

KARAKTERISASI SENYAWA POLIOKSOMETALAT TIPE KEGGIN TERSUBSTITUSI VANADIUM MENGGUNAKAN FT-IR DAN ^{51}V NMR

Aldes Lesbani

Staf Pengajar Jurusan Kimia, FMIPA Universitas Sriwijaya
Kampus Inderalaya km 32, Ogan Ilir, Sumatera Selatan 30662
e-mail: aldeslesbani@yahoo.com

ABSTRAK

Sintesis dan karakterisasi senyawa polioksometalat tipe Keggin yakni $\text{Rb}_2\text{K}_2[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{H}_4[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$ telah dilakukan menggunakan FT-IR dan spektroskopi ^{51}V NMR. Senyawa polioksometalat $\text{Rb}_2\text{K}_2[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$ ditransformasi menjadi $\text{H}_4[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$ melalui metode pertukaran ion menggunakan asam klorida. Spektrum ^{51}V NMR dari $\text{Rb}_2\text{K}_2[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$ menunjukkan pergeseran kimia pada -586.94 ppm. Vibrasi utama yang menunjukkan gugus fungsional senyawa $\text{Rb}_2\text{K}_2[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$ muncul pada bilangan gelombang 1041 cm^{-1} , 972 cm^{-1} ($\nu \text{ W=O}$), 914 cm^{-1} ($\nu \text{ Si-O}$), 870 cm^{-1} ($\nu \text{ W-Oe-W}$), 781 cm^{-1} ($\nu \text{ W-Oc-W}$), 565 cm^{-1} dan 534 cm^{-1} . Pergeseran kimia ^{51}V NMR dari senyawa polioksometalat $\text{H}_4[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$ memberikan satu puncak pada -586.77 ppm. Pergeseran kimia antara senyawa $\text{Rb}_2\text{K}_2[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{H}_4[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$ tidak berubah yang disebabkan oleh kemiripan struktur utama di antara dua senyawa polioksometalat tersebut. Vibrasi utama dari senyawa polioksometalat $\text{H}_4[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$ juga mempunyai kemiripan dengan senyawa polioksometalat $\text{Rb}_2\text{K}_2[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$ yang disebabkan hanya kation yang berubah menjadi asam.

Kata kunci: **polioksometalat, tipe Keggin, FT-IR, NMR**

CHARACTERIZATION OF KEGGIN TYPE VANADIUM SUBSTITUTED POLYOXOMETALATE USING FT-IR AND ^{51}V NMR

ABSTRACT

Synthesis and characterization of Keggin type of polyoxometalates $\text{Rb}_2\text{K}_2[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$ and $\text{H}_4[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$ have been carried out using FT-IR and ^{51}V NMR spectroscopy. The polyoxometalate $\text{Rb}_2\text{K}_2[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$ was transformed into $\text{H}_4[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$ through ion exchange method using chloric acid. The ^{51}V NMR of $\text{Rb}_2\text{K}_2[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$ showed the chemical shift at -586.94 ppm. The main vibration of functional group in the polyoxometalate $\text{Rb}_2\text{K}_2[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$ was appeared in wavenumber 1041 cm^{-1} , 972 cm^{-1} ($\nu \text{ W=O}$), 914 cm^{-1} ($\nu \text{ Si-O}$), 870 cm^{-1} ($\nu \text{ W-Oe-W}$), 781 cm^{-1} ($\nu \text{ W-Oc-W}$), 565 cm^{-1} and 534 cm^{-1} . The chemical shift of ^{51}V NMR of polyoxometalate $\text{H}_4[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$ gave one peak at -586.77 ppm. The chemical shift between $\text{Rb}_2\text{K}_2[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$ and $\text{H}_4[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$ did not changed do to similar main structure between two polyoxometalates. The main vibration of

polyoxometalate $H_4[\gamma\text{-SiV}_2W_{10}O_{38}(\text{OH})_2] \cdot n\text{H}_2\text{O}$ was also similar with polyoxometalate $Rb_2K_2[\gamma\text{-SiV}_2W_{10}O_{38}(\text{OH})_2] \cdot n\text{H}_2\text{O}$ due to only cation change to acid.

