

**Sintesis Silika Mesopori Menggunakan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  dari Pasir Silika Sebagai  
Prekursor dengan Metode Sol-Gel**

**Skripsi**

*Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat untuk Memperoleh Gelar Sarjana  
Sains*



Oleh:

**ADE AMELIA NST**

**1301844/2013**

**PROGRAM STUDI KIMIA**

**JURUSAN KIMIA**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**

**UNIVERSITAS NEGERI PADANG**

**2018**

PERSETUJUAN SKRIPSI

Sintesis Silika Mesopori Menggunakan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  dari Pasir Silika  
Sebagai Prekursor dengan Metoda Sol-Gel

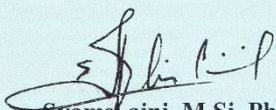
Nama : Ade Amelia NST  
NIM : 1301844  
Program Studi : Kimia  
Jurusan : Kimia  
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, Februari 2018

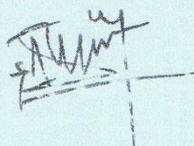
Disetujui oleh :

Dosen Pembimbing I

Dosen Pembimbing II



Syamsul Aini, M.Si, Ph.D  
NIP. 19650727 199203 2 010



Drs. Bahrizal, M.Si  
NIP. 19551231 198903 1 009

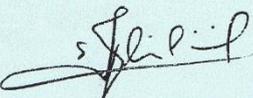
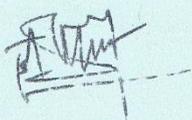
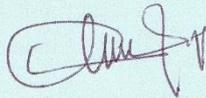
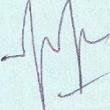
HALAMAN PENGESAHAN LULUS UJIAN SKRIPSI

*Dinyatakan Lulus Setelah dipertahankan di depan Tim Penguji Skripsi  
Program Studi Kimia Jurusan Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Negeri Padang*

Judul : Sintesis Silika Mesopori Menggunakan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  dari Pasir Silika sebagai Prekursor dengan Metoda Sol-Gel  
Nama : Ade Amelia NST  
TM / NIM : 2013/1301844  
Program Studi : Kimia  
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, Februari 2018

Tim Penguji

	Nama	Tanda tangan
1. Ketua	: Syamsi Aini, M.Si, Ph.D	
2. Sekretaris	: Drs. Bahrizal, M.Si	
3. Anggota	: Ananda Putra, M.Si, Ph.D	
4. Anggota	: Alizar, S.pd, M.Sc, Ph.D	
5. Anggota	: Sherly Kasuma Warda Ningsih, S.Si, M.Si	

## SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan dibawah ini :

Nama : Ade Amelia NST  
TM / NIM : 2013/ 1301844  
Tempat/Tanggal lahir : Kp.Petani, 13 Mei 1995  
Program Studi : Kimia  
Jurusan : Kimia  
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Alamat : Kp.Petani Kec. Rao, Kab. Pasaman Timur, Padang  
No. Hp/ Telpn : 081261556874  
Judul Skripsi : **Sintesis Silika Mesopori Menggunakan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  dari Pasir Silika Sebagai Prekursor dengan Metoda Sol-Gel**

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Karya tulis/skripsi ini adalah hasil karya saya dan belum pernah diajukan untuk memperoleh gelar akademik (sarjana) baik di UNP maupun perguruan tinggi lainnya.
2. Karya tulis/skripsi ini murni gagasan, rumusan, dan penelitian saya sendiri tanpa bantuan pihak lain kecuali arahan tim pembimbing.
3. Pada karya tulis/skripsi ini tidak terdapat karya atau pendapat yang telah ditulis atau dipublikasikan orang lain kecuali tertulis dengan jelas dicantumkan pada kepustakaan.
4. Karya tulis/skripsi ini sah apabila telah ditandatangani **Asli** oleh tim pembimbing dan tim penguji.

Pernyataan ini saya buat dengan sungguh-sungguh dan apabila dikemudian hari terdapat penyimpangan dan ketidakbenaran di dalam pernyataan ini, maka saya bersedia menerima **Sanksi Akademik** berupa pencabutan gelar akademik yang telah diperoleh karena karya tulis/skripsi ini, serta sanksi lainnya sesuai dengan norma yang berlaku di perguruan tinggi

Padang, Februari 2018  
Yang Membuat Pernyataan

Ade Amelia NST  
NIM : 1301844

## ABSTRAK

Ade Amelia Nst (1301844): **Sintesis Silika Mesopori Menggunakan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  dari Pasir Silika sebagai Prekursor dengan Metode Sol-Gel.**

Silika mesopori adalah oksida silika ( $\text{SiO}_2$ ) yang merupakan polikondensasi silika Si-O-Si membentuk pori dengan ukuran dalam range 2-50 nm. Silika mesopori dapat dimanfaatkan sebagai pendukung enzim dalam biomedis, fasa diam untuk kromatografi (adsorben), sensor kimia, dan *drug delivery system*. Sintesis silika mesopori dilakukan dengan menggunakan natrium silikat sebagai prekursor. Pemilihan natrium silikat sebagai prekursor karena lebih ekonomis dan *non toxic*. Natrium silikat yang digunakan disintesis dari pasir silika sungai Nyalo. Sodin silikat yang digunakan mempunyai kondisi silikat yang berbeda dengan sodium silikat komersial sehingga kondisi reaksi sintesis silika mesopori yang dilakukan juga berbeda. Metode yang digunakan adalah metode Sol-Gel. Sintesis dilakukan untuk mengkaji pengaruh rasio mol surfaktan dengan natrium silikat (rasio P104/ $\text{SiO}_2$  : 0,0126 s/d 0,0189) pada bentuk dan ukuran silika mesopori dengan variasi pertama penambahan NaOH sampai pH=3 dan penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$  samapai pH=7 dengan 3 tingkatan temperatur pematangan. Variasi kedua penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$  saja pada tahap pembentukan gel (pH=3) dan pembentukan padatan silika (pH=7) dengan 2 tingkatan temperatur pematangan. Variasi ketiga tanpa penambahan NaOH dan  $\text{NH}_4\text{OH}$  dengan 3 tingkatan temperatur pematangan. Variasi keempat penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$  sampai pH=3 (variabel tetap) selama pembentukan gel dan padatan silika. Senyawa hasil dikarakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) dan SEM (*Scanning Electron Microscopy*). Silika mesopori dengan morfologi bulat sudah mulai terbentuk dari hasil sintesis dengan rasio mol P104/ $\text{SiO}_2$  (0,0151) yang disebut dengan sampel OBS10, dengan pH tetap tanpa penambahan NaOH dan  $\text{NH}_4\text{OH}$ .

