

**PENGARUH PENAMBAHAN HEXANA PADA KRISTALINITAS
DAN DAYA SERAP SILIKA AMORF**

SKRIPSI

*Diajukan sebagai salah satu persyaratan untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains*



**Oleh:
PERA MEILITA
NIM. 17036029/2017**

**PROGRAM STUDI KIMIA
JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI PADANG
2021**

PERSETUJUAN SKRIPSI

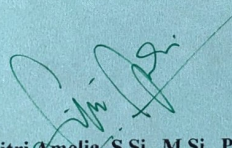
PENGARUH PENAMBAHAN HEXANA PADA KRISTALINITAS DAN DAYA SERAP SILIKA AMORF

Nama : Pera Meilita
NIM : 17036029
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

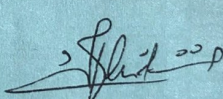
Padang, September 2021

Mengetahui:
Ketua Jurusan

Disetujui oleh:
Dosen Pembimbing



Fitri Amelia, S.Si., M.Si., Ph.D.
NIP. 19800819 200912 2 002



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

PENGESAHAN UJIAN SKRIPSI

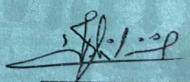
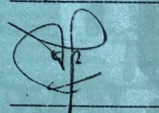
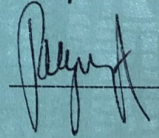
Nama : Pera Meilita
NIM : 17036029
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

PENGARUH PENAMBAHAN HEXANA PADA KRISTALINITAS DAN DAYA SERAP SILIKA AMORF

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

Padang, September 2021

Tim Penguji

	Nama	Tanda tangan
Ketua	: Dra. Syamsi Aini, M.Si., Ph.D.	
Anggota	: Dr. Fajriah Azra, S.Pd., M.Si.	
Anggota	: Dr. Rahadian Zainul, S.Pd., M.Si.	

SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan dibawah ini :

Nama : Pera Meilita
NIM : 17036029
Tempat/Tanggal lahir : Dilam / 15 Mei 1998
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Judul Skripsi : Pengaruh Penambahan Hexana Pada Kistalinitas dan Daya Serap Silika Amorf

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, September 2021
Yang menyatakan



Pera Meilita
NIM : 17036029

Pengaruh Penambahan Hexana Pada Kristalinitas Dan Daya Serap Silika Amorf

Pera Meilita

ABSTRAK

Silika amorf merupakan padatan silika yang disintesis dari reaksi alkali-silika yang dapat digunakan dalam bidang adsorpsi, sensor, bidang kedokteran, sintesis katalis, pemurnian material dan fasa diam untuk kromatografi. Silika amorf pada umumnya disintesis menggunakan TEOS atau TMOS, tetapi prekursor ini relatif mahal serta menghasilkan alkohol sebagai efek samping. Na_2SiO_3 (Natrium Silika) merupakan prekursor silika amorf yang lebih ekonomis dan mudah didapatkan. Bahan dasar yang banyak mengandung silika seperti batu rijang dapat disintesis menjadi Na_2SiO_3 . Biasanya silika amorf disintesis hanya menggunakan prekursor, tetapi pada penelitian ini dilakukan penambahan n-heksana sebagai agen pembesar misel tempat berpolimernya silika, sehingga membuat ukuran kristal meningkat. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh penambahan volume heksana (0 mL, 5 mL, 7 mL, dan 9 mL), yang disimbolkan dengan SM, SMH5, SMH7, dan SMH9 terhadap sintesis silika amorf. Silika amorf disintesis menggunakan metoda sol-gel dengan bahan dasar Na_2SiO_3 dari batu rijang, P104 sebagai surfaktan, HCl sebagai pelarut dan n-heksan sebagai zat aditif pembesar ukuran kristal. Silika amorf dikarakterisasi menggunakan XRD dan analisa daya serapnya secara manual. Hasil pengukuran menggunakan XRD didapatkan Pola difraktogram sinar-x memperlihatkan puncak pada sudut $\text{SM} = 2\theta = 22,29^\circ$ yang memiliki ukuran kristal sebesar 13,19 nm, $\text{SMH5} = 25,33^\circ$ sebesar 13,26 nm, $\text{SMH7} = 22,61^\circ$ sebesar 13,20 nm, dan $\text{SMH9} = 21,81^\circ$ sebesar 13,18 nm, dengan intensitas / kristalinitas tertinggi oleh sampel SMH5. Kristalinitas yang tinggi pada sampel SMH5 didukung juga oleh daya serap air yang tinggi diudara terbuka.

Kata kunci : *Batu Rijang, Natrium Silika, Heksana, Silika Amorf*

Effect of Addition of Hexane on Crystallinity and Absorption of Amorphous Silica

Pera Meilita

ABSTRACT

Amorphous silica is a solid silica synthesized from alkali-silica reaction which can be used in the fields of adsorption, sensors, medicine, catalyst synthesis, material purification and stationary phase for chromatography. Amorphous silica is generally synthesized using TEOS or TMOS, but these precursors are relatively expensive and produce alcohol as a side effect. Na_2SiO_3 (Sodium Silica) is a precursor of amorphous silica which is more economical and easy to obtain. Basic materials that contain a lot of silica such as chert can be synthesized into Na_2SiO_3 . Usually amorphous silica is synthesized using only precursors, but in this study, n-hexane was added as a micellar enlargement agent where the silica was polymerized, thereby increasing the crystal size. The purpose of this study was to determine the effect of adding volumes of hexane (0 mL, 5 mL, 7 mL, and 9 mL), symbolized by SM, SMH5, SMH7, and SMH9 on the synthesis of amorphous silica. Amorphous silica was synthesized using the sol-gel method with the basic ingredients of Na_2SiO_3 from chert, P104 as a surfactant, HCl as a solvent and n-hexane as an additive to increase crystal size. Amorphous silica was characterized using XRD and analyzed its absorption manually. The results of measurements using XRD obtained that the X-ray diffractogram pattern shows a peak at an angle of $\text{SM} = 2\theta = 22.29^\circ$ which has a crystal size of 13.19 nm, $\text{SMH5} = 25.33^\circ$ of 13.26 nm, $\text{SMH7} = 22.61^\circ$ of 13, 20 nm, and $\text{SMH9} = 21.81^\circ$ of 13.18 nm, with the highest intensity / crystallinity by the SMH5 sample. The high crystallinity of the SMH5 sample is also supported by high water absorption in the open air.