Keywords: **polyoxometalate, Keggin type, FT-IR, NMR**

PENDAHULUAN

Dalam rangka memenuhi kebutuhan bahan-bahan kimia baik oleh industri maupun laboratorium maka dewasa ini banyak didirikan pabrik-pabrik industri bahan setengah jadi. Pemenuhan tersebut harus pula diikuti oleh kemampuan reaktor industri dalam rangka mensintesis bahan setengah jadi seperti sintesis zat-zat kimia (Lesbani dkk., 2008).

Salah satu metoda yang digunakan agar sintesis senyawa-senyawa kimia dapat efektif yakni dengan menggunakan katalis (Sheldon, 2000). Katalis merupakan suatu senyawa atau bahan atau zat yang dapat digunakan untuk mempercepat reaksi kimia. Selama ini katalis dapat dipergunakan untuk berbagai reaksi seperti reaksi asam, reaksi basa, maupun reaksi oksidasi reduksi (Rothenberg, 2008). Katalis yang dipergunakan dapat berupa gas, cairan, maupun padatan. Kelemahan katalis berwujud gas yakni treatment katalis yang relatif susah, sedangkan katalis berwujud cairan yakni dapat menyebabkan korosi atau perkaratan pada reaktor-reaktor kimia karena katalis tersebut bersifat sangat asam terutama reaksi asam yang dikatalis oleh asam-asam mineral seperti asam klorida, asam sulfat, asam nitrat, dan lain sebagainya. Selain itu asam-asam mineral ini dikerjakan dalam sistem homogen sehingga tidak bisa didaur ulang untuk dipakai lagi dalam proses katalisasi (Yamase dkk., 2002).

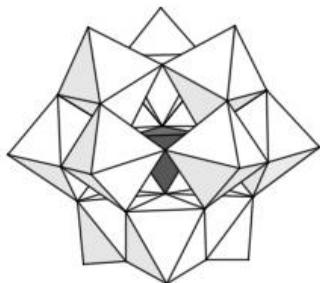
Pengembangan dewasa ini ditujukan untuk sintesis padatan-padatan yang dapat dipergunakan sebagai katalis. Keunggulan katalis padatan dibandingkan dengan katalis gas ataupun cairan yakni

dengan penggunaan katalis padatan maka proses reaksi kimia dapat dilakukan dalam sistem heterogen sehingga katalis dapat didaur ulang setelah proses reaksi berlangsung dan dapat dipergunakan untuk proses katalisis berikutnya (Rafiee, et al., 2006). Penelitian dewasa ini ditujukan pada pengembangan senyawa-senyawa anorganik sebagai katalis padatan. Keunggulan senyawa-senyawa padatan anorganik dibanding padatan organik yakni padatan anorganik dapat dipergunakan untuk reaksi yang memerlukan temperatur tinggi sehingga padatan anorganik secara luas digunakan sebagai katalis baik skala laboratorium maupun skala industri (Kozhevnikov, 2002).

Salah satu padatan anorganik yang menarik perhatian untuk dikembangkan dan masih terus diteliti kemampuannya sebagai katalis yakni senyawa-senyawa polioksometalat (Lesbani, 2008). Senyawa polioksometalat adalah senyawa kluster logam-oksigen yang mempunyai sifat asam basa, mempunyai berbagai variasi struktur serta berbagai tingkat oksidasi sehingga sangat efektif digunakan sebagai katalis. Senyawa ini telah diaplikasikan sebagai katalis dalam proses industri di negara maju seperti di Jepang (Nakagawa dkk., 2007).

