

**SKRIPSI – TK141581**

**SINTESA KOMPOSIT SILIKA KARBON  
DENGAN METODE SOL-GEL**

**Oleh :**

**Emelia Tri Ambarwati**

**2311 100 004**

**Jannatun Cintya Dewi**

**2311 100 052**

**Dosen Pembimbing :**

**Prof.Dr.Ir.Heru Setyawan, M.Eng**

**NIP. 1967 02 03 1991 02 1001**

**Ir.Minta Yuwana, M.S.**

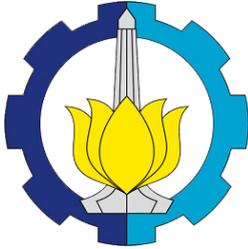
**NIP. 1951 10 02 1978 03 1001**

**Jurusan Teknik Kimia**

**Fakultas Teknologi Industri**

**Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya**

**2015**



**SKRIPSI – TK141581**

**SINTESA KOMPOSIT SILIKA KARBON  
DENGAN METODE SOL-GEL**

**Oleh :**

**Emelia Tri Ambarwati**

**2311 100 004**

**Jannatun Cintya Dewi**

**2311 100 052**

**Dosen Pembimbing :**

**Prof.Dr.Ir.Heru Setyawan, M.Eng**

**NIP. 1967 02 03 1991 02 1001**

**Ir.Minta Yuwana, M.S.**

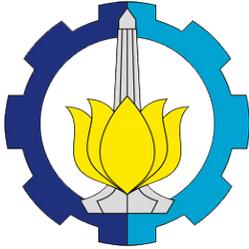
**NIP. 1951 10 02 1978 03 1001**

**Jurusan Teknik Kimia**

**Fakultas Teknologi Industri**

**Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya**

**2015**



**FINAL PROJECT – TK141581**

**SYNTHESIS OF SILICA-CARBON  
COMPOSITE USING SOL-GEL METHOD**

**Authors :**

**Emelia Tri Ambarwati**

**2311 100 004**

**Jannatun Cintya Dewi**

**2311 100 052**

**Advisors :**

**Prof.Dr.Ir.Heru Setyawan,M.Eng**

**NIP. 1967 02 03 1991 02 1001**

**Ir.Minta Yuwana, M.S.**

**NIP. 1951 10 02 1978 03 1001**

**Chemical Engineering Department  
Faculty of Industrial Technology  
Sepuluh Nopember Institute of Technology Surabaya  
2015**

# LEMBAR PENGESAHAN

## SINTESIS KOMPOSIT SILIKA KARBON DENGAN METODE SOL-GEL

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar Sarjana Teknik pada Program Studi S-1 Jurusan Teknik Kimia Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya

Oleh :

**Emelia Tri Ambarwati**  
**Jannatun Cintya Dewi**

**NRP. 2311 100 004**  
**NRP. 2311 100 052**

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

1. Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M. Eng  
(Pembimbing)
2. Ir. Minta Yuwana, MS  
(Pembimbing)
3. Prof. Dr. Ir. Achmad Roesyadi, DEA  
(Penguji I)
4. Dr. Lailatul Qadariah, S.T, M.T  
(Penguji II)
5. Ni Made Intan Putri Suari, S.T, M.T  
(Penguji III)



Surabaya, Juli 2015

# SINTESA KOMPOSIT SILIKA KARBON DENGAN METODE SOL-GEL

**Penulis** : Emelia Tri Ambarwati (2311 100 004)  
Jannatun Cintya Dewi (2311 100 052)  
**Jurusan** : Teknik Kimia FTI-ITS  
**Pembimbing** : Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M.Eng  
Ir. Minta Yuwana, MS

## ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk melakukan sintesis komposit silika karbon dengan metode sol-gel dari bahan natrium silikat sebagai sumber Si dan sukrosa serta PEG sebagai sumber karbon serta mempelajari pengaruh waktu *aging* terhadap karakteristik silika gel dan pengaruh konsentrasi sukrosa terhadap karakteristik komposit silika karbon yang dihasilkan. Penelitian terdiri dari tiga tahapan, yaitu pembuatan silika gel, karbonisasi, serta karakterisasi produk yang dihasilkan. Natrium silikat diencerkan untuk membentuk larutan sol, kemudian dilakukan penambahan HCl 1 M untuk pembentukan gel dengan melalui *aging* dua tahap. Gel yang terbentuk dikeringkan pada suhu 80 °C selama ±18 jam. Silika gel diimpregnasi pada larutan sukrosa jenuh dengan metode *incipient wet impregnation*, kemudian dikarbonisasi dengan *pyrolysis reactor* pada suhu 400 °C selama 5 dan 8 jam. Komposit silika karbon yang terbentuk dianalisa dengan adsorpsi/desorpsi nitrogen, SEM, EDAX, serta Spektrofotometri FTIR. Dalam sintesis komposit dengan sukrosa, waktu aging berpengaruh terhadap karakteristik silika gel yang dihasilkan. Semakin lama aging, luas permukaan, diameter dan volume pori meningkat dan mencapai maksimum pada 341.406 m<sup>2</sup>/g ketika aging tahap I selama 2 jam. Di sisi lain, konsentrasi sukrosa berpengaruh pada karakteristik komposit silika karbon. Semakin besar konsentrasi sukrosa, *surface area* semakin

meningkat, namun volume pori dan diameter pori cenderung konstan. Sedangkan, komposit silika karbon dengan PEG memerlukan suhu yang lebih tinggi sehingga dekomposisi PEG menjadi karbon lebih sempurna.

**Kata kunci :** silika berpori, sol-gel, komposit silika-karbon.

# **SYNTHESIS OF SILICA-CARBON COMPOSITE USING SOL-GEL METHOD**

**Authors** : Emelia Tri Ambarwati (2311 100 004)  
Jannatun Cintya Dewi (2311 100 052)  
**Department** : Chemical Engineering FTI-ITS  
**Advisors** : Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M.Eng  
Ir. Minta Yuwana, MS

## **ABSTRACT**

This study was purposed to synthesize silica-carbon composite using sol-gel method, sodium silicate as source of Si and sucrose also PEG as source of carbon, to study the effect of aging length-time on the characteristics of silica gel and the effect of sucrose concentration on the characteristics of silica-carbon composite produced. The study consisted of three stages; synthesis of silica gel, carbonization, and characterization of the silica-carbon composite. Sodium silicate was dissolved with water to form sol and added with 1 M HCl to form gel through a two-stage aging. Silica gel formed was dried at 80°C for ±18 hours. It was impregnated in saturated sucrose solution using incipient wet impregnation method. Then, it was carbonized using pyrolysis reactor at 400°C for 5 and 8 hours. Silica-carbon composite formed was analyzed using nitrogen adsorption/desorption, SEM and EDAX, as well as the Spectra FTIR. In silica-carbon composite synthesis using sucrose, aging period affected the characteristics of silica gel. The longer aging period, surface area, pore diameter, and volume increased and reached maximum at 341.406 m<sup>2</sup>/g on 2 hour-length first aging. In the other side, the

concentration of sucrose affected the characteristics of silica-carbon composite. The greater concentration of sucrose, surface area increased, while pore volume and diameter tended to be constant. However, silica-carbon composite using PEG needed higher temperature to decompose PEG into carbon more perfectly.

**Keywords:** porous silica, sol-gel, silica-carbon composite.

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadirat Tuhan Yang Maha Kuasa yang telah memberikan rahmat dan hidayah-Nya sehingga kami dapat melaksanakan skripsi yang berjudul “**SINTESA KOMPOSIT SILIKA KARBON DENGAN METODE SOL-GEL**” dan menyelesaikan skripsi ini tepat pada waktunya.

Selama penyusunan skripsi ini, kami banyak sekali mendapat bimbingan, dorongan, serta bantuan dari banyak pihak. Untuk itu, kami ingin mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Bapak Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M.Eng dan Bapak Ir. Minta Yuwana, M.S selaku Dosen Pembimbing, atas bimbingan dan saran yang telah diberikan.
2. Orang tua serta saudara-saudara kami, atas doa, bimbingan, perhatian, dan kasih sayang yang selalu tercurah selama ini.
3. Bapak Prof. Dr. Ir. Tri Widjaja, M.Eng selaku Ketua Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
4. Bapak Setiyo Gunawan, S.T Ph.D selaku koordinator tugas akhir Jurusan Teknik Kimia.
5. Bapak dan Ibu Dosen pengajar serta seluruh karyawan Jurusan Teknik Kimia ITS.
6. Teman-teman di Laboratorium Elektrokimia dan Korosi Teknik Kimia, dan teman-teman K-51 atas bantuan, saran, kritik dan dukungannya.

Kami menyadari masih banyak kekurangan dalam penulisan laporan skripsi ini dan membutuhkan saran yang konstruktif demi kesempurnaan laporan skripsi ini.

Surabaya, Juli 2015

Penyusun



# DAFTAR ISI

ABSTRAK .....	i
ABSTRACT .....	iii
KATA PENGANTAR .....	v
DAFTAR ISI .....	vii
DAFTAR GAMBAR .....	ix
DAFTAR TABEL .....	xi
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
I.1 Latar belakang .....	1
I.2 Rumusan masalah .....	3
I.3 Tujuan penelitian .....	3
I.4 Manfaat penelitian .....	3
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
II.1 Silika gel.....	5
II.2 Metode sol-gel.....	6
II.3 Silika karbon .....	9
II.4 Adsorpsi dan karakterisasi partikel berpori.....	9
II.5 Penelitian Terdahulu .....	16

## BAB III METODOLOGI PENELITIAN

III.1 Lingkup penelitian .....	21
III.2 Bahan penelitian .....	21
III.3 Eksperimen .....	22
III.4 Karakterisasi produk .....	27

## BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

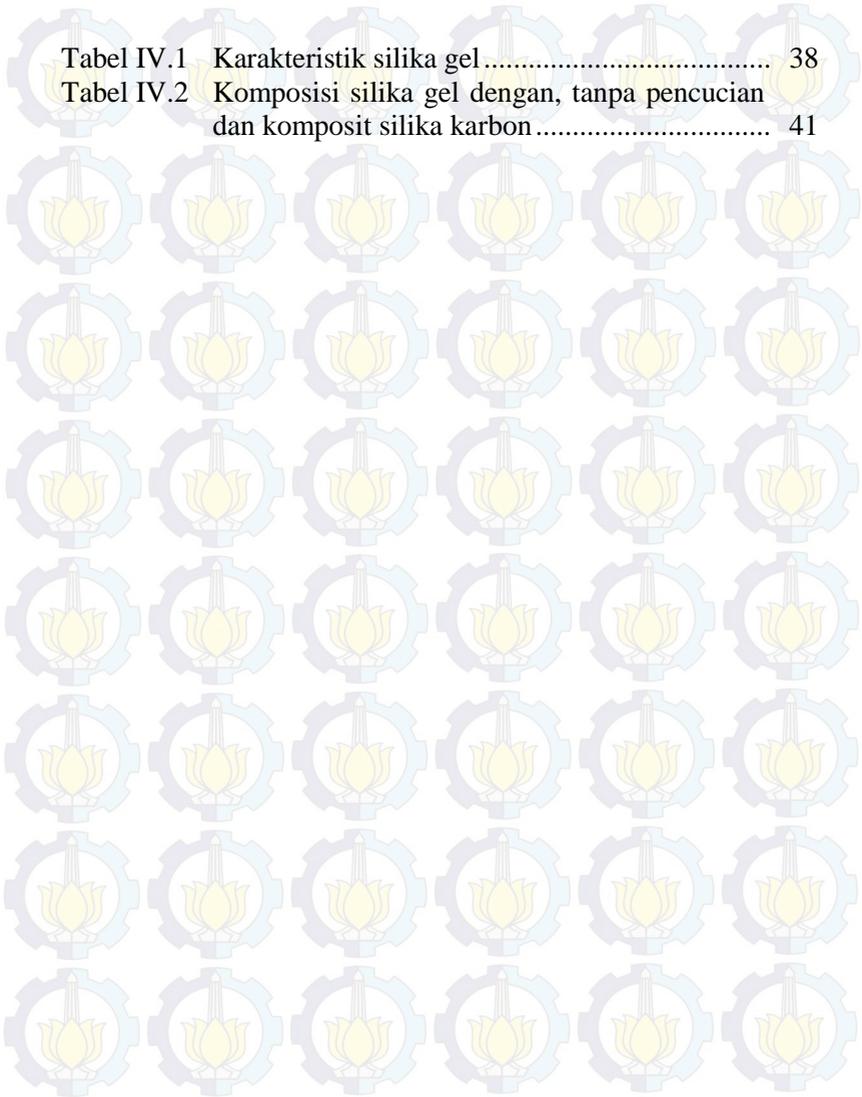
IV.1 Karakteristik silika gel .....	31
IV.2 Karakteristik silika karbon dengan sukrosa....	39
IV.3 Karakteristik silika karbon dengan PEG.....	49

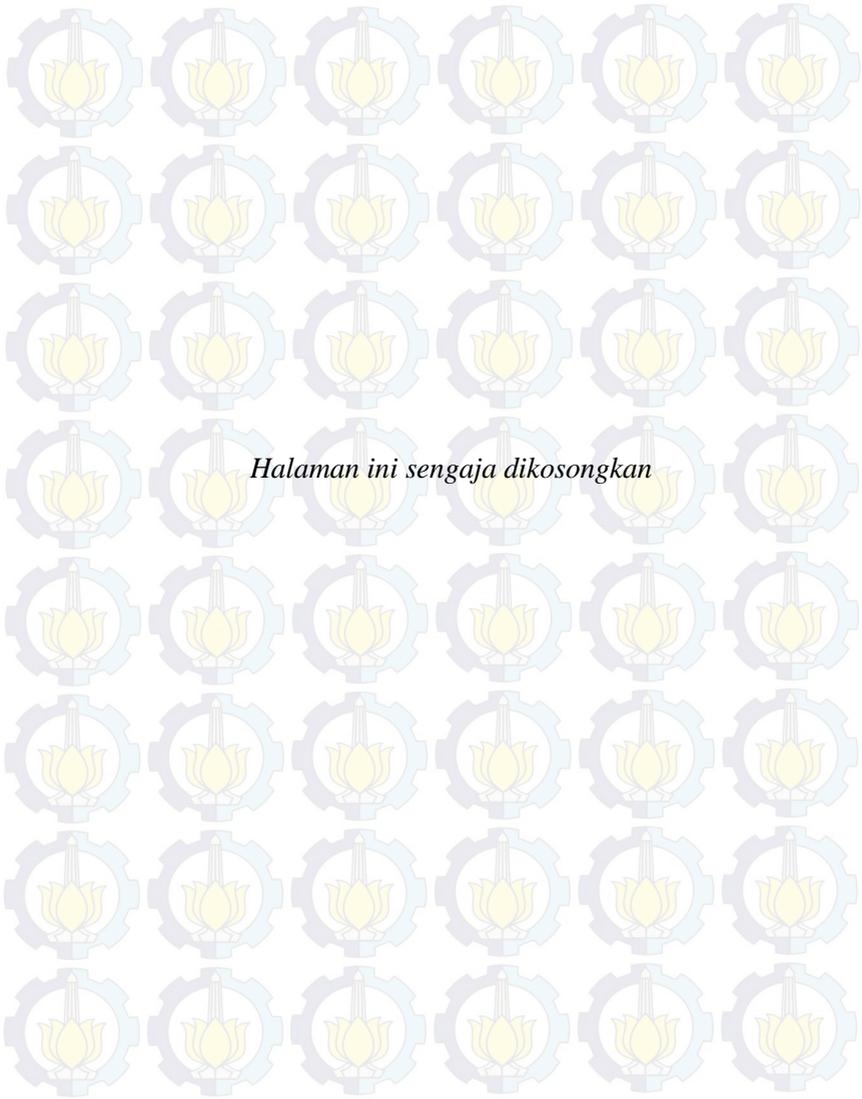
## BAB V KESIMPULAN DAN SARAN .....

DAFTAR PUSTAKA.....	xiii
---------------------	------

## DAFTAR TABEL

Tabel IV.1	Karakteristik silika gel.....	38
Tabel IV.2	Komposisi silika gel dengan, tanpa pencucian dan komposit silika karbon.....	41

A decorative background pattern consisting of a grid of repeating icons. Each icon features a light blue gear with a yellow lotus flower in the center, set against a white background. The icons are arranged in a regular grid across the page.



## DAFTAR GAMBAR

Gambar II.1	Proses sol – gel silika dan produk yang dihasilkan.....	7
Gambar II.2	Klasifikasi adsorbs isotherm menurut Brunauer, Deming dan Teller .....	12
Gambar III.1	Blok Diagram Prosedur Mensintesa Silika Gel .....	23
Gambar III.2	Blok Diagram Prosedur Sintesa Silika Karbon dengan PEG .....	25
Gambar III.3	Skema Rangkaian Alat <i>Pyrolysis Reactor (Linberg/Blue M Tube Furnace)</i> .....	26
Gambar III.4	Alat uji adsorbs-desorbsi nitrogen dengan metode BET( <i>NOVA 1200e Surface Area and Pore Size Analyzer</i> ) .....	27
Gambar IV.1	Isothermis adsorbsi/desorbsi silika 1:10; aging 1 jam .....	33
Gambar IV.2	Isothermis adsorbsi/desorbsi silika 1:10; aging 2 jam .....	33
Gambar IV.3	Isothermis adsorbsi/desorbsi silika 1:10; aging 3 jam .....	34
Gambar IV.4	Isothermis adsorbsi/desorbsi silika 1:10; tanpa aging tahap I .....	34
Gambar IV.5	Isothermis adsorbsi/desorbsi silika 1:10 ; aging 1 jam .....	36
Gambar IV.6	Isothermis adsorbsi/desorbsi silika 1:10 ; aging 2 jam .....	36
Gambar IV.7	Isothermis adsorbsi/desorbsi silika 1:10 ; aging 3 jam .....	37
Gambar IV.8	Isothermis adsorbsi/desorbsi silika 1:10 ; tanpa aging tahap I.....	37
Gambar IV.9	Silika gel (a) tanpa pencucian dan (b) dengan pencucian .....	39

Gambar IV.10 Hasil analisa SEM silika gel (a) tanpa pencucian (b) dengan pencucian.....	39
Gambar IV.11 Hasil analisa EDAX silika gel (a) tanpa pencucian (b) dengan pencucian dan (c) komposit silika karbon .....	40
Gambar IV.12 Bentuk fisik komposit silika karbon dengan kalsinasi selama 5 jam, 400°C pada berbagai konsentrasi sukrosa .....	41
Gambar IV.13 Bentuk fisik komposit silika karbon dengan kalsinasi selama 8 jam, 400 °C pada berbagai konsentrasi sukrosa .....	42
Gambar IV.14 Isothermis adsorpsi/desorpsi komposit silika karbon dengan kalsinasi 8 jam, 400 °C.....	43
Gambar IV.15 Perbandingan <i>surface area</i> komposit dengan silika gel pada berbagai konsentrasi sukrosa dan lama kalsinasi .....	45
Gambar IV.16 Perbandingan volume pori pada berbagai konsentrasi sukrosa dan lama kalsinasi .....	46
Gambar IV.17 Perbandingan diameter pori pada berbagai konsentrasi sukrosa dan lama kalsinasi .....	47
Gambar IV.18 Perbandingan distribusi pori pada berbagai konsentrasi sukrosa pada kalsinasi selama 5 jam dan 8 jam, 400°C.....	48
Gambar IV.19 Spektra FTIR pada komposit silika karbon dengan konsentrasi sukrosa 1 gr/gr silika .....	49
Gambar IV.20 Isothermis adsorpsi/desorpsi komposit silika karbon dengan prekursor PEG.....	51
Gambar IV.21 Distribusi pori komposit silika karbon dengan prekursor PEG .....	52

## BIOGRAFI PENULIS



**EMELIA TRI AMBARWATI** dilahirkan di Kota Pasuruan pada 14 Mei 1992. Penulis merupakan anak ketiga dari empat bersaudara. Penulis menempuh pendidikan formal sejak tahun 1999 di SD Negeri Kalirejo I Bangil Pasuruan, SMP Negeri 2 Bangil Pasuruan, dan SMA Negeri 1 Bangil Pasuruan. Setelah lulus dari SMA, penulis meneruskan pendidikan formalnya di jurusan Teknik Kimia Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya pada tahun 2011. Semasa kuliah, penulis mempunyai hobi jurnalistik dan memasak. Selain itu, penulis juga pernah melaksanakan kerja praktek di PT. Pupuk Sriwijaya. Tugas Akhir, sebagai syarat kelulusan jenjang S-1 ditempuh penulis di Laborarium Elektrokimia dan Korosi, di bawah bimbingan Prof. Dr. Heru Setyawan, M.eng dan Ir. Minta Yuwana, MS dengan bidang Sintesa Komposit Silika Karbon dengan Metode Sol Gel. Penulis dapat dihubungi melalui email: [emeliatri@gmail.com](mailto:emeliatri@gmail.com)

## BIOGRAFI PENULIS



**JANNATUN CINTYA DEWI** dilahirkan di Sidoarjo pada 12 September 1994 dan merupakan anak pertama dari dua bersaudara. Penulis menempuh pendidikan formal sejak tahun 2000 di SD Negeri Suruh Sidoarjo, SMP Negeri 2 Sukodono, dan SMA Negeri 1 Sidoarjo. Setelah lulus dari SMA, penulis meneruskan pendidikan formalnya di jurusan Teknik Kimia Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya pada tahun 2011. Semasa kuliah, penulis mempunyai hobi *travelling*, membaca, serta mengikuti kompetisi keilmiahan. Selain itu, penulis juga pernah melaksanakan kerja praktek di PT. Petrokimia Gresik. Tugas Akhir, sebagai syarat kelulusan jenjang S-1 ditempuh penulis di Laborarium Elektrokimia dan Korosi, di bawah bimbingan Prof. Dr. Heru Setyawan, M.eng dan Ir. Minta Yuwana, MS dengan bidang Sintesa Komposit Silika Karbon dengan Metode Sol Gel. Penulis dapat dihubungi melalui email: [jannatun.dewi@gmail.com](mailto:jannatun.dewi@gmail.com)

# BAB I

## PENDAHULUAN

### I.1. Latar Belakang Penelitian

Silika banyak sekali digunakan dalam industri baik sebagai produk akhir maupun sebagai bahan penunjang proses industri. Silika mempunyai luas permukaan yang tinggi, struktur pori yang teratur, dan volume pori yang besar. Oleh karena itu, silika sering digunakan sebagai pendukung katalis, adsorbent (Selvam, 2001). Namun demikian, penggunaan silika masih dibatasi oleh stabilitas permukaan terhadap udara lembab yang kurang baik. Hal ini mungkin disebabkan oleh permukaan silika bersifat hidrofil (Choi,2014). Selain itu, silika juga cenderung tidak stabil terhadap bahan-bahan kimia terutama pada kondisi basa.

Di sisi lain, karbon juga secara luas digunakan sebagai *adsorbent* universal dalam industri karena mempunyai permukaan yang luas dan hidrofobik. Selain itu, karbon juga sering digunakan sebagai membran karena permeabilitas yang bagus untuk senyawa yang kecil (Han, 2008). Material karbon dapat mudah dikombinasikan dengan gugus oksigen dan penggabungan lapisan tipis karbon pada pori-pori silika dapat menghasilkan cara yang mudah untuk menambahkan gugus asam karboksilat pada bahan *mesoporous*. Komposit silika-karbon yang dihasilkan akan menggabungkan karakter fungsionalitas yang mudah karbon dengan mesostruktur dari bahan silika. Beberapa teknik sintesis untuk mendeposisikan lapisan karbon dalam silika sudah banyak dilakukan, misalnya dengan metode *Chemical Vapor Deposition* (CVD) atau dengan penggunaan surfaktan sebagai sumber karbon. Untuk mendapatkan lapisan karbon yang uniform, gugus silanol dengan densitas yang tinggi dipertahankan pada silika dengan menggunakan prosedur penghilangan surfaktan ringan (Vigon,2013).

Balgis (2007) meneliti bahwa kapasitas adsorpsi meningkat dengan deposisi karbon pada permukaan pori silika. Namun kondisi ini belum tampak jelas sehingga pada penelitian ini menggunakan metode yang lebih sistematis. Komposit silika-karbon sebagai *adsorbent* merupakan paduan antara silika yang bersifat polar inorganik dan karbon yang bersifat non-polar sehingga menghasilkan kemampuan adsorpsi yang sangat efektif (Zieba dkk, 2003). Glover dkk (2009) mensintesis komposit silika-karbon dari MCM-41 dan *furfuryl alcohol* dan material yang dihasilkan bersifat *nanoporous* dan memiliki luas permukaan yang besar dengan distribusi ukuran pori mendekati 12 Å. Sedangkan, Takei dkk (2007) menempelkan karbon pada pori-pori silika dengan menggunakan metode *Chemical Vapor Deposition* (CVD). Metode ini biasanya digunakan untuk mendapat penambahan karbon pada silika *mesoporous* yang tinggi. Namun pada proses ini material awal (*mesoporous silika*) dan karbon di siapkan secara terpisah selain itu proses ini membutuhkan energi dan suhu tinggi. Proses CVD juga sangat sensitif terhadap *rate vapor*. Semakin besar *rate vapor* maka semakin tebal silika, sedangkan yang diharapkan ketebalan silika yang seragam. Metode ini dinilai cukup rumit dan menjadi kurang efisien apabila silika bukan menjadi produk jadi namun harus disintesis terlebih dahulu. Proses pembuatan silika-karbon hibrid akan menjadi dua langkah. Berdasarkan penelitian yang dilakukan Balgis (2007), penempelan karbon pada silika dapat dilakukan dengan metode sol-gel sehingga sintesis silika-karbon dapat dilakukan dengan satu tahap.

Pada umumnya, bahan baku yang dijadikan sumber silika biasanya berupa *tetraethyl orthosilicate* (TEOS) ataupun *tetramethyl orthosilicate* (TMOS) karena kandungan silikanya yang banyak. Akan tetapi, TEOS dan TMOS merupakan bahan baku yang mahal, sulit didapatkan dan agak beracun. Untuk mengatasi hal itu, dalam penelitian ini digunakan *water glass* ( $\text{NaSiO}_3$ ) karena lebih murah dan mudah diperoleh. Pada penelitian ini dilakukan pembuatan komposit silika karbon

dengan metode sol-gel dengan memadukan *natrium silika* sebagai sumber Si dan sukrosa serta polyethylene glycol (PEG) sebagai sumber karbon untuk menghasilkan material berpori dengan permukaan yang lebih luas, volume pori yang lebih besar, dan stabilitas terhadap suhu dan bahan kimia yang lebih baik.

### **I.2. Rumusan Masalah**

Rumusan masalah dalam penelitian ini antara lain :

- a. Bagaimana pengaruh waktu aging terhadap karakteristik silika gel?
- b. Bagaimana mensintesis komposit silika karbon dengan sukrosa sebagai sumber karbon dengan metode sol-gel?
- c. Bagaimana pengaruh konsentrasi sukrosa terhadap karakteristik produk?
- d. Bagaimana mensintesis komposit silika karbon dengan sukrosa sebagai sumber karbon dengan metode sol-gel?

