

# Sintesis dan Analisis Sifat Mangan Oksida Birnessite

**Pepi Helza Yanti, Amir Awaluddin, Rida**  
Laboratorium kimia material anorganik Geokimia dan mineralogi  
Fakultas matematika dan ilmu pengetahuan alam  
Universitas Riau

[peppyhelza@yahoo.com](mailto:peppyhelza@yahoo.com)

## abstrak

Pada penelitian ini dilakukan analisis sifat mangan oksida yang telah di sintesis dengan  $\text{KMnO}_4$  dan maltosa sebagai *prekursor*. Mangan yang dihasilkan akan di analisa Kapasitas Tukar Kationnya (KTK) menggunakan larutan magnesium klorida dengan variasi waktu. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa Mg-Birnessite dapat digunakan sebagai prekursor untuk sintesis *todorokite* namun sedikit mengalami *partial decomposition*. Waktu kontak optimum pertukaran kation K-*birnessite* menjadi Mg-*birnessite* adalah 14 jam dengan persentase konsentrasi  $\text{Mg}^{2+}$  yang terserap sebesar 70,63%. dibandingkan 10,12 dan 16 jam. Analisis FTIR pada Spektrum Mg-*birnessite* menunjukkan adanya pita serapan yang khas dari pembentukan Mn-O pada bilangan gelombang  $441,72 \text{ cm}^{-1}$ ,  $525,62 \text{ cm}^{-1}$  dan  $925,87 \text{ cm}^{-1}$  dengan sedikit pergeseran pita absorpsi. Analisis termal Mg-*birnessite* melalui TGA menunjukkan terjadinya penurunan berat sekitar 10% dengan pemanasan  $25-900^\circ\text{C}$  sedangkan analisa termal melalui DTA menunjukkan terjadinya transformasi fase menjadi bentuk berongga pada suhu tinggi yaitu suhu  $900^\circ\text{C}$ .

**Keywords:** Birnessite, KTK, prekursor

## I. PENDAHULUAN

Mangan oksida sangat menarik untuk diteliti karena memiliki aplikasi yang sangat beragam. Aplikasi mangan oksida sangat erat kaitannya dengan struktur yang dimiliki oleh mangan oksida tersebut. Mineral mangan oksida terdiri atas berbagai struktur yaitu struktur berongga seperti *hollandite*, *todorokite*, *cryptomelane*, *pyrolusite* dan *coronadite*; struktur berlapis seperti *buserite*, *birnessite*, *chalcophanite*, dan *lithiophorite*; serta struktur *amorphous*. Mangan oksida dengan bentuk struktur berongga seperti *cryptomelane* (2x2) dapat dimanfaatkan sebagai katalis, penukar ion, dan adsorben<sup>[1]</sup>. Mangan oksida berongga lainnya, dengan bentuk struktur rongga yang lebih besar adalah *todorokite*. *Todorokite* dengan ukuran rongga (3x3) memiliki luas permukaan yang relatif besar (hingga  $250 \text{ m}^2/\text{g}$ ) sangat potensial digunakan sebagai katalis dan adsorben<sup>[2]</sup>. Mangan oksida dengan rongga paling kecil (1x1) adalah *pyrolusite* yang banyak digunakan pada industri gelas dan baterai. Mangan oksida dengan bentuk setruktur berlapis seperti *birnessite* dapat digunakan sebagai material penukar ion, material katoda untuk baterai lithium dan adsorben<sup>[3]</sup>. Birnesite juga digunakan sebagai prekursor yang digunakan dalam sintesis *todorokite*<sup>[4]</sup>. Pemanfaatan *birnessite* ini sangat ditentukan oleh sifat-sifat permukaan khas yang dimilikinya, seperti luas permukaan, morfologi, dari material *birnessite*. Namun demikian, salah satu permasalahan yang timbul adalah *birnessite* sulit ditemui dalam keadaan murni di alam, sehingga perlu analisis terhadap sifat permukaan terhadap prekursor ini digunakan *birnessite* yang telah disintesis.

Sintesis mangan oksida dapat dilakukan dengan berbagai metoda, pada penelitian sebelumnya dengan menggunakan  $\text{KMnO}_4$  dan  $\text{MnSO}_4$  telah disintesis mangan oksida *Hollandite* menggunakan metode hidrotetal<sup>[5]</sup>, dengan metode yang sama prekursor Na-

