

Pengaruh Waktu *Aging* Terhadap Kristalinitas dan Ukuran Partikel Silika Mesopori

Fila Delvia, Syamsi Aini*

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Padang

Jln Prof. Dr. Hamka air Tawar Padang, Indonesia Telp. 0751 7057420

*syamsiaini@fmipa.unp.ac.id

Abstract — Mesoporous silika with a pore diameter of 2-50 nm can be used in various fields such as adsorption, sensor, medicine, immobilization of metal nanoparticles in catalyst synthesis and stationary phase for chromatography. Mesoporous silika synthesis was carried out by using sodium silicate from rijang stone West Sumatera. Mesoporous silica was synthesized by using the sol-gel method. Synthesis was carried out to determine the effect of aging time (24 hours and 48 hours) on the crystallinity and particle size of mesoporous silica. Mesoporous silica was characterized using XRD (X-Ray Diffraction) to see the crystallinity of the silica and the crystal size of the resulting sample. The result of XRD data measurement showed that the peaks appeared at a high angle of $2\theta=23^\circ$, a large mesoporous silica particle size and high crystallinity were obtained at 24 hours of aging.

Keywords — Rijang Stone, Sodium Silicate, Mesoporous Silica

I. PENGANTAR

Indonesia memiliki sumber daya alam yang sangat melimpah meliputi minyak bumi, gas alam dan bahan-bahan mineral lainnya. Salah satu mineral yang melimpah di alam ialah silika (SiO_2). Silika dapat disintesis menjadi natrium silikat (Na_2SiO_3). Natrium silikat termasuk bahan dasar pembuatan silika mesopori yang lebih ekonomis dan dapat diperoleh dari alam. Berbagai penelitian telah dilakukan, seperti sintesis silika mesopori dari sumber silika abu sekam padi⁽¹⁾, pasir silika⁽²⁾, dan batu apung⁽³⁾. Alzain telah berhasil mensintesis silika mesopori dari natrium silikat batu tuff dengan surfaktan P104⁽⁴⁾. Sumber silika yang lain ialah batu rijang. Batu rijang mengandung SiO_2 sekitar 79%. Azwar telah berhasil melakukan pemurnian batu rijang menggunakan HNO_3 4M, silika yang telah murni direaksikan dengan NaOH dan Na_2CO_3 untuk membentuk natrium silikat (Na_2SiO_3)⁽⁵⁾. Oleh karena itu, dilakukan uji penggunaan Na_2SiO_3 untuk mensintesis silika mesopori.

Kajian tentang sintesis silika mesopori dari natrium silikat yang berbeda telah banyak digunakan. Sumber silika yang berbeda dan kondisi optimum untuk mensintesis natrium silikat juga berbeda maka diperkirakan kondisi untuk sintesis silika mesopori juga berbeda. Silika mesopori ialah padatan silika dengan diameter pori yaitu antara 2-50 nm. Silika mesopori dapat digunakan dalam berbagai bidang seperti adsorpsi, sensor, pemurnian material⁽⁶⁾ dan juga dapat dimodifikasi lebih lanjut sebagai fasa diam pada HPLC⁽¹⁾.

Metode sol-gel ialah metode yang paling umum digunakan untuk mensintesis silika mesopori karena dapat menghasilkan silika mesopori dengan kemurnian dan

homogenitas tinggi, pada suhu rendah serta ukuran partikelnya dapat dikontrol⁽⁷⁾. Pembentukan silika mesopori dipengaruhi oleh beberapa faktor seperti pH campuran, rasio mol natrium silikat/surfaktan, waktu pematangan (*aging*) dan suhu kalsinasi⁽⁸⁾. Menurut Zhou sintesis silika mesopori dari natrium silika dalam medium asam, dapat membantu menghasilkan struktur mesopori yang teratur⁽⁶⁾. Sintesis silika mesopori dari natrium silika dalam medium asam juga dilakukan oleh Sierra bahwa penggunaan pH yang baik untuk sintesis silika mesopori ialah 4,2-5 jika pH lebih tinggi atau lebih rendah dapat terjadi pembatasan pembentukan larutan anion silikat menjadi polikondensasi⁽⁹⁾.

Dalam penelitian ini, silika mesopori disintesis dari natrium silikat batu rijang dengan variasi waktu *aging* (24 jam dan 48 jam). Sintesis silika mesopori dari prekursor berbeda memerlukan kondisi reaksi yang berbeda pula karena memiliki struktur dan rasio mol berbeda dari yang komersial⁽¹⁰⁾.