### **I.3. Tujuan Penelitian**

Penelitian ini bertujuan untuk:

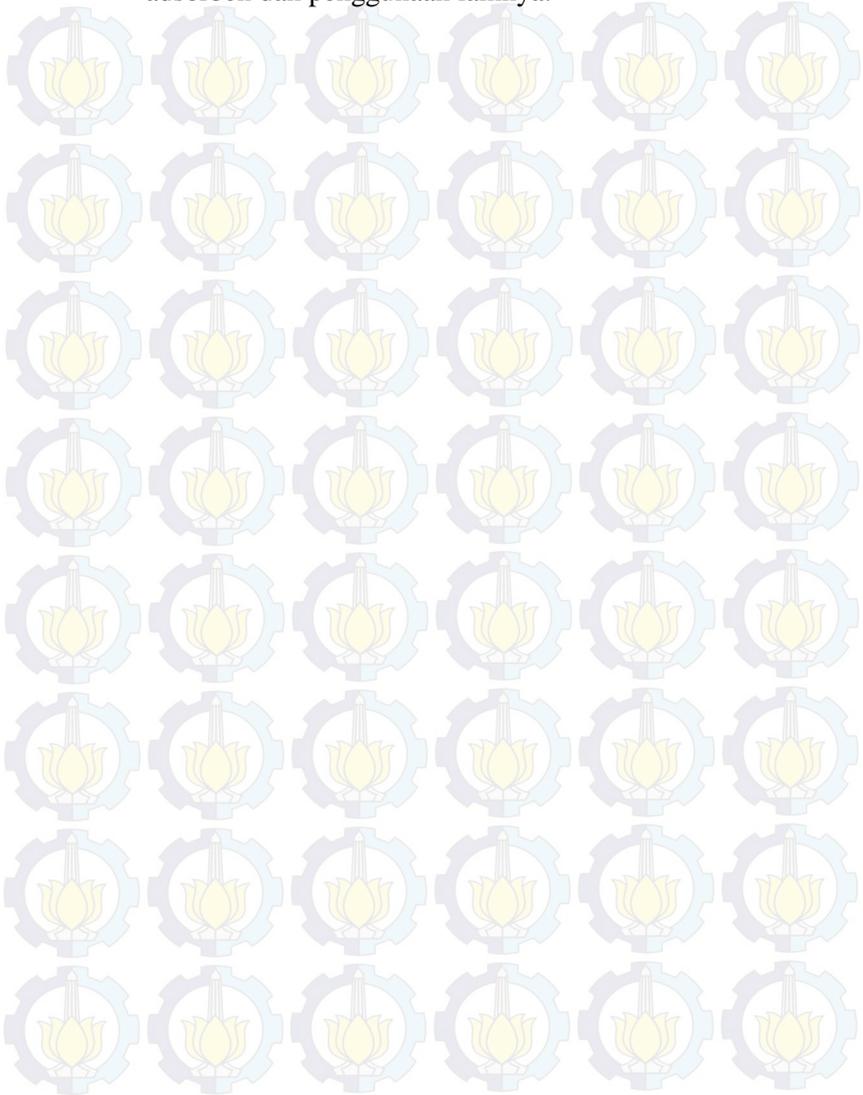
- a. Mempelajari pengaruh waktu aging terhadap karakteristik silika gel yang dihasilkan.
- b. Mempelajari sintesis komposit silika karbon dengan sukrosa sebagai sumber karbon dengan metode sol-gel.
- c. Mempelajari pengaruh konsentrasi sukrosa terhadap karakteristik komposit silika karbon.
- d. Mempelajari sintesis komposit silika karbon dengan PEG sebagai sumber karbon dengan metode sol-gel.

### **I.4. Manfaat Penelitian**

Manfaat dari penelitian ini adalah :

- a. Memberikan kontribusi berupa data teknik untuk pembuatan komposit silika-karbon dari *natrium silika* sebagai sumber silika yang dapat dikembangkan untuk penelitian yang lebih lanjut.

- b. Mengembangkan aplikasi komposit silika-karbon sebagai adsorben dan penggunaan lainnya.



## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### II.1. Silika Gel

Silika merupakan senyawa logam oksida yang banyak terdapat di alam, namun keberadaannya di alam tidak dalam kondisi bebas melainkan terikat dengan senyawa lain, baik secara fisik maupun kimia. Senyawa kimia “*silicon dioxide*” atau juga disebut sebagai “silika” mempunyai susunan kimia  $\text{SiO}_2$ . Silika di alam dijumpai dengan bermacam-macam bentuk, diantaranya termasuk *quartz* dan *oval*.

Silika gel atau *precipitated silica* sudah banyak digunakan aplikasinya dalam dunia industri karena sifat dan morfologinya yang unik, yang meliputi antara lain : luas permukaan, volume porinya yang besar, dan kemampuan untuk menyerap berbagai zat seperti air, oli dan bahan radioaktif. Aplikasi misalnya: untuk pasta gigi, bir (pemrosesan bir), pelapisan kertas (*paper coating*), *antiblocking agent*, farmasi dan *desiccant*. Tetapi pada penggunaan tertentu misalnya untuk katalis, adsorben, maupun untuk penggunaan dalam *drug delivery system*, diperlukan silika dengan spesifikasi tertentu sehingga dipakai *template* dalam sintesis untuk memperoleh silika dengan struktur pori sesuai yang diinginkan.

Struktur pori pada partikel silika ada dua jenis: *irregular ordered* dan *regular ordered*. Pembuatan partikel silika berpori dengan tipe *regular ordered* bisa dilakukan dengan cara penambahan *template*, disini *template* dipakai sebagai cetakan (pembantu dan pengarah) dalam pembentukan pori, dimana partikel koloidal primer akan mengisi celah-celah diantara susunan *template*, sehingga ketika *template* dikeluarkan dari kristal akan terbentuk partikel silika yang berongga dengan struktur yang teratur seperti ditunjukkan pada Gambar 2.1 (Iskandar, 2002). Berdasarkan ukuran pori – pori yang utama, IUPAC mengklasifikasikan material berpori menjadi 3 kelas: (1)

*microporous*, dengan ukuran pori  $< 2.0$  nm, (2) *mesoporous*, dengan ukuran pori 2 - 50 nm, (3) *macroporous*, dengan ukuran pori  $> 50$  nm (Dong, 2002). Untuk memperoleh *regular ordered pores* atau pori dengan susunan teratur biasanya dipakai *template* berupa surfaktan dan polimer (Jia dkk., 2004).

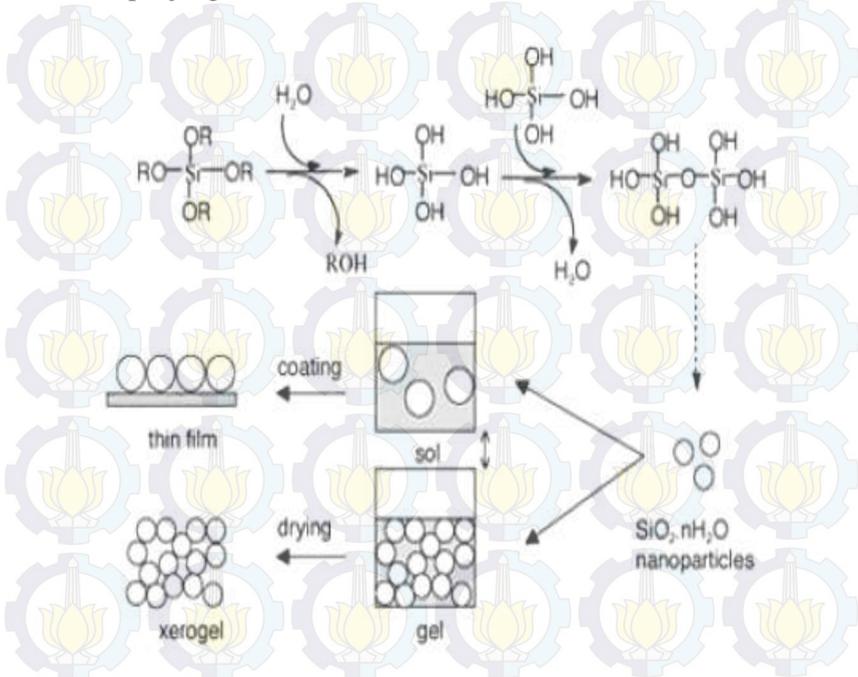
## II.2. Metode Sol-Gel

Sol - gel merupakan proses yang menghasilkan komponen silika berupa padatan yang kompleks dengan biaya yang relatif murah tanpa menurunkan kualitas. Proses sol - gel merupakan proses larutan multi guna yang pada awalnya digunakan untuk pembuatan material inorganik seperti keramik dan bahan glass dengan kemurnian dan homogenitas yang tinggi. Pada umumnya, proses ini melibatkan transisi sistem dari liquid (sol) ke dalam fase solid (gel). Proses sol - gel biasanya dibagi dalam beberapa tahapan: pembuatan larutan, pembentukan gel, aging, pengeringan, dan densifikasi (Dong, 2002).

Meskipun proses sol - gel dapat diaplikasikan untuk berbagai fase inorganik, tetapi penggunaannya lebih diutamakan untuk pembentukan material berbasal silika. Prinsip dasar kimia sol - gel kebanyakan diterapkan dalam pembentukan silika gel. Pengembangan teknik sol gel dalam ilmu material biasanya didasarkan pada *silicon alkoxides*  $\text{Si}(\text{OR})_n$ , dimana R adalah kelompok organik ( $-\text{CH}_3$ ,  $-\text{C}_2\text{H}_5$ , ...), misalnya TMOS atau TEOS dengan gugus karbonil berupa metil dan etil (Fan dkk., 2006). Adanya air menyebabkan terjadinya hidrolisa Si-OR, membentuk grup silanol ( $\text{Si-OH}$ ) dan melepaskan molekul alkohol ROH. Kemudian terjadi kondensasi antara grup silanol membentuk ikatan Si-O-Si. Reaksi kondensasi diikuti proses polimerisasi inorganik yang menghasilkan pembentukan  $\text{SiO}_2$  nanopartikel. Kemudian, terjadi kesetimbangan diantara pertumbuhan partikel menyebabkan terbentuknya sol, dan terjadi agregasi partikel membentuk gel. Proses ini sangat bergantung pada pH. Kondisi asam akan menghasilkan jaringan yang rapat, sedangkan kondisi basa menyebabkan partikel cenderung berupa gel berpori. Secara

umum proses ini digambarkan seperti ditampilkan pada Gambar II.1.

Penggunaan silikon alkoksida memiliki dua keuntungan. Pertama, lebih mudah menyesuaikan struktur gel melalui pengontrolan reaktifitas *alkoxide* terhadap reaksi hidrolisis/kondensasi. Sehingga, pada kondisi asam menghasilkan mikropori (ukuran pori < 2 nm), sedangkan partikel mesopori (2 nm < ukuran pori < 50 nm) diperoleh pada keadaan basa. Kedua, *alkoxide* yang sudah dimodifikasi secara organik  $R_n'-Si(OR)_{4-n}$ , dimana jarak  $R'$  yang dapat digunakan dari rantai alkil sampai amino- atau gugus thiol. Ikatan kovalen Si- $R'$  tidak peka terhadap hidrolisis, sehingga penanganan pada produk akhir dapat menyempurnakan fungsi samping sehingga terbentuk ikatan yang lebih panjang (Coradin dkk., 2006).



**Gambar II.1.** Proses sol – gel silika dan produk yang dihasilkan

Proses sol – gel memberikan keuntungan yang sama untuk memproduksi silika berpori dengan kemurnian yang tinggi dan densitas antara 1.7 – 2.2 g/cc. Proses yang dilakukan pada kondisi ruang memungkinkan terjadinya penyelubungan pada sejumlah zat organik, *organometallic*, dan molekul biologi serta zat inorganik. Dalam proses sol-gel khusus, *precursor* mengalami sejumlah reaksi hidrolisis dan polimerasi untuk membentuk suspensi koloidal atau sol, kemudian partikel terkondensasi dalam fase baru, gel, yang mana molekul makro solid terdispersi dalam *solvent*. Dalam proses sol - gel, *precursor* merupakan rangkaian reaksi *hydrolysis* dan polimerisasi untuk membentuk suspensi koloid, kemudian suspensi diubah ke dalam fase baru, yaitu gel. Untuk pembuatan sol-gel silika, tahap pembentukan jaringan gel:



Dengan pengeringan dan *heat-treatment* yang lebih jauh, gel dapat dikonversi ke dalam padatan silika. Jika liquid dalam gel dipindahkan dibawah kondisi superkritis, didapatkan material dengan pori tinggi dan densitas rendah yang disebut "aerogel". Pengeringan pada gel dengan peralatan *treatment* suhu rendah (25-100 °C) ini memungkinkan diperolehnya hasil berupa matrik solid berpori yang disebut "xerogel". Gel berpori yang dihasilkan dapat dimurnikan secara kimia dan dikonversi pada temperatur tinggi ke dalam silika dengan kemurnian tinggi.

Sensor teknologi mungkin merupakan bidang komersial yang paling berpotensi untuk material ini, karena adanya kombinasi antara kekuatan, warna yang relatif jernih, porositas yang tinggi, dan surface area yang cukup besar. Sol – gel juga merupakan cara yang efektif dan sering digunakan untuk mensintesa material *inorganik-organik hybrid* dengan ukuran nanometer. Hasilnya, material hibrida ini memiliki aplikasi yang lebih luas bahkan di luar jangkauan dari campuran material tradisional. Pengertian dasar dari sol – gel ditinjau secara terus menerus, sehingga proses sol – gel mengalami kemajuan yang pesat.

Untuk memperoleh partikel silika berpori dengan metode sol gel bukan hanya template saja yang penting, metode penghilangan templatepun sangat berperan. Dengan metode penghilangan yang tepat, dapat diperoleh pori yang diinginkan secara efektif.

Kalsinasi merupakan proses *combustion* atau *drying* dengan suhu tinggi yang mana pada proses ini bertujuan untuk menghilangkan template dengan cara menguapkannya. Akan tetapi proses ini mempunyai kelemahan, diantaranya: membutuhkan suhu yang tinggi sehingga membutuhkan energi yang besar pula, menyebabkan terjadinya *sintering* atau penyusutan jaringan, densifikasi struktur pori dan hilangnya mesostruktur (Dabbs dkk, 2006)

### **II.3 Silika Karbon**

Pada silika karbon, paduan antara silika yang bersifat polar-anorganik dan karbon yang merupakan organik-non-polar dapat menghasilkan kemampuan adsorpsi yang lebih efektif. Silika karbon memiliki aplikasi yang luas, diantaranya sebagai pendukung katalis, adsorben, enkapsulasi, nanoreaksi, dan sebagai *template* pada reaksi (Yong Wan, 2008).

Kemampuan adsorpsi suatu zat dipengaruhi oleh luas permukaan, baik itu permukaan luar ataupun permukaan dalam pada pori-pori suatu padatan, semakin besar luas permukaan suatu padatan semakin besar kemampuan adsorpsinya. Semakin kecil ukuran suatu padatan, dengan jumlah berat yang sama dibandingkan dengan padatan yang sama yang memiliki ukuran yang lebih besar, lebih luas permukaan padatan yang memiliki ukuran yang lebih kecil. Semakin banyak jumlah pori-pori suatu padatan semakin luas permukaannya. Zat adsorpsi yang baik adalah zat yang memiliki luas permukaan yang besar, yaitu yang memiliki banyak pori-pori dan ukuran partikelnya kecil.

### **II.4 Adsorpsi dan Karakterisasi Partikel Berpori**

Proses adsorpsi dapat digambarkan sebagai proses dimana molekul meninggalkan larutan dan menempel pada permukaan zat adsorben akibat kimia dan fisika (Reynolds,1982). Mekanisme adsorpsi terdiri dari tiga tahapan. Tahap pertama terjadi difusi molekul kontaminan ke permukaan adsorben, tahap kedua molekul kontaminan bermigrasi ke pori dari adsorben dan tahap ketiga pembentukan monolayer dari adsorbat. Proses adsorpsi tergantung pada sifat zat padat yang mengadsorpsi, sifat atom/molekul yang diserap, konsentrasi, temperatur dan lain-lain.

Kesetimbangan adsorpsi terjadi bila larutan dikontakkan dengan adsorben padat dan molekul dari adsorbat berpindah dari larutan ke padatan sampai konsentrasi adsorbat dilarutan dan padatan dalam keadaan setimbang. Fase kesetimbangan antara cairan dan fase yang diserap oleh satu atau lebih komponen dalam proses adsorpsi merupakan faktor yang menentukan didalam kinerja proses adsorpsi tersebut. Data kesetimbangan pada suatu temperatur, biasanya ditampilkan dengan adsorption isotherm, yang menunjukkan hubungan antara besarnya yang teradsorpsi per satuan massa solid dan konsentrasi adsorbat di larutan. Untuk mengukur *adsorption isotherm*, dapat diketahui dengan besarnya padatan adsorben dan larutan dikontakkan pada temperatur yang konstan sehingga larutan tidak berubah komposisinya terhadap waktu. *Adsorption isotherm* dapat dihitung dengan mengukur konsentrasi adsorbat dalam larutan pada saat awal dan pada keadaan equilibrium.

Adsorpsi isotherm dapat digunakan untuk pengklasifikasian partikel berpori. Brunauer, Deming, Deming dan Teller mengklasifikasikan adsorpsi isotherm menjadi 5 tipe seperti gambar dibawah ini. Masing – masing tipe menunjukkan kondisi yang unik. Tipe-tipe adsorpsi isotherm yaitu:

a. Tipe I

Tipe ini merupakan tipe untuk padatan mikropori (diameter < 2 nm) pada adsorben dimana terdapat garis kestabilan yang mengindikasikan tanda luas permukaan eksternal adsorben relatif kecil. Tipe ini disebut juga *Langmuir isotherm*

menggambarkan adsorpsi satu lapis (*monolayer*) dan biasanya diperoleh dari adsorben karbon aktif dan zeolit *molecular sieve*.

b. Tipe II

Adsorpsi isothermal jenis ini digunakan untuk adsorpsi fisika gas dengan padatan tak berpori dan padatan dengan diameter pori besar dari 50 nm (makropori). Titik kelengkungan yang terjadi pada kurva adsorpsi isothermal ini biasanya terjadi pada saat lapisan *monolayer* pertama teradsorpsi sempurna sehingga meningkatkan tekanan relatif, sedangkan lapisan (layer) kedua dan seterusnya akan sempurna sampai mencapai kejenuhan dari sejumlah lapisan yang teradsorpsi tak terbatas.

c. Tipe III

Adsorpsi ini merupakan karakteristik dari interaksi adsorbat dan adsorben yang lemah dan biasanya digunakan untuk jenis adsorben tak berpori dan makropori. Interaksi yang lemah antara adsorbat dan adsorben membuat naiknya kurva sedikit untuk tekanan relatif yang rendah. Tetapi ketika molekul mulai diadsorpsi pada sisi adsorpsi utama interaksi adsorbat-adsorbat semakin kuat yang kemudian mendorong proses adsorpsi, mempercepat kurva yang naik pada tekanan relatif yang lebih tinggi. Adsorpsi ini biasanya dapat ditemukan pada air dengan padatan yang bersifat hidrofobik.

d. Tipe IV

Tipe ini identik dengan material yang bersifat mesopori. Pada tipe IV hampir sama dengan tipe II pada rentang tekanan relatif rendah sampai menengah. Terdapatnya rentang tekanan tertentu garis desorpsi tidak berhimpit dengan garis adsorpsi. Hal ini disebut dengan fenomena histerisis. Terdapat beberapa kemungkinan yang menjadi penyebab terjadinya fenomena histerisis, salah satunya adalah perbedaan sudut kontak molekul gas pada pori saat adsorpsi dengan saat desorpsi.

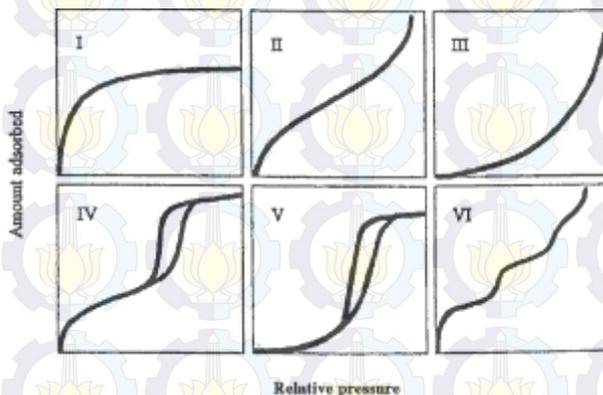
e. Tipe V

Tipe ini hampir sama dengan tipe III. Perbedaannya adalah pada tipe V adsorpsi mencapai setimbang setelah tercapai tekanan jenuh sedangkan pada tipe III tidak demikian. Selain itu

pada tipe V terdapat histerisis yang menunjukkan adsorpsi terjadi pada permukaan yang berpori (padatan makropori atau mesopori). Tipe ini terdapat pada adsorpsi air terhadap karbon.

f. Tipe VI

Tipe ini timbul pada permukaan padatan tak berpori dan sangat homogen. Hal tersebut menunjukkan bahwa adsorpsi terjadi pada lapisan tunggal yang formasinya merupakan fungsi dari sistem adsorbat-adsorben dan temperatur.



**Gambar II.2.** Klasifikasi adsorpsi isotherm menurut Brunauer, Deming dan Teller.

### A. Surface Area

Molekul gas yang melekat pada permukaan solid (adsorben) diserap dan cenderung membentuk lapisan tipis yang menutupi seluruh permukaan adsorben. Berdasarkan teori Brunauer, Emmett dan Teller (BET) yang populer, jumlah molekul yang dibutuhkan untuk menutupi permukaan adsorben dengan monolayer molekul teradsorpsi ( $N_m$ ) dapat diperkirakan. *Surface area* dapat dihasilkan dari perkalian jumlah  $N_m$  dengan *cross sectional area* molekul adsorbat.

Metode BET menghitung *surface area* spesifik dari adsorpsi isotherm menggunakan nitrogen sebagai adsorbat pada 77 K. Hampir semua material dapat dianalisa dengan kondisi ini

kecuali beberapa mikropori dan *surface area* yang sangat rendah. Meskipun banyak alternatif persamaan untuk mendeskripsikan isotherm, persamaan BET telah dipertahankan penggunaannya selama bertahun-tahun. Persamaannya sebagai berikut:

$$\frac{1}{v_a((p_0/p)-1)} = \frac{1}{v_m c} + \frac{(c-1)p}{v_m c p_0}$$

Dimana  $v_a$  adalah mol gas yang teradsorpsi per gram adsorben saat tekanan gas adalah  $p$ ,  $v_m$  adalah kapasitas monolayer pada permukaan yaitu sejumlah mol gas per gram adsorben yang dibutuhkan untuk membentuk lapisan monomolekular,  $p_0$  merupakan tekanan gas jenuh pada temperatur yang digunakan dan  $c$  adalah konstanta. Konstanta  $c$  merupakan fungsi panas adsorpsi dan tergantung keadaan kimiawi permukaan. Plot antara  $p/v(p-p_0)$  sebagai ordinat dan  $p/p_0$  sebagai absis menghasilkan slope  $(c-1)/v_m c$  dan intercept  $1/v_m c$ .

Dari  $v_m$  yang didapatkan, *surface area* dapat ditentukan dengan persamaan:

$$S_{BET} = v_m a_m N$$

dengan  $S_{BET}$  adalah spesifik *surface area* dalam  $m^2/g$ ,  $a_m$  *cross sectional area* molekular satu molekul gas dalam angstrom kuadrat ( $\text{\AA}^2$ ) dan  $N$  adalah  $6 \times 10^{23}$ . Nilai  $a_m$  untuk nitrogen biasanya untuk permukaan oksida diasumsikan  $16,2 \text{ \AA}$ .

### **B. Volume pori dan Diameter Pori**

Volume pori didapat dari jumlah gas yang diserap pada tekanan relatif, dengan mengasumsi bahwa pori terisi dengan adsorbate. Jika sampel tidak *macropore*, maka pada kurva isothermis menunjukkan garis horizontal melebihi tekanan relatif. Jika sampel *macropore*, maka pada kurva isothermis menunjukkan tekanan relatif = 1 dan pada batas maksimal *macropore* menunjukkan kenaikan vertikal. Volume nitrogen yang teradsorp

( $V_{ads}$ ) dapat dikonversi menjadi volume nitrogen cair ( $V_{liq}$ ) yang terkandung dalam pori menurut persamaan :

$$V_{liq} = \frac{P_a \cdot V_{ads} \cdot V_m}{R \cdot T}$$

Dimana  $P_a$  dan  $T$  merupakan tekanan ambient dan tekanan dan  $V_m$  merupakan volume molar dari nitrogen cair (34,7 cm<sup>3</sup>/mol). Sedangkan jari-jari rata-rata pori dapat dihitung dengan persamaan :

$$\frac{V_{liq}}{S_{BET}} = \frac{\bar{r}_p}{2}$$

Dimana  $V_{liq}$  merupakan volume nitrogen cair dan  $S_{BET}$  merupakan luas permukaan BET. Untuk bentuk pori lainnya membutuhkan bentuk dari hysteresis pada kurva adsorpsi-desorpsi isothermis.

### C. Distribusi Ukuran Pori

Pada distribusi ukuran pori dengan dasar termodinamika diukur menggunakan desorpsi isotherm. Untuk nitrogen sebagai adsorbat pada titik didih normalnya 77 K dan dengan menggunakan properti fisik yang diberikan sebelumnya, maka persamaan Kelvin dapat ditulis:

$$r_k = \frac{4,15}{\log P / P_o} (\text{\AA})$$

$r_k$  menunjukkan radius pada saat kondensasi terjadi pada tekanan relatif yang dibutuhkan. Radius ini disebut radius Kelvin atau radius kritis yang bukan merupakan radius sebenarnya karena beberapa peristiwa adsorpsi juga telah terjadi pada dinding pori sebelum terjadi kondensasi.

Jika tebal film adsorbat ketika kondensasi atau evaporasi terjadi adalah  $t$  dengan jari-jari aktual ( $r_p$ ) yang ditunjukkan oleh rumus sebagai berikut:

$$r_p = r_k + t$$

Untuk mencari tebal film menggunakan rumus:

$$t = 3,54 \times \left( \frac{5}{2,303 \log P_o/P} \right)^{1/3}$$

Prosedur yang digunakan untuk menghitung distribusi pori adalah metode integrasi numerik Barret, Joyner, dan Halenda (BJH) yang mengambil kelebihan teori Wheeler bahwa kondensasi terjadi dalam pori ketika tekanan relatif mencapai radius Kelvin  $r_k$ . Model ini juga mengasumsikan tebal film teradsorpsi multilayer ada pada dinding pori ketika kondensasi atau evaporasi terjadi yang mana tebalnya sama dengan film teradsorpsi pada permukaan nonporous.

Perhitungan dilakukan dari tekanan relatif besar ke kecil. Langkah-langkah selanjutnya untuk menghitung distribusi pori setelah menghitung jari-jari pori dan tebal film teradsorpsi adalah:

- Mencari  $\Delta V_{gas}$  yang merupakan perubahan volume teradsorpsi pada tekanan relatif yang berurutan dengan persamaan:

$$\Delta V_{gas} = V_{gas(n+1)} - V_{gas(n)} \text{ (cm}^3\text{/g)}$$

- Mencari  $\Delta V_{liq}$ , volume liquid yang sesuai dengan  $\Delta V_{gas}$  dan dapat dihitung dengan:

$$\Delta V_{liq} = \frac{\Delta V_{gas}}{22,4 \times 10^3} \times 34,6 = \Delta V_{gas} \times \left( 1,54 \times 10^{-3} \right)$$

- Mencari *surface area* dinding pori ( $S$ ) dari volume pori

Perhitungan dilakukan dengan mengasumsikan besarnya  $\Delta t \Sigma S$  untuk tekanan mendekati 1 atau tekanan relatif terbesar sama dengan 0 dengan asumsi pada tekanan relatif tersebut desorpsi belum terjadi sehingga volume pori dapat diketahui dengan menggunakan rumus :

$$V_p = \left( \frac{\bar{r}_p}{r_k} \right)^2 \times (\Delta V_{liq} - (\Delta t \Sigma S) \times 10^{-4})$$

Setelah volume pori diketahui maka dilakukan perhitungan  $S$  menggunakan persamaan sebagai berikut :

$$S = \frac{2V_p}{r_p} \times 10^4 \text{ (m}^2\text{)}$$

Selanjutnya  $S$  yang didapat digunakan untuk menghitung  $\Sigma S$  dan  $\Delta t \Sigma S$  yang didapat digunakan untuk menghitung  $\Delta t \Sigma S$  dan seterusnya sampai tekanan relatif mendekati 0,3 dengan asumsi bahwa data yang diambil sudah merupakan data dimana adsorpsi monolayer sempurna atau adsorpsi multilayer terjadi. Distribusi ukuran pori didapatkan dengan cara memplotkan  $\frac{V_p}{\Delta r_p}$  terhadap  $\bar{r}_p$  ( $r_p$  rata-rata).