**Kata Kunci** : Silika Mesopori, Natrium silikat, dan Sol-Gel.

## KATA PENGANTAR

Puji dan Syukur ke Hadirat Tuhan Yang Maha Esa karena berkat limpahan Rahmat dan Karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “**Sintesis Silika Mesopori Menggunakan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  dari Pasir Silika Sebagai Prekursor dengan Metode Sol-Gel**”

Dalam penyusunan skripsi ini, penulis banyak mendapat tantangan dan hambatan akan tetapi dengan bantuan dari berbagai pihak tantangan itu bisa teratasi. Oleh karenanya, penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada semua pihak yang telah membantu dalam penyusunan skripsi ini

1. Ibu Dra. Syamsi Aini, M.Si, Ph.D sebagai pembimbing I dalam penulisan skripsi ini.
2. Bapak Drs. Bahrizal, M.Si sebagai pembimbing II dalam penulisan skripsi sekaligus sebagai Penasehat Akademik (PA).
3. Bapak Ananda Putra, M.Si, Ph.D, Bapak Alizar, S.pd, M.Sc, Ph.D dan Ibu Sherly Kasuma Warda Ningsih, M.Si sebagai dosen pembahas.
4. Bapak Dr. Mawardy, M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia.
5. Bapak Harry Sanjaya, M.Si selaku Ketua Prodi Kimia.
6. Bapak Edi Nasra, M.Si selaku Sekretaris Jurusan Kimia.
7. Bapak dan Ibu staff pengajar jurusan kimia Universitas Negeri Padang.
8. Bapak dan Ibu staff laboran yang telah membantu menyediakan alat selama penelitian berlangsung.
9. Teman-teman kimia yang telah bersama-sama dan saling support saat melakukan penelitian di laboratorium, terutama kepada Putri Ayu Aripti.

Semoga bantuannya mendapat balasan yang setimpal dari Tuhan Yang Maha Esa.

Kritik konstruktif dari pembaca sangat penulis harapkan untuk penyempurnaan skripsi ini. Akhir kata semoga skripsi ini dapat memberikan manfaat.

Padang, februari 2018

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>KATA PENGANTAR .....</b>	<b>i</b>
<b>DAFTAR ISI .....</b>	<b>iii</b>
<b>DAFTAR GAMBAR .....</b>	<b>v</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN .....</b>	<b>vi</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN .....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	4
1.3 Tujuan Penelitian .....	5
1.4 Manfaat Penelitian .....	6
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA .....</b>	<b>7</b>
2.1 Silika Mesopori .....	7
2.2 Natrium silikat ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ) .....	10
2.3 Prekursor .....	11
2.4 Surfaktan .....	12
2.5 Metode Sol-Gel .....	15
2.6 Karakterisasi Senyawa Hasil .....	18
2.6.1 Karakterisasi X-Ray Diffraction (XRD) .....	19
2.6.2 Karakterisasi Scanning Electron Microscopy (SEM) .....	19
<b>BAB III METODE PENELITIAN .....</b>	<b>23</b>
3.1 Waktu dan Tempat penelitian .....	23
3.2 Alat dan Bahan .....	23
3.2.1 Alat .....	23
3.2.2 Bahan .....	23
3.3 Prosedur Penelitian .....	24
3.4 Karakterisasi Senyawa Hasil .....	24
3.4.1 Karakterisasi X-Ray Diffraction (XRD) .....	24
3.4.2 Karakterisasi Scanning Electron Microscopy (SEM) .....	26
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>27</b>
4.1 Pengaruh rasio mol sodium silikat dengan surfaktan pada bentuk .....	27

dan ukuran silika mesopori (penambahan NaOH dan NH <sub>4</sub> OH dan 3 tingkatan temperatur sintesis).....	
4.1 Pengaruh rasio mol sodium silikat dengan surfaktan pada bentuk dan ukuran silika mesopori (hanya dengan penambahan NH <sub>4</sub> OH dan 2 tingkatan temperatur sintesis).....	30
4.2 Pengaruh rasio mol sodium silikat dengan surfaktan pada bentuk dan ukuran silika mesopori (tanpa penambahan NaOH dan NH <sub>4</sub> OH dan 3 tingkatan temperatur sintesis) .....	37
4.3 Pengaruh rasio mol sodium silikat dengan surfaktan pada bentuk dan ukuran silika mesopori (penambahan NH <sub>4</sub> OH sampai pH 3 dan 3 tingkatan temperatur sintesis).....	42
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN .....</b>	<b>47</b>
5.1 Kesimpulan .....	47
5.2 Saran.....	48
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>49</b>
<b>LAMPIRAN .....</b>	<b>52</b>

## DAFTAR GAMBAR

<b>Gambar</b>		<b>Halaman</b>
2.1	Variasi Bentuk Silika Mesopori.....	7
2.2	Berbagai Struktur Geometrik Pori.....	8
2.3	Struktur Family M41S.....	8
2.4	Struktur SBA-15.....	8
2.5	Mesopori Silika Jenis MCM-41.....	9
2.6	Skematik Representasi Misel .....	12
2.7	CTAB dan N-Dodecylpyridinium Chloride.....	13
2.8	Sodium-Dodecyl-Sulphonate Dan Sodium-Dodecyl- Benzene-Sulphonate .....	14
2.9	Struktur P123 dan Brij .....	14
2.10	Pola XRD dari Silika Mesopori .....	20
2.11	SEM Mikrogafik Beberapa Sampel Hasil Analisis Kosuge <i>et al</i> .....	21
4.12	Pola Difraktogram Sudut Kecil Sampel BS8, BS9, BS10 dan BS12.....	29
4.13	Pola Difraktogram Sudut Kecil Sampel S8, S9, S10, S11 dan S12.....	31
4.14	Gambar SEM Sampel S8, S9, S10, S11, dan S12 .....	32
4.15	(a) XRD Sudut Kecil OSFTS10, (b) Gambar SEM OSFTS10 .....	33
4.16	Pola Difraktogram Sudut Kecil Sampel OBS10, OBS11 dan OBS12 .....	33
4.17	Gambar SEM sampel OBS10, OBS11, OBS12 .....	34
4.18	Pola Difraktogram Sudut Kecil Sampel ABS10, ABS11, ABS12 .....	35
4.19	Gambar SEM sampel ABS10, ABS11, ABS12 .....	36

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran		Halaman
1	Perhitungan Rasio Mol Surfaktan / SiO <sub>2</sub> .....	42
2	Sintesis Silika Mesopori (Penambahan NaOH dan NH <sub>4</sub> OH dan Tiga Tingkatan Temperatur Sintesis) BS8, BS9, BS10, dan BS12 .....	43
3	Sintesis Silika Mesopori (Penambahan NH <sub>4</sub> OH dan Dua Tingkatan Temperatur Sintesis) S8, S9, S10, S11 dan S12 .....	45
4	Sintesis Silika Mesopori (Tanpa Penambahan NaOH dan NH <sub>4</sub> OH dan Tiga Tingkatan Temperatur Sintesis) a.OSFTS10 .....	46
4	Sintesis Silika Mesopori (Tanpa Penambahan NaOH dan NH <sub>4</sub> OH dan Tiga Tingkatan Temperatur Sintesis), b.OBS11, dan OBS12 .....	47
5	Sintesis Silika Mesopori (Penambahan NH <sub>4</sub> OH Sampai pH=3 dan Tiga Tingkatan Temperatur Sintesis) ABS10, ABS11 dan ABS 12 .....	48
6	Hasil XRD Sampel BS8, BS9, BS10, dan BS12 .....	49
7	Hasil XRD Sampel S8, S9, S10, S11 dan S12 .....	51
8	Hasil XRD Sampel : OSFTS10, OBS10, OBS11 dan OBS12 .....	54
9	Hasil XRD Sampel ABS10, ABS11 dan ABS 12 .....	56
10	Hasil SEM Sampel S8, S9, S10, S11 dan S12 .....	58
11	Hasil SEM Sampel OSFTS10, OBS10, OBS11 dan OBS12 .....	60
12	Hasil SEM Sampel ABS10, ABS11 dan ABS12 .....	62

# BAB I PENDAHULUAN

## 1.1 Latar Belakang

Silika mesopori adalah oksida silika ( $\text{SiO}_2$ ) yang merupakan polikondensasi silika Si-O-Si membentuk pori dengan ukuran dalam rang 2-50 nm. Ukuran partikel nanopori mempunyai rentang 1-100 nm, sehingga semua partikel mesopori bisa dianggap sebagai nanopori. Silika mesopori dapat dimanfaatkan sebagai pendukung enzim dalam biomedis, fasa diam untuk kromatografi (adsorben), sensor kimia, dan *drug delivery system*. Oleh karena itu, silika mesopori masih terus diteliti, disintesis, dan dikembangkan.