II. METODE PENELITIAN

A. Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini ialah magnetic stirrer, spin bar, erlenmeyer 500 mL, gelas kimia 250 mL, labu ukur 1000 mL, bola hisap, gelas ukur, oven, *furnace*, dan XRD.

B. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian kali ini ialah Na_2SiO_3 dari batu rijang, aquades, HCl 2M, surfaktan P104.

C. Sintesis silika mesopori

Sintesis silika mesopori dilakukan dengan memodifikasi metode yang telah dilakukan oleh Shahnani sebagai berikut : (1) 4 gram Na_2SiO_3 dilarutkan dalam 10 mL aquades, (2) 0,4 gram surfaktan nonionik P104 dilarutkan dalam 50 mL HCl, (3) Larutan pertama dimasukkan kedalam larutan kedua sambil diaduk selama 20 menit dengan kecepatan 250 rpm, (4) Larutan dipanaskan semalaman pada suhu 75°C , (5) Pisahkan padatan yang terbentuk dengan dicuci menggunakan aquades, (6) Keringkan pada suhu 80° selama (24 jam dan 48 jam), (7) Padatan yang terbentuk dikalsinasi pada suhu 550° selama 5 jam untuk mengeluarkan zat organik/surfaktan pembentuk pori silika.

D. Karakterisasi senyawa hasil

Silika mesopori diidentifikasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) yang memberikan data-data difraksi suatu bahan yang digunakan berupa data intensitas sinar-X pada sudut $2\Theta=10^\circ-80^\circ$ dan perhitungan ukuran partikel menggunakan rumus *scherrer*.

III. PEMBAHASAN

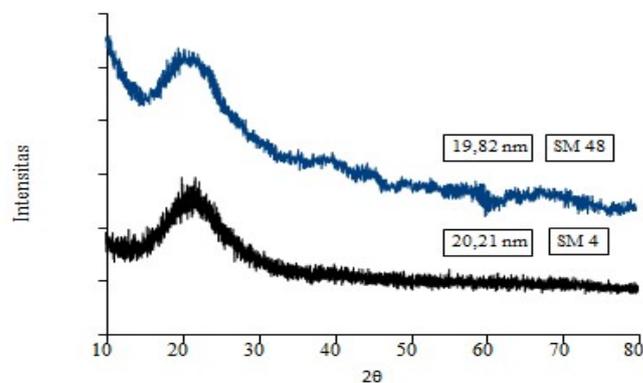
A. Sintesis silika mesopori

Silika mesopori disintesis dari pencampuran natrium silikat sebagai prekursor dan surfaktan P104 sebagai pencetak pori dengan menggunakan metode sol-gel. Sintesis silika mesopori dilakukan dengan empat tahap yaitu : hidrolisis, kondensasi, *aging* dan kalsinasi. Tahap hidrolisis diawali dengan pencampuran larutan natrium silikat (Na_2SiO_3) kedalam larutan surfaktan tetes demi tetes sampai menjadi sol (larutan putih keruh). Selanjutnya tahap kondensasi yaitu perubahan dari sol menjadi gel, ditandai dengan bereaksinya gugus hidroksil dengan silikat untuk membuat suatu rantai polimer Si-O-Si dengan melepaskan molekul air (H_2O). Polimer tersebut akan berhubungan dengan misel-misel surfaktan untuk membentuk inti kristal⁽¹¹⁾. Setelah tahap hidrolisis dan kondensasi berlangsung, kemudian larutan disaring dan dicuci dengan aquades sampai air bilasnya mencapai pH 5, karena pH yang baik untuk sintesis silika mesopori memiliki rentang pH 4-5⁽⁹⁾.

Proses pencucian memberikan peluang mendapatkan kemurnian tinggi dikarenakan proses ini dilakukan untuk menghilangkan garam yang terbentuk/ yang tidak diinginkan. Pada proses *aging* yaitu pengeringan sampel pada suhu 80°C selama (24 jam dan 48 jam) bertujuan menghilangkan air pada suhu rendah agar air keluar secara perlahan sehingga tidak merusak kerangka Si-O-Si atau mengurangi kerusakan struktur padatan. Tahap akhir sintesis yaitu kalsinasi pada suhu 550°C selama 5 jam bertujuan menghilangkan surfaktan dengan cara menguap dan terurai menjadi gas-gas seperti CO_2 , O_2 , dan H_2O sehingga menghasilkan pori yang kosong. Dihasilkan silika mesopori berwarna putih dan memiliki ukuran pori dalam range 2-50 nm. Variasi waktu *aging* dilakukan untuk mengetahui pengaruh waktu *aging* terhadap kristalinitas silika dan ukuran partikel dalam sintesis silika mesopori dari Na_2SiO_3 .