## II.5. Penelitian Terdahulu

No	Peneliti	Penelitian
1	Yokoi (2009)	Melakukan sintesis komposit silika-karbon dengan metode esterifikasi <i>furfuryl alcohol</i> (FA) dengan gugus silanol pada dinding pori silika <i>mesoporous</i> tipe SBA-15 melalui ikatan Si-O-C, diikuti dengan karbonisasi permukaan yang sudah dimodifikasi pada suhu yang dinaikkan. Adsorpsi-air menunjukkan bahwa komposit yang dibuat dengan metode esterifikasi lebih hidrofobik dibandingkan metode impregnasi. Adsorpsi-benzene menunjukkan bahwa jumlah adsorpsi komposit dari esterifikasi lebih besar yang menunjukkan bahwa karbon yang dicampurkan dengan metode esterifikasi terdistribusi lebih

		homogen pada dinding pori.
2	<b>Balgis (2009)</b>	Meneliti mengenai sintesis silica-carbon hybrid menggunakan waterglass sebagai bahan dasar (kandungan SiO <sub>2</sub> sebesar 26,84 %). Penelitian ini menggunakan metode sol – gel dengan template gelatin dan PEG untuk mensintesa partikel.. Hasil yang diperoleh melalui cara pertama berupa silika berpori dimana di bagian dalam partikelnya berwarna coklat sedangkan di permukaannya bening. Hal ini mengindikasikan masih ada gelatin yang tertinggal di dalam pori sehingga mengurangi kemampuan adsorpsi partikel. Sedangkan untuk cara kedua diperoleh silika berpori berwarna hitam. Hal ini mengindikasikan bahwa seluruh gelatin telah terkarbonisasi. Dari hasil penelitian terdahulu diketahui bahwa keberadaan karbon dapat meningkatkan kemampuan adsorpsi dari silika tersebut.
3	<b>Liu (2009)</b>	Meneliti tentang komposit silika-karbon dari sukrosa dilarutkan dalam MCM-48 dan disulfonasi. Didapatkan komposit dengan luas permukaan lebih dari 600 m <sup>2</sup> /g dan ukuran pori 1,5-2,2 nm. Aktivitas katalitik komposit dipelajari melalui esterifikasi asam asetat dan n-butyl alcohol. Ukuran pori dan aktivitas katalitik diatur dengan mengubah jumlah sukrosa dan komposit menghasilkan stabilitas hidrotermal dan sifat amphifilik. Saat kandungan sukrosa mendekati kapasitas disperse monolayer sukrosa pada MCM-48, komposit sulfonasi menghasilkan luas area 700-724 m <sup>2</sup> /g dan n-butyl asetat yield sebesar 90,4-98,7%.

<p style="text-align: center;">4</p>	<p style="text-align: center;"><b>Khoirul dan Afifudin (2010)</b></p>	<p>Meneliti tentang pengaruh konsentrasi NaOH terhadap recovery silika dan pengaruh kondisi pengasaman (rasio pengenceran, pH, rate titrasi HCl, dan waktu aging) terhadap karakteristik silika yang dihasilkan. Hasil yang dicapai penelitian ini menunjukkan bahwa <i>yield recovery</i> silika meningkat dengan naiknya konsentrasi NaOH. Pengenceran sodium silikat yang besar meningkatkan surface area silika yang dihasilkan. Pada variasi pH akhir, kenaikan pH menyebabkan surface area dan volum pori silika mengalami penurunan. Peningkatan rate titrasi HCl menyebabkan menurunnya surface area silika. Surface area meningkat dalam waktu aging 6-18 jam, dan menurun pada waktu <i>aging</i> di atas 18 jam. Diameter silika yang dihasilkan termasuk dalam kategori mesopori.</p>
<p style="text-align: center;">5</p>	<p style="text-align: center;"><b>Dewi dkk (2012)</b></p>	<p>Mensintesis silika xerogel dari <i>Geothermal Sludge</i> dengan metode ekstraksi basa menghasilkan ukuran silika gel jenis mesopori. Karakter fisik dari produk silika yang dihasilkan berbentuk serbuk halus dan berwarna putih transparan. Diameter pori silika produk yang dihasilkan termasuk kategori mesopori. Hasil yang dicapai dalam penelitian ini menunjukkan bahwa <i>yield</i> silika meningkat dengan naiknya konsentrasi NaOH. Pengenceran sodium silikat yang besar meningkatkan luas permukaan silika produk. Peningkatan rate titrasi HCl menyebabkan menurunnya luas area silika produk. Semakin lama aging tahap1 maka semakin tinggi luas permukaan silika produk, namun grafik yang dihasilkan cenderung landai.</p>

6	<b>Kusnanto, dkk (2013)</b>	<p>Melakukan sintesis silika karbon dari <i>geothermal sludge</i> dan mengevaluasi karakteristik silika karbon yaitu luas permukaan, volume pori, dan diameter pori. Dalam penelitian digunakan <i>geothermal sludge</i> sebagai sumber silika dan asam tartrat sebagai sumber karbon. Hasil karakterisasi dalam penelitian ini menunjukkan bahwa <i>surface area</i>, diameter pori paling besar (<math>A=263,533 \text{ m}^2/\text{gram}</math>, <math>D=6,314 \text{ nm}</math>) dan distribusi pori paling merata pada penambahan asam tartrat dengan konsentrasi 0,1 M. Sedangkan volume pori cenderung tidak dipengaruhi oleh penambahan asam tartrat (cenderung konstan).</p>
---	-------------------------------------	--



## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **III.1 Lingkup Penelitian**

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari sintesa komposit silika-karbon. Silika dibuat dari natrium silikat dengan proses sol-gel. Hal ini dilakukan dengan penambahan asam hingga terbentuk sol dan dilanjutkan dengan aging untuk membentuk gel. Setelah dikeringkan, silika gel diimpregnasi dengan sukrosa sebagai sumber karbon dan dikalsinasi. Selain itu, dilakukan pula sintesa komposit silika karbon dengan PEG sebagai sumber karbonnya sebagai pembanding. Beberapa faktor yang berpengaruh dalam proses tersebut antara lain konsentrasi natrium silikat, pH larutan, proses penambahan HCl, lama *aging*, dan konsentrasi sukrosa.

#### **III.2 Bahan Penelitian**

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian sintesa komposit silika karbon dengan metode sol-gel antara lain:

1. Natrium Silikat 28%  
Fungsi: sebagai sumber silika  
Sumber: Merck
2. Asam Klorida (HCl), fuming 37 %  
Fungsi: untuk mengontrol pH pembentukan gel pada sumber karbon sukrosa.  
Sumber: Merck
3. Sukrosa Mikrobiologi  
Fungsi: sebagai sumber karbon  
Sumber: Merck
4. PEG (Polyethylene glycol) 1000  
Fungsi: sebagai sumber karbon  
Sumber: Merck
5. Natrium Hidroksida (NaOH) p.a  
Fungsi: sebagai pengatur pH pembentukan gel pada sumber karbon PEG.

Sumber: Merck

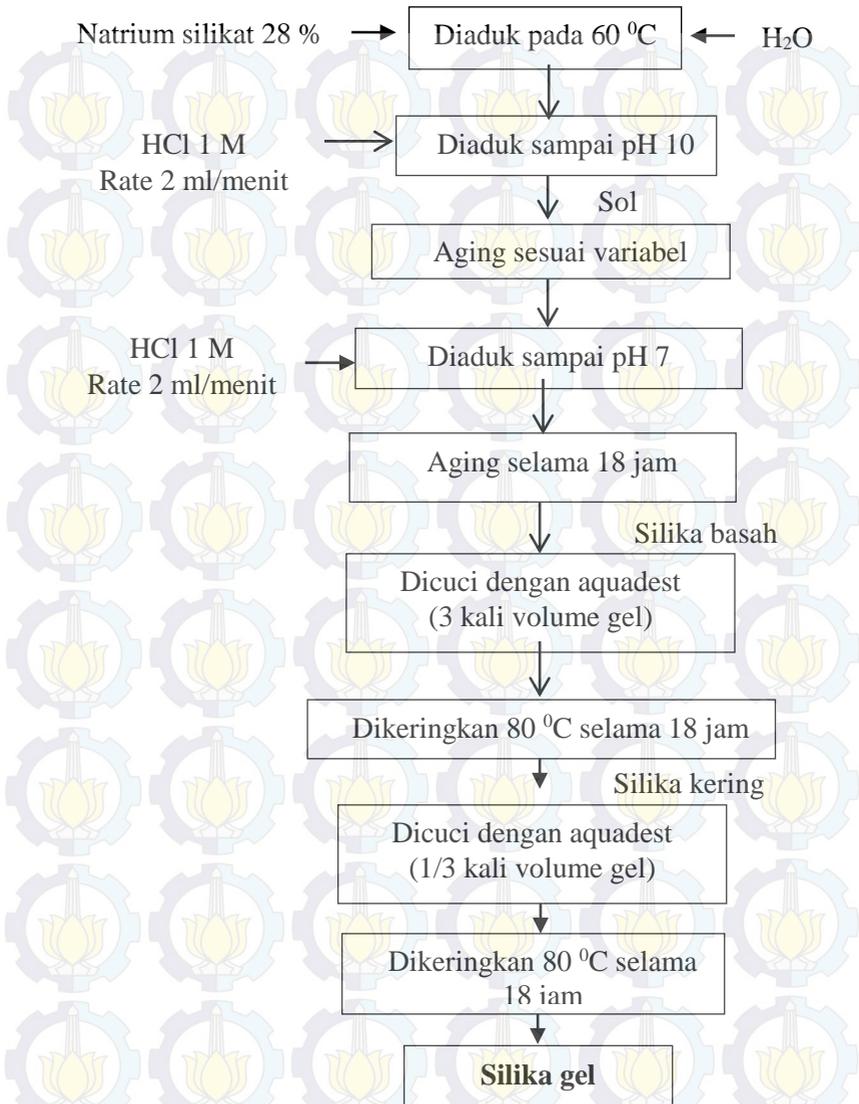
## 6. Aquadest

### III.3 Eksperimen

#### III.3.1 Sintesa silika karbon dengan sukrosa

Diagram percobaan untuk mensintesa silika gel ditunjukkan pada gambar III.1. natrium silikat 28 % diencerkan dengan air pada perbandingan natrium silikat : air = 1 : 10. Pengenceran dilakukan dengan meneteskan sedikit demi sedikit natrium silikat ke dalam air yang sudah dipanaskan pada suhu 60°C disertai dengan pengadukan menggunakan *hot plate stirrer* hingga terbentuk larutan yang homogen. Setelah larutan homogen, larutan dibiarkan hingga suhunya sama dengan suhu ruangan. Selanjutnya, dilakukan pembentukan gel dengan dua tahap *aging*.

Pada tahap pertama, larutan sol-gel dititrasi dengan HCl 1 M dengan rate 2 ml/menit menggunakan *syringe pump* hingga pH mencapai 10 kemudian di-*aging* dengan variasi lama waktu *aging* tahap I selama 1, 2, 3 jam dan tanpa *aging*. Selanjutnya, larutan dititrasi dengan HCl 1 M kembali, hingga pH larutan mencapai 7 lalu di-*aging* kembali selama  $\pm 18$  jam dalam suhu ruangan. Gel yang sudah terbentuk dicuci dengan aquadest dengan volume aquadest sebanyak tiga kali volume gel, disaring kemudian dikeringkan menggunakan oven pada suhu 80 °C selama  $\pm 18$  jam. Setelah kering, silika dicuci kembali dengan aquadest sebanyak sepertiga volume gel, disaring kemudian dikeringkan kembali menggunakan oven pada suhu 80 °C selama  $\pm 18$  jam. Tujuan dilakukan pencucian ini untuk menghilangkan pengotor berupa garam NaCl. Silika gel yang terbentuk di uji karakternya dengan uji BET untuk mengetahui *surface area*-nya, distribusi ukuran pori, serta volume pori sebelum dilakukan tahap karbonisasi.

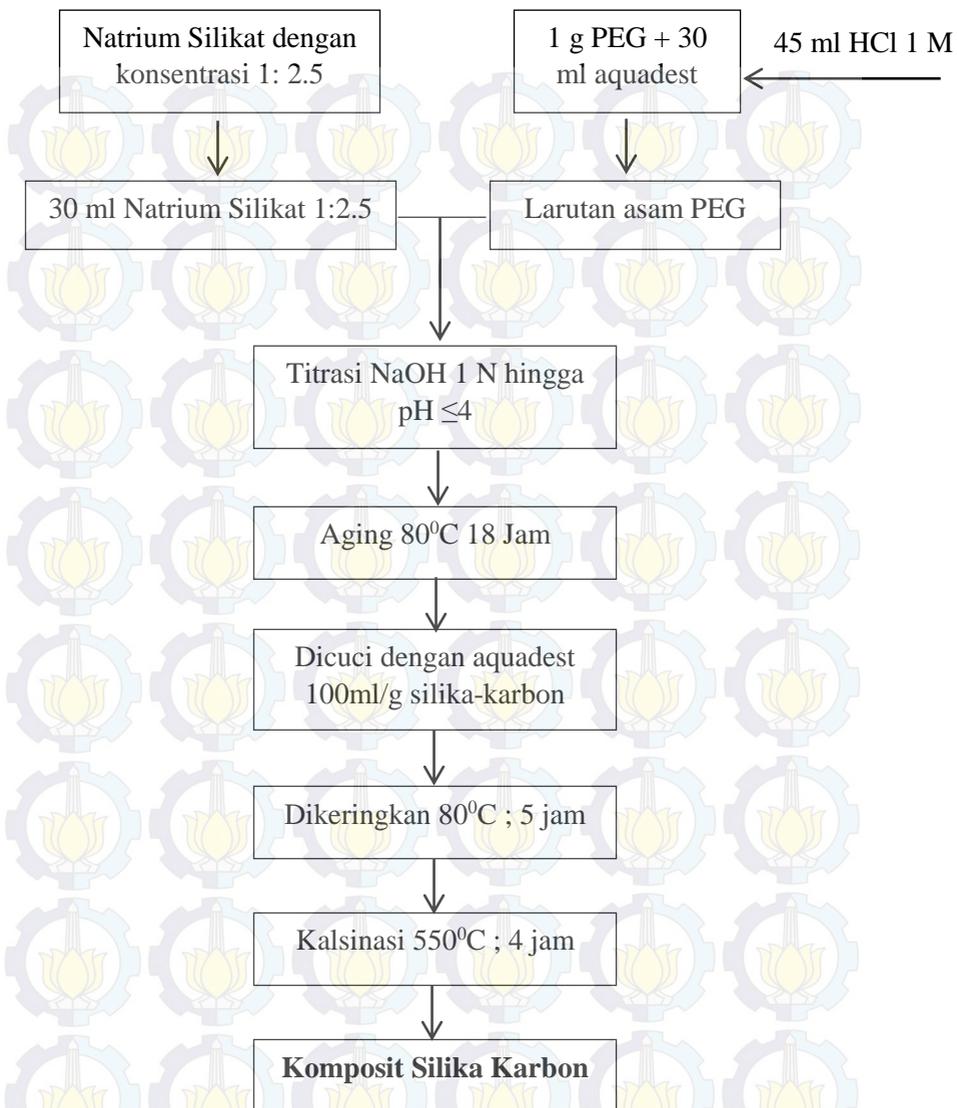


**Gambar III.1.** Blok Diagram Prosedur Sintesa Silika Gel

Proses karbonisasi silika gel dengan *precursor* larutan sukrosa dilakukan dalam dua tahapan yaitu impregnasi silika gel dengan sukrosa dan kalsinasi. Silika gel ditetesi larutan sukrosa dengan variabel 0,2, 0,4, 0,6, 0,8, 1 dan 1,2 gram sukrosa yang dilarutkan dalam H<sub>2</sub>O hingga jenuh di dalam tabung reaksi kemudian di-*shaker* selama 1 jam untuk impregnasi sukrosa kedalam silika, lalu didiamkan selama 1 jam. Selanjutnya, silika-sukrosa dikeringkan menggunakan oven pada suhu 80 °C selama ± 3 jam. Setelah 3 jam, silika-sukrosa dicuci dengan aquadest dengan perbandingan 100 ml/gr silika-sukrosa dan dioven lagi pada suhu 80 °C selama ± 12 jam.

### III.3.2 Sintesa silika karbon dengan PEG

Diagram percobaan untuk mensintesis silika karbon dengan PEG ditunjukkan pada gambar III.2. Natrium silikat diencerkan dengan ratio aquadest : natrium silikat = 2.5 : 1. 30 ml natrium silikat tersebut kemudian dicampur dengan larutan PEG, yaitu 1 g PEG yang dilarutkan dalam 30 ml aquadest dan 45 ml HCl 1 M pada suhu kamar. Larutan yang berwarna putih pekat ini kemudian ditetesi NaOH 1 N dengan *rate* konstan (2mL/min) menggunakan *syringe pump* hingga tercapai pH ≤ 4 dan terbentuk gel. Gel yang terbentuk kemudian di *aging* selama 1 jam pada suhu kamar dan dikeringkan selama 18 jam pada suhu 80°C dalam oven. Sebelum dikarbonisasi, gel dicuci dengan aquadest sebanyak 100ml/g silika-karbon yang dihasilkan kemudian dikeringkan kembali pada suhu 80°C selama 5 jam. Karbonisasi dilakukan pada suhu 550°C selama 4 jam.



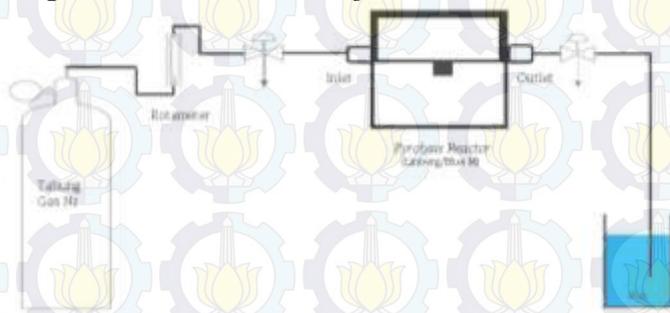
**Gambar.III.2** Blok Diagram Prosedur Sintesa Silika Karbon dengan PEG

### III.3.3. Karbonisasi Silika Gel

Karbonisasi dilakukan dalam *tubular furnace* menggunakan *pyrolysis reactor* (*Thermo Scientific Lindberg/Blue M Tube Furnace*) yang terdiri dari silinder berdiameter dalam 2.54 cm dengan panjang reaktor  $\pm 30.5$  cm yang diselubungi batu tahan api. Skema rangkaian alat dapat dilihat pada gambar III.3.

Pada bagian *inlet* terhubung dengan tabung gas nitrogen ( $N_2$ ) beserta rotameter untuk mengatur laju gas yang keluar dari tabung, sedangkan pada bagian *outlet* terhubung dengan bejana berisi air yang berfungsi sebagai media absorpsi gas keluar dari *tube furnace* dan terdapat *discharge valve* yang berfungsi untuk mengatur laju aliran gas keluar. Sampel yang akan dikalsinasi diletakkan pada *combustion boat*. *Combustion boat* tersebut diletakkan pada bagian tengah *tubular furnace*.

Sebelum proses kalsinasi, dilakukan proses *purging* dengan mengalirkan gas  $N_2$  pada laju 150 ml/menit selama 15 menit. *Purging* ini bertujuan untuk menghilangkan gas  $O_2$  yang ada. Untuk komposit dengan sukrosa, kalsinasi dilakukan pada suhu  $400^{\circ}C$  yang divariasikan selama 5 dan 8 jam hingga silika-karbon berubah menjadi komposit yang berwarna coklat kehitaman. Sedangkan untuk silika karbon dengan sumber PEG dilakukan pada suhu  $550^{\circ}C$  selama 4 jam. Setelah proses kalsinasi, komposit silika karbon didinginkan hingga mencapai suhu ruangan kemudian dilakukan uji karakterisasi.



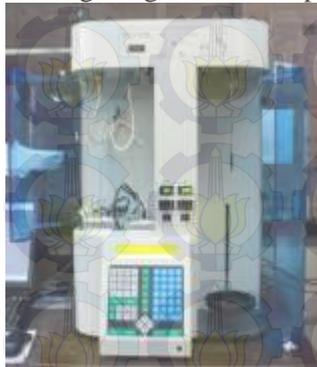
**Gambar III.3** Skema Rangkaian Alat *Pyrolysis Reactor* (*Lindberg/Blue M Tube Furnace*)

### III.4 Karakterisasi Produk

Karakterisasi produk dilakukan dengan mengamati *properties* komposit silika karbon yang terbentuk antara lain :

#### III.4.1 Karakterisasi dengan adsorpsi nitrogen (*Surface Area and Pore Size Analyzer Quantachrome type NOVA 1200e*).

Porositas material silika maupun komposit silika karbon meliputi luas area spesifik (*surface area*), volume pori, dan diameter pori dapat dianalisa dengan isothermis adsorpsi-desorpsi nitrogen pada titik didih nitrogen (77 K) dengan menggunakan alat BET (*Surface Area and Pore Size Analyzer Quantachrome type NOVA 1200e*). Sebelum pengukuran, sampel di-*degasse* dalam nitrogen mengalir pada 300°C selama 3 jam untuk silika gel dan 200°C selama 3.5 jam untuk komposit silika karbon. Distribusi ukuran pori material dihitung ketika desorpsi menggunakan metode Barret-Joyner-Halenda (BJH). Metode BJH merupakan metode yang paling banyak digunakan untuk menghitung distribusi ukuran pori pada rentang mesopori. Luas area spesifik dihitung dengan menggunakan metode multi-point Brauner-Emmett-Teller (BET) pada  $P/P_0 < 0.3$  dan total volume pori dihitung dengan kesatuan pendekatan  $P/P_0$ .



**Gambar III.4** Alat uji adsorpsi-desorpsi nitrogen dengan metode BET (*Quantachrome NOVA 1200e Surface Area and Pore Size Analyzer*)

### III.4.2 Karakterisasi morfologi dan komposisi produk dengan SEM & EDAX (SEM Phenom & PANalytical type minipal 4)

Untuk pengujian morfologi komposit silika karbon yang dihasilkan dilakukan dengan menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscope*) dan komposisi unsur komposit dengan menggunakan EDAX (*Energy Dispersive X-Ray Analysis*).

Alat ini bekerja dengan memfokuskan sinar elektron berenergi tinggi untuk menghasilkan difraksi sinar pada permukaan sampel. Difraksi ini menghasilkan sinyal yang berasal dari interaksi elektron dengan sampel sehingga dapat terlihat morfologi eksternalnya (tekstur), komposisi kimia, struktur kristal serta orientasi bahan penyusunnya. Sebelum dianalisa, pertama, sampel diletakkan pada pin SEM yang telah ditemplei tape. Tape yang digunakan dapat berupa *copper tape* ataupun *carbón tape*. *Carbón tape* digunakan untuk analisa SEM dan *copper tape* digunakan untuk analisa EDAX. Dilakukan *coating* dengan PdAu (Paladium Emas) untuk analisa EDAX dan *Carbon* untuk analisa SEM.

### III.4.3 Karakterisasi Gugus Fungsi dengan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR, *Thermo Scientific Nicolet is10*)

Spektrofotometri FTIR (*Transformasi Fourier Infra Red*) digunakan untuk mengetahui gugus fungsi yang terkandung dalam komposit silika gel yang dihasilkan. Pada dasarnya spektrofotometer FTIR sama dengan spektrofotometer IR disperse, bedanya adalah pengembangan pada system optiknya sebelum berkas sinar infra merah melewati sample. Hal ini didasarkan pada atom-atom dalam suatu molekul tidak diam melainkan bervibrasi. Bila radiasi infra merah yang kisaran energinya sesuai dengan frekuensi vibrasi rentangan (*stretching*) dan vibrasi bengkokan (*bending*) dari ikatan kovalen dalam kebanyakan molekul dilewatkan dalam suatu cuplikan, maka molekul-molekul akan menyerap energi tersebut dan terjadi transisi diantara tingkat energi vibrasi dasar dan tingkat vibrasi tereksitasi. Namun tidak semua ikatan dalam molekul dapat menyerap energi infra merah meskipun mempunyai frekuensi radiasi sesuai dengan gerakan ikatan. Hanya ikatan yang mempunyai momen dipol dapat menyerap radiasi infra merah.



## BAB IV

### HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini dipelajari pengaruh waktu aging tahap satu pada pembentukan silika gel serta pengaruh sukrosa sebagai sumber karbon pada pembuatan komposit silika karbon. Tahapan pertama adalah pembentukan silika gel dengan menggunakan metode sol-gel. Kemudian, silika gel dikarbonisasi untuk membentuk produk komposit silika-karbon. Komposit silika-karbon kemudian dikarakterisasi untuk mengetahui porositas material meliputi luas permukaan, volume pori, dan diameter pori dengan adsorpsi/desorpsi nitrogen, morfologi produk dengan SEM, komposisi dengan EDAX, dan gugus fungsi dengan FTIR.

#### IV.1 Karakteristik Silika Gel

Penambahan HCl hingga pH 7 mengakibatkan pembentukan gel pada sol natrium silikat, dapat dilihat dari perubahan larutan menjadi padat dan berwarna lebih keruh. Hal ini menunjukkan terjadinya penggabungan antara molekul silika sehingga terbentuk gel. Gel ini di-aging dan dikeringkan hingga didapatkan silika gel.

Proses aging bertujuan untuk memperkuat ikatan jaringan yang baru terbentuk. Sol silika mulai terbentuk saat pH mencapai 10. Sol ini akan mengalami penggabungan dengan partikel lainnya membentuk agregat. Kekuatan ikatan hasil agregasi tersebut dipengaruhi oleh tahap penguatan selama proses agregasi. Oleh karena itu dilakukan dua tahap *aging* agar partikel-partikel yang saling menempel dan membentuk ikatan mengalami penguatan pada rantai strukturnya sebelum proses pengasaman dilanjutkan kembali pada pH=7.

Gambar IV.9 menunjukkan penampakan fisik silika gel. Warna silika gel yang disertai pencucian lebih bening dibandingkan silika gel tanpa pencucian. Partikel silika gel tanpa pencucian berukuran kecil dan cenderung berupa serbuk halus. Sedangkan, partikel silika dengan pencucian berbentuk

bongkahan yang lebih besar. Partikel silika tanpa pencucian lebih keras dibandingkan silika dengan pencucian. Hasil citra SEM silika gel pada gambar IV.10 menunjukkan menunjukkan silika gel tanpa pencucian berbentuk kristal yang berpori dengan banyak partikel yang lebih kecil menempel di permukaan. Setelah dilakukan pencucian, terlihat permukaan silika gel lebih seragam dan tidak terdapat titik-titik kecil di permukaan silika gel yang terbentuk.

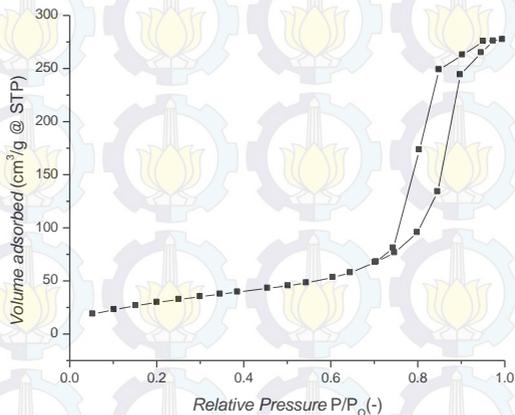
Pada gambar IV.11(a) terlihat silika gel tanpa pencucian mengandung beberapa impurities antara lain C, Al, dan Cl. Sedangkan, pada gambar IV.11(b) silika gel dengan pencucian sudah tidak terdapat unsur C, Al, dan Cl yang merupakan impurities, namun muncul unsur Na walaupun pada persentase yang sangat kecil. Impurities pada silika ini merupakan NaCl yang terperangkap pada pori silika saat kondensasi pada pembentukan gel. NaCl merupakan hasil samping dari reaksi pembentukan gel pada silika.



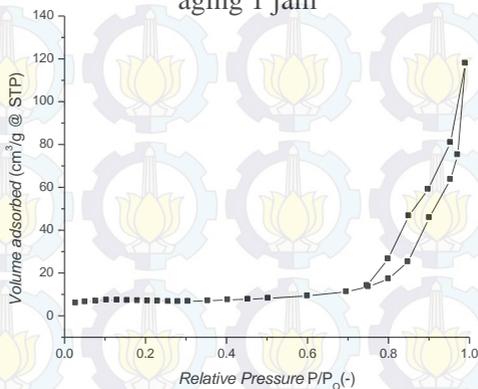
NaCl dapat menutupi pori-pori silika sehingga silika yang terbentuk mempunyai diameter pori yang besar, namun volume pori yang kecil.

Isothermis adsorpsi/desorpsi nitrogen silika gel disajikan dalam gambar IV.1-IV.4 berikut. Pada gambar IV.1 untuk silika dengan aging tahap I;1 jam terlihat bahwa volume gas nitrogen teradsorpsi meningkat dengan lambat pada awal adsorpsi yang menunjukkan interaksi antara molekul adsorbat dan adsorben sangat lemah hingga mencapai titik belok pada rentang  $P/P_0$  0.6-0.75. Pada titik belok volume adsorbat cukup rendah dan terjadi *hysteresis*. *Hysteresis* menunjukkan bahwa jumlah gas yang diadsorpsi berbeda dengan jumlah gas yang didesorpsi. Pada grafik ini, volume teradsorpsi pada saat desorpsi menurun drastis pada perubahan tekanan relatif yang kecil. Gambar IV.2-IV.4 untuk silika dengan aging tahap I;2 jam, 3 jam, dan tanpa aging juga menunjukkan kecenderungan yang serupa, namun penurunan

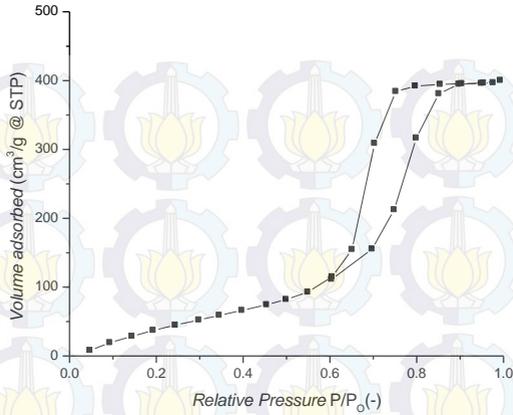
volume teradsorpsi pada saat desorpsi tidak terlalu tajam sehingga kurva yang dihasilkan lebih landai.



