

**Pengaruh pH Campuran dan Waktu Pematangan Terhadap Ukuran  
Partikel dalam Sintesis Silika Mesopori dengan Metoda Sol-Gel**

**Skripsi**

*Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar Sarjana  
Sains*



Oleh:

**PUTRI AYU ARIPTI**

**16036098/2016**

**PROGRAM STUDI KIMIA**

**JURUSAN KIMIA**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**

**UNIVERSITAS NEGERI PADANG**

**2018**

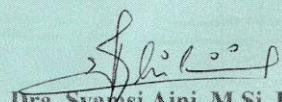
**PERSETUJUAN SKRIPSI**

**PENGARUH PH CAMPURAN DAN WAKTU PEMATANGAN  
TERHADAP UKURAN PARTIKEL DALAM SINTESIS SILIKA  
MESOPORI DENGAN METODA SOL-GEL**

Nama : Putri Ayu Aripti  
NIM : 16036098  
Program Studi : Kimia  
Jurusan : Kimia  
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

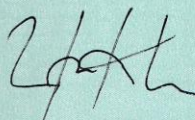
Padang, Juli 2018

Pembimbing I



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

Pembimbing II



Umar Kalmar Nizar, M.Si, Ph. D  
NIP. 19770311 200312 1 003



## HALAMAN PENGESAHAN LULUS UJIAN SKRIPSI

Dinyatakan lulus setelah dipertahankan didepan Tim Penguji Skripsi  
Program Studi Kimia  
Jurusan Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Negeri Padang

Judul : Pengaruh pH Campuran dan Waktu Pematangan terhadap  
Ukuran Partikel dalam Sintesis Silika Mesopori dengan  
Metoda Sol-gel

Nama : Putri Ayu Aripti

NIM : 16036098

Program Studi : Kimia

Jurusan : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, Juli 2018

### Tim Penguji

Nama

TandaTangan

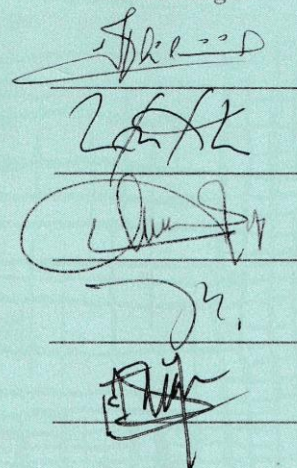
1. Ketua : Dra. Syamsi Aini, M.Si, Ph. D

2. Sekretaris : Umar Kalmar Nizar, M.Si, Ph. D

3. Anggota : Ananda Putra, M.Si, Ph. D

4. Anggota : Budhi Oktavia, M.Si, Ph. D

5. Anggota : Drs. Bahrizal, M.Si





### SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Putri Ayu Aripti  
TM/NIM : 2016/16036098  
Tempat/Tanggal Lahir : Lubuk Linggau / 02 Juli 1995  
Program Studi : Kimia  
Jurusan : Kimia  
Fakultas : MIPA  
Alamat : Jl. Pasundan Kel. Triwikaton, Kec. Tugumulyo Kab.  
Musi Rawas Provinsi Sumatera Selatan  
No.HP/Telepon : 085273750857  
Judul Skripsi : Pengaruh pH Campuran dan Waktu Pematangan  
terhadap Ukuran Partikel dalam Sintesis Silika  
Mesopori dengan Metoda Sol-gel

Dengan ini saya menyatakan bahwa :

1. Karya tulis/ skripsi ini adalah hasil dan belum pernah diajukan untuk memperoleh gelar akademi (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 daftar pustaka.
4. Karya tulis/ skripsi ini sah apabila telah ditandatangan **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, Juli 2018

Yang membuat pernyataan,



Putri Ayu Aripti

NIM : 16036098

## ABSTRAK

### **Putri Ayu Aripti (2018) : Pengaruh pH Campuran dan Waktu Pematangan terhadap Ukuran Partikel dalam Sintesis Silika Mesopori dengan Metoda Sol-gel**

Silika mesopori telah berhasil disintesis dari  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  yang berasal dari pasir silika. Silika mesopori merupakan padatan silika yang memiliki pori yang besar dari zeolit, yaitu antara 2-50 nm. Silika mesopori telah diaplikasikan dalam berbagai bidang, seperti fasa diam untuk kromatografi, material penguat polimer, pendukung enzim dalam biomedis, pengimmobilisasi nanopartikel logam/oksida logam dalam sintesis katalis heterogen dan lain-lain. Sintesis silika mesopori dilakukan menggunakan metoda sol-gel karena dapat menghasilkan silika mesopori pada temperatur rendah, dapat mengontrol ukuran silika mesopori yang dihasilkan. Kondisi optimum pH campuran dan waktu pematangan dilakukan untuk menghasilkan produk silika yang memiliki ukuran partikel besar dan morfologi yang seragam (beraturan). Pada hasil penelitian ini didapatkan data yang menunjukkan kondisi pH optimum yaitu pada pH campuran 5 dan waktu pematangan 6 jam. Dimana produk silika yang dihasilkan pada kondisi optimum tersebut memiliki ukuran partikel yang besar yaitu dengan ukuran 124,6 nm dan ukuran 105,4308 nm serta morfologi silika yang saling terpisah satu sama lain.

