

## Sintesis dan Karakterisasi Enkapsulat Katalis Nikel (II) pada Silika Mesopori Modifikasi

Admi<sup>1\*</sup>, Fitria Ramadhani<sup>1</sup>, Syukri<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Laboratorium Kimia Material, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas, Sumatra Barat, Indonesia

Corresponding author:  
Admi  
admi\_unand@yahoo.com

Received: July 2020  
Accepted: August 2020  
Published: September 2020

©Admi et al. This is an open-access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution License, which permits unrestricted use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original author and source are credited.

### Abstract

Ni(II)-BF<sub>3</sub>/MCM-41 was synthesized for heterogeneous catalyst. The boron trifluoride modified mesoporous silica BF<sub>3</sub>/MCM-41 was studied to investigate its ability as supporting agent in heterogeneous catalysis system. For this purpose, the structural directing agent remaining in as-synthesis MCM-41 removed by solvent extraction. Surface modification of mesoporous silica MCM-41 with aniline and boron trifluoride was carried out. Then, the surface of boron trifluoride modified mesoporous silica was subjected to an encapsulation with Ni(II) ions. These solid materials were characterized by Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), scanning electron microscopy (SEM), and atomic absorption spectroscopy (AAS). In the FTIR spectra of the modified silica mesoporous, the presence of vibration band >Si-O-B confirm the success of modification of support. While, the shifting of the vibration band >Si-O-Si< is considered an indication of the proof of Ni(II) species onto the modified mesoporous silica. From the SEM photograph, it can be seen that the morphology of the Ni(II)-BF<sub>3</sub>/MCM-41 tend to form aggregates of smaller particles. Based on measurement of metal content by AAS, it was known that the value of metal loading is 33%. While for the leaching test, Ni(II)-BF<sub>3</sub>/MCM-41 lost only 0.014 % of Ni metal. It indicates the stability of the interaction between the Ni(II) and support of the modified mesoporous silica.

**Keywords:** *encapsulation, mesoporous silica, silica modification, metal loading, metal leaching*

### Pendahuluan

Katalis memiliki peranan yang sangat penting. Lebih dari 75 % proses sintesis kimia di industri sangat bergantung dari ketersediaan katalis. Jenis industri yang membutuhkan katalis antara lain industri energi, bahan bakar, farmasi dan bahan kimia. Senyawa katalis, baik sebagai katalis homogen maupun heterogen, terbuat dari senyawa organik ataupun anorganik, dengan demikian menjadi tema yang sangat menarik untuk diteliti dan

dikembangkan, sehingga kegunaannya dapat ditingkatkan dan efek samping yang ditimbulkan ke lingkungan dapat ditekan seminimal mungkin<sup>[1],[2]</sup>.

Secara teoritis, katalis adalah zat yang ditambahkan ke dalam suatu reaksi dan mampu mengubah laju reaksi. Dalam banyak studi mekanisme, katalis terlibat langsung dalam reaksi sintesis namun pada akhir reaksi senyawa katalis akan diregenerasi kembali. Katalis dapat saja mempercepat reaksi (katalis

positif) atau memperlambat reaksi (katalis negatif, inhibitor). Untuk reaksi reversibel, katalis berperan mempercepat tercapainya keadaan setimbang, namun tidak merubah arah kesetimbangan<sup>[3]</sup>.

Katalis homogen adalah katalis sefasa dengan larutan reaktannya secara umum menunjukkan aktifitas katalitik yang lebih baik dari katalis heterogen dikarenakan mobilitas molekulernya yang tinggi. Meskipun menunjukkan aktifitas yang baik, katalis homogen sulit dipisahkan sehingga diperlukan proses dan biaya tambahan untuk memperoleh produk murni. Hal itu menyebabkan pihak industri menjadi kurang tertarik sehingga perlu diproses agar katalis homogen dapat digunakan sebagai katalis heterogen melalui teknik heterogenisasi seperti enkapsulasi dan *grafting* pada bahan-bahan yang tergolong sebagai *support*/pendukung. Meskipun aktifitasnya berkurang, katalis yang sudah diheterogenisasi menjadi menarik karena disamping masih dapat mempertahankan kekhasannya dan dapat digunakan berulang kali karena antara produk dengan katalis dapat dipisahkan dengan teknik filtrasi sederhana, juga bisa mengurangi dampak negatifnya terhadap lingkungan<sup>[1]-[3]</sup>.