birnesite dan MgCl telah dihasilkan todorike [6]. Birnesite juga telah berhasil disintesis dengan menggunakan KOH untuk mempelajari morfologi oleh mangan oksida berlapis dari *cotton* menjadi *had platelike* [7]. Berdasarkan latar belakang di atas maka pada penelitian ini akan dilakukan sintesis dan analisis sifat permukaan mangan oksida yang telah di sintesis dengan KMnO<sub>4</sub> dan maltosa sebagai *prekursor*. Mangan yang dihasilkan akan di analisa Kapasitas Tukar Kationnya (KTK) menggunakan larutan magnesium klorida dengan variasi waktu. Mg-Birnesite yang dihasilkan inilah yang akan di analisis, karena dapat digunakan sebagai prekursor untuk sintesis todorokite karena *todorokite* memiliki struktur berongga (3x3) yang stabil sehingga dapat digunakan sebagai ayakan molekul. Kemampuan tukar kation yang baik dari *todorokite* menyebabkan *todorokite* memiliki peranan penting dalam mempertahankan kesetimbangan logam berat di lautan dan sistem perairan [8]. Selain itu *todorokite* memiliki aplikasi sebagai absorben, material dalam baterai lithium dan katalis. Aplikasi *todorokite* sebagai katalis ini didukung dengan adanya situs asam Lewis dan Bronsted pada permukaan *todorokite*. Hal ini menyebabkan aktifitas dan selektifitasnya sebagai katalis lebih baik sehingga banyak digunakan dalam industri, seperti aplikasi *todorokite* sebagai katalis dalam reaksi oksidasi [9] dan dehidrogenasi dari NH<sub>3</sub>, CO dan etanol [10].

## II. METODOLOGI

### 2.1 Alat-alat yang digunakan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah XRD (Difraktometer PHILIPS PW 1710 BASED), TG-DTA (Perkin Elmer), neraca analitik (METTLER tipe AE 200), FT-IR (Shimadzu IR Prestige 21), Furnace (SNOL IP20), Spektroskopi Serapan Atom (Simadzu tipe AA 7000), refluks, oven (Mettler), Hot plate (REXIM RSH-IDR AS ONE), pengaduk magnetik (*stirer*), lumpang dan stanfer, dan alat-alat gelas lainnya yang sesuai dengan prosedur kerja.

### 2.2 Bahan-bahan yang digunakan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Maltosa (Merck), KMnO<sub>4</sub> (Merck), MgCl<sub>2</sub> (Merck), HCl pekat (Merck), reagen HClO<sub>4</sub>, kertas saring whatman No.42, akuabides dan *Distilled Deionized Water* (DDW).

### 2.3 Cara Kerja -Metode Penelitian

Birnesite yang diperoleh dilakukan KTK dengan magnesium klorida. Prekursor Mg-*birnesite* yang diperoleh di analisa dengan AA, FTIR dan stabilitas termal menggunakan TGA dan DTA.

#### 2.3.1 Sintesis mangan oksida *birnesite* menggunakan metode keramik

Sintesis mangan oksida dengan menggunakan prekursor KMnO<sub>4</sub> dan maltosa melalui metode keramik. Penelitian ini mengacu pada penelitian sebelumnya [11] yang memperoleh kristalinitas *birnesite* optimum pada perbandingan mol KMnO<sub>4</sub> dan maltosa yaitu 3:1 yang dikalsinasi pada suhu 700°C selama 7 jam. KMnO<sub>4</sub> dan maltosa masing-masing digerus halus dalam lumpang yang berbeda dan diayak menggunakan ayakan berukuran lolos 200 mesh. Sebanyak 37,9282 gram (0,24 mol) KMnO<sub>4</sub> dan 28,8256 gram (0,08 mol) maltosa yang telah halus dicampurkan dalam satu lumpang hingga terbentuk campuran yang homogen. Campuran tersebut dikalsinasi pada temperatur 700°C selama 7 jam. Produk yang terbentuk dihaluskan, dicuci dengan HCl 0,1 N dan akuabides secara bergantian. Filtrat dari proses pencucian produk dianalisis secara kualitatif menggunakan reagen HClO<sub>4</sub> untuk mengetahui adanya ion K<sup>+</sup> di dalam filtrat yang ditandai dengan terbentuknya endapan putih KClO<sub>4</sub>. Produk dikeringkan di dalam oven pada temperatur 110°C untuk dikarakterisasi.

### 2.3.2 Pertukaran kation $Mg^{2+}$ dengan *K-birnessite*

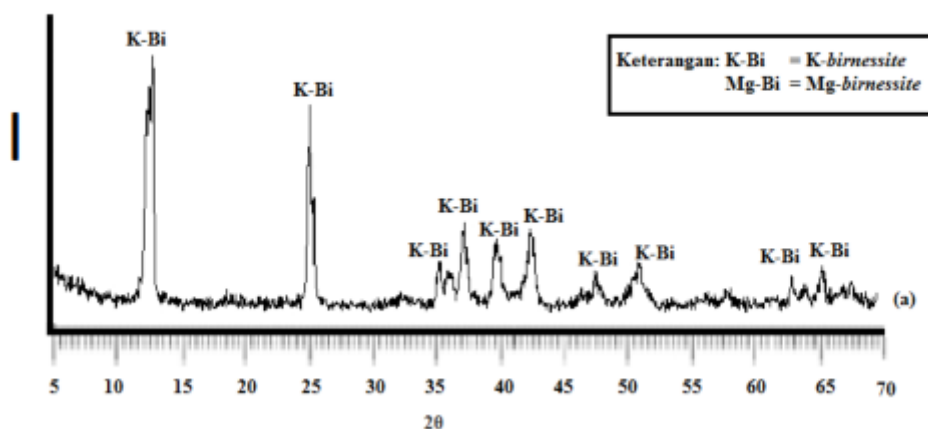
Sebanyak 3 gram *K-birnessite* didispersikan ke dalam 1 mol/L larutan  $MgCl_2$  sebanyak 60 mL diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 10 jam. *Birnessite* yang telah dikontakkan dengan ion  $Mg^{2+}$  disaring menggunakan kertas whatman No. 42, kemudian filtratnya diukur dengan SSA untuk menentukan  $Mg^{2+}$  yang tersisa dan  $K^+$  yang tergantikan. *Mg-birnessite* yang telah disaring dan dicuci dengan DDW diberi perlakuan yang berbeda. *Mg-birnessite* dikeringkan dalam oven pada suhu  $140^\circ C$  selama 12 jam untuk dianalisis dengan XRD dan untuk analisis termal menggunakan TGA/DTA *Mg-birnessite* dikeringkan dalam oven pada suhu  $110^\circ C$ . Dengan cara yang sama, lama pengadukan divariasikan selama 12, 14 dan 16 jam.