Kata kunci : Silika Mesopori, Metoda Sol-gel, pH Campuran, Waktu Pematangan

## 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 pH Campuran dan Waktu Pematangan terhadap Ukuran Pori dalam Sintesis Silika Mesopori 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 Syamsi Aini sebagai pembimbing I dalam penulisan skripsi sekaligus sebagai Penasehat Akademik (PA).
2. Bapak Umar Kalmar Nizar sebagai pembimbing II dalam penulisan skripsi ini.
3. Bapak Ananda Putra, Bapak Budhi Oktavia dan Bapak Bahrizal sebagai Penguji dan Pemberi Saran dalam Ujian Skripsi.
4. Bapak Mawardi sebagai Ketua Jurusan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengerahuan Alam.
5. Bapak Harry Sanjaya sebagai Ketua Prodi Kimia.
6. Kedua Orang Tua penulis yang merupakan motivator terbesar penulis untuk menyelesaikan proposal ini.
7. Staff Dosen dan Laboran Kimia Universitas Negeri Padang.
8. Teman-teman kimia 2014 dan 2016 yang telah memberikan semangat dan dorongan selama pembuatan skripsi ini.

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, Juli 2018

Penulis

## DAFTAR ISI

|                                                              |            |
|--------------------------------------------------------------|------------|
| <b>ABSTRAK</b>                                               |            |
| <b>KATA PENGANTAR .....</b>                                  | <b>I</b>   |
| <b>DAFTAR ISI .....</b>                                      | <b>Ii</b>  |
| <b>DAFTAR GAMBAR .....</b>                                   | <b>Iii</b> |
| <b>DAFTAR LAMPIRAN .....</b>                                 | <b>V</b>   |
| <b>BAB I PENDAHULUAN .....</b>                               | <b>1</b>   |
| 1.1 Latar Belakang Masalah .....                             | 1          |
| 1.2 Identifikasi Masalah .....                               | 4          |
| 1.3 Batasan Masalah.....                                     | 4          |
| 1.4 Rumusan Masalah.....                                     | 5          |
| 1.5 Tujuan Penulisan .....                                   | 5          |
| 1.6 Manfaat Penulisan .....                                  | 5          |
| <b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA .....</b>                         | <b>6</b>   |
| 2.1 Mesopori Silika .....                                    | 6          |
| 2.2 Surfaktan.....                                           | 8          |
| 2.3 Metoda Sol-Gel .....                                     | 12         |
| 2.4 Karakterisasi Senyawa Hasil .....                        | 16         |
| 2.4.2 Karakterisasi X-Ray Diffraction (XRD) .....            | 16         |
| 2.4.3 Karakterisasi Scanning Electron Microscopy (SEM) ..... | 19         |
| <b>BAB III METODE PENELITIAN .....</b>                       | <b>22</b>  |
| 3.1 Waktu dan Tempat penelitian .....                        | 22         |
| 3.2 Alat dan Bahan .....                                     | 22         |
| 3.2.1 Alat.....                                              | 22         |
| 3.2.2 Bahan.....                                             | 22         |
| 3.3 Prosedur Penelitian .....                                | 23         |
| 3.4.1 Persiapan Sampel Pasir .....                           | 23         |
| 3.4.2 Preparasi Sampel Sodium Silikat .....                  | 23         |
| 3.4.3 Sintesis Bulatan Silika Mesopori .....                 | 23         |
| <b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....</b>                      | <b>23</b>  |
| <b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....</b>                       | <b>23</b>  |

|                             |           |
|-----------------------------|-----------|
| 5.1 Kesimpulan.....         | 23        |
| 5.2 Saran.....              | 23        |
| <b>DAFTAR PUSTAKA .....</b> | <b>25</b> |
| <b>LAMPIRAN .....</b>       | <b>28</b> |



## DAFTAR GAMBAR

| Gambar                                                                         | Halaman |
|--------------------------------------------------------------------------------|---------|
| 2.1. Struktur SBA-15.....                                                      | 8       |
| 2.2. CTAB dan N-Dodecylpyridinium choloride.....                               | 10      |
| 2.3. Sodium-dodecyl-sulphonate dan sodium-dodecyl-benzene-<br>sulphonate ..... | 11      |
| 2.4. Struktur P123 dan Brij .....                                              | 11      |
| 2.5. Pola XRD dari silika mesopori .....                                       | 18      |
| 2.6. SEM Mikrografik Beberapa Sampel Hasil Analisis Kosuge <i>et al....</i>    | 20      |
| 4.1. Difraktogram XRD Silika Mesopori Variasi pH Campuran.....                 |         |
| 4.2. Analisa SEM Silika Mesopori Variasi pH Campuran.....                      |         |
| 4.3. Difraktogram XRD Silika Mesopori Variasi Waktu Pematangan...              |         |
| 4.4. Analisa SEM Silika Mesopori Variasi Waktu Pematangan.....                 |         |