Dengan alasan tersebut maka pada penelitian ini dilaporkan tentang sintesis senyawa polioksometalat. Adapun senyawa polioksometalat yang dilaporkan adalah tipe Keggin yang mempunyai aktivitas katalitik yang tinggi (Hill, 2003). Dengan metode substitusi, senyawa polioksometalat tipe Keggin dapat disisipkan dengan atom lain, misalnya vanadium, sehingga dapat meningkatkan

aktivitas katalitiknya (Hill dkk., 1995). Sebelum dapat dipergunakan sebagai katalis senyawa polioxsometalat dikarakterisasi untuk mengetahui karakteristik senyawa tersebut (Canny dkk., 1991).



Gambar 1. Senyawa polioxsometalat tipe Keggin

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas standar seperti beker gelas, gelas ukur, pelat pemanas, pengaduk magnetik, dan pompa vakum. Karakterisasi senyawa polioxsometalat dilakukan dengan menggunakan FT-IR Jasco, NMR Jeol 300 MHz.

Bahan-bahan kimia yang digunakan berkualitas *analytical grade* yang digunakan langsung setelah dibeli dari *supplier* tanpa dilakukan pemurnian lebih lanjut. Senyawa polioxsometalat $K_8[\gamma\text{-SiW}_{10}\text{O}_{36}]\bullet 12\text{H}_2\text{O}$ diperoleh dari *supplier* dan langsung digunakan untuk dilakukan penyisipan atom vanadium.

Prosedur Penelitian

1. Sintesis senyawa polyoxometalate tersubstitusi vanadium (Tèzè, et.al, 1990)

a. Sintesis $Rb_2K_2[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$

Larutan natrium metavanadat (NaVO_3) dengan konsentrasi 0.5 M dilarutkan secara kualitatif dengan air panas lalu larutan didinginkan pada temperatur ruang (larutan A). Senyawa

polioxsometalat $K_8[\gamma\text{-SiW}_{10}\text{O}_{36}]\bullet 12\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 10 g ditambahkan dengan cepat dengan larutan 1M HCl sebanyak 35 mL (larutan B). Larutan A sebanyak 13.5 mL ditambahkan secara cepat kedalam larutan B dan warna larutan dengan cepat berubah menjadi warna kuning. Larutan dikocok dengan cepat menggunakan pengaduk magnetik selama 5 menit. Larutan kemudian disaring untuk memisahkan padatan yang tak larut yang tersisa. Senyawa rubidium klorida sebanyak 5 g ditambahkan kedalam larutan yang telah disaring tersebut untuk kemudian diaduk selama 10 menit membentuk presipitat berwarna kuning yang siap disaring dengan penyaring vacuum. Padatan kuning yang diperoleh tersebut kemudian dilarutkan didalam 60 mL air dan padatan yang tak larut yang tersisa dipisahkan dengan proses penyaringan. Larutan hasil proses penyaringan tersebut kemudian dipekatkan dengan alat evaporator sampai volume sekitar 5 mL pada temperatur kurang dari 40°C. Kemudian kristal kuning yang tumbuh dari dalam larutan hasil proses evaporasi tersebut disaring dan dicuci dengan sedikit air es. Padatan tersebut dikeringkan di temperatur ruang dan diperoleh senyawa polioxsometalat $Rb_2K_2[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$

b. Sintesis $H_4[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$

Sebanyak 5 g senyawa $Rb_2K_2[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]$ dilarutkan didalam 1 HCl sebanyak 20 mL, lalu diekstraksi dengan 10 mL dietil eter (larutan A). Campuran dietil eter dan HCl dengan perbandingan 1:1 sebanyak 30 mL disimpan didalam lemari pendingin pada suhu -20°C lalu ditambah kedalam larutan A. Proses ekstraksi dilakukan dan didapat tiga lapisan. Lapisan senyawa polioxsometalat dan eter yang berada dilapisan paling bawah diambil dan eter yang ada tersisa didalam polioxsometalat dipisahkan dengan cara divakum.

Kemudian padatan kuning yang diperoleh direkristalisasi dengan menggunakan air dengan cara dilarutkan dan dievaporasi dengan alat evaporator untuk diperoleh senyawa polioxsometalat $H_4[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$.