Key words : *Chertstone, Sodium Silica, Amorphous Silica*

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 **“Pengaruh Penambahan Heksana Pada Kristalinitas dan Daya serap Silika Amorf”**.

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. selaku pembimbing sekaligus Penasehat Akademik (PA).
2. Ibu Fitri Amelia, M.Si., Ph.D. selaku Ketua Jurusan Kimia, Universitas Negeri Padang.
3. Bapak Budhi Oktavia, S.Si., M.Si., Ph.D. selaku Ketua Program Studi Kimia, Universitas Negeri Padang.
4. Ibu Dr. Fajriah Azra, S.Pd., M.Si. dan Bapak Dr. Rahadian Zainul, S.Pd., M.Si. selaku dosen pembahas.
5. Seluruh Staf Pengajar dan Tenaga Administratif di Jurusan Kimia FMIPA UNP.
6. Laboran Jurusan Kimia FMIPA UNP.
7. Kedua Orang Tua penulis yang merupakan motivator terbesar penulis untuk menyelesaikan skripsi ini.
8. Rekan-rekan seperjuangan mahasiswa/i Kimia'17 yang telah memberikan semangat dan dorongan kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan skripsi ini, masih banyak terdapat kekurangan dan kelemahan yang dimiliki penulis baik itu sistematik penulisan maupun penggunaan bahasa. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran dari berbagai pihak yang bersifat membangun demi penyempurnaan penulisan skripsi ini kedepannya. Atas kritik dan saran yang diberikan penulis mengucapkan terima kasih.

Padang, Agustus 2021

Penulis

DAFTAR ISI

ABSTRAK	Error! Bookmark not defined.
KATA PENGANTAR	iii
DAFTAR ISI	v
DAFTAR TABEL	vii
DAFTAR GAMBAR.....	viii
DAFTAR LAMPIRAN.....	ix
BAB I PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang	1
B. Identifikasi Masalah.....	4
C. Batasan Masalah	4
D. Rumusan Masalah.....	4
E. Tujuan Penelitian	5
F. Manfaat Penelitian	5
BAB II KERANGKA TEORITIS	6
A. Batu Rijang.....	6
B. Silika Mesopori	8
C. Metoda Sol Gel.....	10
D. Surfaktan	12
E. N-heksana.....	14
F. Karakterisasi Senyawa	15
BAB III METODE PENELITIAN	17
A. Waktu dan Tempat Penelitian	17
B. Alat dan Bahan	17
C. Prosedur Penelitian	17
1. Persiapan Sampel.....	17
a. Ekstraksi Silika dari Batu Rijang	17
b. Sintesis Natrium Silikat	18
2. Sintesis Silika Mesopori	18
3. Karakterisasi.....	19
a. X-Ray Diffraction (XRD)	19
b. Analisa Daya Serap.....	19
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	20
A. Pengaruh Heksana Terhadap Sintesis Silika Mesopori	20
B. Daya Serap Silika Mesopori.....	25
BAB V PENUTUP	28
A. Kesimpulan.....	28

B. Saran	28
REFERENSI.....	29

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Komponen Batu Rijang Hasil Uji XRF	6
2. Karakterisasi Batu Rijang.....	7
3. Hasil XRF Ekstraksi Silika dari Batu Rijang	7
4. Ukuran Silika Mesopori Berdasarkan Persamaan <i>Scherrer</i>	24

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Batu Rijang Bukit Karang Putih Indarung	7
2. Bentuk Silika Mesopori (a) Sperik (b) Silinder (c) Lamelar... Error! Bookmark not defined.	
3. Ilustrasi Proses Sol-Gel.	11
4. Surfaktan CTAB.	13
5. Surfaktan Sodium-Dodecyl-Sulphonate.....	13
6. Surfaktan Poly (Ethylene-Oxide)20-Poly(Propylene-Oxide)70-Poly(Ethylene-oxide)20 (P123).....	14
7. Mekanisme Pembentuka Silika Mesopori.....	14
8. Pola XRD Silika Mesopori Pada Sudut Tinggi.	16
9. Ilustrasi Pembentukan Template.....	21
10. Ilustrasi Sintesis Silika Mesopori	22
11. Difraktogram Silika Mesopori Hasil Sintesis.....	24
12. Daya Serap Silika Mesopori Hasil Sintesis	26

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Prosedur Kerja Penelitian.....	32
2. Dokumentasi Penelitian	34
3. Difraktogram XRD Silika Mesopori Hasil Sintesis.....	35
4. Perhitungan Ukuran Partikel	39
5. Perhitungan Daya Serap	42

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Indonesia merupakan negara dengan kekayaan alam yang melimpah, baik material organik maupun anorganik. Salah satu material anorganik tersebut adalah silika (SiO_2). Menurut (Chaironi dkk, 2014), cadangan silika di Indonesia sebesar 82,5%. Silika dapat disintesis menjadi natrium silika (Na_2SiO_3). Natrium silika termasuk bahan dasar pembuatan silika amorf yang lebih ekonomis, dibandingkan dengan TEOS (Tetra Ethyl Orto Silicate) dan TMOS (Tetra Methyl Orto Silicate) karena dapat diperoleh dari alam baik secara organik maupun anorganik. Secara organik silika dapat diperoleh dari abu sekam padi yang telah berhasil disintesis menjadi natrium silika oleh (Shahnani et al., 2018). Secara anorganik dapat diperoleh dari pasir silika dan bebatuan. Aini (2019) telah mensintesis natrium silikat dari pasir silika Sungai Nyalo Pesisir Selatan, dan silika (SiO_2) hasil pemurnian dilebur dengan Na_2CO_3 dan NaOH . Hal yang sama juga dilakukan oleh (Alzain et al., 2019) yang berhasil mensintesis Na_2SiO_3 dari batu *tuff* yang diperoleh juga dilebur dengan Na_2CO_3 dan NaOH .