## DAFTAR LAMPIRAN

| Lampiran                                                  | Halaman |
|-----------------------------------------------------------|---------|
| 1. Sintesis Silika Mesopori Variasi pH Campuran.....      | 35      |
| 2. Sintesis Silika Mesopori Variasi Waktu Pematangan..... |         |
| 3. Grafik XRD Silika Mesopori.....                        |         |
| 4. Perhitungan Ukuran Partikel.....                       |         |

## BAB I

### PENDAHULUAN

#### 1.1 Latar Belakang Masalah

Sumber daya alam anorganik dan organik seperti pasir silika, pasir besi, sawit, kelapa dan remah-rempah banyak terdapat di provinsi Sumatera Barat. Khusus untuk cadangan pasir silika ada sebanyak 82,5%. Pasir besi terdapat pada empat daerah yaitu: Pariaman dan Agam yang sudah dieksploitasi, sedangkan di Pasaman Barat dan Pesisir Selatan belum dieksploitasi (Aini, S. 2017). Semua sumber daya alam ini perlu diteliti, ditingkatkan kualitas dan harga jualnya untuk mencapai rencana pembangunan otonomi pada tingkat daerah.

Empat bahan dasar utama yang digunakan untuk mensintesis silika mesopori diantaranya adalah silika (precursor), surfaktan, pelarut dan aditif. Sumber silika yang banyak digunakan adalah tetraethylortosilikat, tetramethylorthosilikat dan sodium silikat (TEOS, TMOS,  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ). TEOS dan TMOS adalah sumber silika berharga mahal dan bila digunakan sebagai sumber silika untuk membentuk mesopori silika akan menghasilkan alkohol sebagai hasil samping (*side product*). Sementara  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  merupakan sumber silika yang murah dan apabila digunakan sebagai sumber silika akan menghasilkan ion  $\text{Na}^+$  dan anion lainnya dari asam yang diperlukan pada pembentukan asam silika. Adanya ion  $\text{Na}^+$  dalam campuran reaksi akan menghalangi gugus Si-OH berinteraksi dengan air, berinteraksi



dengan ion  $\text{Na}^+$  membentuk gugus  $\text{Si-O-}$ , selanjutnya akan mempercepat terjadinya polimerisasi silika.

Silika mesopori merupakan padatan silika yang memiliki pori yang besar dari zeolit, yaitu antara 2-50 nm. Silika mesopori dapat disintesis dari sodium silikat atau alkoksida silika (TMOS, TEOS) [Yano, K. And Y. Fukushima (2004), Huo, Q., et al/ (1997)]. Silika mesopori telah diaplikasikan dalam berbagai bidang, seperti fasa diam untuk kromatografi, material penguat polimer, pendukung enzim dalam biomedis, pengimmobilisasi nanopartikel logam/oksida logam dalam sintesis katalis heterogen dan lain-lain (Giraldo, L. F., et al. 2007, Lai. C. Y. 2013).

Sintesis silika mesopori menggunakan sumber silika  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  komersial telah dilakukan oleh Sieara dan Kosuge (1999), sementara  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  dapat dibuat dari bahan alam yang melimpah di daerah Sumatera Barat.  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  komersial memiliki rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  berbeda dengan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  sintesis dari bahan alam.  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  berbeda memerlukan kondisi reaksi berbeda untuk sintesis mesopori silika. Untuk itu perlu diteliti penggunaan sumber Si yang tersedia di daerah dengan metoda sintesis yang lebih cocok dan lebih ekonomis. Karena sodium silikat yang dihasilkan dari pasir silika mempunyai rasio mol  $\text{SiO}_2$  dengan  $\text{Na}_2\text{O}$  0,58, berbeda dengan sodium silikat komersial 3,21 yang digunakan oleh Kosuge, K., et al (2004).

Sintesis mesopori silika dimulai dengan menggunakan sodium silikat yang telah disintesis dari pasir silika daerah oleh Aini, S (2008). Sodium silikat disintesis dari pasir silika menggunakan campuran  $\text{NaOH}$

dengan penurunan titik lebur  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , sehingga reaksi pembentukan sodium silikat berlangsung pada temperatur  $300^\circ\text{C}$ . Kedua penggunaan sodium silikat sebagai sumber Si tidak akan menghasilkan side product yang berbahaya seperti alkohol (ROH) yang dihasilkan oleh sumber silika TMOS (Spivey, J. J. 2014).