2. Karakterisasi senyawa polioxsometalat tipe Keggin tersubstitusi vanadium dengan FT-IR dan ^{51}V NMR

Senyawa polioxsometalat hasil sintesis dikarakterisasi dengan spektrofotometer FT-IR Jasco-460 menggunakan metode pelet KBr dan ^{51}V NMR menggunakan eksternal standar natrium metavanadat.

HASIL DAN PEMBAHASAN

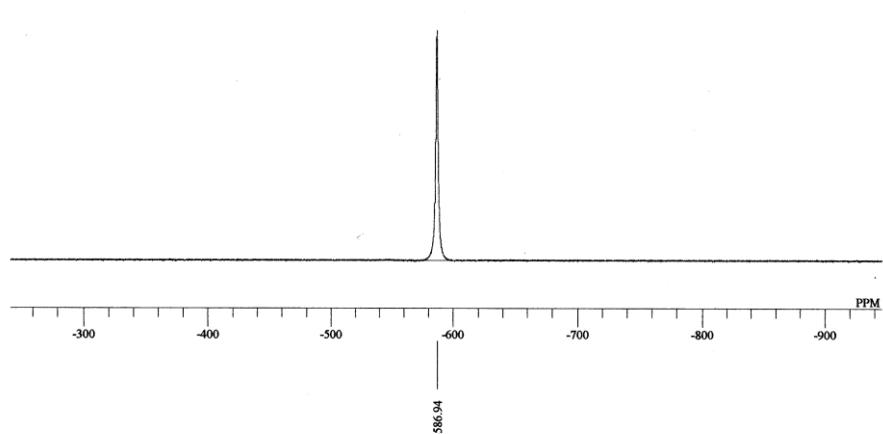
Senyawa-senyawa polioxsometalat merupakan senyawa kluster-logam oksigen yang banyak dikembangkan dalam rangka aplikasinya sebagai katalis dalam industri. Dengan teknik substitusi dan pertukaran ion, maka senyawa polioxsometalat dapat ditingkatkan aktivitas katalitiknya (Kamata, *et al.*, 2004). Namun demikian, yang tak kalah pentingnya untuk mendapat perhatian adalah sebelum senyawa polioxsometalat diaplikasikan sebagai katalis, maka harus dilakukan proses karakterisasi dahulu secara lengkap. Berbagai instrumentasi modern digunakan dalam rangka elusidasi struktur senyawa polioxsometalat, terutama senyawa polioxsometalat tipe Keggin. Didalam jurnal penelitian ini akan dikaji penggunaan spektroskopi NMR dan spektroskopi FT-IR dalam rangka elusidasi senyawa polioxsometalat. Kegunaan spektroskopi NMR yakni untuk deteksi jumlah atom-atom yang ekivalen didalam senyawa polioxsometalat, disamping itu untuk mendeteksi tingkat kemurnian senyawa polioxsometalat hasil sintesis. Sedangkan spektroskopi FT-IR digunakan untuk

mendeteksi gugus-gugus fungsional anorganik yang ada didalam senyawa polioxsometalat.