B. Pengaruh waktu *aging* terhadap kristalinitas silika mesopori

Pada penelitian ini, sampel dikarakterisasi menggunakan difraksi sinar-X (XRD) untuk mengetahui struktur kristal, ukuran kristal dan kristalinitas dari partikel silika mesopori yang memberikan informasi mengenai puncak-puncak intensitas pada sudut $2\Theta=10^\circ-80^\circ$. Setiap padatan yang mempunyai struktur kristal akan memiliki pola difraksi yang berbeda-beda, sehingga struktur suatu padatan dapat diperkirakan berdasarkan pola difraksinya. Analisis XRD ini menunjukkan adanya pola difraksi silika (SiO_2) sebagai puncak lebar pada sudut $2\Theta=22^\circ-36^\circ$. Sampel *aging* 24 jam dan 48 jam dapat disimbolkan SM4 dan SM48. Puncak difraktogram sinar-X yang dihasilkan oleh sampel SM4 dan SM48 menghasilkan satu puncak yang berpusat pada sudut $2\Theta=23^\circ$ yang merupakan pola difraksi amorf. Spektrum XRD silika mesopori dapat dilihat sebagai berikut :



Gambar 1. Pola difraksi sinar-X (XRD) pada SM4 dan SM48

Hal ini sesuai dengan silika mesopori standar SBA 15 yang juga menggunakan sumber silika dari natrium silikat dan surfaktan non-ionik sebagai pembentuk pori, telah dilaporkan Wang yaitu hanya ada satu puncak XRD lebar yang berpusat pada sudut $2\Theta=23^\circ$ dan bersifat amorf⁽¹²⁾ Zhang juga melaporkan bahwa silika amorf memiliki satu puncak yang berpusat pada sudut $2\Theta=23^\circ$ ⁽¹³⁾. Namun sampel SM4 menunjukkan intensitas puncak 2Θ tertinggi dan juga mengalami pergeseran ke arah sudut 2Θ yang lebih besar yaitu pada sudut $2\Theta=23.384$ dan intensitas $100\%=220$ cps dibandingkan dengan sampel SM48 dengan sudut $2\Theta=23.173$ dan intensitas $100\%=150$ cps. Menurut teori, Semakin tinggi intensitas maka kristalinitas sampel juga semakin tinggi⁽¹⁴⁾.

C. Pengaruh waktu *aging* terhadap ukuran partikel silika mesopori

Puncak yang teramati untuk semua sampel dapat dihubungkan dengan ukuran partikel silika mesopori. Ukuran partikel silika mesopori yang dihasilkan dapat dihitung dari lebar puncak masing-masing sampel menggunakan persamaan *Scherrer*. Perhitungan ukuran partikel menggunakan data 2Θ dan setengah lebar puncak maksimum untuk masing-masing partikel, dapat dilihat sebagai berikut :

Tabel 1
UKURAN PARTIKEL SILIKA MESOPORI

No	Sampel	Ukuran Kristal (D) (nm)
1	SM4	20.2053
2	SM48	19.8232

Silika dengan intensitas puncak 2 θ tertinggi dan ukuran partikel yang besar dihasilkan oleh sampel SM4 yaitu 220 cps dengan ukuran kristal 20.2159 nm. Menurut Teori, semakin besar ukuran partikel maka intensitas puncak pada sudut 2 θ juga tinggi yang juga menyebabkan meningkatnya kristalinitas⁽¹⁵⁾. Dimana sampel dengan waktu aging 24 jam menghasilkan ukuran partikel yang lebih besar dari sampel 48 jam. Ini membuktikan bahwa ukuran partikel akan semakin besar dengan adanya pengurangan waktu aging. Hal ini sesuai dengan penelitian Ren (2012) bahwa semakin lama waktu aging, maka proses polimerisasi semakin lama terjadi, sehingga mengakibatkan ukuran kristal semakin kecil⁽¹⁶⁾.

IV. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dapat diperoleh bahwa waktu aging yang cocok untuk mensintesis silika mesopori pada penelitian ini adalah 24 jam. Karena semakin cepat waktu aging maka polimerisasi silika akan cepat terjadi dan meningkatkan kristalinitas silika mesopori serta memperbesar ukuran partikel.