Sintesis silika mesopori umumnya menggunakan TEOS (*tetraethylortho silicate*) sebagai prekursor dengan metode sol gel. Sintesis silika mesopori dapat berlangsung dengan bantuan *template* atau cetakan pengarah partikel mesopori. Cetakan yang digunakan menyesuaikan dengan kondisi sintesis. Yunita (2013), telah mensintesis silika mesopori menggunakan TEOS sebagai prekursor dan CTAB (*cetyltrimethylammonium bromide*) sebagai *template* dalam larutan tetrametil ammonium hidroksida dengan metode sol-gel. Mesopori yang dihasilkan memiliki struktur teratur dengan pori yang seragam membentuk susunan heksagonal serta stabilitas termal yang baik. Penelitian senada juga dilakukan oleh Sari, *et al* (2015) yang menggunakan campuran surfaktan kationik CTACl dan surfaktan netral (triton X-100) sebagai agen pengarah (cetakan) struktur mesopori dalam suasana basa.

*Tetra Etil Orto Silikat* (TEOS) merupakan salah satu prekursor silika mesopori yang mahal, sehingga para ilmuwan mencari bahan lain sebagai alternatif sumber silika. Na-silikat ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ) dapat dimanfaatkan sebagai prekursor pengganti yang lebih ekonomis dan *nontoxic* untuk sintesis silika mesopori.  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  dapat disintesis dari abu sekam padi yang direaksikan dengan NaOH encer pada suhu tinggi (Soeswanto dan Lintang, 2011). Beberapa penelitian telah berhasil mensintesis silika mesopori dari Na-silikat. Setyawan dan Balgis (2010) melakukan sintesis silika mesopori dari Na-silikat menggunakan gelatin sebagai *template* dengan metode sol-gel dalam kondisi asam. Sintesis mesopori silika dari Na-silikat dalam medium asam juga dilakukan oleh Yun-yu *et al* (2012), menyimpulkan bahwa penggunaan asam lemah sangat membantu untuk menghasilkan struktur mesopori yang teratur. Proses *aging* yang tidak terlalu lama (8 jam) dan temperatur yang sesuai ( $\pm 20^\circ\text{C}$ ) berguna untuk menghasilkan distribusi ukuran pori yang seragam. Ortiz *et al* (2013) melakukan sintesis silika mesopori dari Na-silikat dalam medium basa, CTAB sebagai *template* dan etil asetat sebagai pengatur pH. Sintesis tersebut menghasilkan silika mesopori dengan susunan struktur heksagonal yang teratur dan berbentuk sperik atau bulat.

Sintesis silika mesopori dari Na-silikat dalam medium asam juga dilakukan oleh Kosuge *et al* (2004) dan Sierra *et al* (1999) dari keduanya dapat disimpulkan bahwa penggunaan pH yang baik untuk sintesis silika mesopori adalah pH berkisar (6-7) jika pH lebih besar maka terjadi pembatasan (membatasi) pembentukan larutan anion silikat menjadi polikondensasi,

pengatur pH yang baik adalah  $\text{HNO}_3$  atau  $\text{NaOH}$  dengan kecepatan pengadukan (500-700) rpm, jika kecepatan aduk  $>800$  rpm bentuk bulat dan keseragaman partikel mesopori tidak akan teramati dengan SEM. Pengaruh penggunaan  $\text{HNO}_3$  atau  $\text{NaOH}$  untuk pengatur pH dapat juga dilihat dari waktu *aging* yang diperlukan, menurut Sierra *et al* (1999) dengan menggunakan  $\text{NaOH}$  sebagai pengatur pH memerlukan waktu aging 74 jam pada temperatur  $25^\circ\text{C}$ , sementara menurut Kosuge *et al* (2004) tanpa penggunaan  $\text{NaOH}$  atau  $\text{HNO}_3$  sebagai pengatur pH hanya memerlukan waktu aging 2 jam pada temperatur ruang.

$\text{Na}_2\text{SiO}_3$  juga dapat disintesis dari pasir silika yang direaksikan dengan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  dan  $\text{NaOH}$  (Aini, 2009).  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah Na-silikat hasil sintesis Aini yang di sintesis dari pasir silika Sungai Nyalo. Natrium silikat yang dihasilkan oleh Aini mempunyai kondisi silikat yang berbeda dengan natrium silikat komersial (natrium silikat yang digunakan kasuge) sehingga kondisi reaksi untuk sintesis silika mesopori yang akan dilakukan juga berbeda. Natrium silikat yang dihasilkan dari pasir silika mempunyai rasio mol  $\text{SiO}_2$  dengan  $\text{Na}_2\text{O}$  73,05, berbeda dengan natrium silikat komersial 26,95 yang digunakan oleh Kosuge, K., *et al* (2004).

Dari uraian di atas dapat disimpulkan bahwa silika mesopori dapat dibuat dengan menggunakan prekursor natrium silikat, namun morfologi dan ukuran pori yang dibuat dipengaruhi oleh beberapa faktor (rasio mol surfaktan dengan silikat, waktu aging, suhu, waktu kalsinasi, dan konsentrasi surfaktan). Prekursor berbeda akan memerlukan kondisi sintesis yang berbeda pula. Dengan demikian perlu dikaji kondisi reaksi penggunaan precursor sodium silikat dari

pasir silika Sungai Nyalo untuk memsintesis silika mesopori. Adapun judul skripsi ini adalah “**Sintesis Silika Mesopori Menggunakan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  dari Pasir Silika Sebagai Prekursor dengan Metode Sol-Gel**”.

