disintesis dengan metode yang disebutkan di atas. Hasil uji katalitik menunjukkan bahwa SZMK-700 dan SFMK-700 memiliki aktivitas yang sangat baik untuk reaksi esterifikasi. Aktivitas katalitik yang tinggi ditunjukkan melalui konversi asam laurat sebesar 98,55 dan 95,92%, dan hasil metil laurat sebesar 98,18 dan 93,74%, masing-masing oleh nanokomposit SZMK-700 dan SFMK-700, yang diperoleh pada kondisi reaksi esterifikasi: rasio molar metanol: asam laurat 20:1, berat katalis 20% berat asam laurat, dan refluks selama 12 jam pada 70 °C. Regenerasi kedua katalis untuk dua siklus reaksi yang sama mendapati aktivitas katalis yang cenderung menurun pada siklus kedua, terutama untuk SFMK-700. Akan tetapi, katalis SZMK-700 masih menunjukkan aktivitas yang baik ketika digunakan untuk dua siklus reaksi berikutnya.

**Kata kunci: gelombang mikro, montmorillonit K10, silika-zirkonia, silika-besi oksida**

## ABSTRACT

### **SiO<sub>2</sub>-ZrO<sub>2</sub>/Montmorillonite K10 and SiO<sub>2</sub>-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Montmorillonite K10 nanocomposites: Microwave assisted preparation and catalytic activity**

By:

Serly J. Sekewael

12/336426/SPA/00430

Synthesis of SiO<sub>2</sub>-ZrO<sub>2</sub>/montmorillonite K10 (SZMK-700) and SiO<sub>2</sub>-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/montmorillonite K10 (SFMK-700) nanocomposites have been carried out through the method of intercalation and pillarization of colloidal particles silica-zirconia and silica-iron, respectively into the interlayer silicate of montmorillonite K10 clay. Thermal conversion of polycation that has been intercalated done through microwave radiation of 700 W for 10 minutes. This process generates both particles of SiO<sub>2</sub>-ZrO<sub>2</sub> or SiO<sub>2</sub>-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> which sustains montmorillonite K10 interlayer and also particles on the surface of the nanocomposite. Physical and chemical properties of products were characterized using XRD, FTIR, surface area analyzer, TEM, SEM-EDAX, and TGA/DTA. Thermal stability at 300 and 500 °C have also been tested. Total surface acidity was determined by using ammonia adsorption and FTIR analysis. The catalytic activity of the nanocomposite products and montmorillonite K10 was evaluated by the esterification reaction of lauric acid with methanol.

The results showed the physical and chemical treatment onto montmorillonite K10 resulted in increase of its physicochemical properties. The total surface acidity increased by 3.3 and 2.1%, respectively for SZMK-700 and SFMK-700; the increasing strength of Brønsted or Lewis acid sites; increased surface area of 248.85 m<sup>2</sup>/g; increase in the average pore radius of montmorillonite K10; and more uniform pore size distribution. The pillarization process causes the layer structure of montmorillonite K10 become more ordered as evidenced by TEM analysis. In addition, the thermal agitation showed that the nanocomposite has a thermal resistance up to 500 °C. These results indicate that the nanocomposite has been created by the method mentioned above. Catalytic activity test showed that nanocomposite SZMK-700 and SFMK-700 have a high activity as the esterification catalyts. A high catalytic activity shown by the conversion of 98.55 and 95.92% of lauric acid, and methyl lauric result of 98.1 and 93.74%, respectively by nanocomposite SZMK-700 and SFMK-700 which was obtained in the esterification reaction conditions: the molar ratio of methanol:lauric acid was 20:1, 20 wt.% of catalyst, and reflux for 12 h at 70 °C. Regeneration of the catalysts for two cycles of the same reaction have found that the catalysts activity tends to decrease in the second cycle, especially for SFMK-700. However, the SZMK-700 catalyst was still performing well when used for two subsequent reaction cycle.

**Keywords: microwave, montmorillonite K10, silica-zirconia, silica-iron oxide**