

Pengaruh Massa Surfaktan P104 dalam Sintesis Silika Mesopori dengan Metoda Sol-Gel

Ahdiatun Nuri, 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 silica is a silica solid that has a pore size between 2-50 nm and can be used in various fields such as a catalyst, drug diluents, sensors, adsorption, stationary phase for chromatography and others. Mesoporous silica was synthesized using the precursor sodium silicate (Na_2SiO_3) from silica sand because it is more economical and easy to obtain. This study aims to determine the effect of Pluronic 104 (1g; 1.5g; and 2g) surfactant on crystal size of mesoporous silica with Na_2SiO_3 as a base material synthesized from silica sand. Mesoporous silica was synthesized using the sol-gel method because it can be done at low temperature, then followed by calcination at 550 °C for 5 hours to remove the template. The synthesized Mesoporous silica was characterized using high angle X-Ray Diffraction (XRD) $2\theta = 10^\circ$ - 80° . The results of XRD data measurements showed a diffraction pattern that appeared as wide and low peaks at $2\theta = 22^\circ$; 21.9° ; 22.7° for products SM01, SM02 and SM03 respectively indicate that the synthesized silica is amorphous. Mesoporous silica with the highest crystal size was obtained in sample SM03 with the addition of 2 grams of P104.

Keywords — Sodium Silicate, Pluronic 104, Mesoporous Silica, Sol-Gel Method

I. PENDAHULUAN

Sumatera Barat merupakan salah satu daerah yang memiliki sumber daya alam yang melimpah, salah satunya ialah pasir silika. Pasir silika Sumatera Barat memiliki kandungan silika yang cukup tinggi yaitu 80,59% [1]. Pasir silika dapat dimanfaatkan dalam pembuatan berbagai material berbasah dasar silika. Salah satunya yaitu sebagai bahan dasar pembuatan natrium silikat (Na_2SiO_3). Natrium silikat dapat digunakan sebagai salah satu prekursor dalam sintesis silika mesopori.

Silika mesopori merupakan padatan silika yang memiliki ukuran pori antara 2-50 nm. Silika mesopori biasanya dimanfaatkan sebagai katalis, drug delivery, sensor, adsorpsi, kromatografi, dan lain-lain [2].

Pada umumnya silika mesopori disintesis menggunakan prekursor tetraetilortosilikat (TEOS), tetrametilortosilikat (TMOS) dan natrium silikat (Na_2SiO_3) [3]-[4]. TEOS dan TMOS merupakan prekursor yang relatif mahal, dan menghasilkan produk samping berupa alkohol. Sedangkan Na_2SiO_3 dapat disintesis dari bahan alam sehingga lebih ekonomis dan nontoxic.

Natrium silikat (Na_2SiO_3) komersial memiliki rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ berbeda dengan Na_2SiO_3 sintesis dari bahan alam karena memerlukan kondisi reaksi berbeda untuk sintesis. Sintesis silika mesopori diawali dengan menggunakan natrium silikat yang telah disintesis dari pasir silika daerah oleh Aini, S (2008) [5]. Natrium silikat disintesis menggunakan campuran NaOH dan Na_2CO_3 yang berlangsung pada temperatur 300°C.

Silika mesopori disintesis menggunakan metoda sol-gel, metoda ini dipilih karena dapat menghasilkan silika mesopori pada temperatur rendah serta dapat mengontrol ukuran partikel yang dihasilkan [6]-[7]. Tahapan metoda sol-gel dimulai dari pembuatan larutan natrium silikat dalam air, pembentukan emulsi surfaktan nonionik, dilanjutkan dengan pembentukan sol silikat dan gel polymeric silika dan diakhiri dengan pelepasan surfaktan dengan cara kalsinasi.