Selain pasir silika dan batu *tuff*, batu rijang juga dapat digunakan sebagai sumber silika yang banyak di temukan di Sumatera Barat yaitu di Solok, Sawahlunto dan Padang, tepatnya di Bukit Karang Putih Indarung. Di Indarung, Batu Rijang belum dimanfaatkan secara maksimal. Azwar (2020) telah melakukan pemurnian batu rijang menggunakan HNO_3 4M dengan suhu 110°C selama 20 jam, dan silika yang telah murni direaksikan dengan NaOH dan Na_2CO_3 untuk

membentuk natrium silikat. Oleh karena itu dapat dilakukan uji penggunaan Na_2SiO_3 untuk mensintesis silika amorf.

Silika amorf merupakan padatan silika dengan ukuran pori berkisar antara 2-50 nm. Silika mesopori memiliki berbagai mamfaat, baik pada bidang katalis, sensor, pemisahan, adsorpsi, kromatografi dan *drug delivery*. Oleh karena itu, silika mesopori masih terus diteliti, disintesis, dan dikembangkan (Zhou et al., 2012). Silika amorf dapat disintesis dari Natrium Silikat (Na_2SiO_3) dan Tetra Ethyl Orto Silicate (TEOS) atau Tetra Methyl Orto Silicate (TEOS) (Huo et al., 1997). TEOS dan TMOS merupakan prekursor silika amorf yang relatif mahal, sehingga para peneliti mencari sumber lain sebagai alternatif prekursor silika mesopori. Natrium silikat (Na_2SiO_3) dapat digunakan sebagai prekursor pada sintesis silika amorf yang bersifat *nontoxic* dan lebih ekonomis untuk sintesis silika amorf (Spivey, J.J, 2014).

Beberapa peneliti terdahulu telah mensintesis silika amorf dengan bahan dasar Na_2SiO_3 dengan berbagai metode, yaitu metode hidrotermal dan metode sol-gel. Metode hidrotermal dilakukan apabila menggunakan surfaktan kationik dan anionik, sedangkan metode sol- gel menggunakan surfaktan non-ionik. Metode yang dipilih adalah metoda sol-gel karena pada temperatur rendah dapat mensintesis silika mesopori dan menghasilkan partikel yang murni. Kelebihan dari metoda sol-gel adalah kemampuannya menghasilkan lebih homogen dan untuk distribusi ukuran lebih efektif (Vazquez et al., 2017). Silika amorf berbentuk bulat dan homogen bisa didapatkan dengan jumlah rasio mol Na_2SiO_3 /surfaktan (Vazquez et al., 2017), temperatur, dan zat aditif yang terdapat dalam reaksi dapat mempengaruhi morfologi dari silika amorf.

Sintesis material berpori dilakukan dengan penggabungan komponen anorganik dan komponen organik sebagai template berupa surfaktan dan pelarut. Amelia (2013), telah melakukan sintesis silika dari Na_2SiO_3 pasir silika dan surfaktan P104 hanya memiliki memiliki pori 4,2 nm, dan perlu ditingkatkan ukuran porinya. Pelarut non polar seperti kelompok hidrokarbon naftenik (sikloheksana), hidrokarbon alifatik (pentane, heksana, heptana, oktana, dll.) atau hidrokarbon aromatic (1,3,5-triisopropilbenzena, 1,3,5-trietilbenzena) (Song et al., 2016) dapat digunakan untuk memperbesar ukuran misel dari surfaktan non- ionic seperti P104, P123, F127, F108, karena pelarut non polar akan berada pada pusat misel. Pada penelitian ini heksana dipilih sebagai agen pembesaran pori (*swelling agent*) karena heksana salah satu senyawa organik yang bersifat non polar sehingga dapat memperluas inti misel PPO dan bagian rantai PEO dari misel surfaktan non-ionik mengarah ke permukaan misel yang menjadi tempat berpolimernya silika. Pada penelitian ini dilakukan pengujian terhadap ukuran kristal dan daya serap dari silika amorf, disebabkan jika ukuran kristal suatu partikel besar maka partikel akan bersifat amorf (Bahri, 2015), sedangkan jika daya serap suatu partikel makin tinggi maka luas permukaan partikel makin besar (Utomo, 2014).

Berdasarkan uraian diatas, maka penulis akan mempelajari pengaruh penambahan pelarut non polar (agen perbesaran pori/ *swelling agent*) terhadap ukuran kristal dan daya serap silika amorf yang dihasilkan. Skripsi ini diberi judul dengan **“Pengaruh Penambahan Hexana Pada Kristalinitas Dan Daya Serap Silika Amorf”**.

B. Identifikasi Masalah

Berdasarkan latar belakang masalah, dapat diidentifikasi beberapa masalah sebagai berikut:

1. Natrium Silikat dari batu rijang dapat digunakan sebagai bahan dasar sintesis silika amorf. Sehingga batu rijang yang belum dimanfaatkan secara maksimal dapat digunakan.
2. Variabel jumlah Na_2SiO_3 , temperatur kalsinasi, waktu pematangan dan pH campuran telah dilakukan namun penambahan pelarut non polar/agen pembesaran ukuran Kristal dan daya serap, co-surfaktan terhadap ukuran Kristal dan daya serap dalam sintesis silika mesopori belum dilakukan.

C. Batasan Masalah

Adapun yang menjadi batasan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Sumber silika yang digunakan adalah Na_2SiO_3 yang telah disintesis dari batu rijang Indarung, Sumatera Barat.
2. Surfaktan yang digunakan yaitu *Pluronic* 104.
3. Metode yang digunakan yaitu Sol-Gel.
4. Sintesis silika amorf dilakukan dengan penambahan surfaktan P104 0,4 gram dalam variasi pemanbahan kopelarut heksana (0, 5, 7, 9 mL).