### 2.3.3 Analisis termal *Mg-birnessite*

Mangan oksida *Mg-birnessite* yang diperoleh ditentukan analisis termal dengan *Thermogravimetric Analysis* (TGA) dan *Differential Thermal Analysis* (DTA). Analisis termal TGA dan DTA dilakukan dengan instrumen Perkin Elmer menggunakan 9,850 mg sampel bubuk dengan suhu pemanasan  $25^\circ C$  sampai  $900^\circ C$  dan laju pemanasan pada suhu  $10^\circ C$ /menit pada atmosfer nitrogen.

## III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil XRD sintesis mangan oksida yang dihasilkan adalah K-Bi.

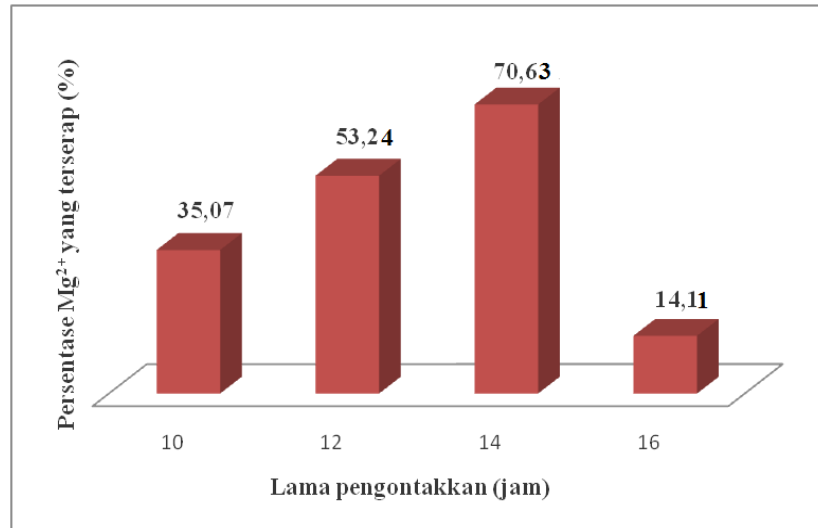


**Gambar 1.** Difraktogram XRD Birnessite

Hasil difraktogram difraksi sinar-X pada **Gambar 1.** memperlihatkan terbentuknya *K-birnessite* yang muncul pada sudut  $2\theta$  dengan intensitas tertinggi pada  $12,573^\circ$  dan  $25,273^\circ$  yang juga didukung pada sudut  $2\theta$   $35,494^\circ$ ,  $36,218^\circ$ ,  $40,072^\circ$ ,  $42,703^\circ$ ,  $51,245^\circ$ ,  $63,290^\circ$  dan  $65,665^\circ$ . Hasil difraktogram menunjukkan mangan oksida yang dihasilkan merupakan jenis *K-birnessite* yang sesuai dengan difraktogram standar yaitu JCPDS. Difraktogram mangan oksida *K-birnessite* hasil sintesis ini juga memiliki pola difraktogram yang sama dengan penelitian yang dilakukan oleh [12] dengan sudut  $2\theta$  pada  $12,5^\circ$ ,  $25,1^\circ$ ,  $36,4^\circ$ ,  $38,5^\circ$ ,  $41,2^\circ$  dan  $44,6^\circ$  yang spesifik

### Pertukaran kation *K-birnessite* menjadi *Mg-birnessite*

Penentuan pertukaran kation dilakukan dengan mengontakkan *K-birnessite* terhadap larutan  $MgCl_2$  1M [12]. Hasil pertukaran kation dari *K-birnessite* menjadi *Mg-birnessite* berdasarkan variasi waktu kontak pada 10, 12, 14 dan 16 jam dapat dilihat pada **Tabel 1 dan 2**. Hasil dari tabel menunjukkan terjadinya peningkatan konsentrasi  $Mg^{2+}$  yang terserap pada waktu kontak 10, 12 dan 14 jam dan penurunan konsentrasi  $Mg^{2+}$  yang terserap pada waktu kontak 16 jam. Hasil SSA menunjukkan pertukaran kation optimum pada waktu kontak 14 jam dengan konsentrasi  $Mg^{2+}$  yang terserap sebesar 70,63% yang dapat dilihat pada **Gambar 2** di bawah .