Pada penelitian ini dilakukan sintesis silika mesopori menggunakan prekursor Na_2SiO_3 dari pasir silika dengan variasi surfaktan P104 (1 g; 1,5g; 2g) dibawah kondisi asam tanpa aditif tambahan, dimana kondisi asam mempengaruhi struktur dari silika mesopori, asam yang lebih hidrofilik akan menghasilkan interaksi yang kuat dengan surfaktan nonionik seperti P104 [8]-[9].

II. METODE PENELITIAN

A. Alat dan Bahan

Alat yang digunakan adalah *magnetic stirrer*, *spin bar*, *erlenmeyer*, gelas kimia, labu ukur, pipet volume, corong buchner, gelas ukur, batang pengaduk, spatula, pH meter, neraca analitis, *furnace*, oven, dan XRD.

Bahan yang digunakan adalah Na_2SiO_3 , aquades, surfaktan nonionik Pluronic 104 dan HCl.

B. Sintesis Silika Mesopori

(1) 5,2 gram natrium silikat (Na_2SiO_3) dilarutkan dalam 15 ml aquades lalu disaring (2) (1; 1,5; 2 gram) surfaktan nonionik P₁₀₄ dilarutkan dalam 80 mL HCl 2M (3) larutan pertama dimasukkan kedalam larutan kedua tetes demi tetes sambil diaduk selama 6 jam (kecepatan pengadukan 600 rpm) (4) larutan dipanaskan semalaman pada suhu 75°C (4) padatan yang terbentuk dipisahkan dan dicuci dengan aquades hingga pH netral (5) padatan dikeringkan pada suhu 80°C selama 24 jam (6) padatan kemudian dikalsinasi pada suhu 550 °C selama 5 jam untuk mengeluarkan zat organik/surfaktan pembentuk pori silika.

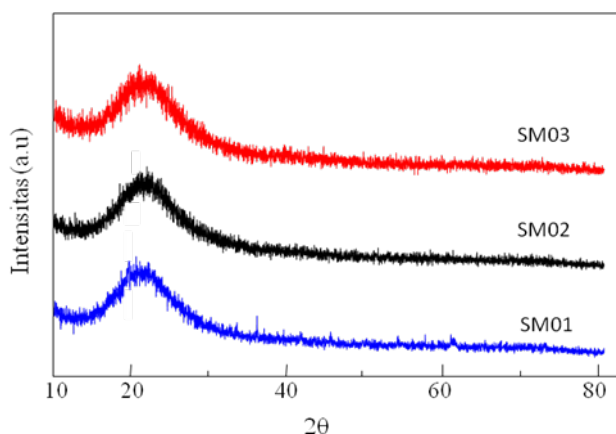
C. Karakterisasi Senyawa Hasil

Material hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dianalisa pada 2θ 10°-80° untuk identifikasi sifat silika mesopori.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis silika mesopori dilakukan dengan variasi surfaktan Pluronic 104 1;1,5;2 gram yang dilarutkan dalam larutan HCl dan kemudian ditambahkan larutan natrium silikat tetes demi tetes. Silika mesopori disintesis menggunakan kombinasi antara sifat *self-assembly* dari surfaktan sebagai *template* dengan metoda sol-gel untuk membentuk material anorganik disekitar *template*, dimana material ini akan terbentuk melalui proses kondensasi pada reaksi sol-gel [10].

Silika mesopori hasil sintesis dianalisis menggunakan difraksi sinar-X (XRD) yang memberikan informasi mengenai puncak-puncak intensitas pada sudut 2θ 10°-80°. Analisa XRD menunjukkan adanya pola difraksi sebagai puncak lebar pada $2\theta=22^\circ-36^\circ$. Produk yang dihasilkan disimbolkan dengan SM01, SM02 dan SM03. Difraksi sinar-X yang diperoleh dari analisis XRD dapat digunakan untuk menentukan kristalinitas suatu materi dan menentukan ukuran kristal [11].