Sebagaimana yang sudah dijelaskan sebelumnya, katalis yang umum diaplikasikan pada proses industri adalah katalis heterogen seperti katalis Fe, Ni, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, zeolit, Pt, Pt-Ir, Ag dan lain sebagainya. Hal ini menempati urutan teratas dalam pemakaiannya di industri selama bertahun-tahun<sup>[2]</sup>. Sebagian katalis tersebut digunakan langsung sebagai logamnya dalam bentuk bubuk, lembar, tangkai dan lain sebagainya. Sebagian lainnya dalam bentuk larutan yang mengandung ion-ion logam katalis tersebut<sup>[2],[4]</sup>. Katalis yang umumnya penggunaannya dalam bentuk larutan pada beberapa tahun belakangan ini banyak diteliti kemampuannya saat dijadikan katalis heterogen melalui proses heterogenisasi. Salah satunya adalah katalis nikel, yang sering digunakan pada proses hidrosulfurisasi, hidroolefin dan modifikasi lemak<sup>[5]</sup>. Katalis nikel yang dienkapsulasi pada zeolit memiliki

prospek besar meningkatkan keasaman zeolit sehingga makin efektif untuk proses hidrorengkah minyak bumi<sup>[6]</sup>.

Proses heterogenisasi katalis homogen sangat tergantung dari keberadaan pendukung. Suatu bahan dapat digunakan sebagai pendukung katalis apabila memenuhi beberapa kriteria seperti stabil secara kimia, stabil secara termal, memiliki gugus fungsi yang dapat mengikat katalis, fleksibel dan memiliki luas permukaan yang besar. Terdapat dua kelompok senyawa pendukung, organik dan anorganik. Kelas polimer seperti poli-2-vinilpiridin dan poli-4-vinilpiridin merupakan contoh pendukung organik dengan sifat fleksibel dan gugus fungsi bawaan namun kestabilan termal rendah. Disisi lain silika yang telah dimodifikasi baik secara kimia maupun fisika menjadi pilihan utama untuk pendukung anorganik karena sifatnya yang relatif inert dan stabil secara termal namun karena hanya memiliki gugus fungsi bawaan gugus silanol yang tidak mampu mengikat katalis dengan kuat maka perlu diperlakukan lebih lanjut secara kimia<sup>[3]</sup>. Hal lain yang juga menarik diteliti dari silika adalah kemampuannya untuk dijadikan sebagai silika mesopori melalui suatu proses hidrotermal menggunakan molekul pengarah struktur untuk membentuk pori-pori internal yang ukurannya seragam. Silika jenis ini bisa memiliki luas permukaan yang sangat besar sehingga memiliki *metal loading* yang tinggi. Beberapa contoh silika mesopori yang sudah dikenal luas adalah MCM-41, MCM-48 dan SBA-15<sup>[7]-[9]</sup>.

Beberapa faktor yang harus diperhatikan pada sintesis silika mesopori adalah sumber silika, molekul pengarah struktur, pH dan temperatur. Pada proses akhir sintesis, metode penghilangan molekul pengarah struktur (biasanya dipilih surfaktan) memainkan peranan penting karena dapat mempengaruhi permukaan internal silika mesopori secara signifikan. Terdapat dua cara umum untuk penghilangan zat pengarah struktur, yaitu kalsinasi dan ekstraksi pelarut. Kedua metode tersebut memiliki kelebihan dan kekurangan masing-masing. Metode kalsinasi dapat

menghasilkan silika mesopori dengan luas permukaan lebih besar namun memiliki dinding pori yang sangat tipis dan rapuh. Sementara dengan metode ekstraksi pelarut, meskipun luas permukaannya relatif lebih rendah, namun dinding porinya sedikit lebih tebal karena masih adanya surfaktan didalam pori-pori yang tidak mungkin dihilangkan seratus persen<sup>[9],[10]</sup>. Minat terhadap pemanfaatan katalis nikel dan banyaknya penelitian dalam kajian silika mesopori, maka pada tulisan ini dilaporkan hasil penelitian mengenai enkapsulasi Ni(II) pada silika mesopori yang dimodifikasi dengan boron triflorida.

## Metodologi Penelitian

### Bahan kimia

Bahan yang digunakan adalah silika mesopori (surfaktannya dipisahkan melalui ekstraksi pelarut), metanol (Merck), boron triflorida (Merck), anilin (Merck), toluen (Merck), nikel(II) diklorida heksa hidrat (Merck), dan asetonitril (Merck).