Ada beberapa metoda untuk sintesis silika mesopori, masing-masing metoda memiliki kelebihan dan kekurangan. Sintesis silika mesopori dilakukan menggunakan metoda sol-gel. Metoda sol-gel dipilih karena dapat menghasilkan silika mesopori pada temperatur rendah, dapat mengontrol ukuran silika mesopori yang dihasilkan. Metoda sol-gel yaitu, metoda yang dimulai dengan pembuatan larutan sodium silikat dalam air, pembentukan emulsi surfaktan nonionik dalam air, tahap kedua pembentukan sol silikat dan gel polymeric silika dan tahap ketiga pembentukan padatan silika mesopori pada temperatur rendah.

Menurut Sieara, L., & Guth, L., J., (1999) pembentukan silika mesopori dipengaruhi oleh empat faktor utama, yaitu pH campuran, rasio surfaktan/silika, waktu pematangan dan temperatur kalsinasi. Penelitian mengenai pengaruh temperatur kalsinasi dan rasio mol surfaktan/silika yang telah dilakukan didapat temperatur kalsinasi optimum pada suhu  $600^\circ\text{C}$  dan rasio mol 10 gram  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  dilarutkan dalam 50 mL aquadest lalu ditambahkan ke 4 gram surfaktan P104 yang telah dilarutkan dalam 160 mL  $\text{HNO}_3$  namun produk silika yang dihasilkan morfologinya masih belum beraturan dan ukuran partikelnya masih kecil (Aini, S. 2017). Maka dilanjutkan penelitian mengenai pengaruh waktu pematangan dan pH

campuran. Secara teoritis, waktu pematangan yang lama akan meningkatkan tingkat polimerisasi dan dihasilkan mesopori silika dalam ukuran partikel yang besar. Pada pH campuran optimum akan terjadi pembentukan gugus SiO-, mengurangi gugus Si-OH dan mengurangi ikatan hidrogen dengan air hingga kondensasi spesies silika cepat terjadi.

Berdasarkan uraian diatas, maka penulis mempelajari pengaruh waktu pematangan dan pH campuran yang dapat mempengaruhi ukuran partikel silika mesopori yang dihasilkan. Penelitian ini diberi judul dengan **“Pengaruh pH Campuran dan Waktu Pematangan terhadap Ukuran Partikel dalam Sintesis Silika Mesopori dengan Metoda Sol-Gel”**.

## 1.2 Identifikasi Masalah

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

1. Sodium silikat dari pasir silika dapat digunakan sebagai bahan dasar sintesis silika mesopori. Namun, silika mesopori dengan ukuran partikel dan morfologi yang diinginkan masih memerlukan kajian beberapa variabel seperti waktu pematangan, pH campuran dan *co solvent*.
2. Variabel rasio surfaktan/SiO<sub>2</sub> dan temperatur kalsinasi telah dilakukan namun bentuk morfologi dan ukuran partikel yang didapat belum beraturan.

### 1.3 Batasan Masalah

Adapun yang menjadi batasan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Sumber silika yang digunakan adalah  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  yang telah disintesis dari pasir silika Sungai Nyalo, Sumatera Barat.
2. Sintesis silika mesopori dilakukan pada variasi pH campuran dan variasi waktu pematangan.

### 1.4 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang masalah, maka perumusan masalah dalam penelitian ini adalah “Berapa waktu pematangan dan pH campuran yang optimum dalam sintesis silika mesopori dengan metoda sol-gel?”

### 1.5 Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah, maka penelitian ini bertujuan untuk:

1. Menentukan kondisi optimum pH campuran terhadap ukuran partikel dan morfologi produk silika dalam sintesis silika mesopori dengan metoda sol-gel.
2. Menentukan lama waktu pematangan optimum terhadap ukuran partikel dan morfologi yang digunakan untuk mensintesis silika mesopori.

### 1.6 Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi dan sumbangsih ilmu pengetahuan terutama di bidang anorganik dalam mensintesis silika mesopori dari  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  sintesis (bukan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$

komersial) dengan cara yang efektif serta efisien dan dapat dijadikan referensi bagi sumber penelitian selanjutnya.



## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 Silika Mesopori**

Silika mesopori adalah oksida silika ( $\text{SiO}_2$ ) yang merupakan pori dengan ukuran dalam range 2-50 nm dengan bermacam morfologi yang dibentuk oleh polikondensasi spesies silika Si-O-Si (Zhao & Wa, 2007). Selain itu klasifikasi ukuran pori yang lain adalah nanopori, dimana memiliki ukuran pori dalam range 1-100 nm. Oleh karena itu, semua material dengan pori 2-50 nm disebut juga dengan material nanopori.