Gambar 1. Pola Difraksi sinar-X (XRD) pada sampel SM01, SM02, dan SM03

Pola difraktogram sinar-X diatas memperlihatkan puncak yang hampir sama satu sama lain yaitu $2\theta = 22^\circ; 21,9^\circ; 22,7^\circ$ yang menunjukkan bahwa silika hasil sintesis merupakan silika amorf. Puncak dengan pusat puncak di sekitar $2\theta = 21-22^\circ$ menunjukkan bahwa silika bersifat amorf karena bentuk

puncak yang melebar dan tidak terlalu tajam [12]–[14]. Silika bersifat amorf dikarenakan penyusunan atom dalam silika amorf terjadi karena ukuran partikel yang terlalu kecil sehingga dalam berbagai kondisi silika amorf lebih reaktif daripada silika kristalin. Puncak yang dihasilkan pada difraktogram dapat menunjukkan kristalinitas suatu material. Puncak yang terlihat jelas dan tajam dan memiliki intensitas tinggi menandakan susunan kristal yang semakin teratur sehingga memiliki kristalinitas yang tinggi [15]. Silika mesopori dengan kristalinitas yang baik memiliki intensitas puncak yang tinggi. Semakin tinggi puncak menunjukkan semakin meningkatnya kristalinitas. Tingginya kristalinitas silika mesopori disebabkan oleh bertambahnya massa surfaktan yang digunakan sehingga pertumbuhan kristal akan terjaga [16].

Ukuran kristal dari produk yang dihasilkan dihitung menggunakan persamaan *Scherrer* dari puncak difraktogram yang didapat. Ukuran kristal dihitung menggunakan data 2θ dan setengah lebar puncak maksimum untuk masing-masing partikel. Hasil perhitungan ukuran kristal menggunakan persamaan *Scherrer* dari 3 puncak utama untuk masing-masing sampel adalah sebagai berikut:

TABEL 1
UKURAN KRISTAL SILIKA MESOPORI HASIL SINTESIS

Sampel	Ukuran Kristal (D) (nm)	Intensitas Puncak (cps)
SM01	12,1175	175
SM02	15,1248	200
SM03	20,1685	220

Ukuran kistal silika mesopori meningkat dengan bertambahnya massa surfaktan P104. Semakin banyak surfaktan yang digunakan maka semakin besar ukuran kristal yang dihasilkan. Hal ini didukung berdasarkan hasil penelitian Warsito (2010) yang menyatakan bahwa variasi surfaktan yang semakin tinggi akan meningkatkan ukuran kristal yang dihasilkan [17].

IV. KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

Silika mesopori hasil sintesis diperoleh data XRD yang menunjukkan bahwa silika mesopori bersifat amorf yang ditandai dengan puncak lebar pada $2\theta = 21-22^\circ$. Semakin banyak jumlah surfaktan yang digunakan maka ukuran kristal produk yang dihasilkan akan semakin besar. Silika mesopori dengan ukuran kristal yang besar dihasilkan pada sampel SM03 dengan variasi penambahan surfaktan P104 2 gram.

REFERENSI

- [1] S. Aini, "Silica Sands From West Sumatera As Potential Raw Material For The Synthesis of Sodium Silicate," pp. 2–5, 2006.
- [2] Y. Y. Zhou, X. xuan Li, and Z. xing Chen, "Rapid synthesis of well-ordered mesoporous silica from sodium silicate," *Powder Technol.*,