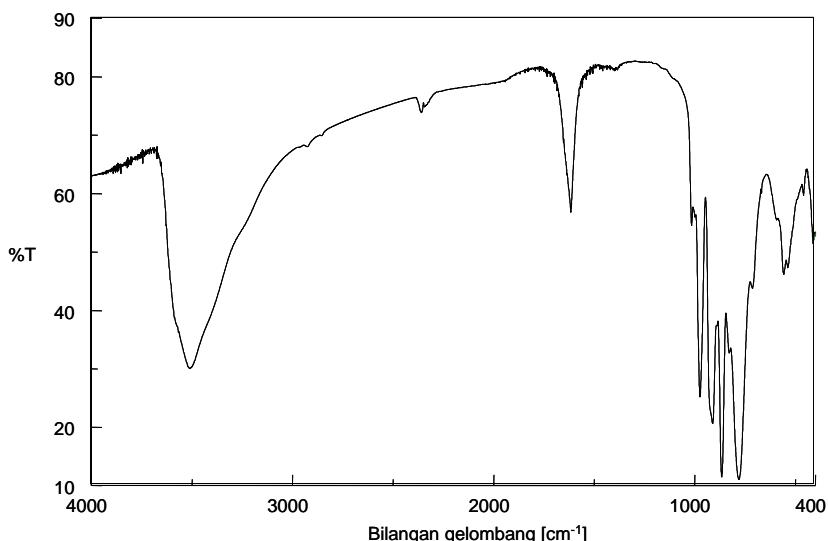
Senyawa polioxsometalat mempunyai atom-atom yang spesifik sehingga penggunaan spektroskopi NMR harus yang mempunyai inti yang spesifik pula, contohnya dalam jurnal penelitian ini dikaji penggunaan spektroskopi ^{51}V NMR karena senyawa polioxsometalat yang digunakan mengandung atom vanadium yang disubstitusikan pada kerangka utama senyawa polioxsometalat. Jumlah atom vanadium yang ekivalen serta keberadaan atom vanadium dapat dideteksi dengan menggunakan spektroskopi ^{51}V NMR (Aime, *et al.*, 1996). Hasil identifikasi dengan spektroskopi ^{51}V NMR tersebut dikonfirmasi dengan spektroskopi FT-IR guna mengkonfirmasi gugus-gugus fungsional yang ada di dalam senyawa polioxsometalat tersebut.

Senyawa polioxsometalat hasil penelitian ini yakni $Rb_2\text{K}_2[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$ dan $H_4[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$. Hasil pengukuran dengan spektroskopi ^{51}V NMR dan FT-IR terhadap senyawa $Rb_2\text{K}_2[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$ disajikan pada Gambar 2 dan 3.

Gambar 2 di atas menunjukkan adanya puncak pada pergeseran kimia -586,94 ppm. Puncak yang terukur merupakan puncak tunggal yang mengidentifikasi hanya ada satu atom vanadium yang ekivalen didalam senyawa polioxsometalat $Rb_2\text{K}_2[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$. Hal ini menunjukkan bahwa senyawa polioxsometalat $Rb_2\text{K}_2[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$ murni dan penyisipan atom vanadium didalam kerangka senyawa polioxsometalat $K_8[\gamma\text{-SiW}_{10}\text{O}_{36}]\bullet 12\text{H}_2\text{O}$ berhasil dilakukan. Selanjutnya dilakukan identifikasi dengan menggunakan spektrofotometer FT-IR seperti yang tersaji pada Gambar 3.



Gambar 2. Spektra ^{51}V NMR senyawa polioksometalat $\text{Rb}_2\text{K}_2[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$



Gambar 3. Spektra FT-IR senyawa polioksometalat $\text{Rb}_2\text{K}_2[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$

Puncak-puncak gugus fungsional senyawa polioksometalat $\text{Rb}_2\text{K}_2[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$ yang teramati dengan spektrofotometer FT-IR pada bilangan gelombang 1041 cm^{-1} , 972 cm^{-1} ($\nu \text{ W=O}$), 914 cm^{-1} ($\nu \text{ Si-O}$), 870 cm^{-1} ($\nu \text{W-Oe-W}$) (oksigen yang ada di tepi senyawa polioksometalat), 781 cm^{-1} ($\nu \text{ W-Oc-W}$) (oksigen di tengah senyawa polioksometalat), dan puncak-puncak pada 565 cm^{-1} dan 534 cm^{-1} . Gugus-gugus utama pada senyawa polioksometalat $\text{Rb}_2\text{K}_2[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$

$\text{SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$ dapat diamati secara jelas dengan menggunakan spektrofotometer FT-IR (Baker, *et al.*, 1998).