**Gambar 2.** Grafik hasil KTK pengaruh waktu kontak

**Tabel 1.** Hasil SSA pengukuran kation  $Mg^{2+}$  terhadap pengaruh waktu kontak.

Konsentrasi	Sebelum Kontak (ppm)	Sesudah Kontak			
		10 jam (ppm)	12 jam (ppm)	14 jam (ppm)	16 jam (ppm)
Terbaca alat	0,1035	0,0672	0,0484	0,0304	0,0889
Mg yang terserap	-	0,0363	0,0551	0,0731	0,0146
% Mg yang terserap	-	35,07	53,24	70,63	14,11

**Tabel 2.** Hasil SSA pengukuran kation  $K^+$  terhadap pengaruh waktu kontak.

Konsentrasi	Sebelum Kontak (ppm)	Sesudah Kontak			
		10 jam (ppm)	12 jam (ppm)	14 jam (ppm)	16 jam (ppm)
Terbaca alat	-	0,0763	0,1436	0,1351	0,0950

### Pertukaran kation *K-birnessite* menjadi *Mg-birnessite*

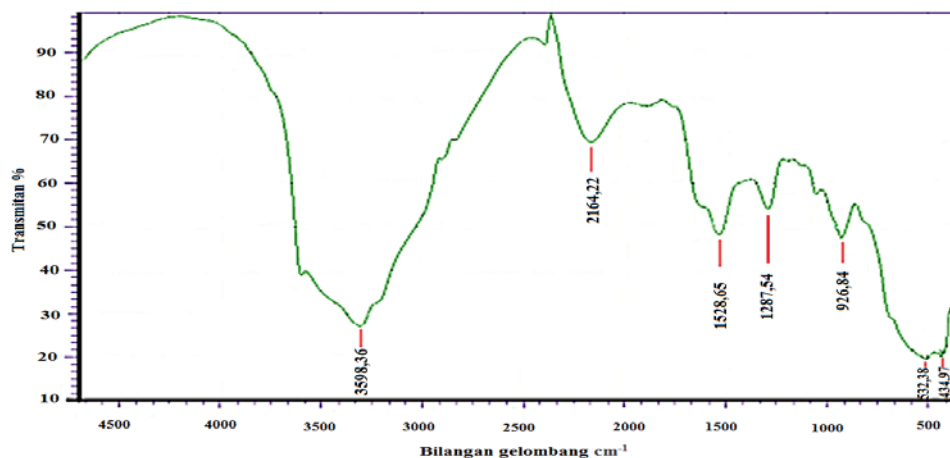
Pertukaran kation *K-birnessite* bertujuan untuk mensintesis *Mg-birnessite* dengan menukar kation  $K^+$  dalam interlayer *birnessite* dengan kation  $Mg^{2+}$ . *Mg-birnessite* dihasilkan dari pengontakkan *K-birnessite* dengan larutan  $MgCl_2$  1M yang mengacu pada penelitian yang dilakukan sebelumnya [13] dengan waktu kontak 12 jam. Untuk melihat pengaruh waktu kontak terhadap pembentukan *Mg-birnessite* dengan melakukan variasi waktu kontak pada

10, 12, 14 dan 16 jam. Analisis dalam menentukan banyaknya kation  $Mg^{2+}$  dan  $K^+$  yang tertukar dapat diketahui dengan Spektroskopi Serapan Atom (SSA).