### Peralatan

Peralatan yang digunakan diantaranya adalah beberapa peralatan gelas, *magnetic Stirrer*, neraca analitis, desikator, oven, corong Buchner, dan bola hisap. Instrumen yang digunakan adalah FTIR (Uican Mattson Mod 7000 FT-IR), SEM (S-3400 n Hitachi), dan AAS.

## Prosedur penelitian

### *Sintesis silika mesopori secara hidrotermal*

Silika mesopori yang digunakan pada penelitian ini disintesis dengan cara hidrotermal. Penghilangan surfaktan dilakukan melalui ekstraksi pelarut berdasarkan prosedur yang telah dilaporkan oleh Sri Wahyuni dkk<sup>[9]</sup>.

### *Sintesis silika modifikasi*

Silika mesopori dimodifikasi dengan cara ditambahkan anilin (yang bertindak sebagai basa Bronstead, penarik proton silanol) dan boron triflorida (sebagai asam Lewis, penyedia

orbital kosong). Silika mesopori sebanyak 3.50 g terlebih dahulu dipanaskan pada suhu 200 °C dengan *hotplate* untuk memperbesar pori, mengaktifkan permukaan, melepaskan pengotor dan air yang masih terikat. Pemanasan dan pengadukan dilakukan selama 3 jam. Kemudian 3.00 g silika mesopori tersebut direaksikan dengan 1.82 mL anilin dalam 40.9 mL toluen dengan rasio molar >Si-OH : N (anilin) = 1 : 1.2. Campuran diaduk pada temperatur ruang selama 24 jam dengan kecepatan 300 rpm sehingga terbentuk suspensi silika-anilin. Kemudian suspensi silika-anilin direaksikan dengan boron triflorida dengan perbandingan molar >Si-OH : B (boron triflorida) = 1 : 1.2, dimana jumlah boron triflorida yang ditambahkan sebanyak 1.523 mL. Setelah itu diaduk pada temperatur ruang dengan kecepatan 300 rpm selama 24 jam. Suspensi yang terbentuk kemudian disaring dan padatan yang didapatkan lalu dicuci dengan toluen beberapa kali dan dikeringkan dalam desikator. Untuk memudahkan penulisan padatan silika mesopori modifikasi tersebut diberi nama BF<sub>3</sub>/MCM-41 yang selanjutnya dikarakterisasi dengan FTIR dan SEM.

### *Sintesis nikel (II) yang dienkapsulasi pada silika mesopori modifikasi*

Mula-mula 5.00 g NiCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O dipanaskan pada suhu 170 °C sampai semua hidratnya hilang kemudian ditimbang 1.55 g NiCl<sub>2</sub>. Perbandingan mol >SiO-BF<sub>3</sub> : mol nikel(II) diklorida. Ditambahkan masing-masing 10 mL asetonitril dan 2.00 g silika mesopori modifikasi. Suspensi ini direfluks dan diaduk selama 2 jam kemudian disaring dan dicuci dengan asetonitril beberapa kali lalu dikeringkan di dalam desikator. Untuk memudahkan penulisan selanjutnya produk padat yang diperoleh diberi nama dengan Ni(II)- BF<sub>3</sub>/MCM-41.

### *Uji metal loading*

Filtrat yang diperoleh pada sintesis Ni(II)-BF<sub>3</sub>/MCM-41 diuji dengan AAS untuk menentukan kandungan Ni(II) yang masuk ke pelarut sehingga secara matematis nilai *metal*

*loading* dapat dihitung. Padatan Ni(II)-BF<sub>3</sub>/MCM-41 dianalisis dengan FTIR untuk mempelajari interaksi antara pendukung dan katalis, kemudian difoto dengan SEM untuk memperoleh gambaran tekstur mikroskopik dari partikel Ni(II)-BF<sub>3</sub>/MCM-41.

### Uji leaching

Untuk menguji kestabilan Ni(II)-BF<sub>3</sub>/MCM-41 dari kemungkinan terjadinya pelepasan logam Ni (uji *metal leaching*) 0.5046 g Ni(II)-BF<sub>3</sub>/MCM-41 dilarutkan dalam 10 mL asetonitril dan direfluks sambil distirrer selama 24 jam pada temperatur 60 °C. Suspensi yang terbentuk disaring sehingga didapatkan filtrat dan endapan. Filtrat yang didapat diukur kadar nikelnya dengan AAS.