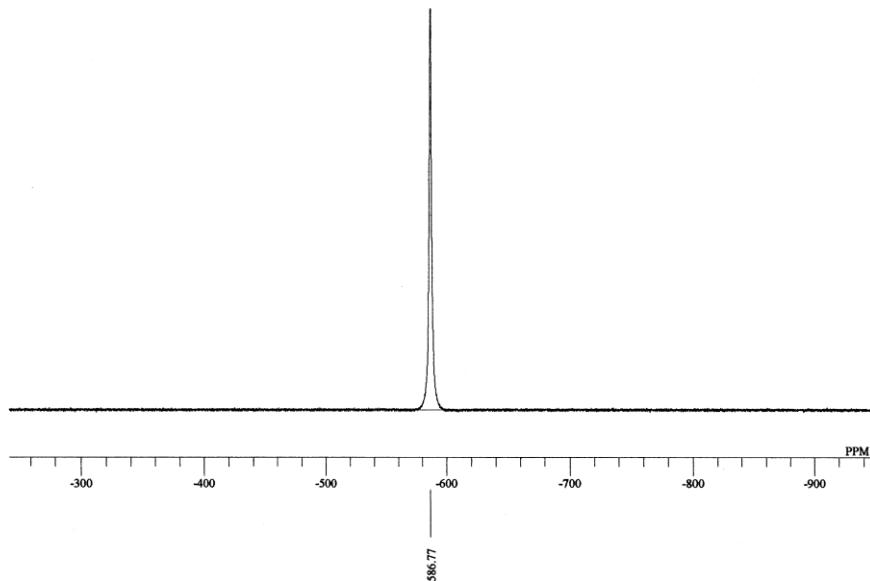
Selanjutnya senyawa polioksometalat $\text{Rb}_2\text{K}_2[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$ ditransformasi menjadi senyawa polioksometalat $\text{H}_4[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$ dengan metode pertukaran ion. Proses pertukaran ion dari alkali ion menjadi asam dengan ekstraksi menggunakan asam klorida. Dengan pertukaran ion ini diharapkan senyawa

polioksometalat tersebut mempunyai sifat keasaman yang lebih tinggi dibanding dengan sebelum transformasi dilakukan.

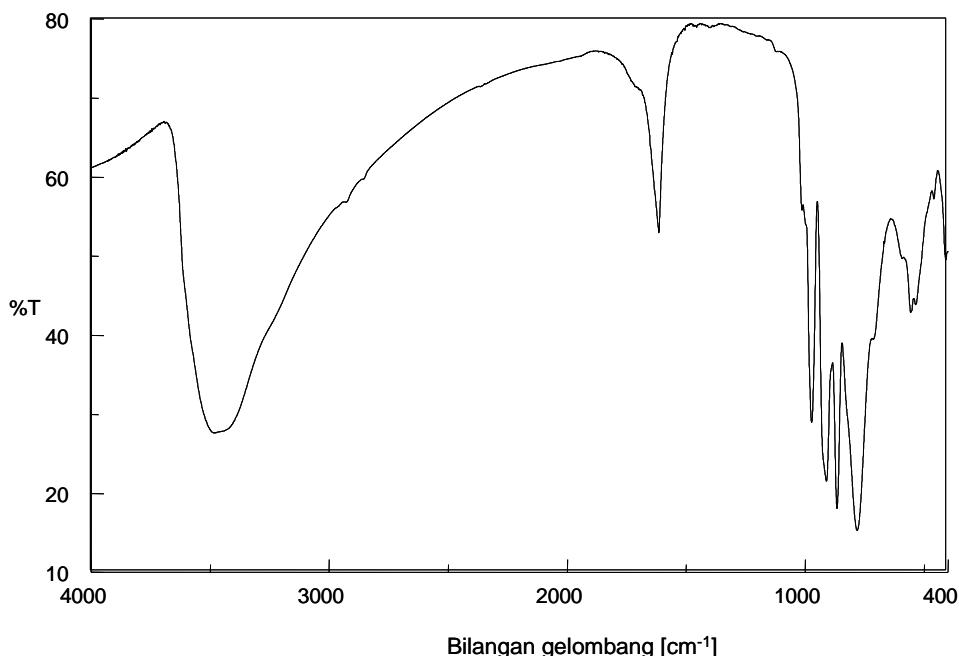
Karakterisasi terhadap senyawa polioksometalat $H_4[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$ hasil transformasi dari $\text{Rb}_2\text{K}_2[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$ menggunakan ^{51}V NMR dan FT-IR sama seperti karakterisasi senyawa polioksometalat $\text{Rb}_2\text{K}_2[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$. Hasil pengukuran senyawa $H_4[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$ dengan menggunakan ^{51}V NMR tersaji pada Gambar 4.