## **1.2 Rumusan Masalah**

Berdasarkan latar belakang, maka rumusan masalah dinyatakan sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh rasio mol surfaktan dengan natrium silikat (Rasio P104/ $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ; 0,0126 s/d 0,0189) pada bentuk dan ukuran silika mesopori dengan penambahan NaOH dan  $\text{NH}_4\text{OH}$ , tiga tahap pemanasan dan temperatur pematangan padatan silika mesopori. Sampel diberi label (BS8, BS9, BS10 dan BS12)
2. Bagaimana pengaruh rasio mol surfaktan dengan natrium silikat (Rasio P104/ $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ; 0,0126 s/d 0,0189) pada bentuk dan ukuran silika mesopori dengan penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$  saja pada tahap pembentukan gel pH=3 dan tahap pembentukan padatan silika mesopori pH=7. Dua tahap pemanasan dan temperatur pematangan padatan silika mesopori. Sampel diberi label (S8 sampai S12)
3. Bagaimana pengaruh rasio mol surfaktan dengan natrium silikat (Rasio P104/ $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ; 0,0126 s/d 0,0189) pada bentuk dan ukuran mesopori silika. Tanpa penambahan NaOH dan  $\text{NH}_4\text{OH}$ , tiga tahap pemanasan dan temperatur pematangan padatan silika mesopori. Sampel diberi label (OFTS10, OBS10, OBS11 dan OBS12)

4. Bagaimana pengaruh rasio mol surfaktan dengan natrium silikat (Rasio P104/Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>; 0,0126 s/d 0,0189) pada bentuk dan ukuran mesopori silika dengan penambahan NH<sub>4</sub>OH sampai pH=3, pH tetap selama pembentukan gel dan pembentukan padatan silika mesopori, tiga tahap pemanasan dan temperatur pematangan padatan silika. Sampel diberi label (ABS10, ABS11 dan ABS12).

### **1.3 Tujuan Penelitian**

Adapun tujuan penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Untuk menentukan pengaruh rasio mol surfaktan dengan natrium silikat serta mengetahui pengaruh penambahan NaOH sampai pH=3 dan penambahan NH<sub>4</sub>OH sampai pH=7 dengan 3 tahap pemanasan dan temperatur pemanasan.
2. Untuk menentukan pengaruh penambahan NH<sub>4</sub>OH saja pada tahap pembentukan gel (pH=3) dan padatan silika (pH=7) dengan 2 tahap pemanasan dan temperatur pemanasan.
3. Untuk menentukan pengaruh pH campuran larutan natrium silikat dengan larutan surfaktan tanpa penambahan basa dengan 3 tahap pemanasan dan temperatur pemanasan.
4. Untuk menentukan pengaruh penambahan NH<sub>4</sub>OH sampai pH=3 (pH tetap) selama pembentukan gel dan pembentukan padatan silika dengan 3 tahap pemanasan dan temperatur pemanasan.

#### 1.4 Manfaat Penelitian

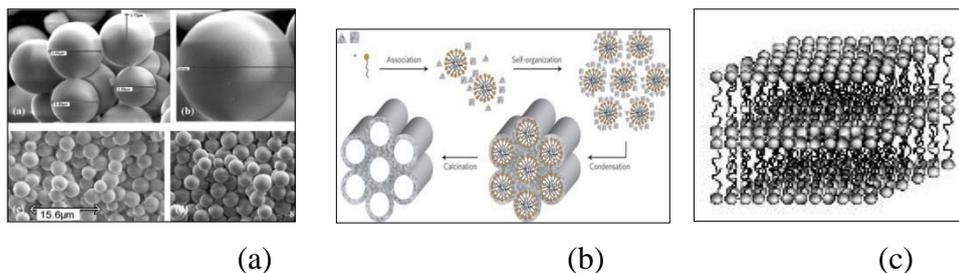
Adapun manfaat yang diharapkan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Memberikan informasi tentang kondisi reaksi (rasio mol surfaktan dengan silikat, penambahan NaOH, penambahan NH<sub>4</sub>OH, tahapan pemanasan) dan penggunaan Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> dari pasir silika sebagai prekursor untuk sintesis silika mesopori.
2. Silika mesopori hasil sintesis dapat dimodifikasi lebih lanjut dan digunakan sebagai adsorben ion logam berat dalam air yang tercemar.

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

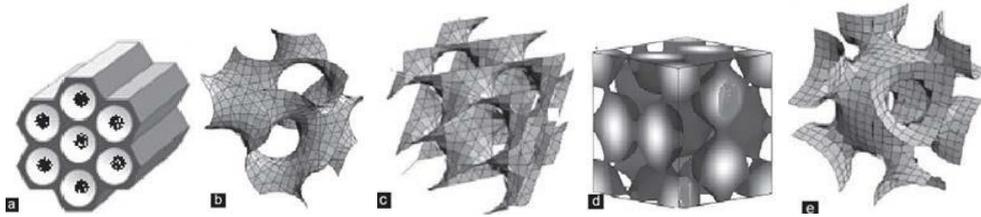
### 2.1 Silika Mesopori

Silika mesopori adalah oksida logam silikon yang merupakan polikondensasi spesies silika Si-O-Si membentuk pori dengan ukuran 2-50 nm dengan berbagai morfologi (Zhao and Wan, 2007). Ukuran partikel nanopori mempunyai rentang 1-100 nm, sehingga semua partikel mesopori bisa dianggap sebagai nanopori. Silika mesopori memiliki bentuk yang berbeda-beda seperti sperik, silinder, atau lamelar, seperti tampak pada gambar di bawah ini:



(a) (b) (c)  
Gambar 2.1. Variasi Bentuk Silika Mesopori: (a) Sferis (b) Silinder (c) Lamelar.

Silika mesopori juga memiliki struktur geometrik pori yang berbeda-beda, seperti 2D hexagonal  $p6mm$ , kubik bicontinuous  $la3d$ , kubik bikontinuous  $pn3m$ , tipe cage  $pm3n$  dan tipe cage  $lm3m$ .

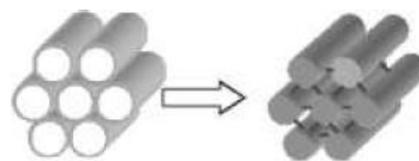


Gambar 2.2. Berbagai Struktur Geometrik Pori : a) 2D Hexagonal  $p6mm$ , b) Kubik Bicontinuous  $Ia3d$ , c) Kubik Bicontinuous  $pn3m$ , d) Tipe Cage  $pm3n$ , dan e) Tipe Ccage  $Im3m$  ( Zhao *et al*, 2015)

Contoh material mesopori adalah material mesopori silika M41S (MCM-41, MCM-48, MCM-50) dan SBA-15. Material mesopori pertama kali disintesis adalah jenis M41S oleh Peneliti dari *Mobil Company*, Jepang (Yunita, 2013).



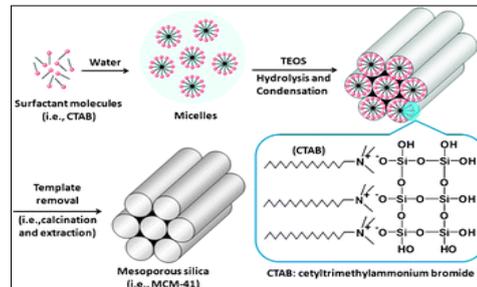
Gambar 2.3. Struktur Family M41S, MCM-50 (layer / berlapis), MCM-41 (heksagonal), dan MCM-48 (kubik) (AlOthman, 2012)



SBA-15                      Replika struktur pori  
Gambar 2.4. Struktur SBA-15 (Johanssons, 2008)

MCM-41 merupakan salah satu jenis M41S yang disintesis melalui mekanisme template-surfaktan menggunakan hidrolisis sumber silika dalam air yang mengandung surfaktan membentuk misel melalui proses *self-assembly* (pemasangan secara mandiri). MCM-41 membentuk susunan heksagonal yang memiliki pori seragam dengan ukuran 1,5 nm – 10 nm, memiliki luas permukaan lebih dari 700  $m^2/g$ , kapasitas penyerapan

hidrokarbon 0,7 mL/g atau lebih besar, oleh karenanya banyak digunakan dibidang katalis, filtrasi, dan pemisahan.