### Karakterisasi dengan FTIR

Semua hasil produk yaitu silika as-sintesis, silika mesopori, silika aktifasi, silika modifikasi, serta Ni(II)-BF<sub>3</sub>/MCM-41, dilakukan pengujian menggunakan FTIR.

### Karakterisasi SEM

Hasil Produk dari silika mesopori, silika modifikasi, serta Ni(II)-BF<sub>3</sub>/MCM-41, diuji dengan SEM.

### Karakterisasi AAS

Filtrat yang diperoleh dari prosedur kerja untuk menentukan uji *metal loading* dan uji *leaching* diukur dengan alat AAS.

## Hasil dan Diskusi

### Hasil analisis dengan *Fourier transform infrared* (FTIR)

Pada penelitian ini, analisis menggunakan FTIR bertujuan untuk mengetahui bagaimana interaksi antara silika mesopori modifikasi dengan Ni(II). Konsep dasar adalah saat radiasi infra merah dilewatkan melalui sampel Ni(II)-BF<sub>3</sub>/MCM-41, maka molekul-molekulnya dapat menyerap (mengabsorpsi) energi dan terjadilah transisi diantara tingkat energi vibrasi keadaan dasar ke tingkat energi vibrasi tereksitasi<sup>[10]</sup>.

Gambar 1a merupakan spektrum dari silika as-sintesis masih mengandung molekul pengarah struktur CTAB) muncul banyak pita serapan dibandingkan silika yang telah dihilangkan surfaktannya dikarenakan CTAB tersebut memang merupakan senyawa organik yang memiliki pita serapan yang banyak pada daerah inframerah. Pada 3017 cm<sup>-1</sup>, 2850 cm<sup>-1</sup>, 1559 cm<sup>-1</sup>, 1487cm<sup>-1</sup>, 1473 cm<sup>-1</sup>, 1463 cm<sup>-1</sup>, 1430 cm<sup>-1</sup>, 1408 cm<sup>-1</sup>, 937 cm<sup>-1</sup>, 911 cm<sup>-1</sup>, 730 cm<sup>-1</sup>, dan 719 cm<sup>-1</sup> merupakan pita serapan masing-masing dari vibrasi *stretching* C-H untuk CH<sub>3</sub> simetris, *stretching* C-H pada CH<sub>2</sub> simetris, *stretching* C-N, *bending* C-H pada CH<sub>3</sub> asimetris, CH<sub>2</sub> *scissoring*, *bending* C-H pada CH<sub>3</sub> simetris, *stretching* C-C, dan CH<sub>2</sub> *rocking* [10]. Gugus-gugus tersebut berasal dari dari CTAB yang harus dihilangkan dengan metode ekstraksi pelarut. Hal ini diharapkan agar diperoleh produk silika mesopori yang lepas gugus-gugus pengarah strukturnya secara signifikan.

Pada Gambar 1b memperlihatkan spektrum silika mesopori yang menghasilkan pita serapan pada angka gelombang 3421 cm<sup>-1</sup> yang spesifik untuk OH *stretching*. Hal ini menunjukkan bahwa pada silika ini terdapat gugus silanol (>Si-OH). Pita serapan pada bilangan gelombang 1636 cm<sup>-1</sup> menunjukkan vibrasi dari Si-O-H *bending* dari gugus silanol. Pita serapan pada 1084 cm<sup>-1</sup> dan 1231 cm<sup>-1</sup>, serta munculnya serapan pada 796 cm<sup>-1</sup>, menunjukkan internal dan eksternal *asymmetric* Si-O *stretching* dari gugus siloksan (Si-O-Si) [10]. Pita serapan pada vibrasi 965 cm<sup>-1</sup> mengindikasikan gugus silanol (>Si-OH) yang terdapat dalam *mesoporous channels*<sup>[11]</sup>.