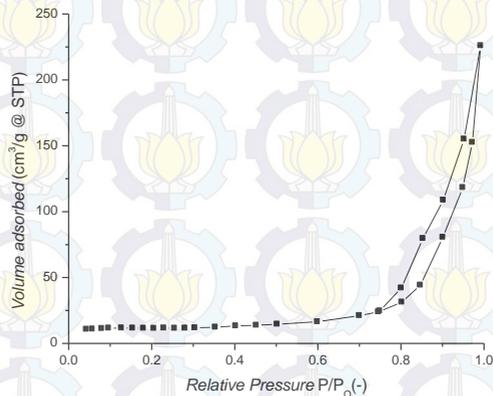
**Gambar IV.1** Isothermis adsorpsi/desorpsi silika 1:10 ;  
aging 1 jam



**Gambar IV.2** Isothermis adsorpsi/desorpsi silika 1:10;  
aging 2 jam



**Gambar IV.3** Isothermis adsorpsi/desorpsi silika 1:10 ; aging 3 jam



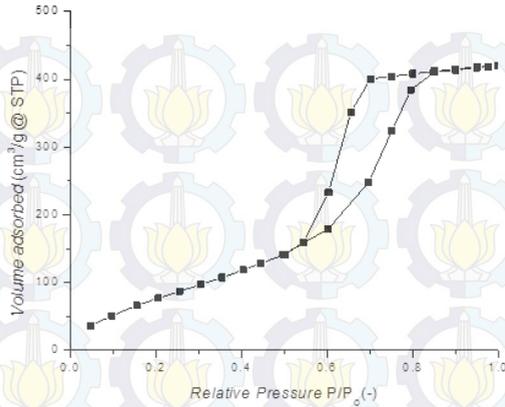
**Gambar IV.4** Isothermis adsorpsi/desorpsi silika 1:10 ; tanpa aging tahap I

Volume pori dapat diukur dari volume nitrogen pada saat  $P/P_0$  mendekati satu, karena pada saat itu seluruh pori telah terisi gas  $N_2$ , sedangkan diameter pori dihitung dengan metode BJH. Pada saat  $P/P_0$  mendekati satu, volume teradsorpsi pada silika gel

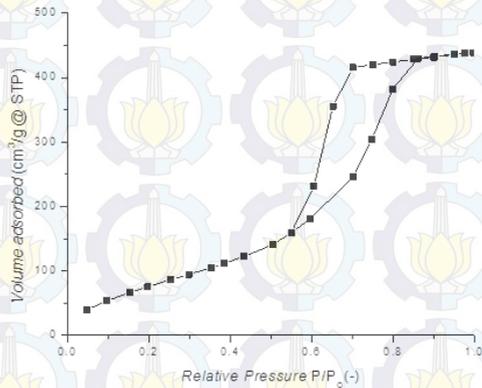
tanpa pencucian terdapat pada rentang 120-400 cm<sup>3</sup>/g dengan volume terbesar dicapai pada aging 2 jam.

Setelah ditambahkan tahap pencucian, silika yang dihasilkan dikarakterisasi lagi dengan adsorpsi/desorpsi nitrogen. Kurva isothermis adsorpsi/desorpsi yang disajikan pada gambar IV.5– IV.8 lebih seragam dan sesuai dengan karakteristik IUPAC tipe IV yang merupakan karakter material mesopori. Pada keempat grafik tersebut terlihat adsorpsi terjadi lebih cepat dibandingkan gambar IV.1-IV.4 sehingga interaksi antara molekul adsorbat dengan adsorben lebih kuat dibandingkan silika gel tanpa pencucian. Volume teradsorpsi juga lebih besar dibandingkan dengan silika gel tanpa pencucian hingga mencapai titik belok yang mengakibatkan kurva berbentuk lebih landai. Titik belok juga terjadi pada tekanan relatif yang lebih kecil, tetapi pada volume teradsorpsi lebih besar.

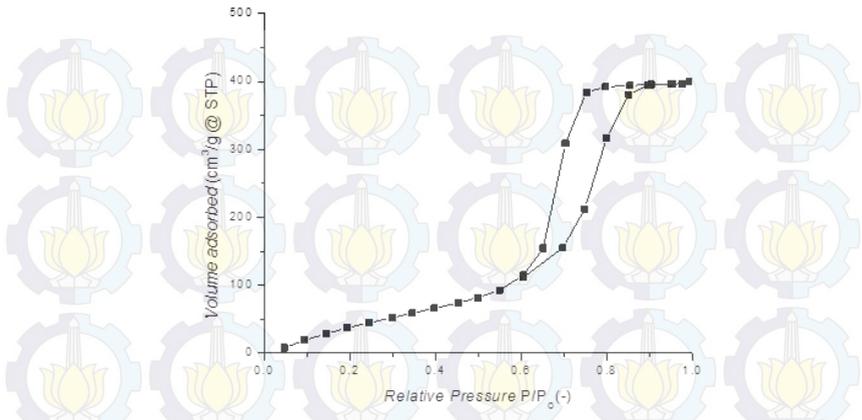
Pada grafik IV.5-IV.8 juga terjadi hysteresis. Namun, hysteresis tidak terlalu tajam sehingga menghasilkan kurva yang lebih landai dibandingkan pada silika gel tanpa pencucian. Terdapat beberapa kemungkinan yang menjadi penyebab terjadinya fenomena hysteresis, salah satunya adalah perbedaan sudut kontak molekul gas pada pori saat adsorpsi dengan saat desorpsi. Hysteresis pada kurva untuk silika gel setelah pencucian ini juga terdapat pada rentang tekanan relatif yang lebih rendah daripada silika gel tanpa pencucian yaitu pada  $P/P_0$  0.5-0.6. Pada saat  $P/P_0$  mendekati satu, volume teradsorpsi juga lebih besar dibandingkan isothermis untuk silika gel tanpa pencucian yaitu pada rentang 400-450 cm<sup>3</sup>/g.



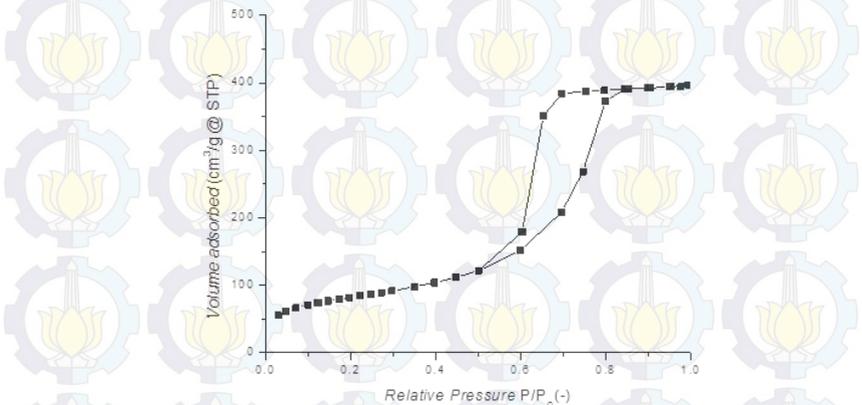
**Gambar IV.5** Isothermis adsorpsi/desorpsi silika 1:10 ; aging 1 jam



**Gambar IV.6** Isothermis adsorpsi/desorpsi silika 1:10 ; aging 2 jam



**Gambar IV.7** Isothermis adsorpsi/desorpsi silika 1:10 ; aging 3 jam



**Gambar IV.8** Isothermis adsorpsi/desorpsi silika 1:10 ; tanpa aging tahap I

**Tabel IV.1 Karakteristik Silika Gel**

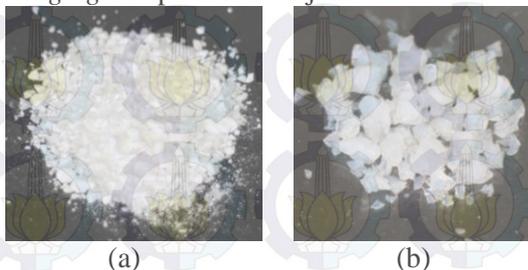
	Variabel	Karakteristik		
		Surface Area ( $m^2/g$ )	Pore diameter	Total pore volume(cc/)
Tanpa Pencucian	Tanpa aging	33.479	12.489	0.3495
	Aging 1 jam	124.139	9.571	0.4289
	Aging 2 jam	330.046	12.32	0.1825
	Aging 3 jam	57.096	12.639	0.2832
Dengan Pencucian	Tanpa aging	281.494	5.672	0.6143
	Aging 1 jam	329.246	5.685	0.6492
	Aging 2 jam	341.406	5.676	0.6789
	Aging 3 jam	212.645	6.600	0.6190

Perbandingan karakteristik silika gel yang dihasilkan tanpa dan dengan pencucian disajikan pada tabel IV.1. Data pada tabel menunjukkan bahwa pencucian dalam pembuatan silika gel berpengaruh pada karakteristik silika gel. *Surface area* silika gel cenderung meningkat seiring dengan bertambahnya waktu aging. *Surface area* terbesar dicapai pada aging selama 2 jam dan kemudian turun kembali ketika aging 3 jam. Di sisi lain, diameter dan volume pori cenderung konstan pada berbagai waktu aging. Namun, pada aging 3 jam terlihat bahwa diameter pori paling besar yang menunjukkan bahwa pori yang dihasilkan lebar namun lebih dangkal dibandingkan variabel aging yang lain.

Silika gel dengan pencucian menunjukkan kecenderungan yang sama, namun dengan pola yang lebih teratur dibandingkan tanpa pencucian. Dengan pencucian, pada umumnya *surface area* dan volume pori lebih besar, sedangkan diameter pori lebih kecil. Berdasarkan hal tersebut, diduga pori silika dengan pencucian

lebih dalam karena adanya proses pencucian menghilangkan impurities yang semula menutupi pori silika gel.

Berdasarkan hasil tersebut, dapat disimpulkan bahwa semakin lama *aging*, luas permukaan, diameter, dan volume pori semakin meningkat. Luas permukaan terbesar 341.406 m<sup>2</sup>/g dicapai pada *aging* tahap I selama 2 jam.



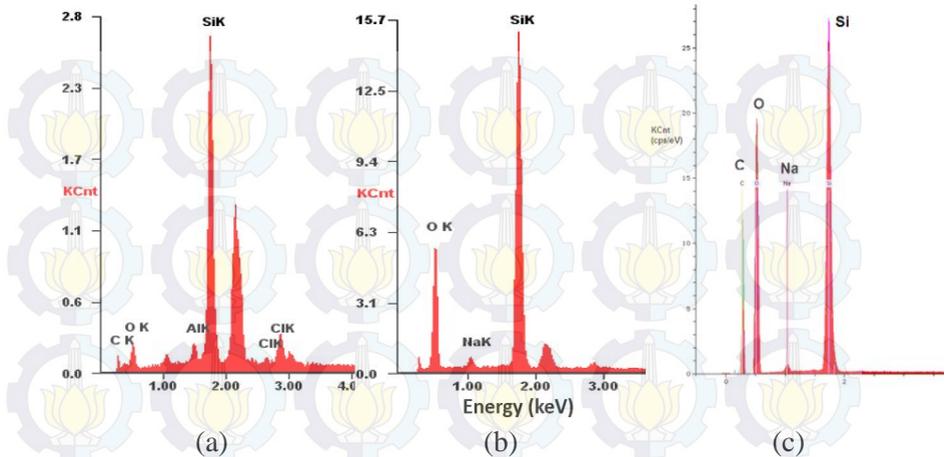
**Gambar IV.9.** Silika gel (a) tanpa pencucian (b) dengan pencucian

## IV.2 Karakteristik Silika Karbon dengan Sukrosa

Pada silika gel tanpa impurities dengan *aging* 2 jam tahap I, dilakukan impregnasi sukrosa dengan berbagai konsentrasi 0.2-1.2 gr/gr silika. Setelah dipanaskan, dicuci, dan dikalsinasi, terbentuk komposit silika karbon. Silika karbon yang terbentuk berwarna coklat yang menunjukkan bahwa sukrosa sudah terdekomposisi menjadi karbon.



**Gambar IV.10.** Hasil analisa SEM silika gel dengan perbesaran 2500x (a) tanpa pencucian (b) dengan pencucian



**Gambar IV.11.** Hasil analisa EDAX silika gel (a) tanpa pencucian (b) dengan pencucian (c) komposit silika karbon

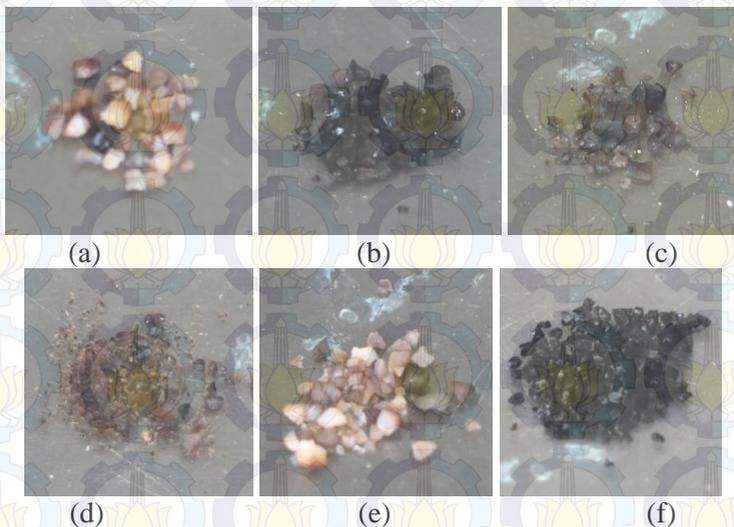
Gambar IV.12 menunjukkan hasil komposit silika karbon dengan berbagai konsentrasi sukrosa. Pada gambar terlihat perbedaan ketajaman warna coklat pada komposit silika karbon yang terbentuk. Namun demikian, kecenderungan perubahan warna tidak teratur. Pada konsentrasi sukrosa 0.2 dan 1 gr/gr silika komposit berwarna coklat terang. Komposit dengan konsentrasi sukrosa 0.6 dan 0.8 gr/gr silika berwarna coklat gelap. Sedangkan, komposit dengan konsentrasi sukrosa 0.4 dan 1.2 gr/gr silika berwarna coklat kehitaman.

Dalam penelitian ini juga dilakukan kalsinasi selama 8 jam dan hasil kalsinasi ditunjukkan pada gambar IV.13. Setelah kalsinasi selama 8 jam, 400 °C, kecenderungan warna coklat pada komposit lebih teratur. Semakin besar konsentrasi sukrosa, warna komposit semakin coklat gelap. Hal ini disebabkan oleh semakin banyak sukrosa yang terurai menjadi karbon. Pada komposit dengan konsentrasi sukrosa 0.2 gr/gr silika, komposit berwarna putih terang yang disebabkan oleh jumlah karbon yang sedikit sehingga karbon terdapat dalam komposit sebagai lapisan tipis. Pada konsentrasi 0.4 gr/gr silika, komposit mulai berwarna coklat terang dikarenakan jumlah karbon yang terdapat di permukaan

sudah lebih banyak. Demikian pula pada konsentrasi sukrosa 0.6 dan 0.8 gr/gr silika, warna coklat lebih gelap dan menjadi coklat kehitaman pada konsentrasi sukrosa 1 dan 1.2 gr/gr silika karena konsentrasi sukrosa yang lebih besar sehingga lebih banyak karbon yang menempel.

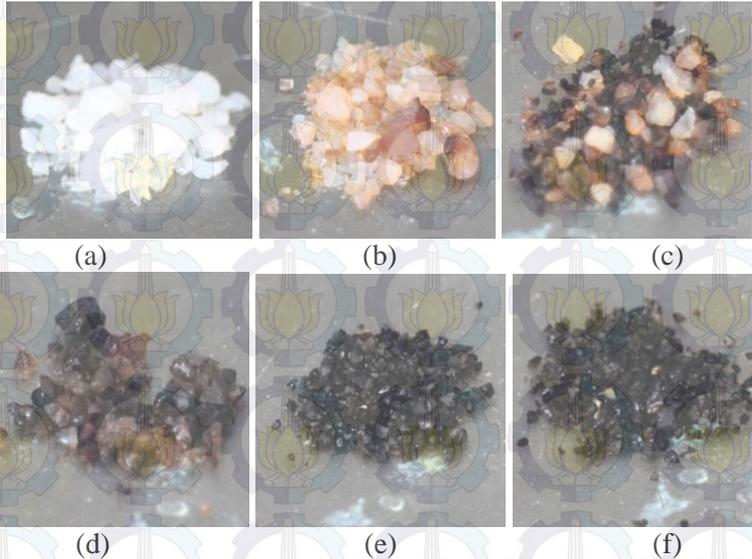
**Tabel IV.2.** Komposisi silika gel dengan, tanpa pencucian dan komposit silika karbon

Element	Tanpa pencucian		Dengan pencucian		Komposit	
	Wt%	At%	Wt%	At%	Wt%	At%
C	25.86	40.76			11.55	16.54
O	18.48	21.87	30.92	43.85	60.57	65.97
Na			01.92	01.90	1.14	0.87
Al	02.77	01.95				
Si	51.39	34.63	67.16	54.26	26.73	16.62
Cl	01.50	00.80				



**Gambar IV.12.** Bentuk fisik komposit silika karbon dengan kalsinasi selama 5 jam, 400 °C pada berbagai konsentrasi sukrosa

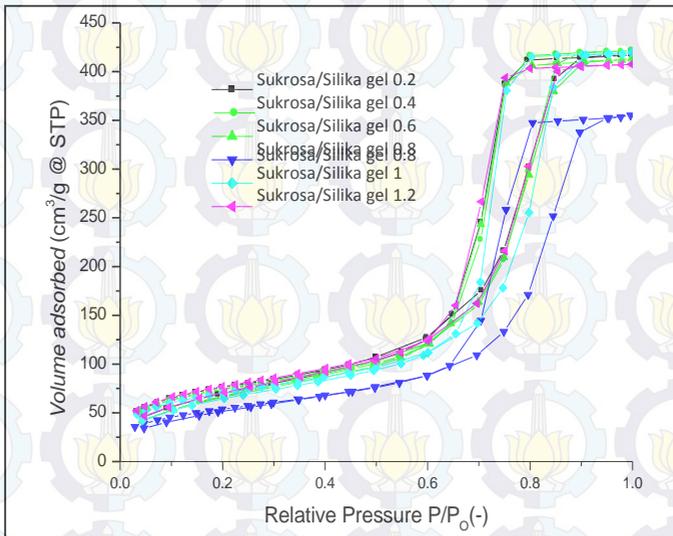
(a) 0.2 gr/gr silika, (b) 0.4 gr/gr silika, (c) 0.6 gr/gr silika, (d) 0.8 gr/gr silika, (e) 1 gr/gr silika, (f) 1.2 gr/gr silika



**Gambar IV.13.** Bentuk fisik komposit silika karbon dengan kalsinasi selama 8 jam, 400 °C pada berbagai konsentrasi sukrosa (a) 0.2 gr/gr silika, (b) 0.4 gr/gr silika, (c) 0.6 gr/gr silika, (d) 0.8 gr/gr silika, (e) 1 gr/gr silika, (f) 1.2 gr/gr silika

Spektra EDAX untuk analisa komposit silika ditunjukkan pada gambar IV.11. Pada komposit silika karbon dengan konsentrasi sukrosa 1 gr/gr silika terdapat puncak unsur C yang cukup tinggi. Dari tabel IV.2 dapat diketahui bahwa karbon terdapat dalam persentase atom yang cukup besar, 16.54%, yang sebelumnya tidak terdapat pada silika gel. Hal ini menunjukkan bahwa sukrosa sudah terdekomposisi menjadi karbon sehingga sudah terbentuk komposit silika karbon. Namun demikian, juga terlihat puncak atom O yang sangat tinggi sesuai data pada tabel IV.2 sebesar 65.97% dan Si yang cukup tinggi dengan persentase 16.62%, sedangkan Na pada jumlah yang sangat kecil dengan persentase 0.87%.

Spectra FTIR komposit silika karbon pada gambar IV.19 menunjukkan beberapa *peak* antara lain pada panjang gelombang  $793\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya ikatan C – O, pada panjang gelombang  $1061\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan ikatan Si – O – Si, dan pada panjang gelombang  $2360\text{ nm}$  yang menunjukkan ikatan O = C = O. Adanya ikatan C – O menunjukkan bahwa sukrosa belum terdekomposisi secara sempurna sehingga atom C masih berikatan dengan O. Ketidaktersempurnaan dekomposisi ini juga terlihat pada morfologi komposit silika karbon berwarna coklat gelap yang menunjukkan bahwa terjadi karamelisasi pada sukrosa.



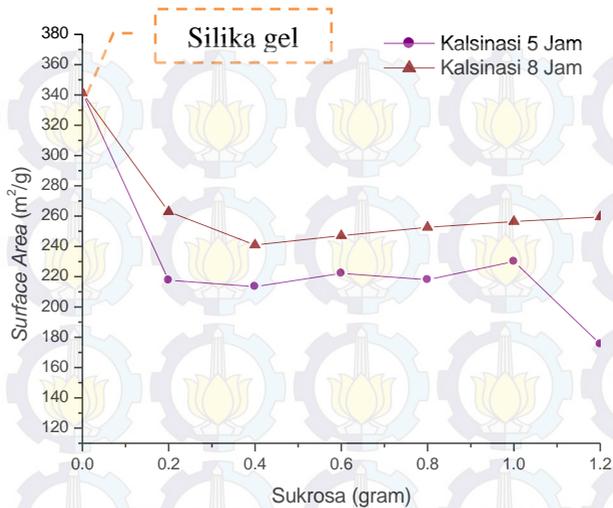
**Gambar IV.14** Isothermis adsorpsi/desorpsi komposit silika karbon dengan kalsinasi 8 jam;  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$

Karamelisasi merupakan proses kondensasi ketika air tereliminasi dari sukrosa dan karbon mengalami polimerisasi dan isomerisasi sehingga menghasilkan warna gelap yang pekat seperti terlihat pada penampakan komposit secara fisik. Sedangkan adanya ikatan Si – O – Si merupakan ikatan pada silika gel sebagai prekursor komposit silika karbon. Silika gel ini

terdapat sebagai  $\text{SiO}_2$ . Adanya ikatan  $\text{O} = \text{C} = \text{O}$  menunjukkan bahwa terbentuk senyawa  $\text{CO}_2$  pada proses dekomposisi sukrosa. Pada proses ini, panas yang diberikan memecah ikatan  $\text{C} - \text{C}$ ,  $\text{C} - \text{H}$ , dan  $\text{C} - \text{O}$  pada sukrosa. Dari hasil pemecahan ikatan ini, dihasilkan senyawa  $\text{R} - \text{C} - \text{O}$  yang mudah membentuk  $\text{CO}_2$ .

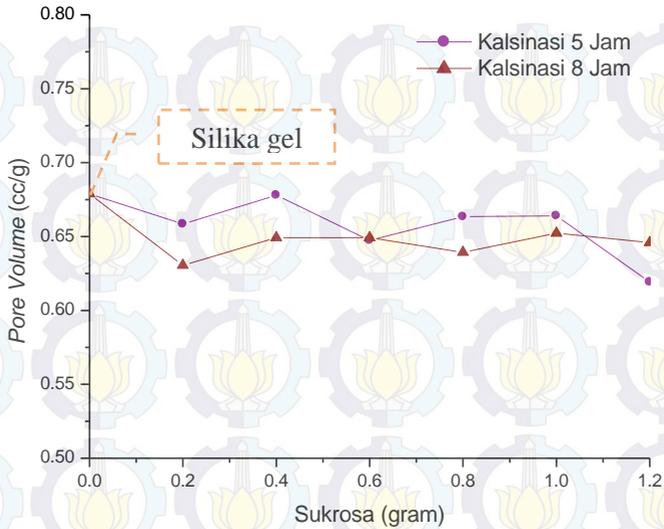
Gambar IV.14 menunjukkan isothermis adsorpsi/desorpsi nitrogen komposit silika karbon. Berdasarkan gambar tersebut dapat diketahui bahwa karakter pori pada komposit silika karbon sama dengan silika gel dengan karakteristik IUPAC tipe IV yang merupakan tipe mesopori. Namun demikian, kenaikan volume adsorbat teradsorpsi oleh adsorben pada awal adsorpsi sangat lambat dibandingkan silika gel pada gambar IV.6 sebagai prekursor yang menunjukkan interaksi antara molekul adsorbat dan adsorben pada komposit lebih lemah sehingga komposit bersifat lebih liofob karena deposisi karbon pada permukaan pori silika.

Titik belok kurva saat adsorpsi terjadi pada tekanan relatif yang lebih tinggi yaitu  $>0.6$ , lebih besar dibandingkan silika gel pada  $0.5-0.6$  dengan volume teradsorpsi pada titik belok yang lebih rendah. Pada kurva ini juga terjadi hysteresis pada semua konsentrasi sukrosa. Namun demikian, hysteresis terjadi pada volume teradsorpsi yang sangat besar dan berubah drastis terhadap sedikit perubahan tekanan sehingga menghasilkan bentuk kurva yang lebih curam di bagian hysteresis dibandingkan silika gel.



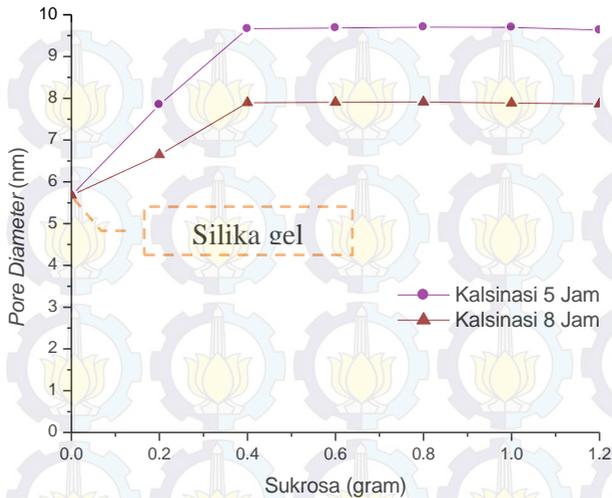
**Gambar IV.15** Perbandingan *surface area* komposit dengan silika gel pada berbagai konsentrasi sukrosa dan lama kalsinasi

Gambar IV.15 menunjukkan pengaruh konsentrasi sukrosa pada *surface area* komposit dengan kalsinasi 5 dan 8 jam. *Surface area* komposit cenderung meningkat dengan bertambahnya konsentrasi sukrosa. Pada kalsinasi 5 jam *surface area* cenderung tidak teratur pada rentang 175-230 m<sup>2</sup>/g dan mencapai *surface area* terbesar saat konsentrasi 1 gr/gr silika, lalu menurun drastis pada konsentrasi 1.2 gr/gr silika. Pada kalsinasi 8 jam, *surface area* cenderung meningkat dengan lebih teratur. *Surface area* tertinggi 263 m<sup>2</sup>/g dicapai pada konsentrasi 0.2 gr/gr silika. Selanjutnya *surface area* turun dan meningkat secara teratur pada rentang 241-259 m<sup>2</sup>/g. Secara umum, komposit silika karbon dengan kalsinasi 8 jam menghasilkan *surface area* yang lebih besar dibandingkan kalsinasi 5 jam. *Surface area* komposit silika karbon lebih rendah dibandingkan silika gel.



**Gambar IV.16.** Perbandingan volume pori komposit silika karbon pada berbagai konsentrasi sukrosa dan lama kalsinasi

Gambar IV.16 menunjukkan pengaruh konsentrasi sukrosa pada volume pori komposit silika karbon. Pengaruh konsentrasi sukrosa pada volume pori komposit menunjukkan kecenderungan yang sama dengan surface area seperti ditunjukkan pada gambar 10. Volume pori cenderung konstan dengan volume pori pada kalsinasi 5 jam lebih besar daripada kalsinasi 8 jam. Volume pori terdapat pada rentang 0.62-0.68 cc/g dan 0.63-0.65 cc/g berturut-turut untuk kalsinasi 5 jam dan 8 jam. Secara umum, volume pori komposit juga lebih kecil dibandingkan dengan silika gel.