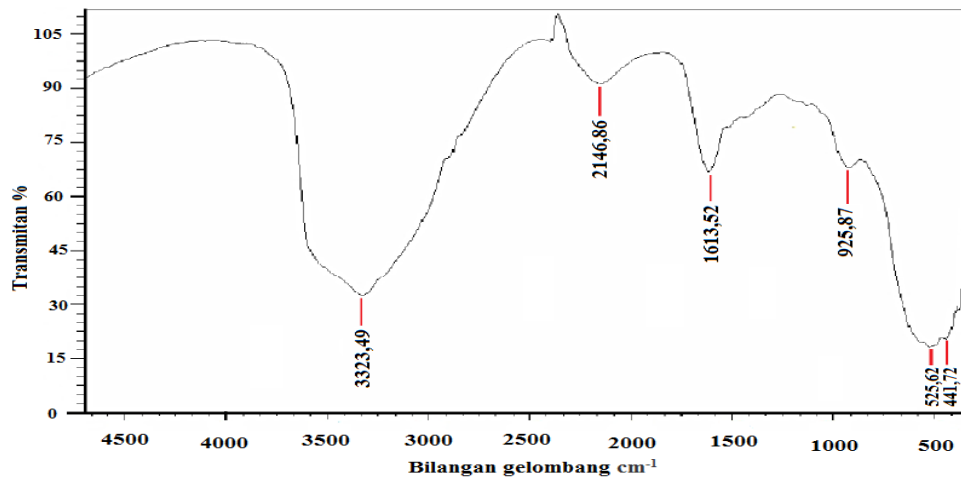
Analisis konsentrasi  $K^+$  dan  $Mg^{2+}$  diperoleh dari pengukuran filtrat larutan  $MgCl_2$  1M setelah dikontakkan dengan *birnessite*. Hasil SSA menunjukkan bahwa waktu kontak 10, 12, dan 14 jam terjadi peningkatan konsentrasi  $Mg^{2+}$ , hal ini **menandakan bahwa masih terjadi pertukaran kation, tetapi pada waktu kontak 16 jam terjadi penurunan konsentrasi  $Mg^{2+}$** . Hal ini disebabkan karena pengadukan secara terus-menerus menyebabkan ion  $K^+$  yang telah digantikan oleh  $Mg^{2+}$  kembali mengalami kompetisi untuk masuk ke lapisan *birnessite*. Hasil SSA dari pengukuran kation  $Mg^{2+}$  terhadap pengaruh waktu kontak dapat dilihat secara lengkap pada **Tabel 1 dan 2**. Pada **Gambar 2** menunjukkan pertukaran kation optimum terdapat pada waktu kontak 14 jam dengan Konsentrasi  $Mg^{2+}$  yang terserap sebesar 70,63%. Hasil pertukaran kation K-*birnessite* menunjukkan bahwa pada penelitian ini memerlukan waktu yang lebih lama untuk bertukar kation dari pada penelitian sebelumnya [13], Hal ini disebabkan karena perbedaan prekursor yang digunakan. Penelitian sebelumnya [13] mensintesis Mg-*birnessite* melalui Na-*birnessite*. Kation  $Na^+$  dalam interlayer *birnessite* memiliki jari-jari atom yang hampir sama dengan jari-jari kation  $Mg^{2+}$ , sehingga kation tersebut lebih mudah untuk bertukar. Namun, pada penelitian ini kation  $K^+$  pada *birnessite* memiliki jari-jari atom yang besar sehingga membutuhkan waktu lebih lama untuk bertukar. Pertukaran kation K-*birnessite* dengan kation  $Mg^{2+}$  dengan melakukan variasi konsentrasi 500, 1000 dan 2000 ppm larutan  $MgCl_2$  dan waktu kontak, hasil optimum diperoleh pada waktu kontak 17 jam [14], sedangkan pada penelitian ini optimum pada waktu kontak 12 jam. Hal ini disebabkan karena konsentrasi dari larutan  $MgCl_2$  yang rendah yaitu 500, 1000 dan 2000 ppm sedangkan pada penelitian ini konsentrasi larutan  $MgCl_2$  yang digunakan yaitu 1M. Konsentrasi yang tinggi dari larutan  $MgCl_2$  menyebabkan kation  $Mg^{2+}$  memberikan tekanan yang lebih kuat pada ion  $K^+$  dalam interlayer *birnessite* untuk dapat keluar dari lapisan *birnessite*, sehingga waktu yang dibutuhkan semakin sedikit untuk melakukan pertukaran kation.

### **Fourier Transform Infra Red (FT-IR)**

Analisis gugus fungsi K-*birnessite*, Mg-*birnessite* dilakukan dengan menggunakan instrumen *Fourier Transform Infra Red* (FT-IR). Analisis ini dilakukan untuk mendukung pembentukan mangan oksida dan residu organik pada sintesis K-*birnessite* setelah dilakukan pertukaran kation menjadi Mg-*birnessite*. Pada **Gambar 3** (K-Bi) dan **4** (Mg-Bi)



**Gambar 3.** Spektrum FT-IR dari K-*birnessite*

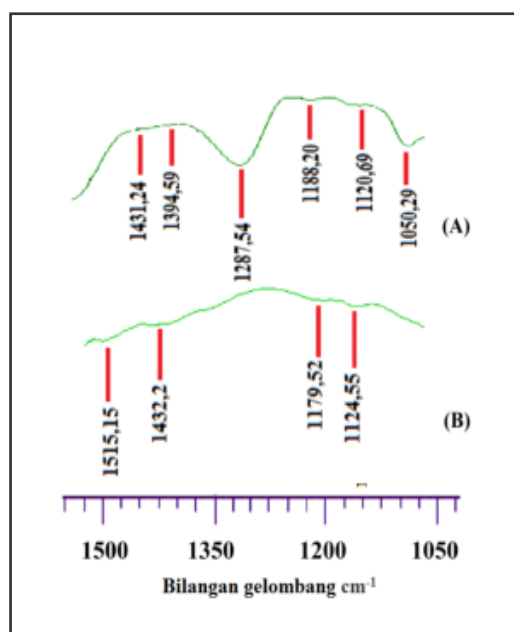


**Gambar 4.** Spektrum FT-IR dari *Mg-birnessite*

**Tabel 3.** Data spektrum FT-IR mangan oksida hasil sintesis

Gugus Fungsi	Mangan Oksida Hasil Sintesis (cm <sup>-1</sup> )	
	<i>K-Birnessite</i>	<i>Mg-Birnessite</i>
Mn-O	532,38	525,62
Mn-O	926,84	925,87
CO	1287,54	-
OH <i>Bending</i>	1528,65	1613,52
CH <i>Stretching</i>	2164,22	2146,86
OH <i>Stretching</i>	3598,36	3323,49

Mangan oksida yang telah dikarakterisasi dengan FT-IR menunjukkan pola spektrum yang sedikit berbeda. Perbedaan dari spektrum FT-IR yang dihasilkan ini dapat diketahui dari pergeseran pita absorpsi dan terdapat puncak yang hilang pada *Mg-birnessite* yang dihasilkan. Perbedaan hasil spektrum FT-IR dari *K-birnessite*, *Mg-birnessite* dapat dilihat pada **Gambar 5** dan **Tabel 3**.