- vol. 226, pp. 239–245, 2012, doi: 10.1016/j.powtec.2012.04.054.
- [3] Q. Huo, J. Feng, F. Schüth, and G. D. Stucky, "Preparation of Hard Mesoporous Silica Spheres," *Chem. Mater.*, vol. 9, no. 1, pp. 14–17, 1997, doi: 10.1021/cm960464p.
- [4] K. Yano and Y. Fukushima, "Synthesis of mono-dispersed mesoporous silica spheres with highly ordered hexagonal regularity using conventional alkyltrimethylammonium halide as a surfactant," *J. Mater. Chem.*, vol. 14, no. 10, pp. 1579–1584, 2004.
- [5] S. Aini, "Kajian Pengaruh Rasio Berat Pasir Silika dengan Sodium Karbonat Terhadap Persentase dan Jenis Sodium Silikat yang Dihasilkan Untuk Bahan Dasar Sintesis Zeolit 4a," no. November, pp. 0–13, 2008.
- [6] C. Yu, B. Tian, J. Fan, G. D. Stucky, and D. Zhao, "Salt effect in the synthesis of mesoporous silica templated by non-ionic block copolymers," *Chem. Commun.*, vol. 24, pp. 2726–2727, 2001, doi: 10.1039/b107640j.
- [7] I. A. Rahman and V. Padavettan, "Synthesis of Silica nanoparticles by Sol-Gel: Size-dependent properties, surface modification, and applications in silica-polymer nanocomposites review," *J. Nanomater.*, vol. 2012, 2012, doi: 10.1155/2012/132424.
- [8] K. Kosuge, N. Kikukawa, and M. Takemori, "One-step preparation of porous silica spheres from sodium silicate using triblock copolymer templating," *Chem. Mater.*, vol. 16, no. 21, pp. 4181–4186, 2004, doi: 10.1021/cm0400177.
- [9] M. Shahnani, M. Mohebbi, A. Mehdi, A. Ghassempour, and H. Y. Aboul-Enein, "Silica microspheres from rice husk: A good opportunity for chromatography stationary phase," *Ind. Crops Prod.*, vol. 121, no. April, pp. 236–240, 2018, doi: 10.1016/j.indcrop.2018.05.023.
- [10] S. Nanokristal, M. Tio, and D. Metoda, "SINTESA NANOKRISTAL MESOPORI TiO₂ DENGAN METODA SOL-GEL Oleh: Wilman Septina," no. January 2007, 2014.
- [11] A. R. West, *SOLID STATE CHEMISTRY AND ITS APPLICATIONS*. A. R. West, 1984.
- [12] U. Kalapathy, A. Proctor, and J. Shultz, "A simple method for production of pure silica from rice hull ash," *Fuel Energy Abstr.*, vol. 42, no. 1, p. 45, 2001, doi: 10.1016/s0140-6701(01)80487-2.
- [13] J. Umeda and K. Kondoh, "High-purity amorphous silica originated in rice husks via carboxylic acid leaching process," *J. Mater. Sci.*, vol. 43, no. 22, pp. 7084–7090, 2008, doi: 10.1007/s10853-008-3060-9.
- [14] N. Thuadaj and A. Nuntiya, "Preparation of nanosilica powder from rice husk ash by precipitation method," *Chiang Mai J. Sci.*, vol. 35, no. 1, pp. 206–211, 2008.
- [15] S. R. Hidayah, "Sintesis dan Karakterisasi Nanozeolity dari Abu Sekam Padi dengan Variasi Rasio SiO₂/Al₂O₃ menggunakan Tmeplate Organik," *Univ. Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang*, 2016.
- [16] A. Ismayana, A. Maddu, I. Saillah, E. Mafquh, and N. Siswi Indrasti, "Sintesis Nanosilika Dari Abu Ketel Industri Gula Dengan Metode Ultrasonikasi Dan Penambahan Surfaktan," *J. Teknol. Ind. Pertan.*, vol. 27, no. 2, pp. 228–234, 2017, doi: 10.24961/j.tek.ind.pert.2017.27.2.228.
- [17] S. Warsito, Sariatun, and Taslimah, "Pengaruh Penambahan Surfaktan Cetyltrimethylammonium Bromide (n-CTMABr) pada Sintesis Zeolit-Y," *Kim. Anorg. Jur. Kim. Fak. MIPA Univ. Diponegoro, Semarang*, 2010.