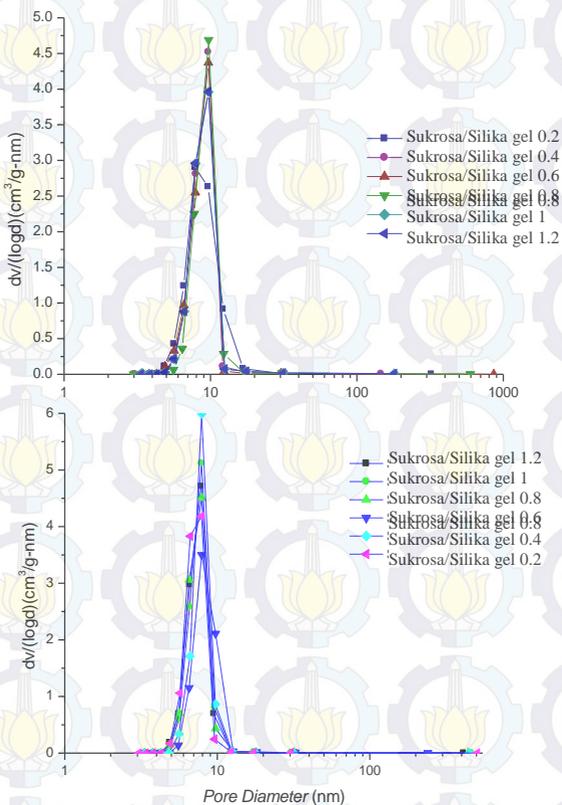


**Gambar IV.17** Perbandingan diameter pori komposit silika karbon pada berbagai konsentrasi sukrosa dan lama kalsinasi

Pada gambar IV.17 terlihat bahwa diameter pori komposit juga cenderung konstan. Pada awalnya diameter pori meningkat, lalu cenderung konstan pada rentang 9.63-9.70 nm dan 7.87-7.91 nm berturut-turut untuk kalsinasi 5 jam dan 8 jam. Komposit dengan kalsinasi 8 jam memiliki diameter pori yang lebih kecil daripada komposit dengan kalsinasi 5 jam. Diameter pori komposit lebih besar dibandingkan dengan silika gel, namun masih dalam rentang diameter mesopori.

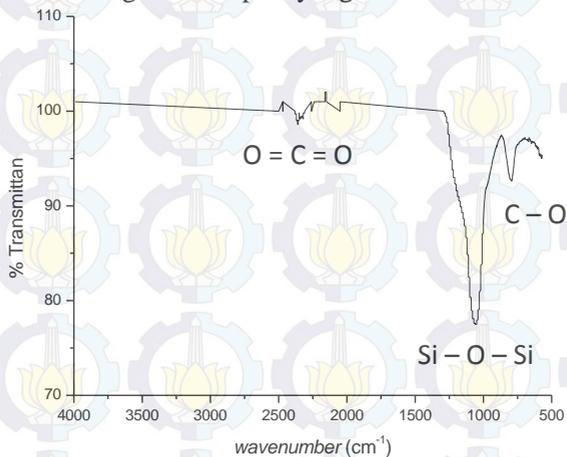
Ketika sukrosa ditambahkan pada silika gel, molekul sukrosa terdeposisi pada pori silika gel. Semakin besar konsentrasi sukrosa, karbon yang terdeposisi semakin banyak sehingga surface area meningkat, namun lebih kecil dibandingkan silika gel. Karbon juga menutupi pori silika sehingga volume pori menurun dan pori semakin dangkal sehingga diameter pori lebih besar. Ketika seluruh pori silika sudah tertutup karbon, diameter pori dan volume pori cenderung konstan karena ruang pada pori silika sudah tertutup seluruhnya oleh karbon. Di sisi lain, proses

kalsinasi juga mengakibatkan pengerutan pori silika gel yang terlihat pada perbandingan kalsinasi 5 jam dan 8 jam. Semakin lama waktu kalsinasi, volume dan diameter pori menjadi semakin kecil. Berdasarkan hasil penelitian, dapat disimpulkan bahwa semakin besar konsentrasi sukrosa, *surface area* semakin meningkat, namun volume dan diameter pori cenderung konstan.



**Gambar IV.18** Perbandingan distribusi pori komposit silika karbon pada berbagai konsentrasi sukrosa pada kalsinasi selama 5 jam dan 8 jam, 400 °C

Distribusi ukuran pori pada komposit silika karbon disajikan pada gambar IV.18. Dari grafik tersebut, dapat diketahui bahwa komposit dengan kalsinasi 5 jam;400°C mempunyai distribusi diameter pori terpusat pada rentang 7.8-9.8 nm, sedangkan komposit dengan kalsinasi 8 jam;400°C mempunyai distribusi pori terpusat pada rentang 6.9-8 nm. Hal ini menunjukkan bahwa partikel komposit silika karbon dengan kalsinasi 5 jam maupun 8 jam memiliki diameter pori yang seragam dalam tipe mesopori. Distribusi pori untuk komposit dengan kalsinasi 8 jam ini lebih sempit dengan diameter yang lebih kecil dibandingkan untuk komposit dengan kalsinasi 5 jam. Berdasarkan data tersebut, dapat disimpulkan bahwa semakin lama kalsinasi menghasilkan pori yang berukuran lebih seragam.



**Gambar IV.19.** Spektra FTIR pada komposit silika karbon dengan konsentrasi sukrosa 1 gr/gr silika dan kalsinasi 8 jam

### IV.3 Karakteristik Silika Karbon dengan PEG

Proses sintesis silika karbon dengan *polyethylene glycol* (PEG) cukup berbeda bila dibandingkan dengan silika karbon yang menggunakan sukrosa. PEG ditambahkan bersamaan dengan natrium silikat yang telah diencerkan membentuk larutan yang berwarna putih keruh yang menunjukkan terjadi presipitasi.

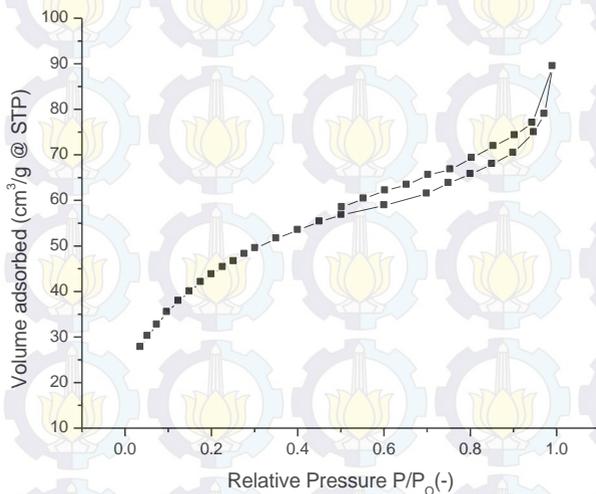
Hal ini menunjukkan adanya interaksi antara silikat dan PEG yang mengakibatkan presipitasi. Setelah ditambahkan NaOH hingga pH mencapai 4, campuran ini membantuk gel. Setelah gel di-aging dan dikeringkan, diperoleh komposisi silika-PEG. Kemudian, dilakukan karbonisasi untuk mendekomposisikan PEG sehingga terbentuk komposit silika karbon. PEG merupakan polimer organik yang diketahui mempunyai kemampuan untuk menurunkan konstanta dielektrik pelarut sehingga PEG cenderung mengakibatkan agregasi partikel dan membentuk struktur platelet teragregasi.

Mikrostruktur komposit dianalisa dengan adsorpsi/desorpsi nitrogen. Gambar IV.20 menunjukkan isothermis adsorpsi/desorpsi nitrogen untuk komposit silika karbon dengan PEG sebagai prekursor. Tipe ini merupakan isothermis karakteristik material mesopori berdasarkan klasifikasi IUPAC. Kenaikan volume adsorbat teradsorpsi oleh adsorben pada awal adsorpsi lebih lambat dengan volume teradsorpsi yang kecil dibandingkan silika gel. Hal ini menunjukkan bahwa interaksi molekul adsorbat dan adsorben pada komposit silika karbon PEG lebih lemah dibandingkan komposit silika karbon sukrosa maupun silika gel dengan *hysteresis loop* yang terjadi juga lebih kecil. Berdasarkan adsorpsi/desorpsi ini didapatkan surface area komposit sebesar 155.1 m<sup>2</sup>/g, sedangkan diameter pori dan volume pori berturut-turut 3.36 nm dan 0.138 cc/g, ukuran pori yang lebih kecil dibandingkan silika gel maupun komposit silika karbon.

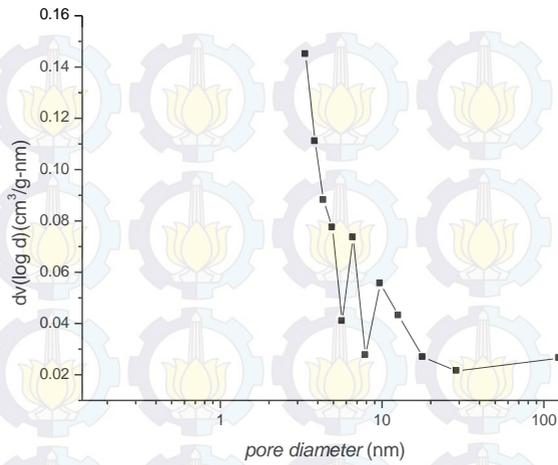
Distribusi ukuran pori komposit disajikan pada gambar IV.21. Pada gambar terlihat bahwa distribusi pori terpusat pada ukuran pori terkecil pada komposit yaitu pada diameter 3-4 nm. Di sisi lain, distribusi pori pada komposit silika karbon dengan PEG juga lebih bervariasi dibandingkan komposit silika karbon dengan sukrosa.

Ketika natrium silikat ditambahkan pada PEG, terjadi agregasi silika oleh PEG. Silika membungkus molekul PEG menjadi partikel bulat. Partikel ini bergabung menjadi agregat

terbatas difusi mengandung PEG dan silika dalam ukuran yang lebih besar yang mengeras menjadi struktur yang lebih kompak. Konsentrasi PEG yang tinggi mengakibatkan terbentuk endapan PEG-silika ketika penambahan silika dan gel terjebak dalam endapan komposit. Gel ini terhubung antar komposit sehingga ketika PEG dihilangkan, terbentuk pori yang kecil dengan surface area yang tinggi (Rahman, 2015). Proses dekomposisi PEG menjadi karbon juga belum sempurna dikarenakan suhu karbonisasi yang kurang tinggi sehingga PEG belum terurai menjadi karbon dan mengakibatkan penyumbatan pori oleh molekul PEG.



**Gambar IV.20** Isothermis adsorpsi/desorpsi komposit silika karbon dengan prekursor PEG



**Gambar IV.21.** Distribusi pori komposit silika karbon dengan prekursor PEG

## DAFTAR PUSTAKA

- Balgis, Ratna dan Dyan Wardani. *Sintesa Partikel Berpori melalui Metode Sol-Gel*. Skripsi Jurusan Teknik Kimia ITS. (2007)
- Choi, Junhyun dkk. *Pore Characteristics and Hydrothermal Stability of Mesoporous Silica: Role of Oleic Acid*. Journal of Nanomaterials Volume 2014, Article ID 580347. (2014)
- Glover, T. Grant, LeVan, M. Douglas. *Carbon–Silica Composite Adsorbent: Sensitivity to Synthesis Conditions*. Elsevier Journal: Microporous and Mesoporous Materials 118:21–27. (2009)
- Han, Sang Hoon dkk. *Control of Pore Characteristics in Carbon Molecular Sieve Membranes (CMSM) Using Organic/Inorganic Hybrid Materials*. Elsevier Journal: Desalination 233 88–95. (2008)
- Jia, J., Zhou, X., Caruso, R. A., and Antonietti, M., Nov. *Synthesis of Microporous Silica Templated by Gelatin*. Chemistry Letters, 33: 202-203. (2003)
- Khoirul, Dwi. *Perlindungan Korosi pada Baja dengan Blackening Process secara Elektrokimia*. Skripsi Jurusan Teknik Kimia ITS. (2012)
- Kusnanto, Andar. *Sintesis Komposit Silika Karbon dari Geothermal Sludge*. Skripsi Jurusan Teknik Kimia ITS. (2013)
- Liu, Ya dkk. *Preparation and Properties of Sulfonated Carbon–Silica Composites from Sucrose Dispersed on MCM-48*. Chemical Engineering Journal 148 201–206. (2009)
- P. Selvam, S. K. Bhatia, and C. G. Sonwane. *Recent Advances in Processing and Characterization of Periodic Mesoporous MCM-41 Silicate Molecular Sieves*. Industrial and Engineering Chemistry Research, vol. 40, no. 15, pp. 3237–3261. (2001)

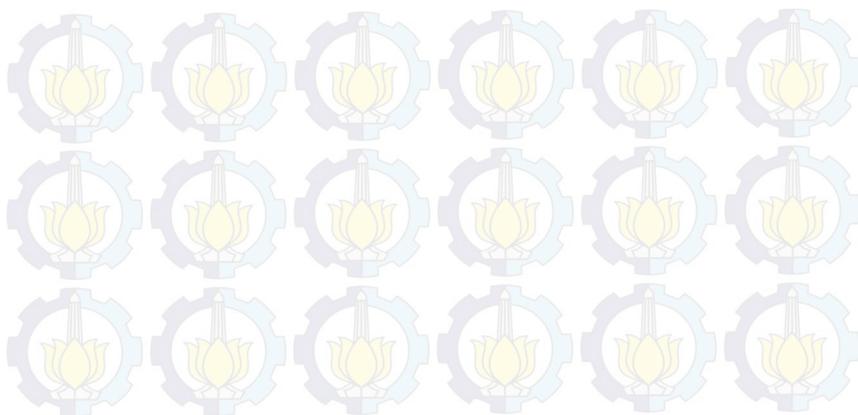
Rahman, Nanik Astuti dkk. *Synthesis of mesoporous silica with controlled pore structure from bagasse ash as a silica source*. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, vol 476, pp 1-7. (2015)

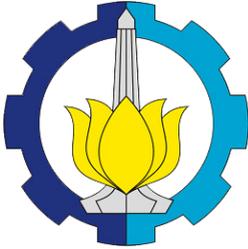
Setyawan, H., Balgis, R. *Preparation of Mesoporous Silicas from Sodium Silicate Using Gelatin Templating*. Asia-Pacific Journal of Chemical Engineering. (2011)

Vigon, Patricia Valle dkk. *Carboxyl-Functionalized Mesoporous Silica–Carbon Composites as Highly Efficient Adsorbents in Liquid Phase*. Microporous and Mesoporous Materials 176 78–85. (2013)

Yokoi, Toshiyuki dkk. *Preparation of Silica/Carbon Composites with Uniform and Well-Ordered Mesopores by Esterification Method*. Microporous and Mesoporous Materials 124 123–130. (2009)

Zieba, J. Skubiszewska, R. Lebeda, O. Seledets, V.M. Gun'ko. *Effect of Preparation Conditions of Carbon–Silica Adsorbents Based on Mesoporous Silica Gel Si-100 and Carbonized Glucose on Their Pore Structure*. Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects, 231 : 39–49. (2003)





**FINAL PROJECT – TK141581**

**SYNTHESIS OF SILICA-CARBON  
COMPOSITE USING SOL-GEL METHOD**

**Authors :**

**Emelia Tri Ambarwati**

**2311 100 004**

**Jannatun Cintya Dewi**

**2311 100 052**

**Advisors :**

**Prof.Dr.Ir.Heru Setyawan,M.Eng**

**NIP. 1967 02 03 1991 02 1001**

**Ir.Minta Yuwana, M.S.**

**NIP. 1951 10 02 1978 03 1001**

**Chemical Engineering Department  
Faculty of Industrial Technology  
Sepuluh Nopember Institute of Technology Surabaya  
2015**

# LEMBAR PENGESAHAN

## SINTESIS KOMPOSIT SILIKA KARBON DENGAN METODE SOL-GEL

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar Sarjana Teknik pada Program Studi S-1 Jurusan Teknik Kimia Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya

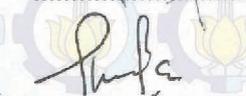
Oleh :

**Emelia Tri Ambarwati**  
**Jannatun Cintya Dewi**

**NRP. 2311 100 004**  
**NRP. 2311 100 052**

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

1. Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M. Eng  
(Pembimbing)
2. Ir. Minta Yuwana, MS  
(Pembimbing)
3. Prof. Dr. Ir. Achmad Roesyadi, DEA  
(Penguji I)
4. Dr. Lailatul Qadariah, S.T, M.T  
(Penguji II)
5. Ni Made Intan Putri Suari, S.T, M.T  
(Penguji III)



Surabaya, Juli 2015

## SINTESA KOMPOSIT SILIKA KARBON DENGAN METODE SOL-GEL

**Penulis** : Emelia Tri Ambarwati (2311 100 004)  
Jannatun Cintya Dewi (2311 100 052)  
**Jurusan** : Teknik Kimia FTI-ITS  
**Pembimbing** : Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M.Eng  
Ir. Minta Yuwana, MS

### ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk melakukan sintesis komposit silika karbon dengan metode sol-gel dari bahan natrium silikat sebagai sumber Si dan sukrosa serta PEG sebagai sumber karbon serta mempelajari pengaruh waktu *aging* terhadap karakteristik silika gel dan pengaruh konsentrasi sukrosa terhadap karakteristik komposit silika karbon yang dihasilkan. Penelitian terdiri dari tiga tahapan, yaitu pembuatan silika gel, karbonisasi, serta karakterisasi produk yang dihasilkan. Natrium silikat diencerkan untuk membentuk larutan sol, kemudian dilakukan penambahan HCl 1 M untuk pembentukan gel dengan melalui *aging* dua tahap. Gel yang terbentuk dikeringkan pada suhu 80 °C selama ±18 jam. Silika gel diimpregnasi pada larutan sukrosa jenuh dengan metode *incipient wet impregnation*, kemudian dikarbonisasi dengan *pyrolysis reactor* pada suhu 400 °C selama 5 dan 8 jam. Komposit silika karbon yang terbentuk dianalisa dengan adsorpsi/desorpsi nitrogen, SEM, EDAX, serta Spektrofotometri FTIR. Dalam sintesis komposit dengan sukrosa, waktu aging berpengaruh terhadap karakteristik silika gel yang dihasilkan. Semakin lama aging, luas permukaan, diameter dan volume pori meningkat dan mencapai maksimum pada 341.406 m<sup>2</sup>/g ketika aging tahap I selama 2 jam. Di sisi lain, konsentrasi sukrosa berpengaruh pada karakteristik komposit silika karbon. Semakin besar konsentrasi sukrosa, *surface area* semakin

meningkat, namun volume pori dan diameter pori cenderung konstan. Sedangkan, komposit silika karbon dengan PEG memerlukan suhu yang lebih tinggi sehingga dekomposisi PEG menjadi karbon lebih sempurna.

**Kata kunci** : silika berpori, sol-gel, komposit silika-karbon.

# **SYNTHESIS OF SILICA-CARBON COMPOSITE USING SOL-GEL METHOD**

**Authors** : **Emelia Tri Ambarwati (2311 100 004)**  
**Jannatun Cintya Dewi (2311 100 052)**  
**Department** : **Chemical Engineering FTI-ITS**  
**Advisors** : **Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M.Eng**  
**Ir. Minta Yuwana, MS**

## **ABSTRACT**

This study was purposed to synthesize silica-carbon composite using sol-gel method, sodium silicate as source of Si and sucrose also PEG as source of carbon, to study the effect of aging length-time on the characteristics of silica gel and the effect of sucrose concentration on the characteristics of silica-carbon composite produced. The study consisted of three stages; synthesis of silica gel, carbonization, and characterization of the silica-carbon composite. Sodium silicate was dissolved with water to form sol and added with 1 M HCl to form gel through a two-stage aging. Silica gel formed was dried at 80°C for ±18 hours. It was impregnated in saturated sucrose solution using incipient wet impregnation method. Then, it was carbonized using pyrolysis reactor at 400°C for 5 and 8 hours. Silica-carbon composite formed was analyzed using nitrogen adsorption/desorption, SEM and EDAX, as well as the Spectra FTIR. In silica-carbon composite synthesis using sucrose, aging period affected the characteristics of silica gel. The longer aging period, surface area, pore diameter, and volume increased and reached maximum at 341.406 m<sup>2</sup>/g on 2 hour-length first aging. In the other side, the

concentration of sucrose affected the characteristics of silica-carbon composite. The greater concentration of sucrose, surface area increased, while pore volume and diameter tended to be constant. However, silica-carbon composite using PEG needed higher temperature to decompose PEG into carbon more perfectly.

Keywords: porous silica, sol-gel, silica-carbon composite.

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadirat Tuhan Yang Maha Kuasa yang telah memberikan rahmat dan hidayah-Nya sehingga kami dapat melaksanakan skripsi yang berjudul “**SINTESA KOMPOSIT SILIKA KARBON DENGAN METODE SOL-GEL**” dan menyelesaikan skripsi ini tepat pada waktunya.

Selama penyusunan skripsi ini, kami banyak sekali mendapat bimbingan, dorongan, serta bantuan dari banyak pihak. Untuk itu, kami ingin mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Bapak Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M.Eng dan Bapak Ir. Minta Yuwana, M.S selaku Dosen Pembimbing, atas bimbingan dan saran yang telah diberikan.
2. Orang tua serta saudara-saudara kami, atas doa, bimbingan, perhatian, dan kasih sayang yang selalu tercurah selama ini.
3. Bapak Prof. Dr. Ir. Tri Widjaja, M.Eng selaku Ketua Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
4. Bapak Setiyo Gunawan, S.T Ph.D selaku koordinator tugas akhir Jurusan Teknik Kimia.
5. Bapak dan Ibu Dosen pengajar serta seluruh karyawan Jurusan Teknik Kimia ITS.
6. Teman-teman di Laboratorium Elektrokimia dan Korosi Teknik Kimia, dan teman-teman K-51 atas bantuan, saran, kritik dan dukungannya.

Kami menyadari masih banyak kekurangan dalam penulisan laporan skripsi ini dan membutuhkan saran yang konstruktif demi kesempurnaan laporan skripsi ini.

Surabaya, Juli 2015

Penyusun



# DAFTAR ISI

ABSTRAK .....	i
ABSTRACT .....	iii
KATA PENGANTAR .....	v
DAFTAR ISI .....	vii
DAFTAR GAMBAR .....	ix
DAFTAR TABEL .....	xi
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
I.1 Latar belakang .....	1
I.2 Rumusan masalah .....	3
I.3 Tujuan penelitian .....	3
I.4 Manfaat penelitian .....	3
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
II.1 Silika gel.....	5
II.2 Metode sol-gel.....	6
II.3 Silika karbon .....	9
II.4 Adsorpsi dan karakterisasi partikel berpori.....	9
II.5 Penelitian Terdahulu .....	16

### BAB III METODOLOGI PENELITIAN

III.1 Lingkup penelitian .....	21
III.2 Bahan penelitian .....	21
III.3 Eksperimen .....	22
III.4 Karakterisasi produk .....	27

### BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

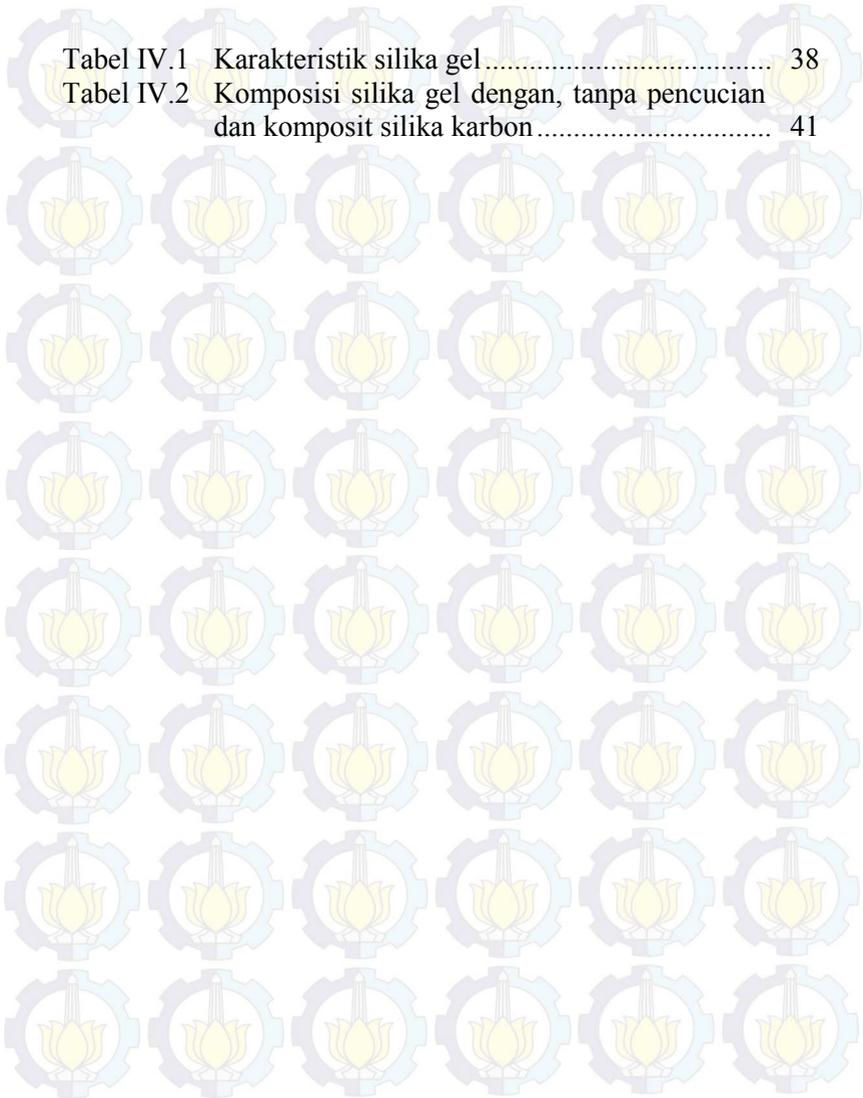
IV.1 Karakteristik silika gel .....	31
IV.2 Karakteristik silika karbon dengan sukrosa ....	39
IV.3 Karakteristik silika karbon dengan PEG.....	49

### BAB V KESIMPULAN DAN SARAN ..... 53 |

DAFTAR PUSTAKA.....	xiii
---------------------	------

## DAFTAR TABEL

Tabel IV.1	Karakteristik silika gel.....	38
Tabel IV.2	Komposisi silika gel dengan, tanpa pencucian dan komposit silika karbon.....	41

A decorative background pattern consisting of a grid of light blue gear icons with yellow lotus flowers inside them, arranged in a repeating pattern across the page.