REFERENCE

- [1] M.Shahnani, Maryam Mohebi, Ahma Mehdi, Alireza Ghassempour and Hassan Y. Aboul-Enein, "Silica Microspheres from Rice Husk: A Good Opportunity for Chromatography Stationary Phase," *Industrial Crops and Product*, vol. 21, pp. 236-40, 2018.
- [2] Aini,S dan Effendi J, "*Kajian Penggunaan Na2CO3 dn NaOH pada Pembuatan Sodium Silikat dari Pasir Silika Sunyai Nyalo Untuk Bahan Dasar Sintesis Zeolit 4A*. Penelitian Hibah Bersaing Perguruan Tinggi. Fakultas MIPA UNP. Sumatera Barat.2009.
- [3] M. Halim and S. Arsalane, "*The Synthesis and Characterization of Low-cost Mesoporous Silica SiO2 from Local Purnice Rock Regular Paper*". 2015.
- [4] Alzain, M Iqbal dan Aini,S, "Potential of Na₂SiO₃ was Synthesized from Tuff Stones as Precursor Synthesis Mesoporous Silica," *Chemistry Journal of Stante University of Padang*, vol. 8, No. 1. 2019.
- [5] Azwar, Nureztiti, "Kajian Pengaruh Konsentrasi Asam Nitrat Terhadap Kemurnian Silika dari Batu Rijang," *SKRIPSI*, 2020.
- [6] Zhou, Yun Yu, Xiao Xuan Li and Zheng, "Rapid Synthesis of Well-Ordered Mesoporous Silica from Sodium Silicate from Sodium Silicate," *Powder Technology*, VOL. 226, pp. 239-45, 2012.
- [7] Rahman, Ismail Ab, and Vejayakumaran Padavetan, "Synthesis of Silica Nanoparticles by Sol-Gel: Size-Dependent Properties, Surface Modification and Application in Silica-Polymer Nanocompositesa Review," *Journal of Nanomaterials*, Vol. 2012, pp. 15, 2012.
- [8] Sierra, Ligia, Betty Lopez, Humberto Gil and Jean Lous Guth, "Synthesis of Mesoporous Silica from Sodium Silica Solutions and

- a Polu(Ethylene Oxide)- Based Surfactant," *Advanced Materials*, vol. 11, No. 4, pp. 307-11, 1999.
- [9] Sierra, Ligia, Betty Lopez, Humberto Gil and Jean Louis Guth, "Preparation of Mesoporous silica particles with controlled morphology from sodium silicate solutions and a non-ionic surfactant at pH values between 2 and 6," *Advanced Materials*, Vol. 4, pp. 307-11, 2000.
- [10] Kosuge, Katsunori, Nobuyuki Kukikawa and Makoto Takemori, "One-Step Preparation of Porous Silica Spheres from Sodium Silicate Using Triblock," *Chem. Mater*, vol. 16, pp. 4181-4186, 2004.
- [11] Diporwadani Bimo, Sriatun, Taslimah, "Sintesis Silika Kristalin Menggunakan Surfaktan Cetiltrimetilamonium Bromida (CTAB) dan Trimetilamonium Klorida (TMACl) sebagai Pencetak Pori," *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, vol. 1, pp. 20-28, 2008.
- [12] Wang, Ren, Yang, Zhang and Ru, "Hierarchical mesoporous silica microspheres prepared by partitioned cooperative self-assembly process using sodium silicate as precursor and their drug release performance," *Microporous and Mesoporous Materials*, vol. 275, pp. 50-60, 2019.
- [13] Zhang, Li, Rosenholm and Gu., "Synthesis and Characterization of Pore Size-Tunable Magnetic Mesoporous Silica Nanoparticles," *Journal of Colloid and Interface Sciese*, Journalo of Colloid and Interface Science, vol. 361, pp. 16-24, 2011.
- [14] Purbaningtiyas, prasetyo,D, "Sintesis dan Karakterisasi ZSM -5 Mesopori : Pengaruh Waktu Aging," *Prosiding Skripsi*, 2009.
- [15] Hartanto.D, Purbaningtyas, Esti, Prasetyo.D, "Karakterisasi Stuktur Pori dan Morfologi ZSM-2 Mesopori yang Disintesis dengan Variasi Waktu Aging," *Jurnal Ilmu Dasar*, Vol. 22, No. 1, pp. 80-90, 2011.
- [16] Ren ,N, Bronic, Subotic.B, Song.YM, Chun Lv, Tang.Yi, "Controlled and SDA-free synthesis of sub-micrometer sized zeolite ZSM-5, Part 2: Infuence of Sodium ions and ageing of the reaction mixture on the chemical composition, crystallinity and particulate properties of the products," *Microporous and Mesoporous Silica*, vol. 147, pp.229-241, 2012.