Pada Gambar 1c merupakan spektrum dari silika mesopori yang telah diaktivasi. Tujuan pengaktivasi dari silika mesopori adalah mengaktifkan pori dari silika mesopori sebelum di modifikasi dan menghilangkan semua pengotor yang masih tertinggal. Hal ini dapat dilihat melalui pengurangan massa dari silika mesopori hasil ekstraksi yaitu sebanyak 4.46 g, dan setelah dilakukan pengaktifan didapatkan massa dari silika mesopori sebanyak 4.28 g. Berdasarkan perubahan massa ini dapat dilihat terjadinya penghilangan

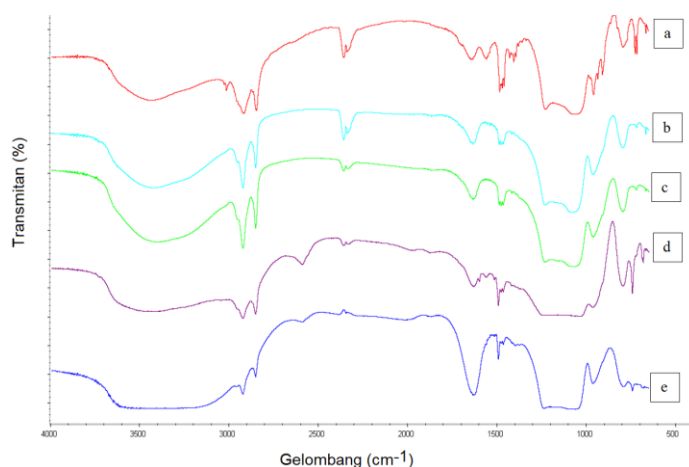
pengotor. Hal ini didukung oleh data spektrum FTIR dimana pada silika aktivasi, angka gelombang dari  $2341\text{ cm}^{-1}$  merupakan daerah pita serapan dari C-N *bending* milik CTAB hilang pada silika mesopori yang telah diaktivasi.

Gambar 1d merupakan spektrum dari silika modifikasi. Proses modifikasi keberhasilannya dapat dianalisa dengan munculnya pita serapan pada  $1478\text{ cm}^{-1}$  adanya *stretching* C-N aromatis dari molekul anilin. Puncak serapan *stretching* C-N aromatis dari molekul anilin menunjukkan bahwa anilin ikut berpartisipasi sebagai basa Bronstead yang berfungsi mengaktifkan spesies silanol permukaan pada silika modifikasi. Selain itu juga mengalami pergeseran ke angka gelombang yang lebih besar dibandingkan dengan yang diaktifasi. Hal ini membuktikan bahwa adanya interaksi antara silika modifikasi dengan anilin dan  $\text{BF}_3$ , dimana semakin besar massa atom yang terikat pada atom silika maka frekuensi vibrasi akan menurun<sup>[6]</sup>. Data serapan anilin juga diperkuat dengan munculnya pita serapan pada angka gelombang  $797\text{ cm}^{-1}$ , yang menunjukkan adanya vibrasi  $\text{NH}_2$  *wagging* dari molekul induk. Pita serapan ini mengindikasikan bahwa anilin tidak terikat secara kimia pada pendukung silika melainkan hanya sebatas interaksi fisika yang lemah. Interaksi fisika ini sangat dibutuhkan oleh anilin, karena fungsi anilin sebagai basa Bronstead yang apabila

terjadi interaksi secara kimiawi, akan mengganggu proses masuknya asam Lewis pada silika pendukung<sup>[11]</sup>.

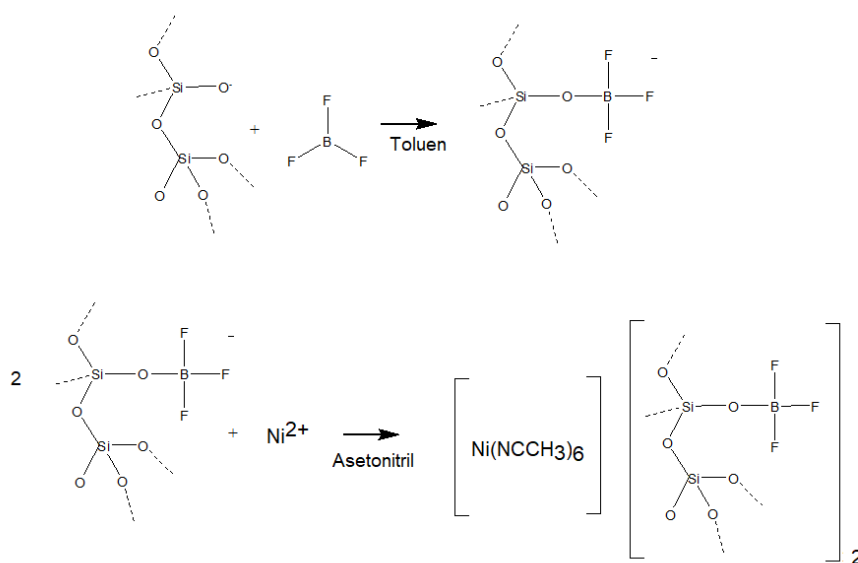
Keberhasilan modifikasi juga didukung oleh munculnya puncak baru pada bilangan gelombang  $744\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan vibrasi dari B-O-Si *stretching*. Munculnya puncak B-O-Si diiringi dengan melemahnya pita serapan dari Si-OH, Si-O-Si, dan Si-O. Hal ini menandakan sudah berhasilnya pemodifikasian terhadap silika mesopori. Adanya vibrasi B-O-Si membuktikan bahwa pada permukaan silika telah terbentuk  $[\text{Si-O-BF}_3]^-$  yang dapat bereaksi dengan logam yang akan dienkapsulasi<sup>[12]</sup> sebagaimana yang diilustrasikan pada Gambar 2.