## DAFTAR GAMBAR

Gambar II.1	Proses sol – gel silika dan produk yang dihasilkan.....	7
Gambar II.2	Klasifikasi adsorbs isotherm menurut Brunauer, Deming dan Teller .....	12
Gambar III.1	Blok Diagram Prosedur Mensintesa Silika Gel .....	23
Gambar III.2	Blok Diagram Prosedur Sintesa Silika Karbon dengan PEG .....	25
Gambar III.3	Skema Rangkaian Alat <i>Pyrolysis Reactor (Linberg/Blue M Tube Furnace)</i> .....	26
Gambar III.4	Alat uji adsorbs-desorbsi nitrogen dengan metode BET( <i>NOVA 1200e Surface Area and Pore Size Analyzer</i> ) .....	27
Gambar IV.1	Isothermis adsorbsi/desorbsi silika 1:10; aging 1 jam .....	33
Gambar IV.2	Isothermis adsorbsi/desorbsi silika 1:10; aging 2 jam .....	33
Gambar IV.3	Isothermis adsorbsi/desorbsi silika 1:10; aging 3 jam .....	34
Gambar IV.4	Isothermis adsorbsi/desorbsi silika 1:10; tanpa aging tahap I .....	34
Gambar IV.5	Isothermis adsorbsi/desorbsi silika 1:10 ; aging 1 jam .....	36
Gambar IV.6	Isothermis adsorbsi/desorbsi silika 1:10 ; aging 2 jam .....	36
Gambar IV.7	Isothermis adsorbsi/desorbsi silika 1:10 ; aging 3 jam .....	37
Gambar IV.8	Isothermis adsorbsi/desorbsi silika 1:10 ; tanpa aging tahap I.....	37
Gambar IV.9	Silika gel (a) tanpa pencucian dan (b) dengan pencucian.....	39

Gambar IV.10 Hasil analisa SEM silika gel (a) tanpa pencucian (b) dengan pencucian.....	39
Gambar IV.11 Hasil analisa EDAX silika gel (a) tanpa pencucian (b) dengan pencucian dan (c) komposit silika karbon .....	40
Gambar IV.12 Bentuk fisik komposit silika karbon dengan kalsinasi selama 5 jam, 400°C pada berbagai konsentrasi sukrosa .....	41
Gambar IV.13 Bentuk fisik komposit silika karbon dengan kalsinasi selama 8 jam, 400 °C pada berbagai konsentrasi sukrosa .....	42
Gambar IV.14 Isothermis adsorpsi/desorpsi komposit silika karbon dengan kalsinasi 8 jam, 400 °C.....	43
Gambar IV.15 Perbandingan <i>surface area</i> komposit dengan silika gel pada berbagai konsentrasi sukrosa dan lama kalsinasi .....	45
Gambar IV.16 Perbandingan volume pori pada berbagai konsentrasi sukrosa dan lama kalsinasi .....	46
Gambar IV.17 Perbandingan diameter pori pada berbagai konsentrasi sukrosa dan lama kalsinasi .....	47
Gambar IV.18 Perbandingan distribusi pori pada berbagai konsentrasi sukrosa pada kalsinasi selama 5 jam dan 8 jam, 400°C.....	48
Gambar IV.19 Spektra FTIR pada komposit silika karbon dengan konsentrasi sukrosa 1 gr/gr silika .....	49
Gambar IV.20 Isothermis adsorpsi/desorpsi komposit silika karbon dengan prekursor PEG.....	51
Gambar IV.21 Distribusi pori komposit silika karbon dengan prekursor PEG .....	52

## BIOGRAFI PENULIS



**EMELIA TRI AMBARWATI** dilahirkan di Kota Pasuruan pada 14 Mei 1992. Penulis merupakan anak ketiga dari empat bersaudara. Penulis menempuh pendidikan formal sejak tahun 1999 di SD Negeri Kalirejo I Bangil Pasuruan, SMP Negeri 2 Bangil Pasuruan, dan SMA Negeri 1 Bangil Pasuruan. Setelah lulus dari SMA, penulis meneruskan pendidikan formalnya di jurusan Teknik Kimia Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya pada tahun 2011. Semasa kuliah, penulis mempunyai hobi jurnalistik dan memasak. Selain itu, penulis juga pernah melaksanakan kerja praktek di PT. Pupuk Sriwijaya. Tugas Akhir, sebagai syarat kelulusan jenjang S-1 ditempuh penulis di Laborarium Elektrokimia dan Korosi, di bawah bimbingan Prof. Dr. Heru Setyawan, M.eng dan Ir. Minta Yuwana, MS dengan bidang Sintesa Komposit Silika Karbon dengan Metode Sol Gel. Penulis dapat dihubungi melalui email: [emeliatri@gmail.com](mailto:emeliatri@gmail.com)

## BIOGRAFI PENULIS



**JANNATUN CINTYA DEWI** dilahirkan di Sidoarjo pada 12 September 1994 dan merupakan anak pertama dari dua bersaudara. Penulis menempuh pendidikan formal sejak tahun 2000 di SD Negeri Suruh Sidoarjo, SMP Negeri 2 Sukodono, dan SMA Negeri 1 Sidoarjo. Setelah lulus dari SMA, penulis meneruskan pendidikan formalnya di jurusan Teknik Kimia Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya pada tahun 2011. Semasa kuliah, penulis mempunyai hobi *travelling*, membaca, serta mengikuti kompetisi keilmiah. Selain itu, penulis juga pernah melaksanakan kerja praktek di PT. Petrokimia Gresik. Tugas Akhir, sebagai syarat kelulusan jenjang S-1 ditempuh penulis di Laborarium Elektrokimia dan Korosi, di bawah bimbingan Prof. Dr. Heru Setyawan, M.eng dan Ir. Minta Yuwana, MS dengan bidang Sintesa Komposit Silika Karbon dengan Metode Sol Gel. Penulis dapat dihubungi melalui email: [jannatun.dewi@gmail.com](mailto:jannatun.dewi@gmail.com)

# BAB I PENDAHULUAN

## I.1. Latar Belakang Penelitian

Silika banyak sekali digunakan dalam industri baik sebagai produk akhir maupun sebagai bahan penunjang proses industri. Silika mempunyai luas permukaan yang tinggi, struktur pori yang teratur, dan volume pori yang besar. Oleh karena itu, silika sering digunakan sebagai pendukung katalis, adsorbent (Selvam, 2001). Namun demikian, penggunaan silika masih dibatasi oleh stabilitas permukaan terhadap udara lembab yang kurang baik. Hal ini mungkin disebabkan oleh permukaan silika bersifat hidrofil (Choi,2014). Selain itu, silika juga cenderung tidak stabil terhadap bahan-bahan kimia terutama pada kondisi basa.

Di sisi lain, karbon juga secara luas digunakan sebagai *adsorbent* universal dalam industri karena mempunyai permukaan yang luas dan hidrofobik. Selain itu, karbon juga sering digunakan sebagai membran karena permeabilitas yang bagus untuk senyawa yang kecil (Han, 2008). Material karbon dapat mudah dikombinasikan dengan gugus oksigen dan penggabungan lapisan tipis karbon pada pori-pori silika dapat menghasilkan cara yang mudah untuk menambahkan gugus asam karboksilat pada bahan *mesoporous*. Komposit silika-karbon yang dihasilkan akan menggabungkan karakter fungsionalitas yang mudah karbon dengan mesostruktur dari bahan silika. Beberapa teknik sintesis untuk mendeposisikan lapisan karbon dalam silika sudah banyak dilakukan, misalnya dengan metode *Chemical Vapor Deposition* (CVD) atau dengan penggunaan surfaktan sebagai sumber karbon. Untuk mendapatkan lapisan karbon yang uniform, gugus silanol dengan densitas yang tinggi dipertahankan pada silika dengan menggunakan prosedur penghilangan surfaktan ringan (Vigon,2013).

Balgis (2007) meneliti bahwa kapasitas adsorpsi meningkat dengan deposisi karbon pada permukaan pori silika. Namun kondisi ini belum tampak jelas sehingga pada penelitian ini menggunakan metode yang lebih sistematis. Komposit silika-karbon sebagai *adsorbent* merupakan paduan antara silika yang bersifat polar inorganik dan karbon yang bersifat non-polar sehingga menghasilkan kemampuan adsorpsi yang sangat efektif (Zieba dkk, 2003). Glover dkk (2009) mensintesis komposit silika-karbon dari MCM-41 dan *furfuryl alcohol* dan material yang dihasilkan bersifat *nanoporous* dan memiliki luas permukaan yang besar dengan distribusi ukuran pori mendekati 12 Å. Sedangkan, Takei dkk (2007) menempelkan karbon pada pori-pori silika dengan menggunakan metode *Chemical Vapor Deposition* (CVD). Metode ini biasanya digunakan untuk mendapat penambahan karbon pada silika *mesoporous* yang tinggi. Namun pada proses ini material awal (*mesoporous silika*) dan karbon di siapkan secara terpisah selain itu proses ini membutuhkan energi dan suhu tinggi. Proses CVD juga sangat sensitif terhadap *rate vapor*. Semakin besar rate vapor maka semakin tebal silika, sedangkan yang diharapkan ketebalan silika yang seragam. Metode ini dinilai cukup rumit dan menjadi kurang efisien apabila silika bukan menjadi produk jadi namun harus disintesis terlebih dahulu. Proses pembuatan silika-karbon hibrid akan menjadi dua langkah. Berdasarkan penelitian yang dilakukan Balgis (2007), penempelan karbon pada silika dapat dilakukan dengan metode sol-gel sehingga sintesis silika-karbon dapat dilakukan dengan satu tahap.

Pada umumnya, bahan baku yang dijadikan sumber silika biasanya berupa *tetraethyl orthosilikate* (TEOS) ataupun *tetramethyl orthosilikate* (TMOS) karena kandungan silikanya yang banyak. Akan tetapi, TEOS dan TMOS merupakan bahan baku yang mahal, sulit didapatkan dan agak beracun. Untuk mengatasi hal itu, dalam penelitian ini digunakan *water glass* ( $\text{NaSiO}_3$ ) karena lebih murah dan mudah diperoleh. Pada penelitian ini dilakukan pembuatan komposit silika karbon

dengan metode sol-gel dengan memadukan *natrium silika* sebagai sumber Si dan sukrosa serta polyethylene glycol (PEG) sebagai sumber karbon untuk menghasilkan material berpori dengan permukaan yang lebih luas, volume pori yang lebih besar, dan stabilitas terhadap suhu dan bahan kimia yang lebih baik.

### **I.2. Rumusan Masalah**

Rumusan masalah dalam penelitian ini antara lain :

- a. Bagaimana pengaruh waktu aging terhadap karakteristik silika gel?
- b. Bagaimana mensintesis komposit silika karbon dengan sukrosa sebagai sumber karbon dengan metode sol-gel?
- c. Bagaimana pengaruh konsentrasi sukrosa terhadap karakteristik produk?
- d. Bagaimana mensintesis komposit silika karbon dengan sukrosa sebagai sumber karbon dengan metode sol-gel?

### **I.3. Tujuan Penelitian**

Penelitian ini bertujuan untuk:

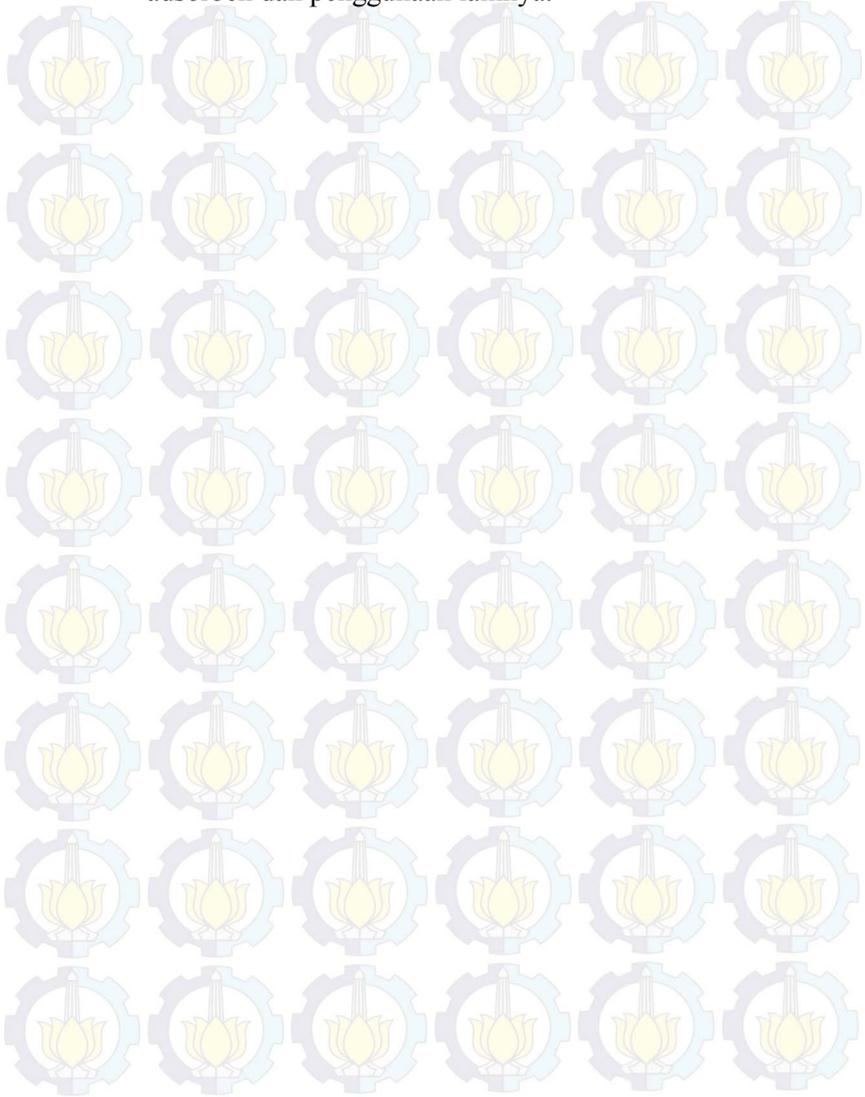
- a. Mempelajari pengaruh waktu aging terhadap karakteristik silika gel yang dihasilkan.
- b. Mempelajari sintesis komposit silika karbon dengan sukrosa sebagai sumber karbon dengan metode sol-gel.
- c. Mempelajari pengaruh konsentrasi sukrosa terhadap karakteristik komposit silika karbon.
- d. Mempelajari sintesis komposit silika karbon dengan PEG sebagai sumber karbon dengan metode sol-gel.

### **I.4. Manfaat Penelitian**

Manfaat dari penelitian ini adalah :

- a. Memberikan kontribusi berupa data teknik untuk pembuatan komposit silika-karbon dari *natrium silika* sebagai sumber silika yang dapat dikembangkan untuk penelitian yang lebih lanjut.

- b. Mengembangkan aplikasi komposit silika-karbon sebagai adsorben dan penggunaan lainnya.



## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### II.1. Silika Gel

Silika merupakan senyawa logam oksida yang banyak terdapat di alam, namun keberadaannya di alam tidak dalam kondisi bebas melainkan terikat dengan senyawa lain, baik secara fisik maupun kimia. Senyawa kimia “*silicon dioxide*” atau juga disebut sebagai “silika” mempunyai susunan kimia  $\text{SiO}_2$ . Silika di alam dijumpai dengan bermacam-macam bentuk, diantaranya termasuk *quartz* dan *oval*.

Silika gel atau *precipitated silica* sudah banyak digunakan aplikasinya dalam dunia industri karena sifat dan morfologinya yang unik, yang meliputi antara lain : luas permukaan, volume porinya yang besar, dan kemampuan untuk menyerap berbagai zat seperti air, oli dan bahan radioaktif. Aplikasi misalnya: untuk pasta gigi, bir (pemrosesan bir), pelapisan kertas (*paper coating*), *antiblocking agent*, farmasi dan *desiccant*. Tetapi pada penggunaan tertentu misalnya untuk katalis, adsorben, maupun untuk penggunaan dalam *drug delivery system*, diperlukan silika dengan spesifikasi tertentu sehingga dipakai *template* dalam sintesis untuk memperoleh silika dengan struktur pori sesuai yang diinginkan.

Struktur pori pada partikel silika ada dua jenis: *irregular ordered* dan *regular ordered*. Pembuatan partikel silika berpori dengan tipe *regular ordered* bisa dilakukan dengan cara penambahan *template*, disini *template* dipakai sebagai cetakan (pembantu dan pengarah) dalam pembentukan pori, dimana partikel koloidal primer akan mengisi celah-celah diantara susunan *template*, sehingga ketika *template* dikeluarkan dari kristal akan terbentuk partikel silika yang berongga dengan struktur yang teratur seperti ditunjukkan pada Gambar 2.1 (Iskandar, 2002). Berdasarkan ukuran pori – pori yang utama, IUPAC mengklasifikasikan material berpori menjadi 3 kelas: (1)

*microporous*, dengan ukuran pori  $< 2.0$  nm, (2) *mesoporous*, dengan ukuran pori 2 - 50 nm, (3) *macroporous*, dengan ukuran pori  $> 50$  nm (Dong, 2002). Untuk memperoleh *regular ordered pores* atau pori dengan susunan teratur biasanya dipakai *template* berupa surfaktan dan polimer (Jia dkk., 2004).

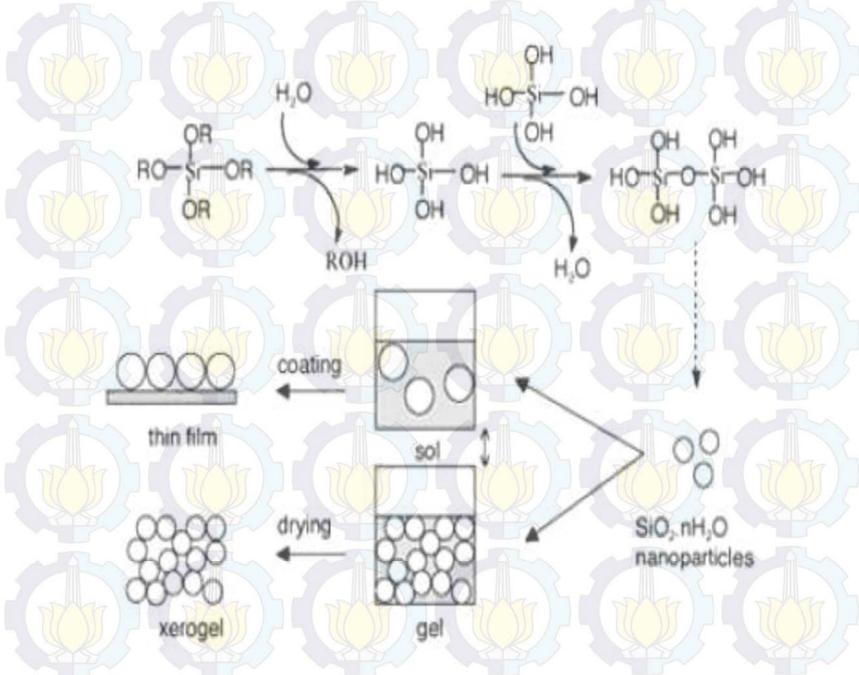
## II.2. Metode Sol-Gel

Sol - gel merupakan proses yang menghasilkan komponen silika berupa padatan yang kompleks dengan biaya yang relatif murah tanpa menurunkan kualitas. Proses sol - gel merupakan proses larutan multi guna yang pada awalnya digunakan untuk pembuatan material inorganik seperti keramik dan bahan glass dengan kemurnian dan homogenitas yang tinggi. Pada umumnya, proses ini melibatkan transisi sistem dari liquida (sol) ke dalam fase solid (gel). Proses sol - gel biasanya dibagi dalam beberapa tahapan: pembuatan larutan, pembentukan gel, aging, pengeringan, dan densifikasi (Dong, 2002).

Meskipun proses sol - gel dapat diaplikasikan untuk berbagai fase inorganik, tetapi penggunaannya lebih diutamakan untuk pembentukan material berbasal silika. Prinsip dasar kimia sol - gel kebanyakan diterapkan dalam pembentukan silika gel. Pengembangan teknik sol gel dalam ilmu material biasanya didasarkan pada *silicon alkoxides*  $\text{Si}(\text{OR})_n$ , dimana R adalah kelompok organik ( $-\text{CH}_3$ ,  $-\text{C}_2\text{H}_5$ , ...), misalnya TMOS atau TEOS dengan gugus karbonil berupa metil dan etil (Fan dkk., 2006). Adanya air menyebabkan terjadinya hidrolisa Si-OR, membentuk grup silanol (Si-OH) dan melepaskan molekul alkohol ROH. Kemudian terjadi kondensasi antara grup silanol membentuk ikatan Si-O-Si. Reaksi kondensasi diikuti proses polimerisasi inorganik yang menghasilkan pembentukan  $\text{SiO}_2$  nanopartikel. Kemudian, terjadi kesetimbangan diantara pertumbuhan partikel menyebabkan terbentuknya sol, dan terjadi agregasi partikel membentuk gel. Proses ini sangat bergantung pada pH. Kondisi asam akan menghasilkan jaringan yang rapat, sedangkan kondisi basa menyebabkan partikel cenderung berupa gel berpori. Secara

umum proses ini digambarkan seperti ditampilkan pada Gambar II.1.

Penggunaan silikon alkoksida memiliki dua keuntungan. Pertama, lebih mudah menyesuaikan struktur gel melalui pengontrolan reaktifitas *alkoksida* terhadap reaksi hidrolisis/kondensasi. Sehingga, pada kondisi asam menghasilkan mikropori (ukuran pori < 2 nm), sedangkan partikel mesopori (2 nm < ukuran pori < 50 nm) diperoleh pada keadaan basa. Kedua, *alkoksida* yang sudah dimodifikasi secara organik  $R_n'-Si(OR)_{4-n}$ , dimana jarak  $R'$  yang dapat digunakan dari rantai alkil sampai amino- atau gugus thiol. Ikatan kovalen Si-R' tidak peka terhadap hidrolisis, sehingga penanganan pada produk akhir dapat menyempurnakan fungsi samping sehingga terbentuk ikatan yang lebih panjang (Coradin dkk., 2006).



**Gambar II.1.** Proses sol – gel silika dan produk yang dihasilkan

Proses sol – gel memberikan keuntungan yang sama untuk memproduksi silika berpori dengan kemurnian yang tinggi dan densitas antara 1.7 – 2.2 g/cc. Proses yang dilakukan pada kondisi ruang memungkinkan terjadinya penyelubungan pada sejumlah zat organik, *organometallic*, dan molekul biologi serta zat inorganik. Dalam proses sol-gel khusus, *precursor* mengalami sejumlah reaksi hidrolisis dan polimerasi untuk membentuk suspensi koloidal atau sol, kemudian partikel terkondensasi dalam fase baru, gel, yang mana molekul makro solid terdispersi dalam *solvent*. Dalam proses sol - gel, *precursor* merupakan rangkaian reaksi *hydrolysis* dan polimerisasi untuk membentuk suspensi koloid, kemudian suspensi diubah ke dalam fase baru, yaitu gel. Untuk pembuatan sol-gel silika, tahap pembentukan jaringan gel:



Dengan pengeringan dan *heat-treatment* yang lebih jauh, gel dapat dikonversi ke dalam padatan silika. Jika liquid dalam gel dipindahkan dibawah kondisi superkritis, didapatkan material dengan pori tinggi dan densitas rendah yang disebut "aerogel". Pengeringan pada gel dengan peralatan *treatment* suhu rendah (25-100 °C) ini memungkinkan diperolehnya hasil berupa matrik solid berpori yang disebut "xerogel". Gel berpori yang dihasilkan dapat dimurnikan secara kimia dan dikonversi pada temperatur tinggi ke dalam silika dengan kemurnian tinggi.

Sensor teknologi mungkin merupakan bidang komersial yang paling berpotensi untuk material ini, karena adanya kombinasi antara kekuatan, warna yang relatif jernih, porositas yang tinggi, dan surface area yang cukup besar. Sol – gel juga merupakan cara yang efektif dan sering digunakan untuk mensintesa material *inorganik-organik hybrid* dengan ukuran nanometer. Hasilnya, material hibrida ini memiliki aplikasi yang lebih luas bahkan di luar jangkauan dari campuran material tradisional. Pengertian dasar dari sol – gel ditinjau secara terus menerus, sehingga proses sol – gel mengalami kemajuan yang pesat.

Untuk memperoleh partikel silika berpori dengan metode sol gel bukan hanya template saja yang penting, metode penghilangan templatepun sangat berperan. Dengan metode penghilangan yang tepat, dapat diperoleh pori yang diinginkan secara efektif.

Kalsinasi merupakan proses *combustion* atau *drying* dengan suhu tinggi yang mana pada proses ini bertujuan untuk menghilangkan template dengan cara menguapkannya. Akan tetapi proses ini mempunyai kelemahan, diantaranya: membutuhkan suhu yang tinggi sehingga membutuhkan energi yang besar pula, menyebabkan terjadinya *sintering* atau penyusutan jaringan, densifikasi struktur pori dan hilangnya mesostruktur (Dabbs dkk, 2006)

### **II.3 Silika Karbon**

Pada silika karbon, paduan antara silika yang bersifat polar-anorganik dan karbon yang merupakan organik-non-polar dapat menghasilkan kemampuan adsorpsi yang lebih efektif. Silika karbon memiliki aplikasi yang luas, diantaranya sebagai pendukung katalis, adsorben, enkapsulasi, nanoreaksi, dan sebagai *template* pada reaksi (Yong Wan, 2008).

Kemampuan adsorpsi suatu zat dipengaruhi oleh luas permukaan, baik itu permukaan luar ataupun permukaan dalam pada pori-pori suatu padatan, semakin besar luas permukaan suatu padatan semakin besar kemampuan adsorpsinya. Semakin kecil ukuran suatu padatan, dengan jumlah berat yang sama dibandingkan dengan padatan yang sama yang memiliki ukuran yang lebih besar, lebih luas permukaan padatan yang memiliki ukuran yang lebih kecil. Semakin banyak jumlah pori-pori suatu padatan semakin luas permukaannya. Zat adsorpsi yang baik adalah zat yang memiliki luas permukaan yang besar, yaitu yang memiliki banyak pori-pori dan ukuran partikelnya kecil.

### **II.4 Adsorpsi dan Karakterisasi Partikel Berpori**

Proses adsorpsi dapat digambarkan sebagai proses dimana molekul meninggalkan larutan dan menempel pada permukaan zat adsorben akibat kimia dan fisika (Reynolds,1982). Mekanisme adsorpsi terdiri dari tiga tahapan. Tahap pertama terjadi difusi molekul kontaminan ke permukaan adsorben, tahap kedua molekul kontaminan bermigrasi ke pori dari adsorben dan tahap ketiga pembentukan monolayer dari adsorbat. Proses adsorpsi tergantung pada sifat zat padat yang mengadsorpsi, sifat atom/molekul yang diserap, konsentrasi, temperatur dan lain-lain.

Kesetimbangan adsorpsi terjadi bila larutan dikontakkan dengan adsorben padat dan molekul dari adsorbat berpindah dari larutan ke padatan sampai konsentrasi adsorbat dilarutan dan padatan dalam keadaan setimbang. Fase kesetimbangan antara cairan dan fase yang diserap oleh satu atau lebih komponen dalam proses adsorpsi merupakan faktor yang menentukan didalam kinerja proses adsorpsi tersebut. Data kesetimbangan pada suatu temperatur, biasanya ditampilkan dengan adsorption isotherm, yang menunjukkan hubungan antara besarnya yang teradsorpsi per satuan massa solid dan konsentrasi adsorbat di larutan. Untuk mengukur *adsorption isotherm*, dapat diketahui dengan besarnya padatan adsorben dan larutan dikontakkan pada temperatur yang konstan sehingga larutan tidak berubah komposisinya terhadap waktu. *Adsorption isotherm* dapat dihitung dengan mengukur konsentrasi adsorbat dalam larutan pada saat awal dan pada keadaan equilibrium.

Adsorpsi isotherm dapat digunakan untuk pengklasifikasian partikel berpori. Brunauer, Deming, Deming dan Teller mengklasifikasikan adsorpsi isotherm menjadi 5 tipe seperti gambar dibawah ini. Masing – masing tipe menunjukkan kondisi yang unik. Tipe-tipe adsorpsi isotherm yaitu:

a. Tipe I

Tipe ini merupakan tipe untuk padatan mikropori (diameter < 2 nm) pada adsorben dimana terdapat garis kestabilan yang mengindikasikan tanda luas permukaan eksternal adsorben relatif kecil. Tipe ini disebut juga *Langmuir isotherm*

menggambarkan adsorpsi satu lapis (*monolayer*) dan biasanya diperoleh dari adsorben karbon aktif dan zeolit *molecular sieve*.

b. Tipe II

Adsorpsi isothermal jenis ini digunakan untuk adsorpsi fisika gas dengan padatan tak berpori dan padatan dengan diameter pori besar dari 50 nm (makropori). Titik kelengkungan yang terjadi pada kurva adsorpsi isothermal ini biasanya terjadi pada saat lapisan *monolayer* pertama teradsorpsi sempurna sehingga meningkatkan tekanan relatif, sedangkan lapisan (layer) kedua dan seterusnya akan sempurna sampai mencapai kejenuhan dari sejumlah lapisan yang teradsorpsi tak terbatas.

c. Tipe III

Adsorpsi ini merupakan karakteristik dari interaksi adsorbat dan adsorben yang lemah dan biasanya digunakan untuk jenis adsorben tak berpori dan makropori. Interaksi yang lemah antara adsorbat dan adsorben membuat naiknya kurva sedikit untuk tekanan relatif yang rendah. Tetapi ketika molekul mulai diadsorpsi pada sisi adsorpsi utama interaksi adsorbat-adsorbat semakin kuat yang kemudian mendorong proses adsorpsi, mempercepat kurva yang naik pada tekanan relatif yang lebih tinggi. Adsorpsi ini biasanya dapat ditemukan pada air dengan padatan yang bersifat hidrofobik.

d. Tipe IV

Tipe ini identik dengan material yang bersifat mesopori. Pada tipe IV hampir sama dengan tipe II pada rentang tekanan relatif rendah sampai menengah. Terdapatnya rentang tekanan tertentu garis desorpsi tidak berhimpit dengan garis adsorpsi. Hal ini disebut dengan fenomena histerisis. Terdapat beberapa kemungkinan yang menjadi penyebab terjadinya fenomena histerisis, salah satunya adalah perbedaan sudut kontak molekul gas pada pori saat adsorpsi dengan saat desorpsi.