Sama halnya dengan senyawa polioksometalat $\text{Rb}_2\text{K}_2[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$, maka pada senyawa polioksometalat hasil pertukaran ion membentuk $H_4[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{HO}$ memiliki spektrum ^{51}V NMR yang mirip hanya dihasilkan satu puncak pada pergeseran kimia $-586,77$ ppm. Hal ini menunjukkan bahwa senyawa polioksometalat $H_4[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$

yang dihasilkan murni, karena tidak terjadi perubahan pergeseran kimia ^{51}V yang signifikan pada transformasi senyawa polioksometalat $\text{Rb}_2\text{K}_2[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$ menjadi $H_4[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{HO}$. Apabila terdapat ketidakmurnian maka pada pengukuran dengan menggunakan spektrometer ^{51}V NMR didapat puncak spektrum ^{51}V NMR ganda. Sebanyak dua atom vanadium di dalam senyawa polioksometalat $H_4[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{HO}$ adalah ekivalen sehingga pengukuran ^{51}V NMR hanya didapat satu puncak pergeseran kimia saja. Selanjutnya dilakukan identifikasi gugus fungsional yang terdapat pada senyawa polioksometalat $H_4[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{HO}$ menggunakan spektrofotometer FT-IR. Hasil pengukuran menggunakan spektrofotometer FT-IR disajikan pada Gambar 5.



Gambar 4. Spektra ^{51}V NMR senyawa polioksometalat $H_4[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{HO}$



Gambar 5. Spektra FT-IR senyawa polioksometalat $H_4[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$

Pengukuran menggunakan FT-IR terhadap senyawa polioksometalat $H_4[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$ tidak memberikan hasil yang berbeda dengan senyawa polioksometalat $Rb_2K_2[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$. Gugus-gugus utama pada senyawa polioksometalat $H_4[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$ yakni pada bilangan gelombang 976 cm^{-1} (ν W=O), 911 cm^{-1} (ν Si-O), 866 cm^{-1} (ν W-Oe-W) (oksigen yang ada di tepi senyawa polioksometalat), 784 cm^{-1} (ν W-Oc-W) (oksigen ditengah senyawa polioksometalat), dan puncak-puncak pada 709 cm^{-1} , 554 cm^{-1} dan 537 cm^{-1} . Semua vibrasi yang teramati adalah mirip dengan vibrasi yang terjadi pada senyawa polioksometalat $Rb_2K_2[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$. Perbedaan kecil yang terjadi tidak terlalu signifikan. Hal ini karena kerangka utama senyawa polioksometalat tersebut hanya dibedakan oleh kation yang dapat dipertukarkan sehingga tidak memberikan perbedaan spektrum yang berarti. Namun proses pertukaran ion dapat dilakukan dengan mudah dan keasaman katalis dapat

dingkatkan melalui proses pertukaran ion tersebut.

KESIMPULAN

Dari uraian di atas dapat disimpulkan bahwa senyawa polioksometalat tipe Keggin dapat disubstitusi dengan atom lain untuk meningkatkan aktivitas katalitiknya, contohnya senyawa $K_8[\gamma\text{-SiW}_{10}\text{O}_{36}]$ disubstitusi dengan vanadium menghasilkan $Rb_2K_2[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$. Dengan metoda pertukaran ion maka senyawa polioksometalat $Rb_2K_2[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$ dapat ditransformasi menjadi senyawa polioksometalat $H_4[\gamma\text{-SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{38}(\text{OH})_2]\bullet n\text{H}_2\text{O}$.