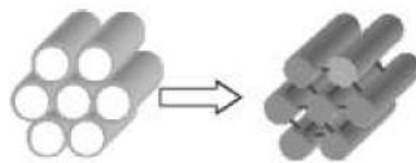
Empat bahan dasar utama yang digunakan untuk mensintesis silika mesopori diantaranya adalah sumber silika (precursor), surfaktan, pelarut dan aditif. Sumber silika yang banyak digunakan adalah tetraethylortosilikat, tetramethylorthosilikat dan sodium silikat (TEOS, TMOS,  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ). TEOS dan TMOS adalah sumber silika berharga mahal dan bila digunakan sebagai sumber silika untuk membentuk mesopori silika akan menghasilkan alkohol sebagai hasil samping (side product). Sementara  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  merupakan sumber silika yang murah dan apabila digunakan sebagai sumber silika akan menghasilkan ion  $\text{Na}^+$  dan anion lainnya dari asam yang diperlukan pada pembentukan asam silika. Adanya ion  $\text{Na}^+$  dalam campuran reaksi akan menghalangi gugus Si-OH berinteraksi dengan air, berinteraksi dengan ion  $\text{Na}^+$  membentuk gugus Si-O-, selanjutnya akan mempercepat terjadinya polimerisasi silika.

Penerapan nanopartikel silika sebagai pengisi dalam pembuatan nanokomposit polimer telah menarik banyak perhatian, karena meningkatnya permintaan bahan baru dengan sifat termal, mekanik, fisik, dan kimia yang lebih baik. Perkembangan terakhir dalam sintesis monodispersi, distribusi nanopartikel ukuran sempit dengan metode sol-gel memberikan dorongan signifikan terhadap perkembangan nano komposit silika-polimer (Rahman & Vejaya, 2012).

Ada banyak minat dalam pemanfaatan partikel nano silika mesopori yaitu kromatografi, pemolesan permukaan, katalisis, implan medis, dan pemberian obat. Sintesis mesopori silika melalui mekanisme perakitan sendiri di mana sifat fisik, kimia dan struktural partikel nano dikendalikan oleh rasio reaktan dan kondisi eksperimental. Sebagai contoh, sintesis morfologi partikel yang berbeda hanya dengan memilih sodium hidroksida di atas amonium hidroksida. Sintesis nanopartikel menggunakan templat bermuatan dan netral yang menunjukkan bahwa penambahan partikel menghasilkan lebih banyak partikel bulat. Kontrol ukuran nanopartikel baru-baru ini dicapai dengan menyesuaikan konsentrasi relatif katalis basa, dan dalam penelitian terpisah, hal itu dicapai dengan pendinginan pengencangan dan netralisasi bahan yang tidak bereaksi setelah waktu reaksi yang sangat singkat (Robert et al, 2002). Mesopori silika pertama kali disintesis oleh Yanagisawa et al, dengan mereaksikan kanemite dengan klorida alkyltrimethylammonium.

Silika mesopori pertama yang dibuat dengan kopolimer triblock amphiphilic dilaporkan terjadi pada tahun 1998. Bahan-bahan ini disebut

SBA-X dimana SBA merupakan singkatan dari Santa Barbara Amorf dan X mewakili sebuah angka sehingga mis. SBA-15 mewakili struktur heksagonal 2 dimensi, SBA-12 struktur heksagonal 3 dimensi dan SBA-11 memiliki struktur kubik. SBA-15 adalah bahan yang sangat populer karena memungkinkan untuk digunakan dalam berbagai kondisi dan cukup mudah untuk mengontrol ukuran pori dengan penggunaan zat pembengkakan (Johanson, 2016).



Gambar 2.1 Struktur SBA-15 (Johanssons, 2008)

Silika mesopori dengan bentuk tertentu seperti spiral, gyroid, toroidal, bentuk seperti disk dan sferoidal telah disintesis oleh Yang et al. Silika mesopori seperti batang juga telah disintesis oleh Han et al. dengan mengambil surfaktan campuran CTAB dan CTACl sebagai templat dan natrium silikat sebagai sumber silika. Penulis yang sama juga menguji efek sonikasi pada persiapan dan karakterisasi silika mesopori yang dipesan dan bola silika mesopori berongga. Bidang silika memiliki aplikasi potensial dalam pelepasan terkontrol zat seperti obat-obatan, kosmetik, pewarna dan tinta, untuk perlindungan makromolekul aktif biologis dan untuk pembuangan bahan buangan (Das et al, 2007).

Pertama kali diyakini bahwa silika mesopori berbentuk bola yang sama akan diproduksi dengan mudah, namun sebagian besar bola yang

dihasilkan belum berbentuk partikel monodispersi yang sama. Bidang mesopori pada orde 100  $\mu\text{m}$  sangat diinginkan untuk aplikasi industri seperti proses katalitik, pemisahan, dan adsorpsi karena dapat dengan mudah dimasukkan ke dalam kolom reaktor yang ada, atau kolom tetap dan fluidisasi di berbagai sistem reaksi. Namun, diameter hampir semua produk konvensional sampai saat ini kurang dari ca. 10  $\mu\text{m}$  kecuali beberapa contoh. Selain itu, sebagian besar produk konvensional memerlukan waktu reaksi 1-3 hari, tambahan aditif seperti surfaktan dan pelarut, dan perlakuan hidrotermal dalam persiapannya. Dalam semua kasus yang dijelaskan di atas, silikon alkoksida, prekursor silika organik mahal digunakan (Kosuge et al, 2004)