Pada Gambar 1e merupakan spektrum dari Ni(II)-silika mesopori modifikasi atau Ni(II)- $\text{BF}_3/\text{MCM-41}$ . Jika Ni(II) terenkapsulasi sebagai kompleks Ni-asetonitril maka mestilah muncul pita serapan baru dan terjadinya *shifting* ke daerah bilangan gelombang yang lebih besar dari vibrasi CN asetonitril disebabkan oleh koordinasi asetonitril sebagai ligan pada atom pusat Ni<sup>[13]</sup>. Namun karena hal tersebut tidak terlihat pada spektrum Ni(II)- $\text{BF}_3/\text{MCM-41}$  maka asumsi yang muncul adalah Ni(II) terenkapsulasi dalam bentuk ion Ni(II) dimana pita serapan gugus  $\text{C}\equiv\text{N}$  yang berasal dari asetonitril pada daerah angka gelombang  $2300\text{--}2200\text{ cm}^{-1}$  tidak muncul sedikitpun<sup>[9]</sup>.



**Gambar 1.** Spektra FTIR dari; a. Silika as-sintesis; b. Silika mesopori; c. Silika aktivasi; d. Silika modifikasi; e. Enkapsulat Ni(II).



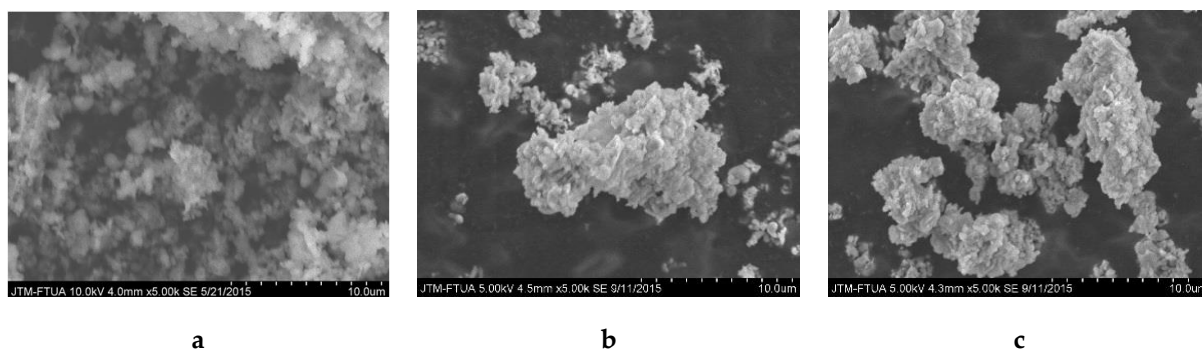


**Gambar 2.** Ilustrasi mekanisme modifikasi permukaan silika dengan anilin dan boron triflorida.

### Hasil analisis scanning electron microscopy (SEM)

Karakterisasi silika mesopori menggunakan SEM untuk melihat tekstur dan morfologi dari enkapsulat  $\text{Ni}(\text{II})\text{-BF}_3/\text{MCM-41}$  yang dilakukan pada pembesaran 5000 kali. Foto SEM memperlihatkan bentuk partikel dari silika mesopori berbentuk agregat *spheric* dengan bentuk yang relatif seragam. Gambar 3a memperlihatkan bahwa partikel silika mesopori cenderung untuk beragregasi

sebanyak mungkin. Hal ini berbeda dengan foto SEM dari silika mesopori modifikasi (Gambar 3b) dan enkapsulat  $\text{Ni}(\text{II})\text{-BF}_3/\text{MCM-41}$  ( $\text{Ni}(\text{II})$ -silika mesopori modifikasi, Gambar 3c) yang lebih cenderung terpecah-pecah menjadi agregat yang menumpuk dengan ukuran bentuk yang lebih kecil. Hal ini dapat diasumsikan bahwa keberadaan *modifier* dan ion-ion  $\text{Ni}(\text{II})$  pada permukaan silika mesopori memberikan kontribusi berupa tolakan lemah elektrostatik sehingga ukuran partikel cenderung lebih mengecil.