Gambar 2.5. Mesopori Silika Jenis MCM-41 (Yang, *et al*, 2014)

Jenis silika mesopori sperik pertama kali disintesis menggunakan metode modifikasi dari prosedur Strober (Kosuge, 2004). Silika mesopori sperik mono-dispersi disintesis menggunakan prosedur sederhana, sintetik reaksi dalam campuran larutan yang terdiri atas larutan Na-silikat, triblok kopolimer pluronik, dan HCl atau HNO<sub>3</sub> tanpa zat aditif. Penggunaan NO<sub>3</sub><sup>-</sup> sebagai mediasi menghasilkan partikel sperik mono-dispersi lebih bervariasi dengan diameter lebih besar dari 100 μm. Mesopori sperik mono-dispersi dengan ukuran 100 μm dapat diaplikasikan secara luas di industri katalis, pemisahan, dan adsorbs, karena partikel ini dapat dengan mudah dimasukkan ke dalam reaktor atau kolom dalam berbagai sistem reaksi. Sperik mono-dispersi dengan kualitas bagus diperoleh dengan laju pengadukan pada rentang 500 – 700 rpm.

Selain M41S dan silika mesopori sperik, terdapat silika mesopori lain yang disebut SBA-15 yang disintesis pada tahun 1997 oleh perusahaan Stucky. SBA-15 berbentuk heksagonal teratur disintesis dengan menggunakan amfifilik blok kopolimer PEO-PPO-PEO untuk mengarahkan proses polimerisasi silika. Dengan memilih panjang blok kopolimer dan kondisi reaksi, ukuran pori bervariasi mulai

dari 4,6 nm – 30 nm (Liu, 2007). MCM-41 dan SBA-15 sama-sama menggunakan surfaktan untuk mengarahkan dan merakit blok yang terbentuk menjadi struktur mesopori yang teratur.

Struktur dan perilaku fasa material mesopori komposit anorganik-organik bergantung pada sifat alami molekul surfaktan dan prekursor silika. Dengan menggunakan tipe surfaktan yang berbeda (kopolimer netral, surfaktan kation, dan surfaktan anion), zat tambahan (trimetil benzene, alkohol, dan garam), suhu sintesis, dan medium (basa atau asam) yang berbeda, maka berbagai material mesopori dapat disintesis. Selain itu, penyesuaian struktur mesopori dengan morfologi, serat, dan partikel yang berbeda dapat dilakukan dengan mengontrol kondisi dan batasan proses reaksi (Liu, 2007).

## **2.2 Natrium Silikat ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ )**

Secara kimia natrium silikat adalah senyawa polimer garam, dibentuk oleh kation basa kuat  $\text{Na}^+$  dengan anion asam lemah  $\text{SiO}_4^{4-}$ , bila dilarutkan dalam air akan menghasilkan larutan basa. Karena sifat larutan yang dihasilkan sangat basa, maka natrium silikat secara ekonomi sangat menguntungkan sebagai bahan tambahan dalam detergen. Dalam larutan asam ion silikat reaktif dengan ion hidrogen membentuk asam silikat, yang bila dipanaskan akan membentuk silika gel. Sifat natrium silikat, atom silikonnya dapat digantikan oleh kation lainnya, seperti Al, B dan lain. Salah satu ion yang menggantikan adalah Al. Bila Si digantikan oleh Al dalam jaringan tiga dimensi silikat maka akan dibentuk natrium aluminosilikat yang dinamakan juga dengan Zeolit (Kirk and Othmer, 1997).

Natrium silikat, dan senyawa turunannya merupakan salah satu senyawa silikon yang memperlihatkan harapan dapat dijadikan sebagai bahan dasar molecular nanotechnology (MNT)(Gillet,S.L.,1998) . Hal ini disebabkan oleh beberapa sifat fisika dan kimianya seperti berikut ini, (1) Silikat stabil dalam udara beroksigen, tidak bisa teroksidasi. (2) Kerangka/ jaringan tiga dimensi dari silikat mempunyai toleransi yang tinggi terhadap panas. Seperti zeolit, diberi nama zeolit dari bahasa Yunani yang berasal dari kata zeos dan litos yang artinya (Boiling Stone) zat padat yang dapat mendidih/ mengeluarkan molekul air jika dipanaskan. (3) Beberapa dari senyawa silikat inert terhadap beberapa reagent, seperti kuarsa, hanya bereaksi dengan HF dan perubahan pH yang sangat ekstrim. (4) Silikat memiliki tingkat struktur dan komposisi fleksibel, dimana Si dapat digantikan oleh atom terkoordinasi empat lainnya, seperti Al dan B. (5) Polimerisasi jaringan tiga dimensi dari silikat dapat terjadi pada temperatur ruang, bahkan dalam larutan air. (6) Silikat dan silikat tersubstitusi dengan mudah membentuk rangka ukuran molekul dan supermolekul, yang disebut dengan molecular sieves. (7) Terahir karena kelimpahannya yang tinggi dipermukaan kulit bumi.

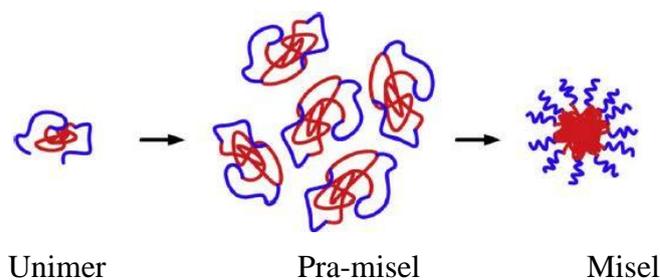
### 2.3 Prekursor

Silika mesopori disintesis dari sumber silika yang disebut sebagai prekursor. Terdapat beberapa jenis sumber silika. Sumber yang paling sering digunakan adalah alkoksida yaitu tetraetilortosilikat (TEOS dengan rumus molekul  $(C_2H_5O)_4Si$ ) atau tetrametilortosilikat (TMOS dengan rumus molekul  $(CH_3O)_4Si$ ). TEOS dan TMOS adalah sumber silika berharga mahal, dan bila

digunakan sebagai sumber silika untuk membentuk silika mesopori akan menghasilkan alkohol sebagai hasil samping (*side product*). Adapun alternatif yang lebih murah sebagai sumber silika adalah natrium silikat ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ), dan apabila digunakan sebagai sumber silika akan menghasilkan ion  $\text{Na}^+$  dan anion lainnya dari asam yang diperlukan pada pembentukan asam silikat. Adanya ion  $\text{Na}^+$  dalam campuran reaksi akan menghalangi gugus Si-OH berinteraksi dengan air, gugus Si-OH yang berinteraksi dengan ion  $\text{Na}^+$  membentuk ion Si-O<sup>-</sup>, selanjutnya akan mempercepat terjadinya polimerisasi silika.

## 2.4 Surfaktan

Surfaktan adalah molekul pengarah dalam pembentukan pori silika. Surfaktan merupakan molekul organik yang memiliki gugus hidrofilik dan hidrofobik. Surfaktan bila dilarutkan dalam air akan membentuk misel (berupa molekul atau ion yang relatif sederhana dan membentuk kerangka yang akan dikelilingi oleh spesies anion anorganik), dalam pembentukan silika mesopori, spesies silika akan menyusun diri pada permukaan misel (berpolimer). Misel sebagai template/cetakan pori pada tahap akhir sintesis (silika mesopori) akan dilepaskan dengan pelarutan atau kalsinasi.



