

Pengaruh Penambahan *Cetyltrimethylammonium Bromide* (CTAB) pada Silika dari Natrium Silikat (Na_2SiO_3)

Habibur Rahman Dafnaz, Budhi Oktavia*, Hardeli, Umar Kalmar Nizar

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang
Jln. Prof. Dr. Hamka, Air Tawar Padang, Indonesia Telp. 0751 7057420

*budhioktavia@fmipa.unp.ac.id

Abstract — Silica is a useful material in adsorption, electronics, mechanical, medical, art to other fields. In this study, Sodium silicate can be used as a more economical precursor of silica as which is produced from natural silica. Silica was synthesized by using the sol-gel method. This study aims to determine the effect of CTAB mass added and aging time in synthesizing silica. The synthesized silica was tested for iodine absorption value and characterized using FTIR. Based on the iodine absorption of variations in adding mass CTAB (0,1, 0,15, 0,2, 0,25, and 0,3 gram) and aging time (8, 12, 16, 20 and 24 hours) give the most absorption to optimum conditions by adding mass CTAB at 0,2 gram and aging time at 16 hours. The results of measurements with FTIR showed the presence of absorption bands which indicated the loss of CTAB in the synthesized silica.

Keywords — Silica, Sodium Silicate, CTAB

I. PENDAHULUAN

Perkembangan material anorganik berpori beberapa tahun terakhir ini semakin membuka peluang perkembangan di bidang teknologi industri adsorpsi dan lingkungan [1]. Silika merupakan mineral yang melimpah di permukaan bumi. Silika juga telah digunakan dalam kehidupan manusia, seperti pembuatan kaca, alat elektronik, adsorben, pupuk dan lain-lain. Pemanfaatan silika alam membutuhkan teknologi yang cukup handal agar pengotor dalam silika alam tidak mengganggu penggunaannya [2].

Berbagai fasa yang dapat dibentuk yang berasal dari silika, seperti kuarsa, kristabolit dan trimidit. Kuarsa memiliki struktur atom trigonal yang merupakan mineral utama, dimana tiga atom oksigen mengelilingi satu atom silikon. Pada temperatur yang lemah silika memiliki fasa kuarsa dan pada temperatur yang kuat silika memiliki fasa kristabolit. Perubahan silika dari fasa kuarsa ke silika berfasa trimidit akan terjadi perubahan yang besar pada kristalnya [3].

Metode sintesis silika dengan template dapat dilakukan dengan metode *spray drying* dimana metode ini membentuk partikel berpori dari suspensi dari partikel silika yang kecil. Pada metode ini memiliki kelemahan pada aplikasi dari silika yang dihasilkan. Lalu ada metode *self-templating* dimana silika dalam bentuk padatan dilapisi oleh polielektrolit dan nanti membentuk rongga pada silika.

Pada metode *self-templating* sangat sulit dilakukan kontrol terhadap ukuran porinya [4].

Pada penelitian ini menggunakan metode sol-gel dengan memperhatikan pengaruh penambahan CTAB sebagai template pembentuk pori dan waktu *aging* pada sintesis silika. Kelebihan dari metoda sol-gel adalah kemampuannya untuk mengontrol ukuran partikel, distribusi ukuran dan morfologi yang dihasilkan lebih homogen [5].

II. METODE PENELITIAN

A. Alat dan Bahan

Adapun jenis alat yang dipakai selama penelitian seperti *magnetic stirrer*, oven, neraca analitik, corong, botol reagen, labu ukur, erlenmeyer, gelas piala, batang pengaduk, pipet takar, gelas ukur, kaca arloji, kertas saring, kertas pH, pH meter, suntikan, botol semprot, *shaker*, buret, statif dan klem dan *X-ray Diffraction* (XRD).

Jenis bahan yang digunakan selama penelitian diantaranya pasir kuarsa, natrium silikat, padatan NaOH, larutan HCl 37%, Kalium Iodida, Natrium Tiosulfat, Iodin, dan aquades.

B. Sintesis Natrium Silikat

5 gram silika aktivasi ditambahkan NaOH 4 M kemudian di *stirrer* dengan kecepatan konstan selama ± 3 jam pada suhu 70-80°C hingga mengental atau terbentuk *slurry*. *Slurry* dilebur dalam *furnace* pada

suhu 400°C selama 30 menit sehingga terbentuklah natrium silikat berwarna kehijauan [3]. Lalu 1 gram natrium silikat dilarutkan dalam 20 mL aquades

C. Sintesis Silika dengan Penambahan CTAB

Sebanyak 0.1;0.15;0.2;0.25;0.3 gram CTAB dilarutkan masing-masing dalam 8 mL larutan HCl 2M. Campuran CTAB-HCl ditambahkan natrium silikat 20 mL dan 20 mL aquades dengan pengadukan pada suhu kamar. Untuk mengatur nilai pH sampai 3, NaOH 1M ditambahkan tetes demi tetes ke dalam campuran di atas. Lalu diaduk selama 10 menit dan campuran disimpan pada suhu kamar untuk waktu *aging* (8, 12, 16, 20, dan 24 jam). Produk endapan disaring lalu dicuci menggunakan akuades, kemudian dikeringkan pada suhu 80°C. Semua sampel dikalsinasi pada suhu 600°C selama 3 jam untuk menghilangkan template CTAB.