**Gambar 5.** Perbedaan spektrum FT-IR dari mangan oksida (a) K-birnessite, (b) Mg-birnessite

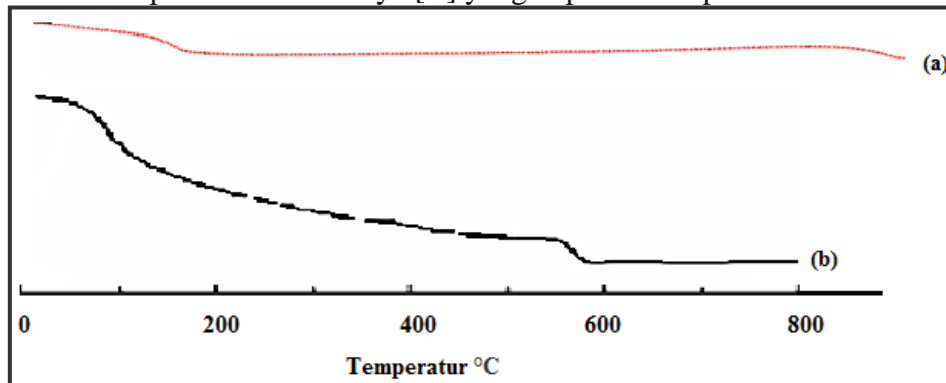
Penentuan gugus fungsi mangan oksida jenis K-birnessite, Mg-birnessite ditentukan secara kualitatif menggunakan spektroskopi *Fourier Transform Infrared* (FT-IR). **Gambar 3** merupakan spektrum inframerah dari mangan oksida jenis K-birnessite menunjukkan puncak khas berada pada bilangan gelombang  $434,97\text{ cm}^{-1}$ ,  $532,38\text{ cm}^{-1}$  dan  $926,84\text{ cm}^{-1}$ , hal ini menandakan adanya peregangan ikatan Mn-O pada lapisan oktahedral dalam struktur birnessite. Hasil ini juga didukung dari hasil penelitian sebelumnya yang menjelaskan bahwa pada bilangan gelombang  $513, 478\text{ cm}^{-1}$  dan  $413\text{ cm}^{-1}$  spesifik untuk ikatan Mn-O [15]. Pita serapan juga muncul pada bilangan gelombang  $1287,54\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya gugus CO. Data ini juga didukung oleh penelitian terdahulu yang menunjukkan adanya peregangan CO (hidroksil, eter, ester atau asam karboksilat) pada bilangan gelombang  $1200\text{-}1300\text{ cm}^{-1}$  [16]. Pita serapan yang berada pada bilangan gelombang  $1528,65\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi *bending* dari gugus OH, sedangkan pita serapan yang muncul pada bilangan gelombang  $2164,22\text{ cm}^{-1}$  disebabkan karena adanya residu organik dari *stretching* ikatan C-H pada ikatan organik [17]. Pita serapan yang berada pada bilangan gelombang  $3305,17\text{ cm}^{-1}$  merupakan vibrasi *stretching* OH vibrasi ini menjelaskan pita serapan pada bilangan gelombang  $3310\text{ cm}^{-1}$  dan menunjukkan adanya gugus OH dari molekul air atau gugus OH yang berikatan dengan logam pada interlayer [15].

Spektrum Mg-birnessite pada penelitian ini ditunjukkan pada **Gambar 4**. Spektrum FT-IR menunjukkan puncak yang hampir sama dengan K-birnessite dengan sedikit pergeseran pita absorpsi dan juga terdapat puncak yang hilang. Spektrum Mg-birnessite juga menunjukkan adanya pita serapan yang khas dari pembentukan Mn-O pada bilangan gelombang  $441,72\text{ cm}^{-1}$ ,  $525,62\text{ cm}^{-1}$  dan  $925,87\text{ cm}^{-1}$  dengan sedikit pergeseran pita absorpsi dari K-birnessite. Spektrum FT-IR juga menunjukkan serapan kuat pada bilangan gelombang  $1613,52\text{ cm}^{-1}$ ,  $2146,86\text{ cm}^{-1}$  dan  $3323,49\text{ cm}^{-1}$  yang sama dengan spektru K-birnessite.