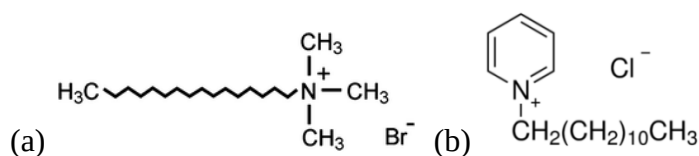
Silika mesopori menawarkan alternatif baru dalam aplikasi industri dengan fakta bahwa mereka bertahan pada area permukaan yang lebih tinggi dan mesoporositas terorganisir yang mampu menjebak rantai polimer. Akibatnya, interaksi polimer / silika yang lebih tinggi dapat diperoleh. mark et al. melaporkan pembuatan komposit silika mesopori poli (etilen oksida) / MCM-41 mesopori dan mereka ditemukan daripada setelah menekan campuran fisik pada suhu 100°C transisi pelelehan polimer telah lenyap daripada efek lebih terlihat jelas untuk polimer dengan berat molekul rendah (Giraldo et al, 2007)

## **2.2 Surfaktan**

Surfaktan adalah molekul pengarah dalam pembentukan pori silika. Surfaktan memiliki gugus hidrofilik dan hidrofobik yang merupakan molekul organik. Surfaktan bila dilarutkan dalam air akan membentuk

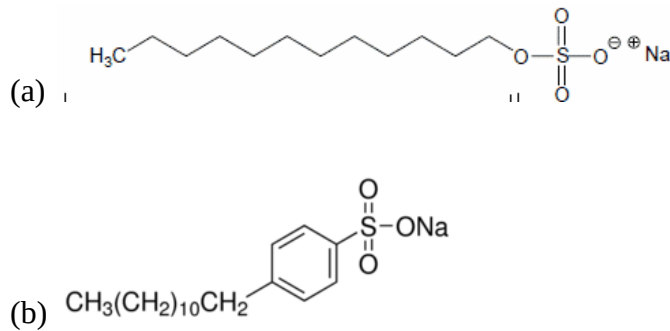
misel, sementara pada pembentukan silika mesopori, spesies silika akan menyusun diri pada permukaan misel (berpolimer) dan misel sebagai template/cetakan pori pada tahap akhir sintesis silika mesopori akan dilepaskan dengan pelarutan atau kalsinasi. Ada tiga jenis surfaktan yang sering digunakan dan dijual untuk mensintesis pori silika, seperti contoh di bawah ini (Zhao, d., & Wan, Y., 2007):

a) Surfaktan kationik, merupakan surfaktan yang memiliki gugus bermuatan positif, hingga dapat membentuk hubungan langsung dengan anion dari gugus SiO dari sumber silika. Namun karena akan menghasilkan gas Br<sub>2</sub> atau Cl<sub>2</sub> waktu pelepasan surfaktan saat akhir sintesis silika mesopori, maka surfaktan kationik bersifat beracun. Contoh surfaktan kationik, Cethyltrimethylammonium bromide (CTAB) dan N-dodecylpyridinium chloride.



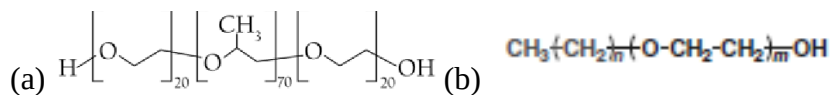
Gambar 2.2 (a) CTAB dan (b) N-Dodecylpyridinium chloride Zhao (2007)

b) Surfaktan Anionik, yaitu surfaktan yang memiliki gugus yang sama bermuatan negatif dengan gugus silika SiO<sup>-</sup>, hingga tidak dapat sebagai templat atau tidak dapat membentuk silika mesopori. Contoh surfaktan anionik, Sodium-dodecyl-sulphonate dan sodium dodecylbenzene sulphonate.



Gambar 2.3 (a) Sodium-dodecyl-sulphonate dan (b) sodium-dodecyl-benzene-sulphonate (Zhao, 2007)

c) Surfaktan Non-ionik tersedia dengan bermacam struktur kimia, digunakan secara luas dalam bidang industri, harga murah, tidak beracun dan biodegradable. Surfaktan non-ionik 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).



Gambar 2.4 (a) poly(ethylene-oxide)<sub>n</sub>-poly(propylene-oxide)<sub>m</sub>-poly(ethylene-oxide)<sub>n</sub> (johansson, 2008) dan (b) Oligomeric alkyl-ethylene-oxide (Brij) (Zhao,2007)

Morfologi silika yang dihasilkan bergantung pada bentuk templat yang digunakan. Templat merupakan misel yang dibuat oleh susunan surfaktan dalam suatu pelarut. Seperti surfaktan non-ionik P123, yaitu blok co-polimer polyethylene-oxide-polypropylene-oxide-poly (ethylene oxide) dengan singkatan [(EO)<sub>20</sub>(PO)<sub>70</sub>(EO)<sub>20</sub>] dalam pelarut air. Menurut

Ganguly, R., (2007) bentuk misel dari surfaktan P123 dalam air ditentukan oleh surfaktan dan keberadaan garam dalam larutan. Pada konsentrasi sedang surfaktan P123 akan membentuk misel bola sementara pada konsentrasi tinggi dan keberadaan garam NaCl membentuk batang. Pada konsentrasi surfaktan lebih tinggi lagi maka surfaktan menyusun diri membentuk lamellar.