D. Rumusan Masalah

1. Bagaimana pengaruh penambahan heksana terhadap ukuran kristal silika amorf menggunakan bahan dasar Na_2SiO_3 yang dihasilkan dari batu rijang dengan metoda sol-gel?

2. Bagaimana pengaruh penambahan heksana terhadap daya serap silika amorf menggunakan bahan dasar Na_2SiO_3 yang dihasilkan dari batu rijang dengan metoda sol-gel?

E. Tujuan Penelitian

1. Untuk mengetahui pengaruh penambahan heksana terhadap ukuran kristal silika amorf menggunakan bahan dasar Na_2SiO_3 yang dihasilkan dari batu rijang dengan metoda sol-gel.
2. Untuk mengetahui pengaruh penambahan heksana terhadap daya serap silika amorf menggunakan bahan dasar Na_2SiO_3 yang dihasilkan dari batu rijang dengan metoda sol-gel.

F. Manfaat Penelitian

1. Mengetahui pengaruh penambahan heksana terhadap kristalinitas silika amorf menggunakan bahan dasar Na_2SiO_3 yang dihasilkan dari batu rijang dengan metoda sol-gel.
2. Mengetahui pengaruh penambahan heksana terhadap daya serap silika amorf menggunakan bahan dasar Na_2SiO_3 yang dihasilkan dari batu rijang dengan metoda sol-gel.

BAB II

KERANGKA TEORITIS

A. Batu Rijang

Oksida silikon yang disebut juga dengan silika mempunyai rumus kimia yaitu SiO_2 , merupakan mineral yang berada di kerak bumi dengan kelimpahan yang banyak. Secara organik silika juga terdapat pada tongkol jagung, *fly ash*, abu sekam padi, dan lainnya. Secara anorganik silika terdapat pada bebatuan seperti batu tuff, batu apung dan batu rijang. Batu apung merupakan batu yang dihasilkan dari kegiatan vulkanik, terbentuk dari gabungan SiO_2 dan Al_2O_3 , serta mineral lainnya (Mourhly et al., 2015).

Berdasarkan hasil uji XRF batu rijang memiliki komponen sebagai berikut:

Tabel 1. Komponen Batu Rijang Hasil Uji XRF (Azwar, 2020).

Komponen	Berat %
SiO_2	79,99
Al_2O_3	12,78
Fe_2O_3	3,12
K_2O	1,39
MgO	1,01
P_2O_5	0,75

Batu rijang banyak ditemukan di Sumatera Barat tepatnya di Solok, Sawah Lunto dan Indarung Padang (Azwar, 2020). Di Indarung, batu rijang belum dimanfaatkan secara maksimal. Batu rijang dipilih karena lebih ekonomis dan persiapan sampelnya lebih mudah dibanding pasir silika yang harus dipisahkan terlebih dahulu dari pengotornya.



Gambar 1. Batu Rijang Bukit Karang Putih Indarung

Tabel 2. Karakterisasi Batu Rijang (Siera et al., 2017).

Karakteristik	Keterangan
Warna	Merah hati, kelabu tua, hitam, coklat tua
Rumus kimia	$\text{SiO}_2 > 80\%$
Kekerasan	6,5 – 8,0 skala mosh
Sistem kristal	Hexagonal
Berat jenis	2.60 g/cm^3
Belahan/pecahan	Tidak sempurna
Kemagnetan	Diamagnetik

Batu rijang terlebih dahulu dimurnikan dengan HNO_3 dan menghasilkan silika (SiO_2) dengan kemurnian 91% yang telah dikerjakan (Azwar, 2020). Hasil ekstraksi dapat dilihat dari tabel uji XRF berikut:

Tabel 3. Hasil XRF Ekstraksi Silika dari Batu Rijang (Azwar, 2020).

Komponen	Berat %
SiO_2	91,04
Al_2O_3	5,48
Fe_2O_3	0,19

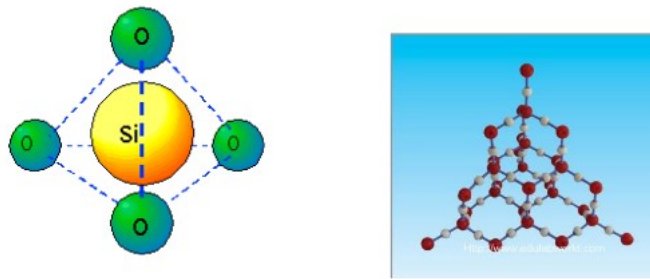
K_2O	0,98
MgO	1,28
P_2O_5	0,58

Pemurnian yang sama juga dilakukan oleh yaitu dengan memurnikan batu *tuff* dengan HNO_3 . Silika (SiO_2) dapat disintesis menjadi natrium silika. Natrium silika merupakan jenis senyawa kimia yang ramah lingkungan dan lebih ekonomis.

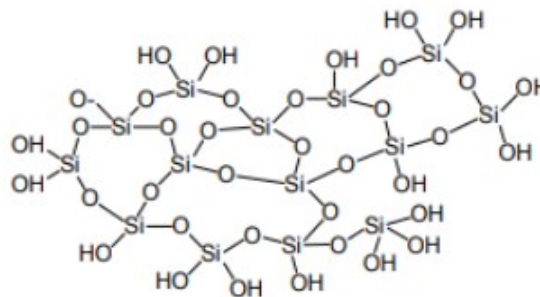
Natrium silika dapat digunakan sebagai bahan dasar pembuatan silika amorf. Menurut (Kosuge et al., 2004) kondisi asam akan mempengaruhi bulatan silika amorf. Asam yang hidrofilik akan menghasilkan interaksi yang kuat dengan surfaktan non-ionik seperti P104.