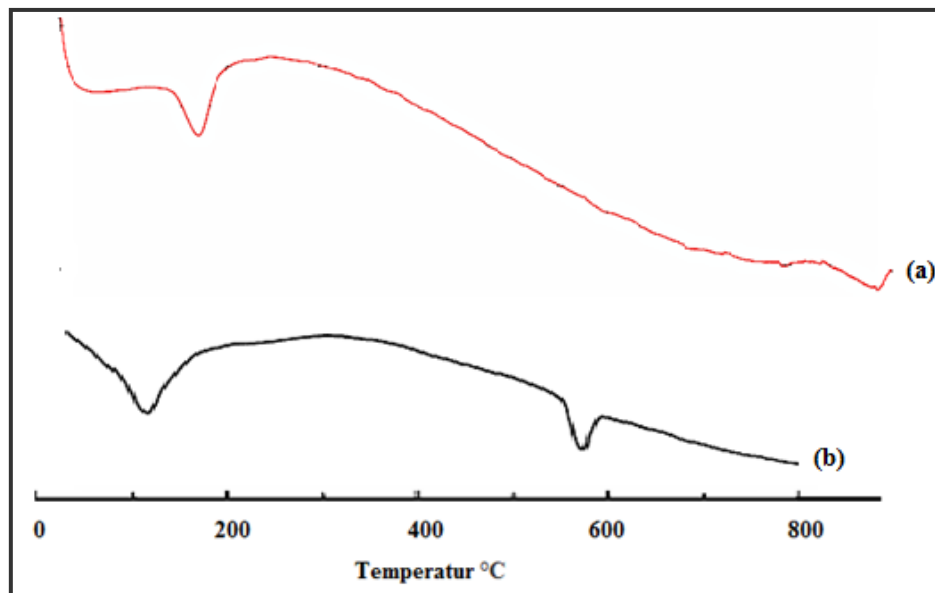
### Analisis Tga-Dta

Analisis termal dari Mg-birnessite dikarakterisasi dengan *Thermogravimetric Analysis* (TGA) dan *Differential Thermal Analysis* (DTA). Analisis termal dengan TGA dan DTA digunakan untuk mengukur perubahan berat suatu material, jika temperatur berubah dengan laju

tertentu, mengetahui kestabilan termal suatu senyawa dan transformasi fase. Termogram TGA dan DTA Mg-*birnessite* yang dihasilkan dari penelitian dibandingkan dengan penelitian yang dilakukan oleh peneliti sebelumnya [18] yang dapat dilihat pada **Gambar 5** di bawah .



**Gambar 5.** Termogram TGA dari (a) Mg-*birnessite* hasil penelitian dan (b) hasil penelitian [18]



**Gambar 6.** Termogram DTA dari Mg-*birnessite* hasil penelitian [17] dengan Mg-*birnessite* hasil sintesis

### Analisis termal Mg-*birnessite*

Analisis termal dari Mg-*birnessite* dilakukan menggunakan TGA dan DTA. Analisis ini bertujuan untuk mengukur perubahan berat suatu material jika temperatur berubah dengan laju tertentu, mengetahui kestabilan termal suatu senyawa dan transformasi fase. Termogram TGA Mg-*birnessite* hasil sintesis ditunjukkan pada **Gambar 5**. Analisis termal melalui TGA ini juga didukung dengan analisis DTA yang ditunjukkan pada **Gambar 5**. Termogram TGA dari Mg-*birnessite* menunjukkan 3 tahap penurunan berat. Tahap pertama terjadi penurunan berat sekitar 2,7% pada suhu 25-150°C, tahap 2 terjadi penurunan berat sekitar 4,6% pada suhu 150-180°C dan tahap ketiga terjadi penurunan berat sekitar 9% pada suhu 850-890°C. Ketiga tahap ini berhubungan dengan termogram DTA yang diketahui dari terbentuknya puncak-puncak endotermik. Puncak endotermik merupakan puncak yang menunjukkan



terjadinya peristiwa termal, seperti pelelehan, dekomposisi atau perubahan struktur kristal pada sampel.

Termogram DTA menunjukkan puncak endotermik pada suhu 25-100°C yang didukung melalui termogram TGA pada tahap I menunjukkan evaporasi dari air yang teradsorpsi pada permukaan. Puncak endotermik pada suhu 100-200°C yang didukung oleh termogram TGA pada tahap II menunjukkan dehidrasi air kristal pada interlayer *birnessite*. Puncak endotermik pada 800-900°C yang didukung oleh termogram TGA pada tahap III menunjukkan transformasi fase mangan oksida. Transformasi fase terjadi pada suhu tinggi akan membentuk fase metastabil dan terbentuknya struktur berongga [17]. Termogram DTA menunjukkan terjadinya penurunan puncak yang tajam pada suhu 250-800°C, hal ini disebabkan karena mangan oksida mulai terdekomposisi yang kemudian mengalami transformasi fase. Termogram TGA dan DTA hasil penelitian ini juga memiliki pola termogram yang hampir sama dengan penelitian sebelumnya [18] yang dapat dilihat pada **Gambar 5** dan **6** yang menunjukkan puncak endotermik *Mg-birnessite* ditunjukkan pada suhu 105°C dan 250°C yang sesuai dengan hasil penelitian, namun pada suhu 570°C pada *Mg-birnessite* sudah mengalami transformasi fase dari mangan oksida menjadi  $MgMn_2O_4$  dan  $Mn_2O_3$  dengan melepaskan oksigen.