Untuk membuat surfaktan membentuk misel harus ada jumlah minimum dari larutan tersebut. Ini disebut konsentrasi micelle kritis, CMC. CMC bergantung pada suhu dan untuk P123 CMC adalah 0,4 g/L pada 22°C dan 0,04 g/L pada 30°C. Penting untuk diketahui bahwa jumlah surfaktan yang lebih tinggi daripada konsentrasi misel kritis hanya akan membentuk lebih banyak dan tidak ada misel yang lebih besar (Johanson, 2016).

### **2.3 Metoda Sol-gel**

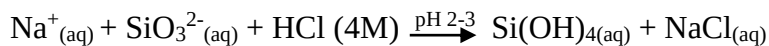
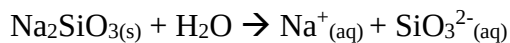
Silika mesopori ditinjau dari segi proses sintesis merupakan oksida silika yang disintesis dengan keberadaan surfaktan sebagai templat untuk polikondensasi spesies silisik dari sumber silika berupa TEOS/TMOS atau  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ . Ada beberapa metoda yang dapat digunakan untuk mensintesis silika mesopori dari precursor TEOS/TMOS,  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  dan surfaktan sebagai templat mesopori silika. Metoda yang paling umum digunakan adalah metoda sol-gel dan metoda hidrotermal. Metoda hidrotermal dilakukan bila menggunakan templat kation dan anion, sementara metoda sol-gel pada temperatur ruang digunakan bila memakai templat non-ionik



dan dengan keberadaan garam. Sementara metoda sonokimia, dan metoda spray drying dilakukan dengan tujuan berturut-turut untuk membuat larutan awal lebih homogen dan proses pengeringan/kondensasi berjalan lebih cepat.

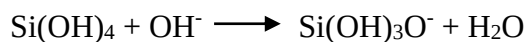
Pada prinsipnya metoda sol-gel dimulai dari pembentukan larutan surfaktan dan precursor, dilanjutkan pembentukan sol, gel, pengendapan dan diakhiri dengan pelepasan surfaktan. Namun pada metoda hidrotermal tahap pembentukan gel dan kondensasi dibantu oleh suhu sampai temperatur 180°C. Sementara, pada proses sol-gel pembentukan sol, gel dan pembentukan padatan berlangsung secara bertahap dengan bantuan garam dan pH larutan pada temperatur rendah (ruang), hingga ukuran dan morfologi silika mesopori yang dihasilkan lebih homogen.

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

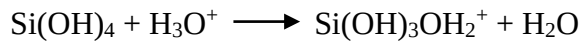


Untuk bisa terjadi polimerisasi silika, maka dengan bantuan katalis asam atau basa akan memprotonasi gugus silanol atau deprotonasi gugus silanol sebagai berikut.

Dalam suasana basa,



Dalam suasana asam,



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



Pada metoda hidrotermal, proses pemanasan dipercaya meneruskan proses kondensasi silika pada lapisan lebih luar dari permukaan surfaktan yang utama. Hal ini dibuktikan oleh Yu, Q., et al. (2012), bahwa pendinginan yang dilakukan dengan air kran setelah proses hidrotermal akan menghasilkan bulatan silika mesopori berukuran kecil, dibanding dengan pendinginan dibiarkan sampai temperatur kamar. Sementara metoda sol-gel proses pada temperatur kamar dengan keberadaan garam dapat menghasilkan mesopori silika dengan bentuk dan ukuran yang homogen (Yu, C., et al., 2001).

Sementara menurut Sieara, L., & Guth, L., J., (1999) pembentukan silika mesopori dipengaruhi oleh lima faktor utama, yaitu pH campuran dan keberadaan garam, rasio surfaktan/silika, waktu pematangan dan temperatur kalsinasi, sebagai berikut:

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

pembentukan gugus SiO-, mengurangi gugus Si-OH dan mengurangi ikatan hydrogen dengan air, hingga kondensasi spesies silika cepat terjadi.

2) Rasio mol surfaktan/Si, pada rasio mol surfaktan/Si tinggi akan membantu pembentukan misel dan menghindari pembentukan silika mikro pori sementara.

3) Waktu pematangan, pada waktu pematangan yang lama akan meningkatkan tingkat polimerisasi dan dihasilkan mesopori silika dalam ukuran besar.

4) Temperatur kalsinasi, temperatur kalsinasi mempunyai dua fungsi, pertama untuk menstabilkan polimer silika yang terbentuk, kedua mengoptimalkan pengeluaran surfaktan hingga dihasilkan pori silika yang lebih besar.