Gambar 2.6. Skematik Representasi Misel yang Nilainya Dipengaruhi Suhu dari Blok Co-polymer PEO-PPO-PEO ( Jia, 2010)

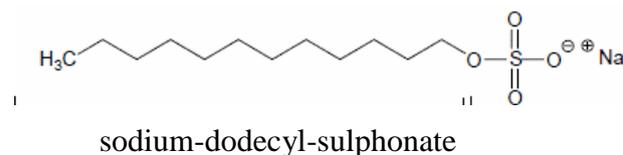
Ada 3 jenis surfaktan, surfaktan kationik, surfaktan anionik dan surfaktan non-ionik.

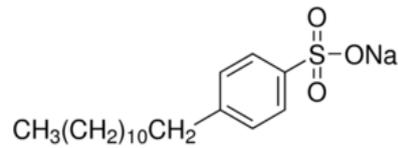
- a) Surfaktan kationik, merupakan surfaktan yang memiliki gugus bermuatan positif, sehingga dapat membentuk hubungan langsung dengan anion dari gugus  $\text{SiO}^-$  dari sumber silika. Namun karena akan menghasilkan gas  $\text{Br}_2$  atau  $\text{Cl}_2$  waktu pelepasan surfaktan saat akhir sintesis silika mesopori, maka surfaktan kationik bersifat beracun. Contoh surfaktan kationik, Cethyltrimethylammonium bromide (CTAB) dan N-Dodecylpyridinium chloride. Cethyltrimethylammonium bromide (CTAB), surfaktan ini bisa digunakan dalam keadaan asam ataupun basa, tetapi sangat mahal (Zhao, 2007).



Gambar 2.7. (a) CTAB dan (b) N-Dodecylpyridinium Chloride Zhao (2007)

- b) Surfaktan Anionik, yaitu cetakan yang memiliki gugus bermuatan negative, sama dengan gugus silikat  $\text{SiO}^-$ . Sehingga tidak bisa digunakan sebagai templat membentuk silika mesopori. Contoh surfaktan anionik, sodium-dodecyl-sulphonate dan sodium-dodecyl-benzene-sulphonate.

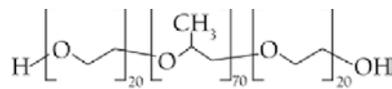
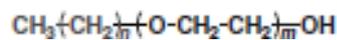




sodium-dodecyl-benzene-sulphonate

Gambar 2.8. Sodium-dodecyl-sulphonate dan Sodium-dodecyl-benzene-sulphonate (Zhao, 2007)

- c) Surfaktan Non-ionik, tersedia dengan bermacam struktur kimia, digunakan secara luas dalam bidang industry, harganya murah, tidak beracun dan *biodegradable*. Surfaktan memiliki sifat fasa yang banyak, nilai CMT yang rendah dan sangat disukai untuk mensintesis padatan mesopori. Contoh surfaktan non-ionik : co-polimer poly(ethylene-oxide)<sub>n</sub>-poly(propylene-oxide)<sub>m</sub>-poly(ethylene-oxide)<sub>n</sub> dan Oligomeric alkyl-ethylene-oxide (Brij).

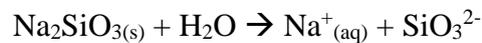
poly(ethylene-oxide)<sub>n</sub>-poly(propylene-oxide)<sub>m</sub>-poly(ethylene-oxide)<sub>n</sub>

Oligomeric alkyl-ethylene-oxide (Brij)

Gambar 2.9. Poly(ethylene-oxide)<sub>n</sub>-poly(propylene-oxide)<sub>m</sub>-poly(ethylene-oxide)<sub>n</sub> (johansson, 2008) dan Oligomeric alkyl-ethylene-oxide (Brij) (Zhao,2007)

## 2.5 Metode Sol-Gel

Metoda sol-gel dipilih karena dapat menghasilkan mesopori silika pada temperatur rendah, dapat mengontrol ukuran mesopori silika yang dihasilkan. Pada prinsipnya metoda sol-gel dimulai dari pembentukan larutan surfaktan dan prekursor, dilanjutkan pembentukan sol, gel, pengendapan dan diakhiri dengan pelepasan surfaktan (ekstraksi, kalsinasi). Proses sol-gel pembentukan sol, gel dan pembentukan padatan berlangsung secara bertahap dengan bantuan garam dan pH larutan pada temperatur rendah (ruang), sehingga ukuran dan morfologi silika mesopori yang dihasilkan lebih homogen (Yu, C., *et al* 2001). Reaksi dasar pelarutan natrium silikat dan hidrolisis silikat membentuk asam silisik sebagai berikut,

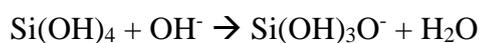


Untuk bisa terjadi polimerisasi silika, maka dengan bantuan katalis asam atau basa akan memprotonasi gugus silanol atau deprotonasi gugus silanol sebagai berikut:

Dalam suasana asam,

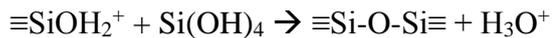


Dalam suasana basa,



Gugus  $\text{SiO}^-$  dan  $\text{Si-OH}_2^+$  yang terbentuk dapat mengalami polimerisasi (kondensasi) sebagai berikut:

Dalam suasana asam,



Dalam suasana basa,



Menurut Kosuge, *et al* (2004) Rasio mol reaktan surfaktan P104 :  $\text{HNO}_3$  :  $\text{H}_2\text{O}$  :  $\text{SiO}_2$  sebesar 0,017 : 5,68 : 1,96 : 1 mol, merupakan kondisi optimum yang ditentukan untuk mensintesis silika mesopori. Pada kondisi pH yang sama ternyata jenis asam akan memengaruhi agregat bulatan silika mesopori yang dihasilkan. Asam yang lebih hidrofilik akan menghasilkan interaksi yang kuat dengan surfaktan non-ionik, seperti untuk surfaktan P104 dengan asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) yang lebih hidrofilik dari pada HCl menghasilkan bulatan silika mesopori bukan agregat silika mesopori.

### **Faktor-faktor yang Mempengaruhi Sintesis Silika Mesopori**

Menurut Sierra, L., & Guth, L. J., (1999) pembentukan silika mesopori dipengaruhi oleh lima faktor utama, yaitu pH campuran dan keberadaan garam, rasio surfaktan / silika, waktu aging dan temperatur kalsinasi.

- a) pH campuran. Jika campuran misel (surfaktan, air, asam) dengan larutan silikat ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ , air) pada pH rendah ( $\text{pH} < 2$ ) akan membentuk asam silisik  $\text{Si}(\text{OH})_4$  dengan gugus Si-OH lebih banyak dikelilingi oleh molekul air sehingga kondensasi akan lambat. Sementara jika pH tinggi akan

terjadi pembentukan gugus  $\text{SiO}^-$ , yang mengurangi gugus  $\text{Si-OH}$  dan mengurangi ikatan hydrogen dengan air, sehingga kondensasi spesies silika cepat terjadi.