B. Silika

Silika adalah oksida silika yang tersusun dari rantai satuan SiO_4 tetrahedra dengan formula umum SiO_2 (Forke et al., 2008). Silikon selalu terikat secara tetrahedral kepada empat atom oksigen, namun ikatan-ikatannya mempunyai ikatan yang cukup ionik. Dalam kristobalik, atom-atom silikon ditempatkan seperti halnya atom-atom karbon dengan intan dengan atom-atom oksigen berada ditengah dari setiap pasangan. Susunan tetrahedral SiO_4 pada silika kristalin dan silika gel amorf seperti ditunjukkan pada gambar berikut :



Gambar 2. Susunan Tetrahedral Silika Kristain



Gambar 3. Susunan Tetrahedral Silika (SiO_4) Pada Silika Gel Gmorf

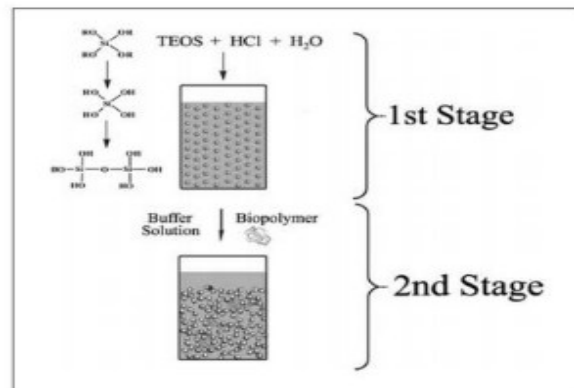
Silika adalah senyawa kimia dengan rumus SiO_2 (*silicon dioxide*) yang dapat diperoleh dari silika mineral, nabati dan sintesis kristal. Silika mineral adalah senyawa yang banyak ditemui dalam bahan tambang/ galian yang berupa mineral seperti pasir kuarsa, granit, dan fletspar yang mengandung kristal-kristal silika (SiO_2) (Bragmann and Goncalves, 2006).

Pada umumnya silika amorf disintesis menggunakan prekursor TEOS (*tetraethylorto silicate*) atau TMOS (*tetramethylorto silicate*). Namun TEOS/TMOS merupakan prekursor silika yang relatif mahal sehingga dicari bahan lain yang relatif murah sebagai alternatif prekursor silika. Natrium Silikat (Na_2SiO_3) dapat digunakan sebagai pengganti prekursor silika amorf bersifat nontoxic dan lebih ekonomis untuk sintesis silika mesopori (Spivey, J.J, 2014). Natrium silikat apabila digunakan sebagai sumber silika akan menghasilkan ion Na^+ dan anion lainnya dari asam yang diperlukan pada pembentukan asam silikat.

Adanya ion Na^+ dalam campuran reaksi akan menghalangi gugus Si-OH berinteraksi dengan air, gugus Si-OH yang berinteraksi dengan ion Na^+ membentuk ion Si-O^- , selanjutnya akan mempercepat terjadinya polimerisasi silika.

C. Metoda Sol Gel

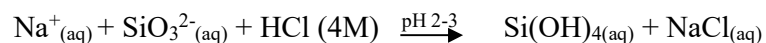
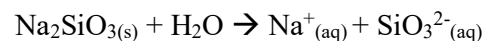
Metoda sol-gel adalah metoda yang banyak digunakan dalam bidang ilmu material dan teknik keramik. Selain metode sol-gel sebutan lain yang biasa digunakan untuk metode ini adalah metode deposisi larutan kimia. Dalam proses sol-gel, dimulai dari pembentukan larutan, kemudian persiapan untuk pertumbuhan jaringan anorganik, yang biasa disebut dengan sol atau suspensi koloid dan proses gelasi sol dimana, proses ini disebut juga dengan gel, yang nantinya pada proses ini terbentuk jaringan fase cair kontinu. Reaksi yang terlibat dalam proses sol-gel didasarkan pada hidrolisis yang diikuti oleh kondensasi alkoksida logam dimana ia sesuai dengan oksidanya dan perbedaan stoikiometri dengan campuran oksidanya. Metoda ini banyak digunakan untuk mensintesis material dengan morfologi yang berbeda (Kumar, Malik and Purohit, 2017). Metode sol-gel melibatkan proses kondensasi dan hidrolisis logam alkoksida (Si(OR)_4) seperti tetraethylorthosilicate (TEOS, $\text{Si (OC}_2\text{H}_5)_4$) dengan adanya basa atau asam mineral (seperti HCl) (Fadhlulloh et al., 2014).



Gambar 4. Ilustrasi Proses Sol-Gel (Fadhlulloh et al., 2014).

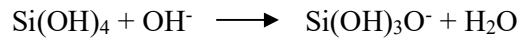
Ada beberapa metoda yang digunakan untuk mensintesis silika mesopori seperti metode hidrotermal dan metode sol-gel. Metoda hidrotermal dilakukan apabila menggunakan surfaktan atau template kationik dan anionik. Pada penelitian ini dipilih metoda sol-gel pada suhu rendah dapat menghasilkan silika mesopori dapat mengontrol ukuran mesopori silika yang dihasilkan. Pada prinsipnya metoda sol-gel dimulai dari pembentukan larutan surfaktan dan prekursor, kemudian 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 yang dihasilkan lebih homogen (Yu et al., 2001).

Reaksi dasar pelarutan sodium silikat dan hidrolisis silikat membentuk asam silika sebagai berikut,



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

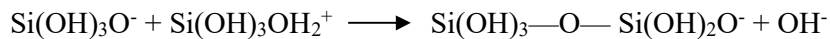
Dalam suasana basa,



Dalam suasana asam,



Gugus SiO^- dan Si-OH_2^+ yang terbentuk dapat mengalami polimerisasi (kondensasi), sebagai berikut,



D. Surfaktan

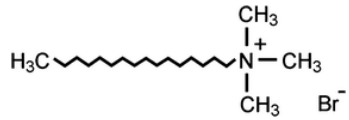
Surfaktan adalah molekul pengarah dalam pembentukan pori silika. Surfaktan memiliki gugus hidrofilik dan hidrofobik yang merupakan molekul organik. Surfaktan atau disebut juga dengan agen pembengkak bila dilarutkan dalam air akan membentuk misel, sementara pada pembentukan silika, spesies silika akan menyusun diri pada permukaan misel (berpolimer) dan misel sebagai template/cetakan pori pada tahap akhir sintesis silika akan dilepaskan dengan pelarutan atau kalsinasi (Zhao, d., & Wan, Y., 2007).