DAFTAR PUSTAKA

Aime, S., I., Bertini, & C., Luchinat, 1996, Considerations on High Resolution Solid State NMR in

- Paramagnetic Molecules (Chapter 8), *Coordination Chemistry Reviews*, Vol. 150, 221-242.
- Baker, L.C.W., & D.C., Glick, 1998, Present General Status of Understanding of Heteropoly Electrolytes and a Tracing of Some Major Highlights in The History of Their Elucidation, *Chemical Reviews*, Vol. 98, 3-49.
- Canny, J., R., Thouvenot, A., Tézé, G., Hervé, M., Leparulo-Loftus, & M.T., Pope, 1991, Disubstituted tungstosilicates 2 gamma-and beta-isomers of tungstovanadosilicate, $[\text{SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{40}]^{6-}$: synthesis and structure determinations by tungsten 183 vanadium 51 and silicon 29 NMR spectroscopy, *Inorganic Chemistry*, Vol. 30, 976-981.
- Hill, C.L., & C.M, Prosser-McCartha, 1995, Homogeneous Catalysis by Transition Metal Oxygen Anion Clusters, *Coordination Chemistry Review*, Vol. 143, 407-455.
- Hill, L.C., 2003, in *Comprehensive Coordination Chemistry II*, McClaverty,J.A., Meyer.T.J.Eds., Elsevier, Amsterdam.
- Kamata, K., K., Yamaguchi, & N., Mizuno, 2004, Highly Selective, Recyclable Epoxidatation of Allylic Alcohols With Hydrogen Peroxide in Water Catalyzed by Dinuclear Peroxotungstate, *Chemistry A European Journal*, Vol. 10, 4728-4734.
- Kozhevnikov, I.V., 2002, *Catalysis by Polyoxometalates*, Wiley, Chichester, UK.
- Lesbani, A., 2008, Syntheses of Ionic Crystals of Polyoxometalate-Organometallic Complex and Sorption Properties, *Ph.D Dissertation*, The University of Tokyo.
- Lesbani, A., R., Kawamoto, S., Uchida, & N., Mizuno, 2008, Control of Structures and Sorption Properties of Ionic Crystals of $\text{A}_2[\text{Cr}_3\text{O}(\text{OOCC}_2\text{H}_5)_6(\text{H}_2\text{O})_3]_2[\text{SiW}_{12}\text{O}_{40}]$ ($\text{A} = \text{Na}, \text{K}, \text{Rb}, \text{NH}_4, \text{Cs}, \text{TMA}$), *Inorganic Chemistry*, Vol. 47, 3349-3357.
- Nakagawa, Y., & N., Mizuno, 2007, Mechanism of $[\text{H}_2\text{SiV}_2\text{W}_{10}\text{O}_{40}]^{4-}$ Catalyzed Epoxidation of Alkenes With Hydrogen Peroxide, *Inorganic Chemistry*, Vol. 46, 1727-1736.
- Rafiee, E., & F., Shahbazi, 2006, One-pot Synthesis of Dihydropyrimodones Using Silica-Supported Heteropoly Acid as An Efficient and Reuseable Catalyst: Improved Protocol Conditions For The Biginelli Reaction; *J. Mol. Catal. A: Chemical*; 57-61.
- Rothenberg, G., 2008, Catalysis, Concept and Green Applications, Wiley-VCH Verlag GmbH&Co. KGaA, Weinheim, 1-38.
- Sheldon, R.A., 2000, Atom Efficiency and Catalysis in Organic Synthesis, *Pure Appl. Chem*, Vol. 72, 1233-1246.
- Tézé, A., & G., Herve, 1990, *Inorganic Synthesis*, Vol. 27, No. 93.
- Yamase, T., & M. T. Eds Pope, 2002, *Polyoxometalate Chemistry for Nano-Composite Design*; Kluwer: Dordrecht, The Netherlands.