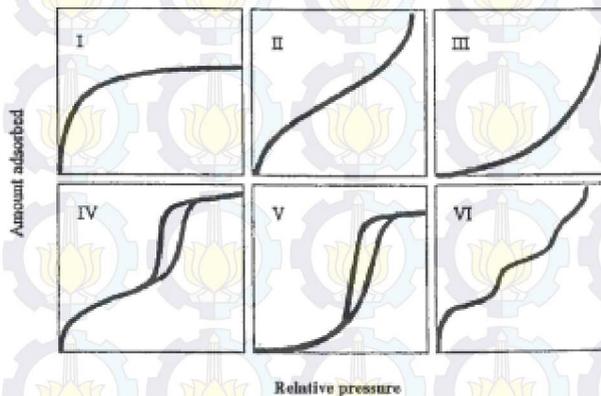
e. Tipe V

Tipe ini hampir sama dengan tipe III. Perbedaannya adalah pada tipe V adsorpsi mencapai setimbang setelah tercapai tekanan jenuh sedangkan pada tipe III tidak demikian. Selain itu

pada tipe V terdapat histerisis yang menunjukkan adsorpsi terjadi pada permukaan yang berpori (padatan makropori atau mesopori). Tipe ini terdapat pada adsorpsi air terhadap karbon.

f. Tipe VI

Tipe ini timbul pada permukaan padatan tak berpori dan sangat homogen. Hal tersebut menunjukkan bahwa adsorpsi terjadi pada lapisan tunggal yang formasinya merupakan fungsi dari sistem adsorbat-adsorben dan temperatur.



**Gambar II.2.** Klasifikasi adsorpsi isotherm menurut Brunauer, Deming dan Teller.

#### A. Surface Area

Molekul gas yang melekat pada permukaan solid (adsorben) diserap dan cenderung membentuk lapisan tipis yang menutupi seluruh permukaan adsorben. Berdasarkan teori Brunauer, Emmett dan Teller (BET) yang populer, jumlah molekul yang dibutuhkan untuk menutupi permukaan adsorben dengan monolayer molekul teradsorpsi ( $N_m$ ) dapat diperkirakan. *Surface area* dapat dihasilkan dari perkalian jumlah  $N_m$  dengan *cross sectional area* molekul adsorbat.

Metode BET menghitung *surface area* spesifik dari adsorpsi isotherm menggunakan nitrogen sebagai adsorbat pada 77 K. Hampir semua material dapat dianalisa dengan kondisi ini

kecuali beberapa mikropori dan *surface area* yang sangat rendah. Meskipun banyak alternatif persamaan untuk mendeskripsikan isotherm, persamaan BET telah dipertahankan penggunaannya selama bertahun-tahun. Persamaannya sebagai berikut:

$$\frac{1}{v_a((p_0/p)-1)} = \frac{1}{v_m c} + \frac{(c-1)p}{v_m c p_0}$$

Dimana  $v_a$  adalah mol gas yang teradsorpsi per gram adsorben saat tekanan gas adalah  $p$ ,  $v_m$  adalah kapasitas monolayer pada permukaan yaitu sejumlah mol gas per gram adsorben yang dibutuhkan untuk membentuk lapisan monomolekular,  $p_0$  merupakan tekanan gas jenuh pada temperatur yang digunakan dan  $c$  adalah konstanta. Konstanta  $c$  merupakan fungsi panas adsorpsi dan tergantung keadaan kimiawi permukaan. Plot antara  $p/v(p-p_0)$  sebagai ordinat dan  $p/p_0$  sebagai absis menghasilkan slope  $(c-1)/v_m c$  dan intercept  $1/v_m c$ .

Dari  $v_m$  yang didapatkan, *surface area* dapat ditentukan dengan persamaan:

$$S_{BET} = v_m a_m N$$

dengan  $S_{BET}$  adalah spesifik *surface area* dalam  $m^2/g$ ,  $a_m$  *cross sectional area* molekular satu molekul gas dalam angstrom kuadrat ( $\text{\AA}^2$ ) dan  $N$  adalah  $6 \times 10^{23}$ . Nilai  $a_m$  untuk nitrogen biasanya untuk permukaan oksida diasumsikan  $16,2 \text{\AA}$ .

### **B. Volume pori dan Diameter Pori**

Volume pori didapat dari jumlah gas yang diserap pada tekanan relatif, dengan mengasumsi bahwa pori terisi dengan adsorbate. Jika sampel tidak *macropore*, maka pada kurva isothermis menunjukkan garis horizontal melebihi tekanan relatif. Jika sampel *macropore*, maka pada kurva isothermis menunjukkan tekanan relatif = 1 dan pada batas maksimal *macropore* menunjukkan kenaikan vertikal. Volume nitrogen yang teradsorp

( $V_{ads}$ ) dapat dikonversi menjadi volume nitrogen cair ( $V_{liq}$ ) yang terkandung dalam pori menurut persamaan :

$$V_{liq} = \frac{P_a \cdot V_{ads} \cdot V_m}{R \cdot T}$$

Dimana  $P_a$  dan  $T$  merupakan tekanan ambient dan tekanan dan  $V_m$  merupakan volume molar dari nitrogen cair ( $34,7 \text{ cm}^3/\text{mol}$ ). Sedangkan jari-jari rata-rata pori dapat dihitung dengan persamaan :

$$\frac{V_{liq}}{S_{BET}} = \frac{\bar{r}_p}{2}$$

Dimana  $V_{liq}$  merupakan volume nitrogen cair dan  $S_{BET}$  merupakan luas permukaan BET. Untuk bentuk pori lainnya membutuhkan bentuk dari hysteresis pada kurva adsorpsi-desorpsi isotermis.

### C. Distribusi Ukuran Pori

Pada distribusi ukuran pori dengan dasar termodinamika diukur menggunakan desorpsi isotherm. Untuk nitrogen sebagai adsorbat pada titik didih normalnya  $77 \text{ K}$  dan dengan menggunakan properti fisik yang diberikan sebelumnya, maka persamaan Kelvin dapat ditulis:

$$r_k = \frac{4,15}{\log P/P_o} (\text{\AA})$$

$r_k$  menunjukkan radius pada saat kondensasi terjadi pada tekanan relatif yang dibutuhkan. Radius ini disebut radius Kelvin atau radius kritis yang bukan merupakan radius sebenarnya karena beberapa peristiwa adsorpsi juga telah terjadi pada dinding pori sebelum terjadi kondensasi.

Jika tebal film adsorbat ketika kondensasi atau evaporasi terjadi adalah  $t$  dengan jari-jari aktual ( $r_p$ ) yang ditunjukkan oleh rumus sebagai berikut:

$$r_p = r_k + t$$

Untuk mencari tebal film menggunakan rumus:

$$t = 3,54 \times \left( \frac{5}{2,303 \log P_o/P} \right)^{1/3}$$

Prosedur yang digunakan untuk menghitung distribusi pori adalah metode integrasi numerik Barret, Joyner, dan Halenda (BJH) yang mengambil kelebihan teori Wheeler bahwa kondensasi terjadi dalam pori ketika tekanan relatif mencapai radius Kelvin  $r_k$ . Model ini juga mengasumsikan tebal film teradsorpsi multilayer ada pada dinding pori ketika kondensasi atau evaporasi terjadi yang mana tebalnya sama dengan film teradsorpsi pada permukaan nonporous.

Perhitungan dilakukan dari tekanan relatif besar ke kecil. Langkah-langkah selanjutnya untuk menghitung distribusi pori setelah menghitung jari-jari pori dan tebal film teradsorpsi adalah:

- Mencari  $\Delta V_{gas}$  yang merupakan perubahan volume teradsorpsi pada tekanan relatif yang berurutan dengan persamaan:

$$\Delta V_{gas} = V_{gas(n+1)} - V_{gas(n)} \text{ (cm}^3\text{/g)}$$

- Mencari  $\Delta V_{liq}$ , volume liquid yang sesuai dengan  $\Delta V_{gas}$  dan dapat dihitung dengan:

$$\Delta V_{liq} = \frac{\Delta V_{gas}}{22,4 \times 10^3} \times 34,6 = \Delta V_{gas} \times \left( 1,54 \times 10^{-3} \right)$$

- Mencari *surface area* dinding pori ( $S$ ) dari volume pori  
Perhitungan dilakukan dengan mengasumsikan besarnya  $\Delta t \Sigma S$  untuk tekanan mendekati 1 atau tekanan relatif terbesar sama dengan 0 dengan asumsi pada tekanan relatif tersebut desorpsi belum terjadi sehingga volume pori dapat diketahui dengan menggunakan rumus :

$$V_p = \left( \frac{\bar{r}_p}{r_k} \right)^2 \times (\Delta V_{liq} - (\Delta t \Sigma S) \times 10^{-4})$$

Selanjutnya volume pori diketahui maka dilakukan perhitungan  $S$  menggunakan persamaan sebagai berikut :

$$S = \frac{2V_p}{r_p} \times 10^4 \text{ (m}^2\text{)}$$

Selanjutnya  $S$  yang didapat digunakan untuk menghitung  $\Sigma S$  dan  $\Delta t \Sigma S$  yang didapat digunakan untuk menghitung  $\Delta t \Sigma S$  dan seterusnya sampai tekanan relatif mendekati 0,3 dengan asumsi bahwa data yang diambil sudah merupakan data dimana adsorpsi monolayer sempurna atau adsorpsi multilayer terjadi. Distribusi ukuran pori didapatkan dengan cara memplotkan  $\frac{V_p}{\Delta r_p}$  terhadap  $\bar{r}_p$  ( $r_p$  rata-rata).

## II.5. Penelitian Terdahulu

No	Peneliti	Penelitian
1	Yokoi (2009)	Melakukan sintesis komposit silica-karbon dengan metode esterifikasi <i>furfuryl alcohol</i> (FA) dengan gugus silanol pada dinding pori silica <i>mesoporous</i> tipe SBA-15 melalui ikatan Si-O-C, diikuti dengan karbonisasi permukaan yang sudah dimodifikasi pada suhu yang dinaikkan. Adsorpsi-air menunjukkan bahwa komposit yang dibuat dengan metode esterifikasi lebih hidrofobik dibandingkan metode impregnasi. Adsorpsi-benzene menunjukkan bahwa jumlah adsorpsi komposit dari esterifikasi lebih besar yang menunjukkan bahwa karbon yang dicampurkan dengan metode esterifikasi terdistribusi lebih

		homogen pada dinding pori.
2	<b>Balgis (2009)</b>	Meneliti mengenai sintesis silica-carbon hybrid menggunakan waterglass sebagai bahan dasar (kandungan SiO <sub>2</sub> sebesar 26,84 %). Penelitian ini menggunakan metode sol – gel dengan template gelatin dan PEG untuk mensintesa partikel.. Hasil yang diperoleh melalui cara pertama berupa silika berpori dimana di bagian dalam partikelnya berwarna coklat sedangkan di permukaannya bening. Hal ini mengindikasikan masih ada gelatin yang tertinggal di dalam pori sehingga mengurangi kemampuan adsorpsi partikel. Sedangkan untuk cara kedua diperoleh silika berpori berwarna hitam. Hal ini mengindikasikan bahwa seluruh gelatin telah terkarbonisasi. Dari hasil penelitian terdahulu diketahui bahwa keberadaan karbon dapat meningkatkan kemampuan adsorpsi dari silika tersebut.
3	<b>Liu (2009)</b>	Meneliti tentang komposit silika-karbon dari sukrosa dilarutkan dalam MCM-48 dan disulfonasi. Didapatkan komposit dengan luas permukaan lebih dari 600 m <sup>2</sup> /g dan ukuran pori 1,5-2,2 nm. Aktivitas katalitik komposit dipelajari melalui esterifikasi asam asetat dan n-butyl alcohol. Ukuran pori dan aktivitas katalitik diatur dengan mengubah jumlah sukrosa dan komposit menghasilkan stabilitas hidrotermal dan sifat amphifilik. Saat kandungan sukrosa mendekati kapasitas disperse monolayer sukrosa pada MCM-48, komposit sulfonasi menghasilkan luas area 700-724 m <sup>2</sup> /g dan n-butyl asetat yield sebesar 90,4-98,7%.

<p style="text-align: center;">4</p>	<p style="text-align: center;"><b>Khoirul dan Afifudin (2010)</b></p>	<p>Meneliti tentang pengaruh konsentrasi NaOH terhadap recovery silika dan pengaruh kondisi pengasaman (rasio pengenceran, pH, rate titrasi HCl, dan waktu aging) terhadap karakteristik silika yang dihasilkan. Hasil yang dicapai penelitian ini menunjukkan bahwa <i>yield recovery</i> silika meningkat dengan naiknya konsentrasi NaOH. Pengenceran sodium silikat yang besar meningkatkan surface area silika yang dihasilkan. Pada variasi pH akhir, kenaikan pH menyebabkan surface area dan volum pori silika mengalami penurunan. Peningkatan rate titrasi HCl menyebabkan menurunnya surface area silika. Surface area meningkat dalam waktu aging 6-18 jam, dan menurun pada waktu <i>aging</i> di atas 18 jam. Diameter silika yang dihasilkan termasuk dalam kategori mesopori.</p>
<p style="text-align: center;">5</p>	<p style="text-align: center;"><b>Dewi dkk (2012)</b></p>	<p>Mensintesis silika xerogel dari <i>Geothermal Sludge</i> dengan metode ekstraksi basa menghasilkan ukuran silika gel jenis mesopori. Karakter fisik dari produk silika yang dihasilkan berbentuk serbuk halus dan berwarna putih transparan. Diameter pori silika produk yang dihasilkan termasuk kategori mesopori. Hasil yang dicapai dalam penelitian ini menunjukkan bahwa <i>yield</i> silika meningkat dengan naiknya konsentrasi NaOH. Pengenceran sodium silikat yang besar meningkatkan luas permukaan silika produk. Peningkatan rate titrasi HCl menyebabkan menurunnya luas area silika produk. Semakin lama aging tahap1 maka semakin tinggi luas permukaan silika produk, namun grafik yang dihasilkan cenderung landai.</p>

6	<b>Kusnanto, dkk (2013)</b>	<p>Melakukan sintesis silika karbon dari <i>geothermal sludge</i> dan mengevaluasi karakteristik silika karbon yaitu luas permukaan, volume pori, dan diameter pori. Dalam penelitian digunakan <i>geothermal sludge</i> sebagai sumber silika dan asam tartrat sebagai sumber karbon. Hasil karakterisasi dalam penelitian ini menunjukkan bahwa <i>surface area</i>, diameter pori paling besar (<math>A=263,533 \text{ m}^2/\text{gram}</math>, <math>D=6,314 \text{ nm}</math>) dan distribusi pori paling merata pada penambahan asam tartrat dengan konsentrasi 0,1 M. Sedangkan volume pori cenderung tidak dipengaruhi oleh penambahan asam tartrat (cenderung konstan).</p>
---	-------------------------------------	--



## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **III.1 Lingkup Penelitian**

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari sintesa komposit silika-karbon. Silika dibuat dari natrium silikat dengan proses sol-gel. Hal ini dilakukan dengan penambahan asam hingga terbentuk sol dan dilanjutkan dengan aging untuk membentuk gel. Setelah dikeringkan, silika gel diimpregnasi dengan sukrosa sebagai sumber karbon dan dikalsinasi. Selain itu, dilakukan pula sintesa komposit silika karbon dengan PEG sebagai sumber karbonnya sebagai pembanding. Beberapa faktor yang berpengaruh dalam proses tersebut antara lain konsentrasi natrium silikat, pH larutan, proses penambahan HCl, lama *aging*, dan konsentrasi sukrosa.

#### **III.2 Bahan Penelitian**

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian sintesa komposit silika karbon dengan metode sol-gel antara lain:

1. Natrium Silikat 28%  
Fungsi: sebagai sumber silika  
Sumber: Merck
2. Asam Klorida (HCl), fuming 37 %  
Fungsi: untuk mengontrol pH pembentukan gel pada sumber karbon sukrosa.  
Sumber: Merck
3. Sukrosa Mikrobiologi  
Fungsi: sebagai sumber karbon  
Sumber: Merck
4. PEG (Polyethylene glycol) 1000  
Fungsi: sebagai sumber karbon  
Sumber: Merck
5. Natrium Hidroksida (NaOH) p.a  
Fungsi: sebagai pengatur pH pembentukan gel pada sumber karbon PEG.

Sumber: Merck

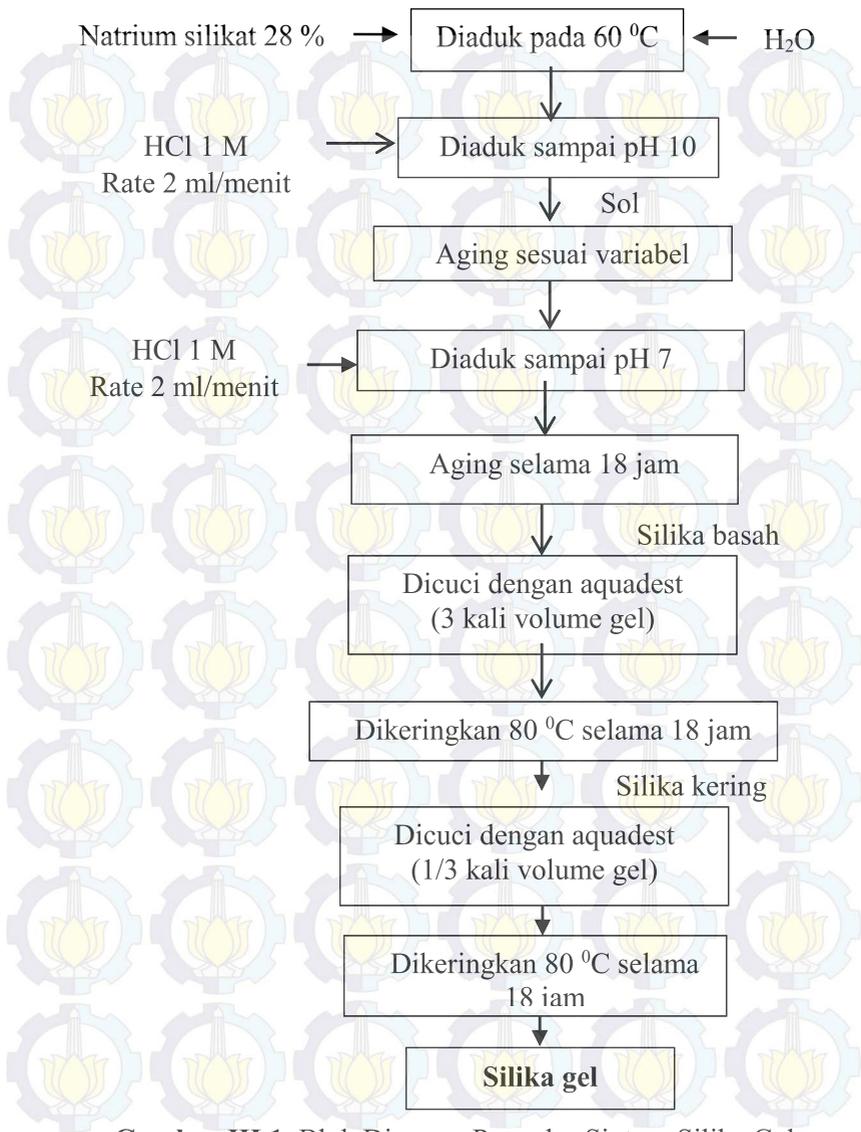
## 6. Aquadest

### III.3 Eksperimen

#### III.3.1 Sintesa silika karbon dengan sukrosa

Diagram percobaan untuk mensintesa silika gel ditunjukkan pada gambar III.1. natrium silikat 28 % diencerkan dengan air pada perbandingan natrium silikat : air = 1 : 10. Pengenceran dilakukan dengan meneteskan sedikit demi sedikit natrium silikat ke dalam air yang sudah dipanaskan pada suhu 60°C disertai dengan pengadukan menggunakan *hot plate stirrer* hingga terbentuk larutan yang homogen. Setelah larutan homogen, larutan didiamkan hingga suhunya sama dengan suhu ruangan. Selanjutnya, dilakukan pembentukan gel dengan dua tahap *aging*.

Pada tahap pertama, larutan sol-gel dititrasi dengan HCl 1 M dengan rate 2 ml/menit menggunakan *syringe pump* hingga pH mencapai 10 kemudian di-*aging* dengan variasi lama waktu aging tahap I selama 1, 2, 3 jam dan tanpa aging. Selanjutnya, larutan dititrasi dengan HCl 1 M kembali, hingga pH larutan mencapai 7 lalu di-*aging* kembali selama ±18 jam dalam suhu ruangan. Gel yang sudah terbentuk dicuci dengan aquadest dengan volume aquadest sebanyak tiga kali volume gel, disaring kemudian dikeringkan menggunakan oven pada suhu 80 °C selama ± 18 jam. Setelah kering, silika dicuci kembali dengan aquadest sebanyak sepertiga volume gel, disaring kemudian dikeringkan kembali menggunakan oven pada suhu 80 °C selama ± 18 jam. Tujuan dilakukan pencucian ini untuk menghilangkan pengotor berupa garam NaCl. Silika gel yang terbentuk di uji karakternya dengan uji BET untuk mengetahui *surface area*-nya, distribusi ukuran pori, serta volume pori sebelum dilakukan tahap karbonisasi.

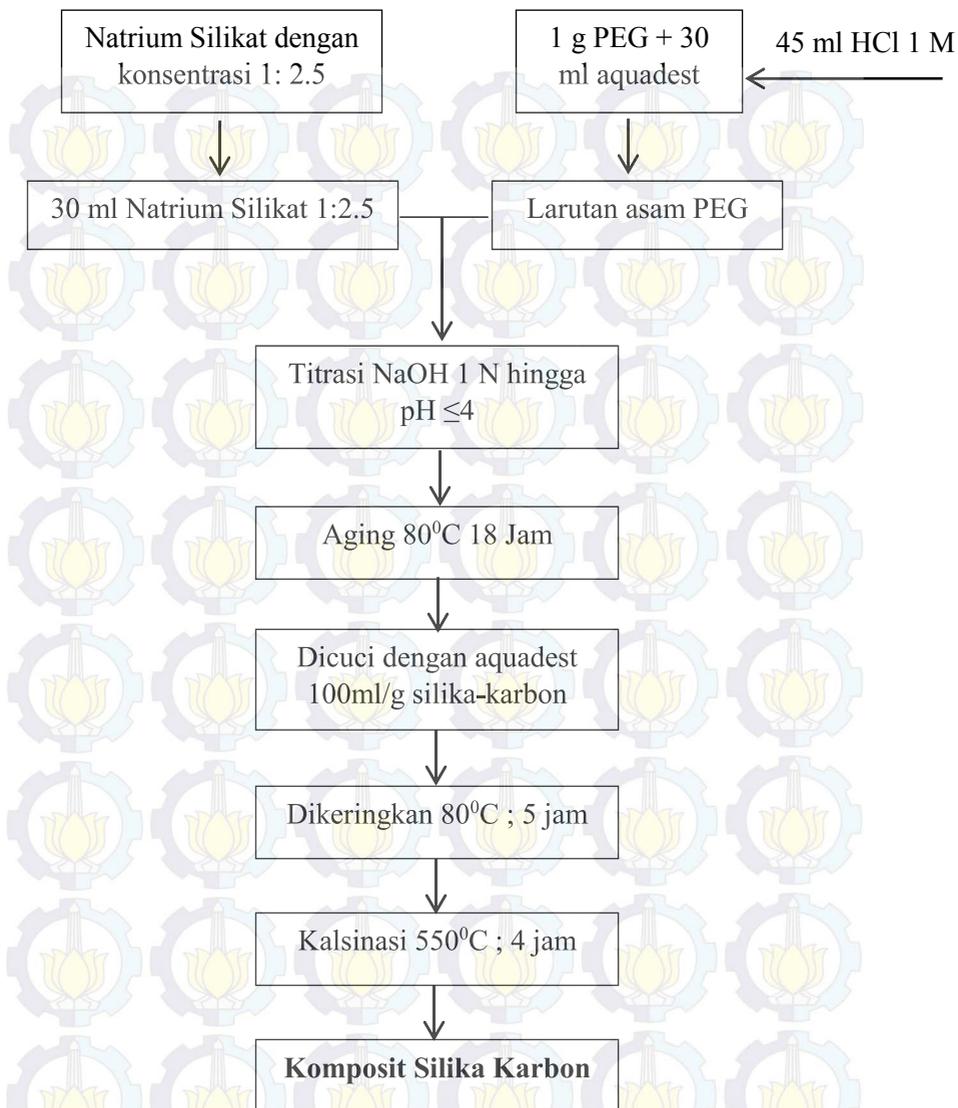


**Gambar III.1.** Blok Diagram Prosedur Sintesa Silika Gel

Proses karbonisasi silika gel dengan *precursor* larutan sukrosa dilakukan dalam dua tahapan yaitu impregnasi silika gel dengan sukrosa dan kalsinasi. Silika gel ditetesi larutan sukrosa dengan variabel 0,2, 0,4, 0,6, 0,8, 1 dan 1,2 gram sukrosa yang dilarutkan dalam H<sub>2</sub>O hingga jenuh di dalam tabung reaksi kemudian di-*shaker* selama 1 jam untuk impregnasi sukrosa kedalam silika, lalu didiamkan selama 1 jam. Selanjutnya, silika-sukrosa dikeringkan menggunakan oven pada suhu 80 °C selama ± 3 jam. Setelah 3 jam, silika-sukrosa dicuci dengan aquadest dengan perbandingan 100 ml/gr silika-sukrosa dan dioven lagi pada suhu 80 °C selama ± 12 jam.

### III.3.2 Sintesa silika karbon dengan PEG

Diagram percobaan untuk mensintesis silika karbon dengan PEG ditunjukkan pada gambar III.2. Natrium silikat diencerkan dengan ratio aquadest : natrium silikat = 2,5 : 1. 30 ml natrium silikat tersebut kemudian dicampur dengan larutan PEG, yaitu 1 g PEG yang dilarutkan dalam 30 ml aquadest dan 45 ml HCl 1 M pada suhu kamar. Larutan yang berwarna putih pekat ini kemudian ditetesi NaOH 1 N dengan *rate* konstan (2mL/min) menggunakan *syringe pump* hingga tercapai pH ≤ 4 dan terbentuk gel. Gel yang terbentuk kemudian di *aging* selama 1 jam pada suhu kamar dan dikeringkan selama 18 jam pada suhu 80°C dalam oven. Sebelum dikarbonisasi, gel dicuci dengan aquadest sebanyak 100ml/g silika-karbon yang dihasilkan kemudian dikeringkan kembali pada suhu 80°C selama 5 jam. Karbonisasi dilakukan pada suhu 550°C selama 4 jam.



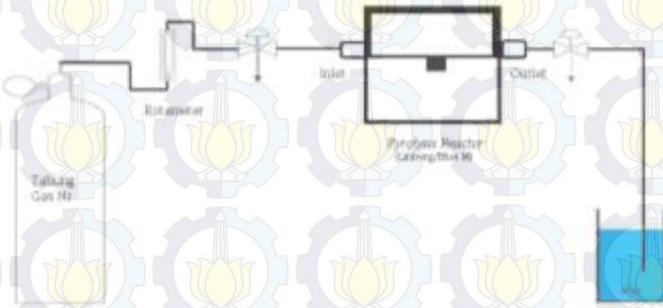
**Gambar.III.2** Blok Diagram Prosedur Sintesa Silika Karbon dengan PEG

### III.3.3. Karbonisasi Silika Gel

Karbonisasi dilakukan dalam *tubular furnace* menggunakan *pyrolysis reactor* (*Thermo Scientific Lindberg/Blue M Tube Furnace*) yang terdiri dari silinder berdiameter dalam 2.54 cm dengan panjang reaktor  $\pm 30.5$  cm yang diselubungi batu tahan api. Skema rangkaian alat dapat dilihat pada gambar III.3.

Pada bagian *inlet* terhubung dengan tabung gas nitrogen ( $N_2$ ) beserta rotameter untuk mengatur laju gas yang keluar dari tabung, sedangkan pada bagian *outlet* terhubung dengan bejana berisi air yang berfungsi sebagai media absorpsi gas keluar dari *tube furnace* dan terdapat *discharge valve* yang berfungsi untuk mengatur laju aliran gas keluar. Sampel yang akan dikalsinasi diletakkan pada *combustion boat*. *Combustion boat* tersebut diletakkan pada bagian tengah *tubular furnace*.

Sebelum proses kalsinasi, dilakukan proses *purging* dengan mengalirkan gas  $N_2$  pada laju 150 ml/menit selama 15 menit. *Purging* ini bertujuan untuk menghilangkan gas  $O_2$  yang ada. Untuk komposit dengan sukrosa, kalsinasi dilakukan pada suhu  $400^{\circ}C$  yang divariasikan selama 5 dan 8 jam hingga silika-karbon berubah menjadi komposit yang berwarna coklat kehitaman. Sedangkan untuk silika karbon dengan sumber PEG dilakukan pada suhu  $550^{\circ}C$  selama 4 jam. Setelah proses kalsinasi, komposit silika karbon didinginkan hingga mencapai suhu ruangan kemudian dilakukan uji karakterisasi.