#### IV. KESIMPULAN

Berdasarkan pada penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan bahwa *Mg-Birnessite* yang dianalisa dapat digunakan sebagai prekursor untuk sintesis *todorokite* namun sedikit mengalami *partial decomposition*. Waktu kontak optimum pertukaran kation *K-birnessite* menjadi *Mg-birnessite* adalah 14 jam dengan persentase konsentrasi  $Mg^{2+}$  yang terserap sebesar 70,63%. Analisis FTIR pada Spektrum *Mg-birnessite* menunjukkan adanya pita serapan yang khas dari pembentukan Mn-O pada bilangan gelombang  $441,72\text{ cm}^{-1}$ ,  $525,62\text{ cm}^{-1}$  dan  $925,87\text{ cm}^{-1}$  dengan sedikit pergeseran pita absorpsi. Analisis termal *Mg-birnessite* melalui TGA menunjukkan terjadinya penurunan berat sekitar 10% dengan pemanasan 25-900°C dan analisis termal melalui DTA menunjukkan terjadinya transformasi fase menjadi bentuk berongga pada suhu tinggi yaitu suhu 900°C.

#### V. DAFTAR PUSTAKA

1. Ching, S., Roark, J.L., Duan, N., dan Suib, S.L.1997. Sol-Gel to the Tunneled Manganese Oxide Cryptomelane. *Chem. Mater*, 9: 750-754.
2. X.H., Tan, W.F., Liu, F., Wang, J.B., dan Ruan, H.D.2004. Synthesis of Todorokite at Atmospheric Pressure. *Chem. Mater*, 16: 4330-4336
3. Feng, Q., Yanagisawa, K., Yamasaki, N.2006. Hydrothermal soft chemical process for synthesis of manganese oxides with tunnel structures. *J.Chem.Mater*. 5 : 153–161.
4. Cai, J., Liu, J., Willis, S.W., dan Suib, S.L.2001. Framework Doping of Iron in Tunnel Structure Cryptomelane. *Chem. Mater*, 13: 2413-2422
5. Cai, J., Liu, J., Suib, S.L. 2002. Preparative parameters and framework dopant effects in the synthesis of layer-structure birnessite by air oxidation. *J.Chem.Mater*. 14: 2071-2077.
6. Malinger, K. A., Laubernds, K., Chan, Y.S., Suib, S.L. 2004. Effects of microwave processing on chemical, physical, and catalytic properties of todorokite-type manganese oxide. *J.Chem. Mater*. 16: 4296-4303

7. Naicai ,Zong Xiangrong. (2009). Controlled Synthesis and Characteristic of layer manganese oxides nanostructures with different morfologies. *J.Nanopartikel Research* 11, 1107-1115
8. Shen, Y.F., Zenger, R.P., dan Suib, S.L. 1993. Manganese oxide octahedral molecular sieves: Preparation, characterization and application. *Science*. 260: 511—515.
9. Vileno, E., Zhou, H., dan Zhang, Q. 1999. Synthetic todorokite produced by microwave heating an active oxidation catalyst. *J. of Catalyst*. 187: 285-297.
10. Zhou, H., Wang, J.Y., dan Chen, X. 1888. Studies of oxidative dehydrogenation of ethanol over manganese oxide octahedral molecular sieve catalyst, *Microporous and Mesoporous Materials*. 21: 315-324.
11. Lianjar, E.F. 2012. Sintesis Mangan Oksida Birnessite dari Maltosa dan  $\text{KMnO}_4$  dengan Metoda Keramik. *Skripsi*. Pekanbaru: FMIPA-Universitas Riau.
12. Kamimura, A., Nozaki, Y., Ishikawa, S., Inoue, R., dan Nakayama, M. 2011. K-birnessite  $\text{MnO}_2$ : a new selective oxidant for benzylic and allylic alcohols. *Tetrahedron Letters* 52: 538–540.
13. Xionghan, F., Fan, L., Wenfeng, T., Xiangwen, L., dan Hongqing, H. 2004. Synthesis of todorokite by refluxing process and its primary characteristics. *D earth sciences*. Vol.47, No. 8: 760-768.
14. Yanti, P.H, awalludin,A. Defri. 2014. Analysis Capacity of Ion Exchange of Birnessite. *J. Chemistry Progress*.
15. Yang, L.X., Zhu, Y.J., dan Cheng, G.F. 2007. Synthesis of well-crystallized birnessite using ethylene glycol as reducing reagent. *Materials Research Bulletin*. 42:159-164.
16. Prieto O., Del Arco M., dan Rives V. 2003. Characterisation of K, Na, and Li birnessites prepared by oxidation with  $\text{H}_2\text{O}_2$  in a basic medium Ion Exchange Properties and Study of the Calcined Products. *J.1 Of Materials Science*. 38: 2815–2824.
17. Prieto, O., Del Arco M., dan Rives V. 2003. Structural evolution upo heating of sol-gel prepared birnessites. *J. Thermochemica Acta*. 401: 95-109.
18. Feng, Q., Yanagisawa, K., dan Yamasaki, N. 1998. Hydrothermal Soft Chemical Process for Synthesis of Manganese Oxides with Tunnel Structures. *J. of Porous Materials* 5. 153-161.

## VI. UCAPAN TERIMAKASIH

**Lemlit-Universitas Riau Atas Bantuan Dana Basis Lab  
Tahun Anggaran 2014**