Surfaktan dibagi menjadi beberapa bagian, yaitu sebagai berikut :

1. Surfaktan Kationik.

Surfaktan kationik, merupakan surfaktan yang tersusun atas gugus bermuatan positif, termasuk garam amonium kuaterner alkil (Gao et al., 2006). Sehingga dapat membentuk hubungan langsung dengan anion dari gugus SiO dari sumber silika. Namun karena akan menghasilkan gas Br_2 atau Cl_2 waktu pelepasan surfaktan saat akhir sintesis silika amorf, maka surfaktan kationik bersifat

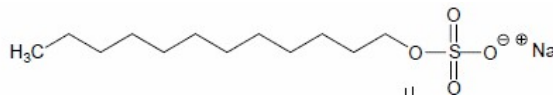
at beracun. Contoh surfaktan kationik, Cethyltrimethylammoni bromide (CTAB) dan N-dodecylpyridinium chloride.



Gambar 5. Surfaktan CTAB (Zhao, 2007).

2. Surfaktan Ionik.

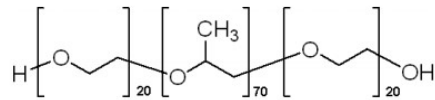
Surfaktan ionik, yaitu surfaktan yang memiliki gugus yang sama bermuatan negatif dengan gugus silika SiO^- , termasuk alkil karboksilat, fosfat, sulfat, sulfonat, dll (Gao et al., 2006), sehingga tidak dapat sebagai templat atau tidak dapat membentuk silika amorf. Contoh surfaktan anionik, Sodium-dodecyl-sulphonate dan sodium dodecylbenzene sulphonate.



Gambar 6. Surfaktan Sodium-Dodecyl-Sulphonate (Zhao, 2007).

3. Surfaktan Non-Ionik.

Surfaktan non-ionik, yaitu surfaktan yang memiliki gugus netral elektrostatik, termasuk ethyloxide/ propyloxide diblock atau triblock copolymers, alkyl polyesters, alkyl amines, dll (Gao et al., 2006). Surfaktan non-ionik terdapat dengan bermacam struktur kimia, digunakan secara luas dalam bidang industri, harga murah, tidak beracun dan biodegradable. Surfaktan non-ionik mempunyai sifat fasa yang banyak, nilai CMT yang rendah dan sangat disukai untuk mensintesis padatan mesopori. Contoh surfaktan non-ionik, co-polimer poly(ethylene-oxide) $_n$ -poly(propylene-oxide) $_m$ -poly(ethylene oxide) $_n$ dan Oligomeric alkyl-ethylene oxide (Brij).

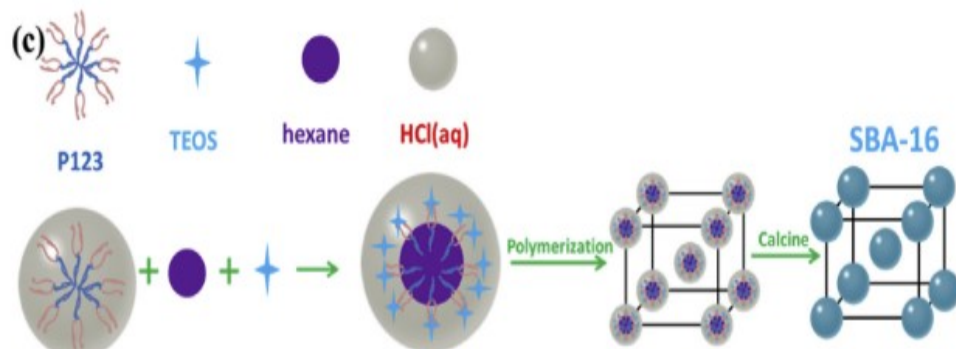


Gambar 7. Surfaktan Poly (Ethylene-Oxide)20-Poly(Propylene-Oxide)70-Poly(Ethylene-oxide)20 (P123) (Johansson et al., 2008).

Morfologi silika yang dihasilkan bergantung pada jenis template yang digunakan. Template adalah misel yang dibuat oleh susunan surfaktan dalam suatu pelarut. Contohnya pada surfaktan non-ionik P123 dalam pelarut air. Menurut (Ganguly et al., 2007) bentuk misel dari surfaktan P123 dalam air ditentukan oleh konsentrasi surfaktan dan keberadaan garam dalam larutan.

E. N-heksana

Pelarut yang baik adalah pelarut yang tidak merusak residu, titik didih rendah, harga relatif lebih murah dan tidak berbahaya. Pelarut non polar seperti kelompok hidrokarbon neptanik (sikloheksana), hidrokarbon alipatik (pentana, heksana, heptana, oktana, dll), atau hidrokarbon aromatik (1,3,5-triisopropilbenena, 1,3,5-trietilbenzena dapat digunakan untuk memperbesar ukuran misel dari surfaktan non-ionik seperti P104, P123, F127, F108, karena pelarut non polar akan berada pada pusat misel.



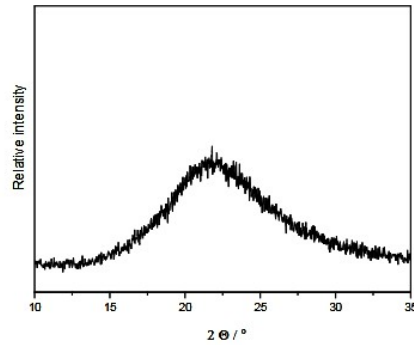
Gambar 8. Mekanisme Pembentuka Silika Mesopori(Song et al., 2016).