- b) Keberadaan Garam. pH rendah dengan keberadaan garam  $\text{NaCl}$  atau ion  $\text{Na}^+$ . Ion  $\text{Na}^+$  akan memutus ikatan hydrogen antara asam silisik dengan air dan membiarkan asam silisik untuk mengalami polimer pada temperatur rendah.
- c) Rasio mol surfaktan / Si. Rasio mol surfaktan / Si tinggi akan membantu pembentukan misel mikro pori.
- d) Waktu *aging*. Waktu *aging* yang lama akan meningkatkan tingkat polimerisasi dan dihasilkan silika mesopori dalam ukuran yang besar.
- e) Temperatur kalsinasi. Temperatur kalsinasi mempunyai dua fungsi: pertama untuk menstabilkan polimer silika yang terbentuk, kedua untuk pengoptimalan pengelaran surfaktan sehingga dihasilkan pori silika yang lebih besar.

Selain medium sintesis, faktor yang mempengaruhi struktur meso yang dihasilkan adalah adanya zat tambahan (zat *additive*) dalam sistem. Campuran surfaktan dengan zat tambahan dapat memberi pengaruh pada morfologi dan ukuran pori atau membuat misel yang bertingkat sesuai dengan spesies silikat yang terikat. Ada dua jenis bahan tambahan untuk memperoleh misel yang bertingkat yaitu bahan tambahan organik dan bahan tambahan anorganik.

- a) Bahan tambahan organik. Untuk memperbesar ukuran pori pada saat pembentukan misel oleh surfaktan ditambahkan senyawa organik non-

polar seperti hexana, sehingga hexana berada pada bagian dalam dari misel. Keberadaan hexana pada bagian dalam misel dalam air akan memperbesar ukuran misel, sekaligus akan memperbesar ukuran pori silika yang dihasilkan. Namun, reaksi harus berlangsung pada temperatur rendah karena hexana memiliki titik didih rendah sekali. Sementara untuk surfaktan yang berbeda akan menghasilkan morfologi pori yang berbeda.

- b) Bahan tambahan anorganik. Penambahan garam anorganik akan mempengaruhi nilai konsentrasi kritik misel (CMC=konsentrasi minimum pembentukan suatu misel oleh suatu surfaktan). Penambahan garam lebih lanjut akan mempercepat kondensasi silika, karena garam dapat menghalangi interaksi antara gugus Si-OH dengan air.

## **2.6 Karakterisasi Senyawa Hasil**

Karakterisasi sampel dilakukan dengan dua pengujian yaitu, XRD dan SEM. Pengujian XRD digunakan untuk melihat difraktogram (pola difraksi sinar-X) suatu padatan kristal. Pengujian SEM digunakan untuk melihat morfologi objek mikroskopis dengan perbesaran yang cukup tinggi.

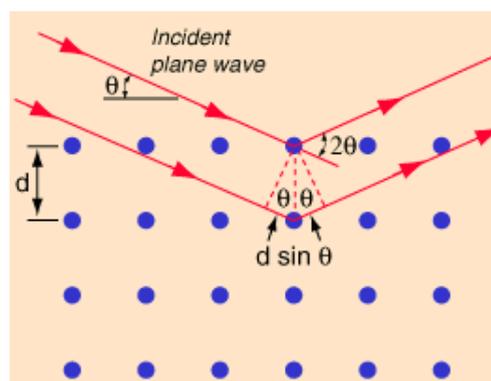
### **2.6.1 Karakterisasi Difraktometer sinar-X (XRD)**

Difraktometer sinar-X adalah suatu alat yang dapat digunakan untuk melihat difraktogram (pola difraksi sinar-X) suatu padatan kristal yang bila diberi sinar-X. Difraktometer sinar-X (XRD) umumnya digunakan sebagai metode mengkarakterisasi struktur kristal suatu materi pada  $2\theta$  10-100 dan juga untuk menentukan ada atau tidaknya pori pada suatu materi. Materi yang

memiliki pori antara 2-50 nm (meso) akan memberikan puncak difraktogram pada  $2\theta$  1-10 dengan pola satu atau dua puncak pada  $2\theta$  1-3 (1, 3/2, 3), diiringi oleh puncak kecil pada  $2\theta$  5-10. Suatu kristal memiliki bidang yang dibentuk oleh atom-atom yang tertata secara teratur. Sinar-X yang mengenai bidang akan didifraksikan dengan sudut tertentu sesuai dengan sudut sinar datang. Setiap padatan yang berstruktur kristal tertentu akan memiliki jarak antar bidang tertentu ( $d$ ) dan sudut difraksi tertentu ( $2\theta$ ). Hubungan panjang gelombang sinar-X yang datang ( $\lambda$ ) pada bidang kristal dengan jarak antar bidang ( $d$ ) dan sudut difraksi ( $\theta$ ), tingkat difraksi ( $n$ ), dapat dijelaskan oleh persamaan Bragg di bawah ini.

$$n\lambda = 2d \sin 2\theta$$

$\lambda$  adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan,  $d$  adalah jarak antara dua bidang kisi,  $\theta$  adalah sudut antara sinar datang dengan bidang normal, dan  $n$  adalah bilangan bulat yang disebut sebagai orde pembiasan.

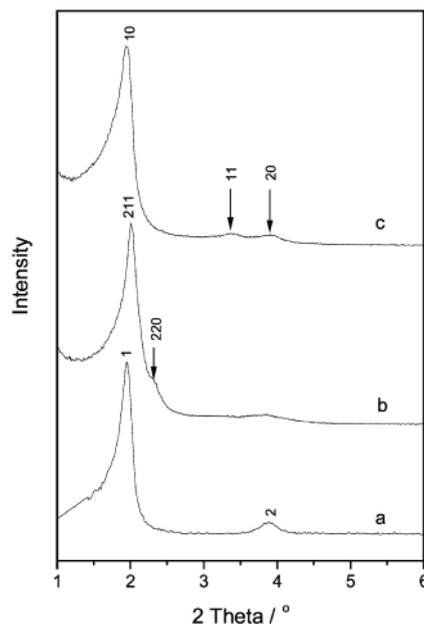


Gambar 2.11. Diagram difraksi Bragg

Berdasarkan persamaan Bragg, jika seberkas sinar-X di jatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal itu akan membiaskan sinar-X yang

memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut. Sinar yang dibiaskan akan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan sebagai sebuah puncak difraksi. Makin banyak bidang kristal yang terdapat dalam sampel, makin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkannya. Tiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi. Puncak-puncak yang didapatkan dari data pengukuran ini kemudian dicocokkan dengan standar difraksi sinar-X untuk hampir semua jenis material. Standar ini disebut JCPDS.

Hasil yang diperoleh dari pengukuran dengan menggunakan instrument Difraktometer sinar-X (XRD) adalah grafik difraktogram. Difraktogram adalah output yang merupakan grafik antara  $2\theta$  (*diffraction angle*) pada sumbu X versus intensitas pada sumbu Y.