D. Uji Daya Serap Bilangan Iod

Sebanyak 0,05 gram sampel dalam erlenmeyer, ditambahkan 5 ml larutan iod 0,1 N kemudian di *shaker* 125 rpm selama 15 menit pada suhu ruang. Saring larutan menggunakan kertas saring dan filtrat dipipet sebanyak 1,5 ml dan dititrasi dengan Na₂S₂O₃ 0,1 N hingga larutan tersebut berwarna kuning, kemudian ditambah kanji 1% hingga warna larutan menjadi biru. Kemudian titrasi kembali dengan Na₂S₂O₃ 0,1 N dan menghasilkan warna larutan bening.

$$\text{Bil Iod} = \left(\frac{V_{\text{iod}}}{V_{\text{yang dipipet}}} \right) \times \frac{(N_{\text{bilangan}} - F_{\text{drasil}}) \times V_{\text{iod}} \times N_{\text{drasil}}}{\text{Berat Sampel}}$$

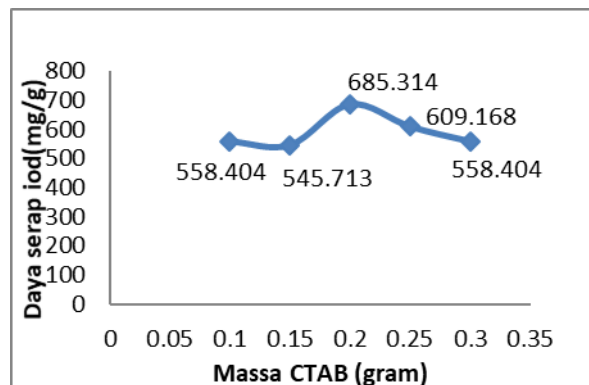
III. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Pengaruh penambahan CTAB

Pengujian daya serap iod dilakukan untuk melihat kemampuan adsorpsi pada silika hasil sintesis. Semakin tinggi angka iod yang dihasilkan maka semakin bagus silika tersebut dalam menyerap adsorbat dan semakin banyak jumlah pori-pori yang terbentuk. Pada uji daya serap iodine ini, didapatkan hasil tertinggi pada penambahan massa CTAB 0,2 gram yaitu sebesar 685,314 mg/g. Pada penambahan 0,1 dan 0,15 gram tidak seluruh template CTAB yang menempel pada silika, sehingga nilai daya serap iodine rendah. Begitu juga dengan penambahan massa 0,25 gram dan 0,3 gram.

Penambahan template yang terlalu banyak pada silika akan membuat template tidak menempel seluruhnya pada silika. Semakin tinggi massa Na₂SiO₃ maka semakin banyak misel-misel yang terbentuk dan meningkatkan kristalinitas. hasil tersebut tergantung dari rasio CTAB/silika yang akan

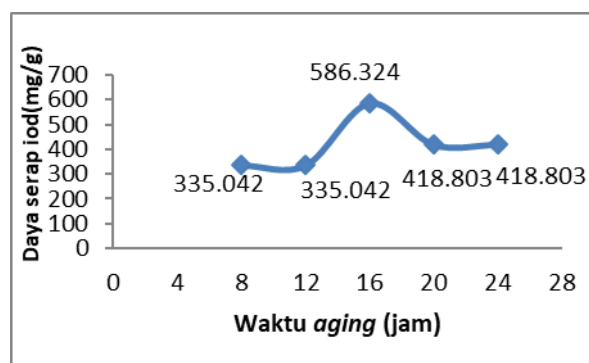
membentuk silika yang memiliki luas permukaan dan porositas yang baik[6].



Gambar 1. Pengaruh jumlah CTAB terhadap daya serap iod

B. Optimasi Waktu *aging*

Waktu *aging* selama 16 jam memperoleh nilai daya serap iodine sebesar 586,324 mg/g. Pada waktu *aging* yang terlalu lama meningkatkan polimerasi pada silika sehingga ukuran partikel yang dihasilkan besar. Ukuran partikel yang besar akan berakibat menurunnya kemampuan adsorpsi karena menurunnya luas permukaan. Pada perlakuan kondisi *aging* dapat diaktifkan secara termal, peningkatan suhu *aging* dan perpanjangan waktu *aging* yang mengakibatkan tidak hanya kondensasi pada pembentukan silika saja, tapi lebih lanjut ke dinding pori kerangka. Pembentukan permukaan silika saat kondensasi yang sebagian dapat memblokir saluran pori, dan dengan demikian mengurangi volume pori dan luas permukaan, dan pada saat yang sama, beberapa molekul surfaktan yang dilepaskan berubah menjadi rongga antar partikel, yang mengarah ke terbentuknya pori. Pada saat melakukan pengadukan, dilakukan pada suhu kamar agar tidak terjadi penambahan volume misel akibat menguatnya rantai hidrofobik pada CTAB [7].