Heksana dapat menembus kedalam inti dari misel untuk memperbesar ukuran partikel. Dalam mekanismenya heksana ditambahkan kedalam larutan asam dan surfaktan contohnya P123 akan diinduksikan untuk membentuk misel kompleks yang besar, kemudian heksana dan prekursor (TEOS) ditambahkan secara perlahan kedalam larutan tersebut. Larutan dipertahankan dengan pengadukan, menghasilkan misel kompleks (heksana/P123), dimana heksana sebagai agen pembengkak dan dapat memperluas inti misel, dengan rantai EO misel P123 menarik oligomer silika kationik dan mengkatalisis polimerisasi silika untuk membentuk misel silikat. Misel berinteraksi satu sama lain dan merakit diri dan dilanjutkan untuk membangun unit kubik pusat tubuh. Bentuk dan ukuran misel ditentukan oleh gaya elektrostatis tolakan kepala surfaktan (Lindlar et al., 2001). Sedangkan tegangan permukaan mencoba meminimalkan luas permukaan dan dari gugus kepala kationik dan penggabungan dari rantai hidrokarbon mengarah pada pembentukan misel silinder.

F. Karakterisasi Senyawa

Karakterisasi sampel di uji dengan menggunakan instrumen X-Ray Diffraction (XRD). Dimana XRD berguna untuk melihat bentuk struktur dari suatu material (Hayati, 2015). Pada umumnya XRD berguna untuk mengkarakterisasi suatu kristal materi pada 2θ 10-100 serta untuk menentukan ada atau tidaknya pori dari materi tersebut. Suatu materi yang memiliki ukuran pori antara 2-50 nm (meso) memberikan puncak difraktogram pada 2θ 1-10 dengan pola satu atau dua puncak pada 2θ 1-3, yang diiringi dengan puncak kecil pada 2θ 5-10.

Instrumen XRD menghasilkan data dengan bentuk grafik difraktogram. Difraktogram ini merupakan data berbentuk grafik antara 2θ pada sumbu X dan intensitas pada sumbu Y.



Gambar 9. Pola XRD Silika Pada Sudut Tinggi (Musić et al., 2011).

BAB V

PENUTUP

A. Kesimpulan

1. Volume n-Heksana yang cocok untuk mensintesis silika amorf pada penelitian ini adalah 5 mL, karena volume 5 mL merupakan ukuran silika amorf terbesar. Jika ditambahkan lagi volume heksana ukuran silika amorf jadi kecil.
2. Daya serap silika amorf paling besar terdapat pada variasi penambahan n-Heksana sebanyak 5 mL, karena ukuran silika amorf pada variasi ini besar.

B. Saran

Saran untuk peneliti selanjutnya :

1. Melakukan penelitian dengan menggunakan karakterisasi SEM.
2. Mengkarakterisasi ukuran pori menggunakan BET.
3. Mensintesis silika amorf dengan menggunakan agen pembesar pori dengan jenis lain.

REFERENSI

- Alzain, M. I., Aini, S., & Santika, R. (2019). *Potential of Na₂SiO₃ was Synthesized from Tuff Stones as Precursor Synthesis Mesoporous Silica Potensi Na₂SiO₃ yang Disintesis dari Batu Tuff sebagai Bahan Dasar Sintesis Silika Mesopori Abstract — Mesoporous silica was synthesized using sodium sili.* 8(1), 6–8.
- Bahri, S. (2015). Sintesis dan Karakterisasi Zeolit X dari Abu Vulkanik Gunung Kelud dengan Variasi Rasio Molar Si/Al menggunakan Metode Sol-Gel. *Skripsi*, 22–24.
- Chaironi dkk. (2014). Pengaruh Variasi Temperatur Kalsinasi Pada Struktur Silika. *Jurnal Sains Dan Seni POMITS*, 3(1), 4–7. http://ejurnal.its.ac.id/index.php/sains_seni/article/view/5563
- Dipowardhani, B. T., Sriatun, & Taslimah. (2008). Sintesis Silika Kristalin Menggunakan Surfaktan Cetiltrimetilamonium Bromida (CTAB) dan Trimetilamonium. *Jurnal Kimia Sains Dan Aplikasi*, 11(1), 20–28.
- Fadhlulloh, M. A., Rahman, T., Nandiyanto, A. B. D., & Mudzakir, A. (2014). Review Tentang Sintesis SiO₂ Nanopartikel. *Jurnal Integrasi Proses*, 5(1), 30–45. <http://jurnal.untirta.ac.id/index.php/jip/article/view/33/23>
- Ganguly, R., Aswal, V. K., & Hassan, P. A. (2007). Room temperature sphere-to-rod growth and gelation of PEO-PPO-PEO triblock copolymers in aqueous salt solutions. *Journal of Colloid and Interface Science*, 315(2), 693–700. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2007.07.026>
- 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. In *Chemistry of Materials* (Vol. 18, Issue 16). <https://doi.org/10.1021/cm061107+>
- Giraldo, L. F., López, B. L., Pérez, L., Urrego, S., Sierra, L., & Mesa, M. (2007). Mesoporous silica applications. *Macromolecular Symposia*, 258, 129–141. <https://doi.org/10.1002/masy.200751215>
- Hamid, A., Pembimbing, D., Magister, P., Keahlian, B., Anorganik, K., Kimia, J., Matematika, F., Ilmu, D. A. N., & Alam, P. (2015). *Sintesis Zsm-5 Mesopori Dari Kaolin Dan Silika Koloid Dengan Dua Tahap Kristalisasi : Pengaruh Suhu Dan Waktu Synthesis of Mesoporous Zsm-5 From Kaolin and Colloidal Silica With Two Step Crystallization : Influence of Temperature and Aging Time.*
- Hayati, R., & -, A. (2015). Sintesis Nanopartikel Silika Dari Pasir Pantai Purus Padang Sumatera Barat Dengan Metode Kopresipitasi. *Jurnal Fisika Unand*, 4(3), 282–287.
- Huo, Q., Feng, J., Schüth, F., & Stucky, G. D. (1997). Preparation of Hard Mesoporous Silica Spheres. *Chemistry of Materials*, 9(1), 14–17. <https://doi.org/10.1021/cm960464p>
- Ismail, A., Husaini, M., & Bakar, A. (2019). *Advanced Engineering for Processes and Technologies* (Vol. 102). <http://link.springer.com/10.1007/978-3-030-05621-6>
- Johansson, E., Odén, M., & Karlsteen, M. (2008). Design Of Mesoporous Silica Templates For Nanoparticle Growth. *DESIGN OF MESOPOROUS SILICA TEMPLATES FOR NANOPARTICLE GROWTH Emma Johansson*

Supervisor, 71.