**Gambar 3.** Foto SEM dengan perbesaran 5000x a. Silika mesopori; b. Silika modifikasi; c.  $\text{Ni}(\text{II})$ -silika mesopori modifikasi.

**Tabel 1.** Nilai Ni-loading dan Ni-leaching tiga sampel amobilat Ni pada support silika yang berbeda

<i>Support-katalis</i>	<i>Ni loading</i> (%)	<i>Ni leaching</i> (%)	<b>Peneliti</b>
Ni(II)-Silika amorf modifikasi	5	1.5	Anasta <sup>[14]</sup>
Ni(II)-Silika mesopori modifikasi*	25	0.1	Wiza Ladya <sup>[15]</sup>
Ni(II)-Silika mesopori modifikasi**	33	0.014	

Ket : \*metode kalsinasi; \*\*metode ekstraksi

### Hasil analisis dengan atomic absorption spectroscopy (AAS)

Analisis menggunakan AAS pada sintesis katalis terenkapsulasi bertujuan untuk menentukan Ni-loading dan Ni-leaching dari Ni(II)-BF<sub>3</sub>/MCM-41. Sesuai hasil pengukuran dengan AAS tersebut, nilai Ni-loading saat Ni(II) dienkapsulasi pada silika mesopori modifikasi (zat pengarah strukturnya dilepas secara ekstraksi) lebih tinggi jika dibandingkan dengan Ni(II) yang di-loading pada silika mesopori modifikasi (zat pengarah strukturnya dihilangkan secara kalsinasi). Selanjutnya, jika dibandingkan dengan nilai *metal loading* dari Ni(II) yang didukung oleh silika amorf modifikasi<sup>[14]</sup> yang hanya seperenamnya Ni(II)-silika mesopori modifikasi (metode ekstraksi) (Tabel 1). Secara umum dapat disimpulkan bahwa silika mesopori modifikasi baik yang pengarah struktur molekulnya dihilangkan dengan kalsinasi maupun ekstraksi, memberikan *metal loading* yang jauh lebih tinggi. Hal ini diasumsikan oleh faktor luas permukaan spesifiknya yang lebih besar.

*Leaching* merupakan proses lepasnya logam yang telah berinteraksi dengan pendukung ke dalam pelarut. Uji *leaching* ini dilakukan untuk mengetahui kestabilan ion logam dalam berinteraksi dengan pendukung. Semakin kecil nilai *leaching*, maka Ni(II)-BF<sub>3</sub>/MCM-41 yang dihasilkan semakin stabil. Sebaliknya, jika semakin besar nilai *leaching* maka Ni(II)-BF<sub>3</sub>/MCM-41 yang dihasilkan semakin tidak stabil. Uji *leaching* untuk silika modifikasi Ni(II) amorf yaitu sebesar 1.5%<sup>[16]</sup>. Jika dibandingkan dengan silika mesopori yang pengarah strukturnya dihilangkan secara ekstraksi

memiliki nilai yang lebih kecil dibandingkan dengan silika modifikasi amorf maupun silika modifikasi yang pengarah strukturnya dihilangkan secara kalsinasi. Faktor pori internal dari silika mesopori memainkan peranan yang sangat penting sehingga nilai Ni-leaching keduanya jauh lebih kecil. Hal ini mengindikasikan bahwa enkapsulasi Ni(II) pada silika mesopori modifikasi memberikan stabilitas terhadap *metal leaching* yang lebih baik.

### Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa Ni(II) telah berhasil dienkapsulasi pada silika mesopori modifikasi menghasilkan nilai Ni-loading yang tinggi dan Ni-leaching yang sangat rendah. Interaksi antara Ni(II) dengan silika mesopori modifikasi tidak menunjukkan terdapatnya kompleks Ni(II) asetonitril tetapi diasumsikan merupakan gaya elektrostatik lemah antara Ni(II) dengan permukaan silika mesopori yang mengandung gugus BF<sub>3</sub>. Jika dibandingkan dengan silika mesopori dan silika modifikasi, ukuran agregat partikel enkapsulat Ni(II)-BF<sub>3</sub>/MCM-41 cenderung makin mengecil.

### Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada analis laboratorium Kimia Material Jurusan Kimia FMIPA Unand atas semua bantuannya selama ini.

## Daftar Pustaka

1. Riadi, J., Syukri. & Emdeniz., Sintesis, karakterisasi dan uji aktivitas katalitik hibrid SiO<sub>2</sub>-Ni-Co. Universitas Andalas, (2011).
2. Housecroft, C. E. & Sharpe, A. G., Inorganic Chemistry, 2005. *Engl. Pearson*, 673–700
3. Syukri, S., Hijazi, A. K., Sakthivel, A., Al-Hmaideen, A. I. & Kühn, F. E., Heterogenization of solvent-ligated copper (II) complexes on poly (4-vinylpyridine) for the catalytic cyclopropanation of olefins. *Inorganica Chim. Acta*, **360(1)**: 197–202 (2007).
4. Saito, T., *Kimia Anorganik Pent. Ismunandar. Iwanami Shoten*, (1996).
5. Miazga, B. & Mulak, W., Leaching of nickel from spent catalysts in hydrochloric acid solutions. *Physicochem. Probl. Miner. Process.*, **42**: 177–184 (2008).
6. Suseno, A., Khanif, M., Wijayanto, W. & Hastuti, R., Pembuatan dan karakterisasi katalis nikel pada padatan pendukung zeolit. *J. Kim. Sains dan Apl.*, **6(1)**: 11–13 (2003).
7. Sakthivel, A., Syukri, S., Hijazi, A. K. & Kühn, F. E., Heterogenization of [Cu (NCCH<sub>3</sub>)<sub>4</sub>][BF<sub>4</sub>]<sub>2</sub> on mesoporous AIMCM-41/AIMCM-48 and its application as cyclopropanation catalyst. *Catal. Letters*, **111(1–2)**: 43–49 (2006).
8. Sakthivel, A., Hijazi, A. K., Yeong, H. Y., Köhler, K., Nuyken, O. & Kühn, F. E., Heterogenization of a manganese (II) acetonitrile complex on AIMCM-41 and AIMCM-48 molecular sieves by ion exchange. *J. Mater. Chem.*, **15(41)**: 4441–4445 (2005).
9. Sry, W., Sintesis dan karakterisasi silika mesopori secara hidrotermal; komparasi antara kalsinasi dengan ekstraksi pada penghilangan molecular templating agent. UPT. Perpustakaan Unand, (2015).
10. Zhao, X. S., Lu, G. Q. & Song, C., Mesoporous silica-immobilized aluminium chloride as a new catalyst system for the isopropylation of naphthalene. *Chem. Commun.*, **(22)**: 2306–2307 (2001).
11. Wan, Y. & Zhao., On the controllable soft-templating approach to mesoporous silicates. *Chem. Rev.*, **107(7)**: 2821–2860 (2007).
12. Syukri, S. A. & Admi, R. M. S., Penentuan Kondisi Optimum Aktifitas Katalitik Ni (II)-Asetonitril yang Diamobilisasi Pada Silika Modifikasi Untuk Reaksi Transesterifikasi. *J. Kim. Unand (ISSN No. 2303-3401)*, **2(1)**: 59 (2013).
13. Pratikha, R. S., Syukri. & Admi., Penentuan kondisi optimum aktivitas katalitik Cu(II)-asetonitril yang dimodifikasi Cu(II)-asetonitril yang dimobilisasi pada silika modifikasi. Universitas Andalas, (2012).
14. Anasta, Y. S. & Admi, S., Sintesis dan karakterisasi katalis nikel (II) yang di amobilisasi pada silika modifikasi dan uji pendahuluan aktivitas katalitiknya dalam reaksi transesterifikasi. Universitas Andalas, (2014).
15. Ladya, W., Admi. & Zulhadjri., Sintesis dan karakterisasi katalis enkapsulasi nikel(II) dan tembaga(II) pada silika mesopori modifikasi. Universitas Andalas, (2015).
16. Van Santen, R. A., Averill, B. A., Moulijn, J. A. & van Leeuwen, P., *Catalysis: an integrated approach*. **123**: Elsevier, (2000).