Menurut Kasuge, et al., (2004) Rasio mol reaktan surfaktan P104 :  $\text{HNO}_3$  :  $\text{H}_2\text{O}$  :  $\text{SiO}_2$  sebesar 0,017 : 5,68 : 196 : 1 mol, merupakan kondisi optimum yang ditemukan untuk mensintesis silika mesopori. Pada kondisi pH yang sama ternyata jenis asam akan mempengaruhi agregat bulatan silika mesopori yang dihasilkan. Asam yang lebih hidrofilik akan menghasilkan interaksi yang kuat dengan surfaktan nonionik, seperti untuk surfaktan P104 dengan asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) yang lebih hidrofilik daripada HCl menghasilkan bulatan silika mesopori bukan agregat silika mesopori. Jumlah surfaktan P104 sebesar 0,017 menunjukkan bahwa konsentrasi ini diatas CMC P104 dalam air sebanyak 0,04 gram/liter pada temperatur

sampai 30°C. Sementara pada temperatur lebih tinggi akan memberikan CMC lebih rendah lagi yaitu 0,004 gram/liter.

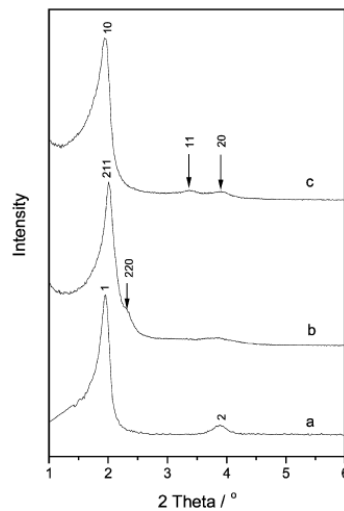
## **2.4 Karakterisasi Senyawa Hasil**

Karakterisasi sampel dilakukan dengan tiga pengujian yaitu XRD, SEM dan BET. Pengujian XRD digunakan untuk melihat difraktogram (pola difraksi sinar-X) suatu padatan kristal dan untuk melihat keberadaan pori pada sudut  $2\theta$  kecil 1 s/d 10. Pengujian SEM digunakan untuk melihat morfologi objek mikroskopis dengan perbesaran yang cukup tinggi dan data luas permukaan untuk parameter struktur yang berkaitan dengan pori yaitu ukuran mikro dan meso dikarakterisasi menggunakan pengukuran isoterma adsorpsi-desorpsi nitrogen (BET).

### **2.4.1 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.

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.



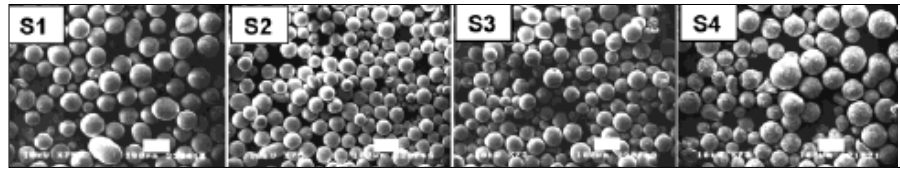
Gambar 2.5. Pola XRD dari silika mesopori yang disintesis dengan C16Vas (Gao *et al*, 2006)

$2\theta$  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.

### 2.4.2 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 silika mesopori hasil penelitian Kosuge *et al* (2004).



Gambar 2.6. 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. pH campuran optimum dalam mensintesis silika mesopori adalah pada pH 5 yang menghasilkan silika mesopori dengan ukuran partikel besar dan bentuk morfologi silika yang sedikit mulai terpisah.
2. Waktu pematangan optimum dalam mensintesis silika mesopori adalah 6 jam menghasilkan silika mesopori dengan ukuran partikel besar dan bentuk morfologi silika yang terpisah satu sama lain.

#### **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. Karena bentuk silika mesopori juga dipengaruhi oleh surfaktan maka pada penelitian lebih lanjut perlu diteliti konsentrasi surfaktan yang digunakan.



## DAFTAR PUSTAKA

- Aini, S., Azra F., dan Nizar, U., K., 2017. Sintesis dan Karakterisasi  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  Terimmobilisasi Silika Mesopori Berbasis *Green Chemistry* sebagai Katalis Heterogen untuk Penguraian *Azo-Dye*. Penelitian Unggulan Perguruan Tinggi. Fakultas MIPA UNP. Sumatera Barat.
- 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.
- 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..
- Essien, E., R., Olaniyi, O., A., Adams, L., A., Shaibu. R., O., (2011). "Highly Porous Silica Network Prepared from Sodium Metasilicate." *Journal of Metals, Materials and Minerals*, **21**(2). 7-12.
- Ganguly, R., et al. (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.
- 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.
- Giraldo, L., F., et al. (2007). "Mesoporous Silica Applications." *Macromolecular Symposia* **258**(1): 129-141
- Huo, Q., et al. (1997). "Preparation of Hard Mesoporous Silica Spheres." *Chemistry of Materials* **9**(1): 14-17