- Juliani, N. K. A., Purwaningsih, H., Susanti, D., & Pratiwi, V. M. (2018). Analisa Pengaruh Variasi Leaching dan Penambahan Template Terhadap Pembentukan Hollow Mesoporous Silika Nanopartikel. In *Jurnal Teknik ITS* (Vol. 7, Issue 1). <https://doi.org/10.12962/j23373539.v7i1.28324>
- Kallfaß, C., Hoch, C., Schier, H., Simon, A., & Schubert, H. (2010). The transition metal-rich orthophosphate arrojadite with special structural features. *Zeitschrift Fur Naturforschung - Section B Journal of Chemical Sciences*, 65(12), 1427–1433. <https://doi.org/10.1515/znb-2010-1203>
- Kosuge, K., Kikukawa, N., & Takemori, M. (2004). One-step preparation of porous silica spheres from sodium silicate using triblock copolymer templating. *Chemistry of Materials*, 16(21), 4181–4186. <https://doi.org/10.1021/cm0400177>
- Kruk, M. (2012). Access to ultralarge-pore ordered mesoporous materials through selection of surfactant/swelling-agent micellar templates. *Accounts of Chemical Research*, 45(10), 1678–1687. <https://doi.org/10.1021/ar200343s>
- Lindlar, B., Kogelbauer, A., J. Kooyman, P., & Prins, R. (2001). Synthesis of large pore silica with a narrow pore size distribution. *Microporous and Mesoporous Materials*, 44–45, 89–94. [https://doi.org/10.1016/S1387-1811\(01\)00172-X](https://doi.org/10.1016/S1387-1811(01)00172-X)
- Mourhly, A., Khachani, M., El Hamidi, A., Kacimi, M., Halim, M., & Arsalane, S. (2015). The synthesis and characterization of low-cost mesoporous silica SiO₂ from local pumice rock. *Nanomaterials and Nanotechnology*, 5. <https://doi.org/10.5772/62033>
- Musić, S., Filipović-Vinceković, N., & Sekovanić, L. (2011). Precipitation of amorphous SiO₂ particles and their properties. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, 28(1), 89–94. <https://doi.org/10.1590/S0104-66322011000100011>
- Nooney, R. I., Thirunavukkarasu, D., Yimei, C., Josephs, R., & Ostafin, A. E. (2002). Synthesis of nanoscale mesoporous silica spheres with controlled particle size. *Chemistry of Materials*, 14(11), 4721–4728. <https://doi.org/10.1021/cm0204371>
- Rohaeti, E. (2009). Karakterisasi Biodegradasi Polimer. *Prosiiding Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan Dan Penerapan MIPA*, 47, 248–257.
- Setiadji, S., Wahyuni, A. S., Suhendar, D., Sundari, C. D. D., & Ivansyah, A. L. (2019). Pemanfaatan Rumpuk Gajah sebagai Sumber Silika untuk Sintesis Zeolit T. *Al-Kimiya*, 4(2), 51–60. <https://doi.org/10.15575/ak.v4i2.5085>
- Shahnani, M., Mohebbi, M., Mehdi, A., Ghassempour, A., & Aboul-Enein, H. Y. (2018). Silica microspheres from rice husk: A good opportunity for chromatography stationary phase. *Industrial Crops and Products*, 121(April), 236–240. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2018.05.023>
- Shan, W., Wang, W., & Ru, H. (2015). Siliceous mesocellular foams modified via a partitioned cooperative self-assembly process using hexane as pore swelling agent. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 425, 183–189. <https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2015.06.007>
- Sierra, L., Lopez, B., & Guth, J. L. (2000). Preparation of mesoporous silica particles with controlled morphology from sodium silicate solutions and a non-ionic surfactant at pH values between 2 and 6. *Microporous and*

- Mesoporous Materials*, 39(3), 519–527. [https://doi.org/10.1016/S1387-1811\(00\)00227-4](https://doi.org/10.1016/S1387-1811(00)00227-4)
- Sistem, A., Batu, P., Xrd, M., & Literatur, K. (2017). *Analisis Sistem Kristal dan Unsur serta Topografi Permukaan Batu Api dengan Metode XRD dan SEM-EDS*. 19, 1–4.
- Song, S., Zhou, X., Duan, A., Zhao, Z., Chi, K., Zhang, M., Jiang, G., Liu, J., Li, J., & Wang, X. (2016). Synthesis of mesoporous silica material with ultra-large pore sizes and the HDS performance of dibenzothiophene. *Microporous and Mesoporous Materials*, 226, 510–521. <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2016.01.034>
- Utomo, S. (2014). Effect of Activation Time and Particle Size on Absorption of Active Carbon from Cassava Skin with NaOH Activator. *Prosiding SEMNASTEK Fakultas Teknik Universitas Muhammadiyah Jakarta*, November, 1–4.
- Vazquez, N. I., Gonzalez, Z., Ferrari, B., & Castro, Y. (2017). Synthesis of mesoporous silica nanoparticles by sol-gel as nanocontainer for future drug delivery applications. *Boletin de La Sociedad Espanola de Ceramica y Vidrio*, 56(3), 139–145. <https://doi.org/10.1016/j.bsecv.2017.03.002>
- Zhou, Y. Y., Li, X. xuan, & Chen, Z. xing. (2012). Rapid synthesis of well-ordered mesoporous silica from sodium silicate. *Powder Technology*, 226, 239–245. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2012.04.054>