Gambar 2.10. Pola XRD dari Silika Mesopori (Gao *et al*, 2006)

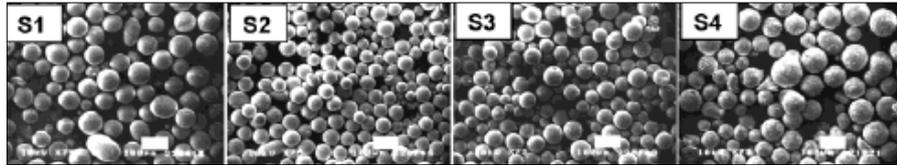
$2\theta$  merupakan sudut antara sinar datang dengan sinar pantul. Sedangkan intensitas merupakan jumlah banyaknya X-Ray yang didifraksikan oleh kisi-kisi kristal yang mungkin. Kisi kristal ini juga tergantung dari kristal itu sendiri. Kisi-kisi ini dibentuk oleh atom-atom penyusun kristal. Jika tidak ada atom-atom yang menyusun suatu bidang kisi pada kristal, maka sinar X yang datang tidak dapat didifraksikan atau dengan kata lain tidak ada kisi tersebut.

### **2.6.2 Karakterisasi Scanning Electron Microscopy (SEM)**

*Scanning electron microscopy* (SEM) merupakan alat karakterisasi yang digunakan untuk melihat objek mikroskopis dengan perbesaran yang cukup tinggi. Signal yang berasal dari interaksi elektron dan sampel akan memberikan informasi tentang morfologi luar (tekstur) sampel. Prinsip kerja dari SEM ini adalah dengan menggambarkan permukaan benda atau material dengan berkas electron yang dipantulkan dengan energi tinggi. Permukaan material yang disinari atau terkena berkas elektron akan memantulkan kembali berkas elektron atau dinamakan berkas elektron sekunder ke segala arah. Tetapi dari semua berkas elektron yang dipantulkan terdapat satu berkas elektron yang dipantulkan dengan intensitas tertinggi.

Detektor yang terdapat di dalam SEM akan mendeteksi berkas elektron berintensitas tertinggi yang dipantulkan oleh benda atau material yang dianalisis. Dapat juga menentukan lokasi berkas elektron yang berintensitas tertinggi. Dengan memanfaatkan berkas pantulan dari sampel maka informasi dapat di ketahui dengan menggunakan program pengolahan citra yang terdapat dalam computer. Gambar di bawah ini merupakan SEM

mikrografik dari beberapa mesopori silika hasil penelitian Kosuge *et al* (2004).



Gambar 2.11. SEM Mikrogafik Beberapa Sampel Hasil Analisis Kosuge *et al* (2004)

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Silika mesopori telah berhasil disintesis menggunakan prekursor natrium silikat dari pasir sungai Nyalo. Rasio mol surfaktan dengan natrium silikat 0,0126 s/d 0,0189. Penambahan NaOH sampai pH=3 dan penambahan NH<sub>4</sub>OH sampai pH=7 dengan 3 tahap pemanasan dan temperatur pemanasan padatan silika menghasilkan silika mesopori dengan bentuk pori yang tidak homogen serta memiliki intensitas yang rendah (karakterisasi XRD).
2. Penambahan NH<sub>4</sub>OH saja pada tahap pembentukan gel (pH=3) dan pada tahap pembentukan padatan silika (pH=7) dengan 2 tahap pemanasan dan temperatur pemanasan padatan silika juga menghasilkan silika mesopori dengan ukuran pori yang tidak homogen, memiliki intensitas yang rendah (karakterisasi XRD) dan morfologi produk yang dihasilkan belum sempurna (karakterisasi SEM)
3. Silika mesopori dengan morfologi bulat sudah mulai terbentuk dari hasil kajian rasio mol P104/SiO<sub>2</sub> (0,0151 mol) dengan pH tetap tanpa penambahan NaOH dan NH<sub>4</sub>OH (sampel OBS10).
4. Silika mesopori dengan ukuran pori yang seragam dalam *range* mesopori terbentuk dari hasil kajian rasio mol P104/SiO<sub>2</sub> dengan penambahan

NH<sub>4</sub>OH sampai pH=3 (pH tetap) selama pembentukan gel dan selama pembentukan padatan silika. Tingkatan temperatur kalsinasi padatan silika mesopori yang bagus yaitu dengan 3 tingkatan temperatur pematangan, pemanasan pertama pada temperatur 110<sup>0</sup>C selama ½ jam, temperatur kedua 300<sup>0</sup>C selama ½ jam dan temperatur kalsinasi 600<sup>0</sup>C selama 1 jam.

## **5.2 Saran**

Agar diperoleh silika mesopori terbaik dengan bentuk pori relatif homogen dan morfologi yang seragam maka perlu dikaji mengenai konsentrasi campuran surfaktan dengan natrium silikat, waktu gelasi, dan temperatur kalsinasi. Karena bentuk silika mesopori juga dipengaruhi oleh surfaktan maka pada penelitian lebih lanjut perlu diteliti konsentrasi surfaktan yang digunakan.

## DAFTAR PUSTAKA

- Aini, S dan Effendi J. 2009. Kajian Penggunaan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  dan  $\text{NaOH}$  pada Pembuatan Sodium Silikat dari Pasir Silika Sungai Nyalo Untuk Bahan Dasar Sintesis Zeolit 4A. Penelitian Hibah Bersaing Perguruan Tinggi. Fakultas MIPA UNP. Sumatera Barat.
- AlOthman, A. Z. 2012. A Review: Fundamental Aspects of Silicate Mesoporous Materials. *Materials* 2012, 5, 2874-2902; doi: 10.3390/ma5122874.
- Barrabino, A. 2011. Synthesis of mesoporous silica particles with control of both pore diameter and particle size. *Master of Science Thesis in Materials and Nanotechnology program*. Department of Chemical and Biological Technology. Division of Applied Surface Chemistry. Chalmers university of technology. Göteborg, Sweden.
- Deabrige and Jean, 1982, Process For the Manufacture of Sodium Silicate, United State Free PatentOnline.com/4336235.
- Firmany, A., R. 2017. Syntesis and characterization of Zeolitic imidazolate framework-8 on mesoporous silica support. Final project. Institut Sepuluh November.
- Foletto, E.L., Gratieri, E., Oliveira, L.H., Jahn, L.S.W., 2006, Conversion of Rice Hull Ash Into Soluble Sodium Silicate, *Mat. Res.* Vol. 9 no. 3, Sao Carlos.
- Gao, C., Qiu, H., Zeng, W., Sakamoto, Y., Terasaki, O., Sakamoto, K., Chen Q., & Che, S. 2006. Formation Mechanism of Anionic Surfactant-Templated Mesoporous Silica. *Chem. Mater.* 2006, 18, 3904-3914.
- Gillet, S.L., 1998, Toward a Silicate-Based Molecular Nanotechnology, Foresight Nanotech Institute.
- Jia, L., Guo, C., Yang, L., Xiang, J., Tang, Y., Liu, C., Liu, H. 2010. Mechanism Of PEO-PPO-PEO Micellization In Aqueous Solutions Studied By two-dimensional Correlation FTIR Spectroscopy. *Journal of Colloid and Interface Science* 345 (2010) 332-337.
- Johansson, E. 2008. Design of Mesoporous Silica Templates for Nanoparticle Growth. Thesis for the degree of Master of Science.
- Kipemboi, P., Fogden, A., Alfredsson, V., and Flodström, K. Triblock copolymers as templates in mesoporous silica formation: Structural dependence on polymer chain length and synthesis temperature. *Langmuir*, 17:5398, 2001.