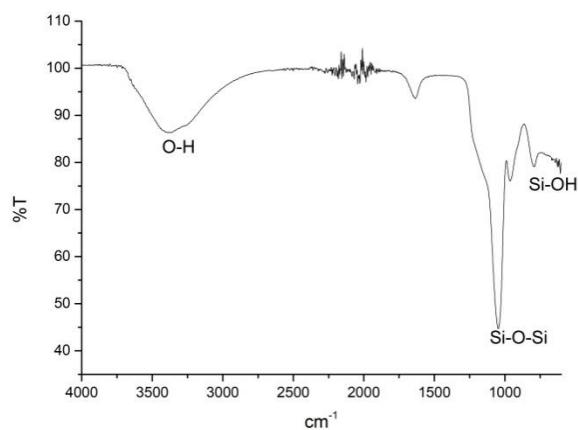


Gambar 2. Pengaruh waktu *aging* terhadap daya serap iod

Penambahan volume misel berakibat pada penambahan ukuran pori pada silika[6]. Besar kecilnya partikel yang terbentuk mempengaruhi efektivitas pemisahan sampel, jika ukuran partikelnya kecil maka partikel tersebut akan memberikan luas permukaan yang besar[8].

C. Karakterisasi Silika Kondisi Optimum dengan FTIR

Pada silika terdapat gugus O-H pada daerah serapan 3000-3300 cm^{-1} , gugus Si-O-Si pada daerah serapan 1000-1200 cm^{-1} , dan gugus Si-OH pada daerah serapan 700-800 cm^{-1} . Adanya puncak pada bilangan gelombang 3291 cm^{-1} adalah gugus O-H pada gugus silanol [9].



Gambar 3. Karakterisasi silika mesopori

IV. KESIMPULAN

Adapun kesimpulan dari penelitian ini, diantaranya:

1. Silika dapat disintesis dengan penambahan CTAB pada natrium silikat
2. Kondisi optimum sintesis silika adalah pada penambahan 0,2 gram CTAB dan waktu *aging* 16 jam.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Bapak Budhi Oktavia, S.Si, M.Si, Ph.D selaku dosen pembimbing yang telah banyak memberikan kritik dan saran sekaligus membimbing penulis dalam melakukan penelitian ini. Penulis juga mengucapkan terima kasih kepada Laboratorium Kimia Universitas Negeri Padang yang telah memfasilitasi pengerjaan penelitian ini. Selanjutnya, ucapan terima kasih juga tertuju kepada Bapak/Ibu Staf Jurusan Kimia,

Universitas Negeri Padang atas segala bimbingan dan arahannya.

REFERENSI

- [1] M. N. Islam and F. N. Ani, "Techno-economics of rice husk pyrolysis, conversion with catalytic treatment to produce liquid fuel," *Bioresour. Technol.*, 2000, doi: 10.1016/S0960-8524(99)00085-1.
- [2] B. Oktavia, M. Tilla, E. Nasra, R. Zainul, and M. Amin, "Activation and Modification of Natural Silica for Anion Adsorbent," in *Journal of Physics: Conference Series*, 2021, doi: 10.1088/1742-6596/1788/1/012013.
- [3] I. Ramadhani, B. Oktavia, H. Sanjaya, and A. Putra, "Penentuan Kondisi Optimum Pembentukan Natrium Silikat (Na_2SiO_3) menggunakan Material Dasar Silika Alam dan Natrium Hidroksida (NaOH)," vol. 10, p. 2, 2021.
- [4] Y. Bao, C. Shi, T. Wang, X. Li, and J. Ma, "Recent progress in hollow silica: Template synthesis, morphologies and applications," *Microporous Mesoporous Mater.*, vol. 227, pp. 121–136, 2016, doi: 10.1016/j.micromeso.2016.02.040.
- [5] I. A. Rahman and V. Padavettan, "Synthesis of Silica Nanoparticles by Sol-Gel : Size-Dependent Properties , Surface Modification , and Applications in Silica-Polymer Nanocomposites — A Review," vol. 2012, 2012, doi: 10.1155/2012/132424.
- [6] Z. Yun-yu, L. Xiao-xuan, and C. Zheng-xing, "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.
- [7] X. Wang, W. Li, B. Zhong, and D. Zhao, "Structural and textural evolution of bimodal mesopore silica xerogels during *aging* and drying," *Stud. Surf. Sci. Catal.*, vol. 154 A, pp. 555–561, 2004, doi: 10.1016/s0167-2991(04)80850-4.
- [8] B. Oktavia and R. P. Kardi, "Fabrication of methacrylate polymer-based on the silica capillary modified with dimethylamine," *J. Phys. Conf. Ser.*, vol. 1481, no. 1, 2020, doi: 10.1088/1742-6596/1481/1/012016.
- [9] M. Hachemaoui *et al.*, "Dyes adsorption , antifungal and antibacterial properties of metal loaded mesoporous silica : Effect of metal and calcination treatment," *Mater. Chem. Phys.*, vol. 256, no. August, p. 123704, 2020, doi: 10.1016/j.matchemphys.2020.123704.