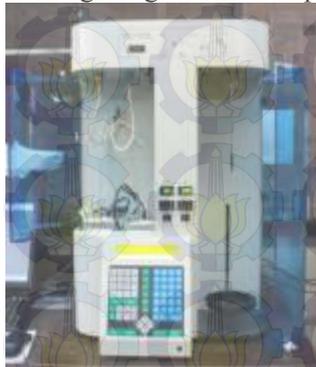
**Gambar III.3** Skema Rangkaian Alat *Pyrolysis Reactor* (*Lindberg/Blue M Tube Furnace*)

### III.4 Karakterisasi Produk

Karakterisasi produk dilakukan dengan mengamati *properties* komposit silika karbon yang terbentuk antara lain :

#### III.4.1 Karakterisasi dengan adsorpsi nitrogen (*Surface Area and Pore Size Analyzer Quantachrome type NOVA 1200e*).

Porositas material silika maupun komposit silika karbon meliputi luas area spesifik (*surface area*), volume pori, dan diameter pori dapat dianalisa dengan isothermis adsorpsi-desorpsi nitrogen pada titik didih nitrogen (77 K) dengan menggunakan alat BET (*Surface Area and Pore Size Analyzer Quantachrome type NOVA 1200e*). Sebelum pengukuran, sampel di-*degasse* dalam nitrogen mengalir pada 300°C selama 3 jam untuk silika gel dan 200°C selama 3.5 jam untuk komposit silika karbon. Distribusi ukuran pori material dihitung ketika desorpsi menggunakan metode Barret-Joyner-Halenda (BJH). Metode BJH merupakan metode yang paling banyak digunakan untuk menghitung distribusi ukuran pori pada rentang mesopori. Luas area spesifik dihitung dengan menggunakan metode multi-point Brauner-Emmett-Teller (BET) pada  $P/P_0 < 0.3$  dan total volume pori dihitung dengan kesatuan pendekatan  $P/P_0$ .



**Gambar III.4** Alat uji adsorpsi-desorpsi nitrogen dengan metode BET (*Quantachrome NOVA 1200e Surface Area and Pore Size Analyzer*)

### III.4.2 Karakterisasi morfologi dan komposisi produk dengan SEM & EDAX (SEM Phenom & PANalytical type minipal 4)

Untuk pengujian morfologi komposit silika karbon yang dihasilkan dilakukan dengan menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscope*) dan komposisi unsur komposit dengan menggunakan EDAX (*Energy Dispersive X-Ray Analysis*).

Alat ini bekerja dengan memfokuskan sinar elektron berenergi tinggi untuk menghasilkan difraksi sinar pada permukaan sampel. Difraksi ini menghasilkan sinyal yang berasal dari interaksi elektron dengan sampel sehingga dapat terlihat morfologi eksternalnya (tekstur), komposisi kimia, struktur kristal serta orientasi bahan penyusunnya. Sebelum dianalisa, pertama, sampel diletakkan pada pin SEM yang telah ditemplei tape. Tape yang digunakan dapat berupa *copper tape* ataupun *carbón tape*. *Carbón tape* digunakan untuk analisa SEM dan *copper tape* digunakan untuk analisa EDAX. Dilakukan *coating* dengan PdAu (Paladium Emas) untuk analisa EDAX dan *Carbon* untuk analisa SEM.

### III.4.3 Karakterisasi Gugus Fungsi dengan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR, *Thermo Scientific Nicolet is10*)

Spektrofotometri FTIR (*Transformasi Fourier Infra Red*) digunakan untuk mengetahui gugus fungsi yang terkandung dalam komposit silika gel yang dihasilkan. Pada dasarnya spektrofotometer FTIR sama dengan spektrofotometer IR disperse, bedanya adalah pengembangan pada system optiknya sebelum berkas sinar infra merah melewati sample. Hal ini didasarkan pada atom-atom dalam suatu molekul tidak diam melainkan bervibrasi. Bila radiasi infra merah yang kisaran energinya sesuai dengan frekuensi vibrasi rentangan (*stretching*) dan vibrasi bengkokan (*bending*) dari ikatan kovalen dalam kebanyakan molekul dilewatkan dalam suatu cuplikan, maka molekul-molekul akan menyerap energi tersebut dan terjadi transisi diantara tingkat energi vibrasi dasar dan tingkat vibrasi tereksitasi. Namun tidak semua ikatan dalam molekul dapat menyerap energi infra merah meskipun mempunyai frekuensi radiasi sesuai dengan gerakan ikatan. Hanya ikatan yang mempunyai momen dipol dapat menyerap radiasi infra merah.



## **BAB IV**

### **HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN**

Pada penelitian ini dipelajari pengaruh waktu aging tahap satu pada pembentukan silika gel serta pengaruh sukrosa sebagai sumber karbon pada pembuatan komposit silika karbon. Tahapan pertama adalah pembentukan silika gel dengan menggunakan metode sol-gel. Kemudian, silika gel dikarbonisasi untuk membentuk produk komposit silika-karbon. Komposit silika-karbon kemudian dikarakterisasi untuk mengetahui porositas material meliputi luas permukaan, volume pori, dan diameter pori dengan adsorpsi/desorpsi nitrogen, morfologi produk dengan SEM, komposisi dengan EDAX, dan gugus fungsi dengan FTIR.

#### **IV.1 Karakteristik Silika Gel**

Penambahan HCl hingga pH 7 mengakibatkan pembentukan gel pada sol natrium silikat, dapat dilihat dari perubahan larutan menjadi padat dan berwarna lebih keruh. Hal ini menunjukkan terjadinya penggabungan antara molekul silika sehingga terbentuk gel. Gel ini di-aging dan dikeringkan hingga didapatkan silika gel.

Proses aging bertujuan untuk memperkuat ikatan jaringan yang baru terbentuk. Sol silika mulai terbentuk saat pH mencapai 10. Sol ini akan mengalami penggabungan dengan partikel lainnya membentuk agregat. Kekuatan ikatan hasil agregasi tersebut dipengaruhi oleh tahap penguatan selama proses agregasi. Oleh karena itu dilakukan dua tahap *aging* agar partikel-partikel yang saling menempel dan membentuk ikatan mengalami penguatan pada rantai strukturnya sebelum proses pengasaman dilanjutkan kembali pada pH=7.

Gambar IV.9 menunjukkan penampakan fisik silika gel. Warna silika gel yang disertai pencucian lebih bening dibandingkan silika gel tanpa pencucian. Partikel silika gel tanpa pencucian berukuran kecil dan cenderung berupa serbuk halus. Sedangkan, partikel silika dengan pencucian berbentuk

bongkahan yang lebih besar. Partikel silika tanpa pencucian lebih keras dibandingkan silika dengan pencucian. Hasil citra SEM silika gel pada gambar IV.10 menunjukkan menunjukkan silika gel tanpa pencucian berbentuk kristal yang berpori dengan banyak partikel yang lebih kecil menempel di permukaan. Setelah dilakukan pencucian, terlihat permukaan silika gel lebih seragam dan tidak terdapat titik-titik kecil di permukaan silika gel yang terbentuk.

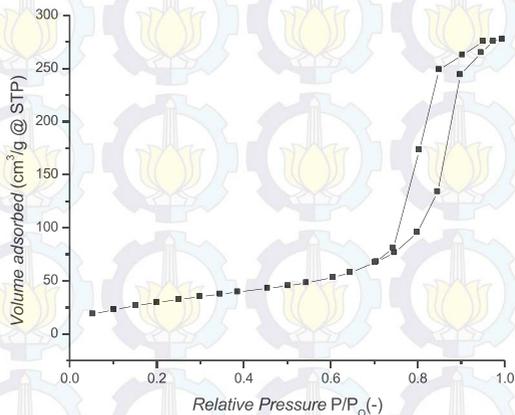
Pada gambar IV.11(a) terlihat silika gel tanpa pencucian mengandung beberapa impurities antara lain C, Al, dan Cl. Sedangkan, pada gambar IV.11(b) silika gel dengan pencucian sudah tidak terdapat unsur C, Al, dan Cl yang merupakan impurities, namun muncul unsur Na walaupun pada persentase yang sangat kecil. Impurities pada silika ini merupakan NaCl yang terperangkap pada pori silika saat kondensasi pada pembentukan gel. NaCl merupakan hasil samping dari reaksi pembentukan gel pada silika.



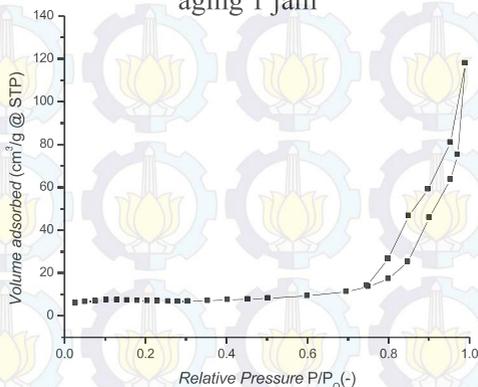
NaCl dapat menutupi pori-pori silika sehingga silika yang terbentuk mempunyai diameter pori yang besar, namun volume pori yang kecil.

Isothermis adsorpsi/desorpsi nitrogen silika gel disajikan dalam gambar IV.1-IV.4 berikut. Pada gambar IV.1 untuk silika dengan aging tahap I;1 jam terlihat bahwa volume gas nitrogen teradsorpsi meningkat dengan lambat pada awal adsorpsi yang menunjukkan interaksi antara molekul adsorbat dan adsorben sangat lemah hingga mencapai titik belok pada rentang  $P/P_0$  0.6-0.75. Pada titik belok volume adsorbat cukup rendah dan terjadi *hysteresis*. *Hysteresis* menunjukkan bahwa jumlah gas yang diadsorpsi berbeda dengan jumlah gas yang didesorpsi. Pada grafik ini, volume teradsorpsi pada saat desorpsi menurun drastis pada perubahan tekanan relatif yang kecil. Gambar IV.2-IV.4 untuk silika dengan aging tahap I;2 jam, 3 jam, dan tanpa aging juga menunjukkan kecenderungan yang serupa, namun penurunan

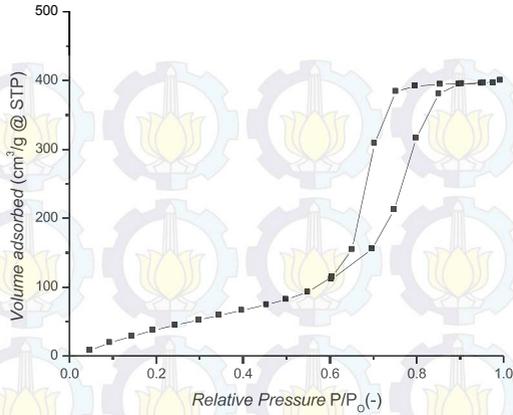
volume teradsorpsi pada saat desorpsi tidak terlalu tajam sehingga kurva yang dihasilkan lebih landai.



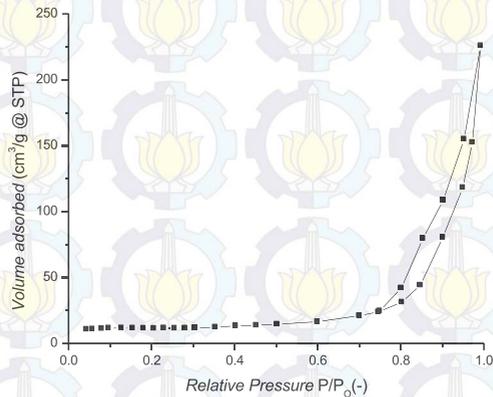
**Gambar IV.1** Isothermis adsorpsi/desorpsi silika 1:10 ;  
aging 1 jam



**Gambar IV.2** Isothermis adsorpsi/desorpsi silika 1:10 ;  
aging 2 jam



**Gambar IV.3** Isothermis adsorbsi/desorbsi silika 1:10 ; aging 3 jam



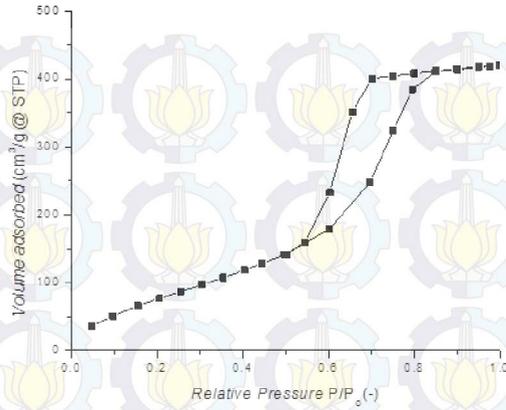
**Gambar IV.4** Isothermis adsorbsi/desorbsi silika 1:10 ; tanpa aging tahap I

Volume pori dapat diukur dari volume nitrogen pada saat  $P/P_0$  mendekati satu, karena pada saat itu seluruh pori telah terisi gas  $N_2$ , sedangkan diameter pori dihitung dengan metode BJH. Pada saat  $P/P_0$  mendekati satu, volume teradsorpsi pada silika gel

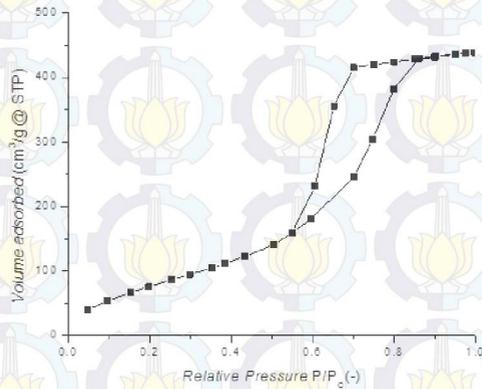
tanpa pencucian terdapat pada rentang 120-400 cm<sup>3</sup>/g dengan volume terbesar dicapai pada aging 2 jam.

Setelah ditambahkan tahap pencucian, silika yang dihasilkan dikarakterisasi lagi dengan adsorpsi/desorpsi nitrogen. Kurva isothermis adsorpsi/desorpsi yang disajikan pada gambar IV.5– IV.8 lebih seragam dan sesuai dengan karakteristik IUPAC tipe IV yang merupakan karakter material mesopori. Pada keempat grafik tersebut terlihat adsorpsi terjadi lebih cepat dibandingkan gambar IV.1-IV.4 sehingga interaksi antara molekul adsorbat dengan adsorben lebih kuat dibandingkan silika gel tanpa pencucian. Volume teradsorpsi juga lebih besar dibandingkan dengan silika gel tanpa pencucian hingga mencapai titik belok yang mengakibatkan kurva berbentuk lebih landai. Titik belok juga terjadi pada tekanan relatif yang lebih kecil, tetapi pada volume teradsorpsi lebih besar.

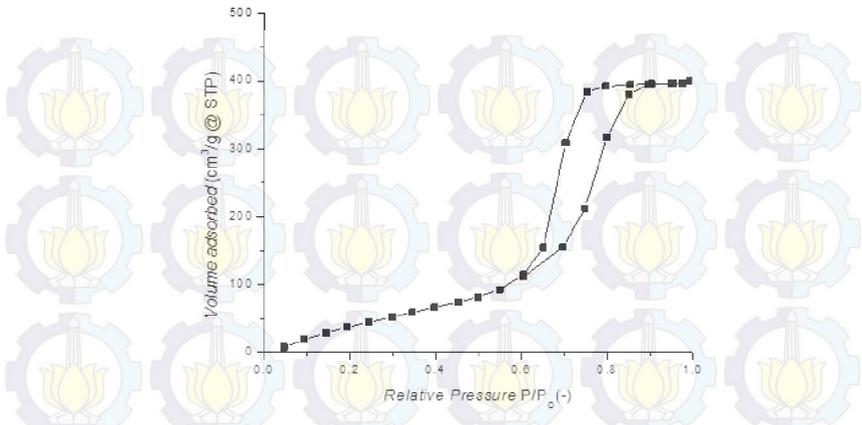
Pada grafik IV.5-IV.8 juga terjadi hysteresis. Namun, hysteresis tidak terlalu tajam sehingga menghasilkan kurva yang lebih landai dibandingkan pada silika gel tanpa pencucian. Terdapat beberapa kemungkinan yang menjadi penyebab terjadinya fenomena hysteresis, salah satunya adalah perbedaan sudut kontak molekul gas pada pori saat adsorpsi dengan saat desorpsi. Hysteresis pada kurva untuk silika gel setelah pencucian ini juga terdapat pada rentang tekanan relatif yang lebih rendah daripada silika gel tanpa pencucian yaitu pada  $P/P_0$  0.5-0.6. Pada saat  $P/P_0$  mendekati satu, volume teradsorpsi juga lebih besar dibandingkan isothermis untuk silika gel tanpa pencucian yaitu pada rentang 400-450 cm<sup>3</sup>/g.



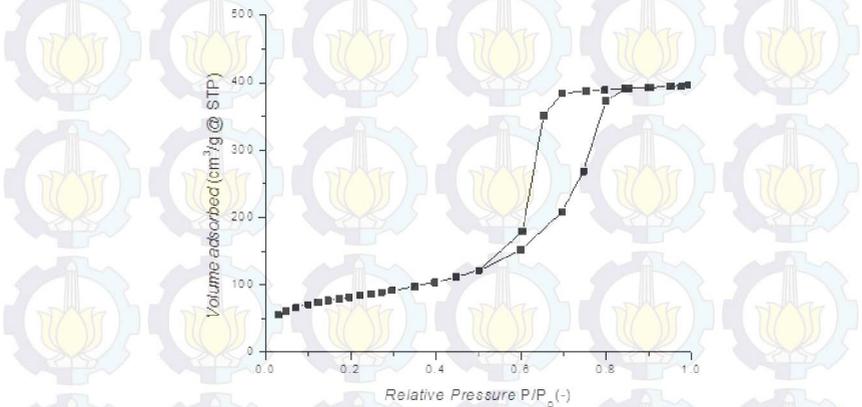
**Gambar IV.5** Isothermis adsorpsi/desorpsi silika 1:10 ; aging 1 jam



**Gambar IV.6** Isothermis adsorpsi/desorpsi silika 1:10 ; aging 2 jam



**Gambar IV.7** Isothermis adsorpsi/desorpsi silika 1:10 ; aging 3 jam



**Gambar IV.8** Isothermis adsorpsi/desorpsi silika 1:10 ; tanpa aging tahap I

**Tabel IV.1 Karakteristik Silika Gel**

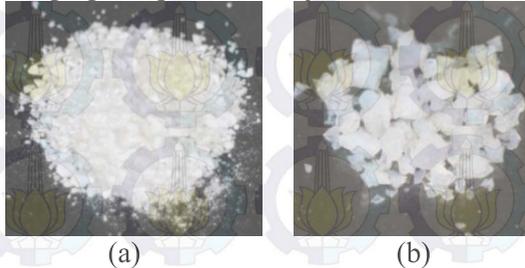
	Variabel	Karakteristik		
		Surface Area ( $m^2/g$ )	Pore diameter	Total pore volum(cc/)
Tanpa Pencucian	Tanpa aging	33.479	12.489	0.3495
	Aging 1 jam	124.139	9.571	0.4289
	Aging 2 jam	330.046	12.32	0.1825
	Aging 3 jam	57.096	12.639	0.2832
Dengan Pencucian	Tanpa aging	281.494	5.672	0.6143
	Aging 1 jam	329.246	5.685	0.6492
	Aging 2 jam	341.406	5.676	0.6789
	Aging 3 jam	212.645	6.600	0.6190

Perbandingan karakteristik silika gel yang dihasilkan tanpa dan dengan pencucian disajikan pada tabel IV.1. Data pada tabel menunjukkan bahwa pencucian dalam pembuatan silika gel berpengaruh pada karakteristik silika gel. *Surface area* silika gel cenderung meningkat seiring dengan bertambahnya waktu aging. *Surface area* terbesar dicapai pada aging selama 2 jam dan kemudian turun kembali ketika aging 3 jam. Di sisi lain, diameter dan volume pori cenderung konstan pada berbagai waktu aging. Namun, pada aging 3 jam terlihat bahwa diameter pori paling besar yang menunjukkan bahwa pori yang dihasilkan lebar namun lebih dangkal dibandingkan variabel aging yang lain.

Silika gel dengan pencucian menunjukkan kecenderungan yang sama, namun dengan pola yang lebih teratur dibandingkan tanpa pencucian. Dengan pencucian, pada umumnya *surface area* dan volume pori lebih besar, sedangkan diameter pori lebih kecil. Berdasarkan hal tersebut, diduga pori silika dengan pencucian

lebih dalam karena adanya proses pencucian menghilangkan impurities yang semula menutupi pori silika gel.

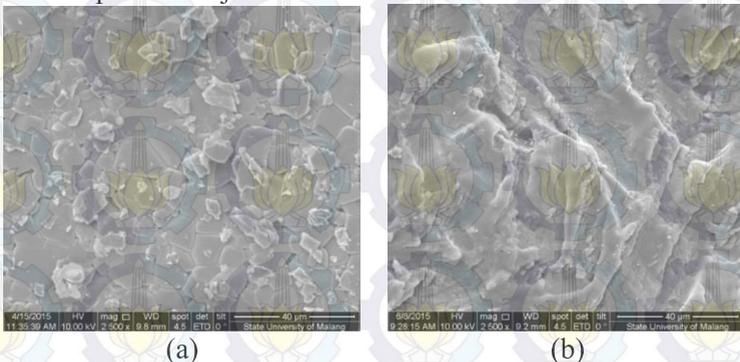
Berdasarkan hasil tersebut, dapat disimpulkan bahwa semakin lama *aging*, luas permukaan, diameter, dan volume pori semakin meningkat. Luas permukaan terbesar 341.406 m<sup>2</sup>/g dicapai pada *aging* tahap I selama 2 jam.



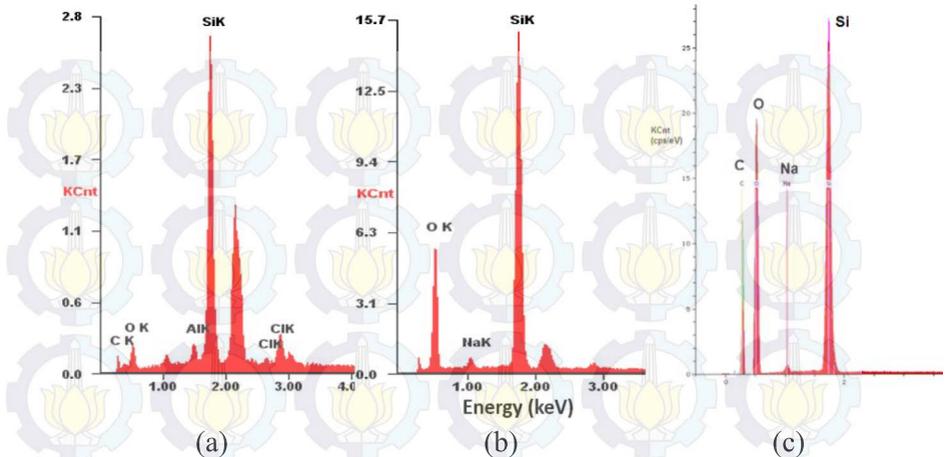
**Gambar IV.9.** Silika gel (a) tanpa pencucian (b) dengan pencucian

## IV.2 Karakteristik Silika Karbon dengan Sukrosa

Pada silika gel tanpa impurities dengan *aging* 2 jam tahap I, dilakukan impregnasi sukrosa dengan berbagai konsentrasi 0.2-1.2 gr/gr silika. Setelah dipanaskan, dicuci, dan dikalsinasi, terbentuk komposit silika karbon. Silika karbon yang terbentuk berwarna coklat yang menunjukkan bahwa sukrosa sudah terdekomposisi menjadi karbon.



**Gambar IV.10.** Hasil analisa SEM silika gel dengan perbesaran 2500x (a) tanpa pencucian (b) dengan pencucian



**Gambar IV.11.** Hasil analisa EDAX silika gel (a) tanpa pencucian (b) dengan pencucian (c) komposit silika karbon

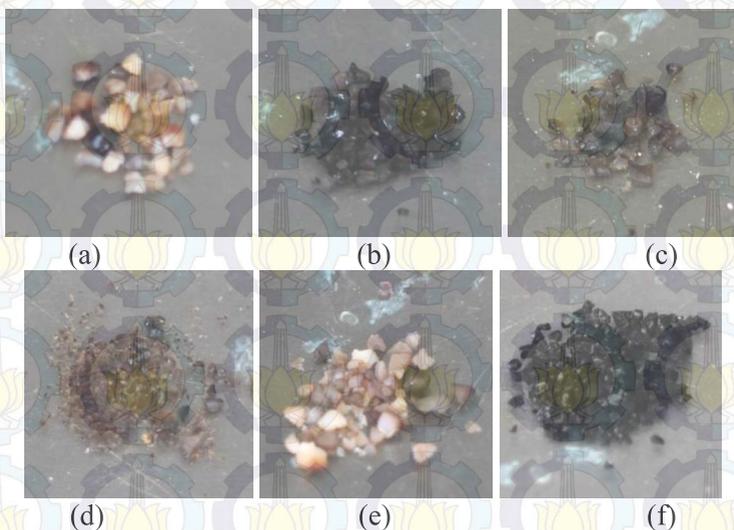
Gambar IV.12 menunjukkan hasil komposit silika karbon dengan berbagai konsentrasi sukrosa. Pada gambar terlihat perbedaan ketajaman warna coklat pada komposit silika karbon yang terbentuk. Namun demikian, kecenderungan perubahan warna tidak teratur. Pada konsentrasi sukrosa 0.2 dan 1 gr/gr silika komposit berwarna coklat terang. Komposit dengan konsentrasi sukrosa 0.6 dan 0.8 gr/gr silika berwarna coklat gelap. Sedangkan, komposit dengan konsentrasi sukrosa 0.4 dan 1.2 gr/gr silika berwarna coklat kehitaman.

Dalam penelitian ini juga dilakukan kalsinasi selama 8 jam dan hasil kalsinasi ditunjukkan pada gambar IV.13. Setelah kalsinasi selama 8 jam, 400 °C, kecenderungan warna coklat pada komposit lebih teratur. Semakin besar konsentrasi sukrosa, warna komposit semakin coklat gelap. Hal ini disebabkan oleh semakin banyak sukrosa yang terurai menjadi karbon. Pada komposit dengan konsentrasi sukrosa 0.2 gr/gr silika, komposit berwarna putih terang yang disebabkan oleh jumlah karbon yang sedikit sehingga karbon terdapat dalam komposit sebagai lapisan tipis. Pada konsentrasi 0.4 gr/gr silika, komposit mulai berwarna coklat terang dikarenakan jumlah karbon yang terdapat di permukaan

sudah lebih banyak. Demikian pula pada konsentrasi sukrosa 0.6 dan 0.8 gr/gr silika, warna coklat lebih gelap dan menjadi coklat kehitaman pada konsentrasi sukrosa 1 dan 1.2 gr/gr silika karena konsentrasi sukrosa yang lebih besar sehingga lebih banyak karbon yang menempel.

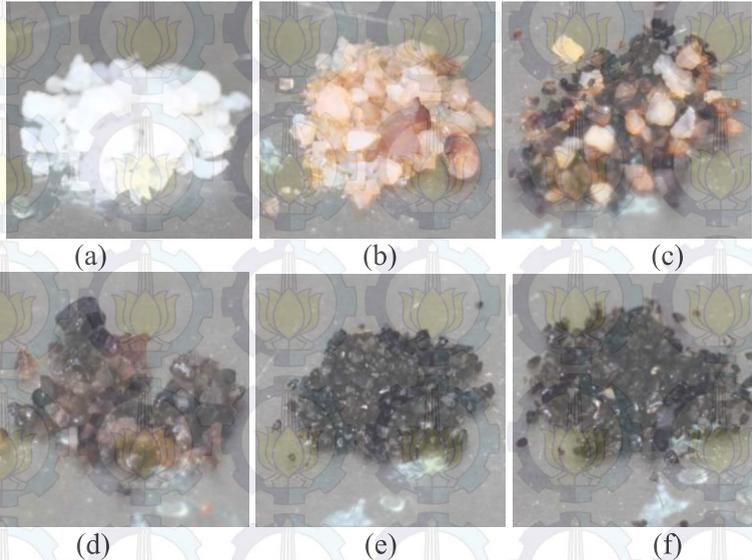
**Tabel IV.2.** Komposisi silika gel dengan, tanpa pencucian dan komposit silika karbon

Element	Tanpa pencucian		Dengan pencucian		Komposit	
	Wt%	At%	Wt%	At%	Wt%	At%
C	25.86	40.76			11.55	16.54
O	18.48	21.87	30.92	43.85	60.57	65.97
Na			01.92	01.90	1.14	0.87
Al	02.77	01.95				
Si	51.39	34.63	67.16	54.26	26.73	16.62
Cl	01.50	00.80				



**Gambar IV.12.** Bentuk fisik komposit silika karbon dengan kalsinasi selama 5 jam, 400 °C pada berbagai konsentrasi sukrosa

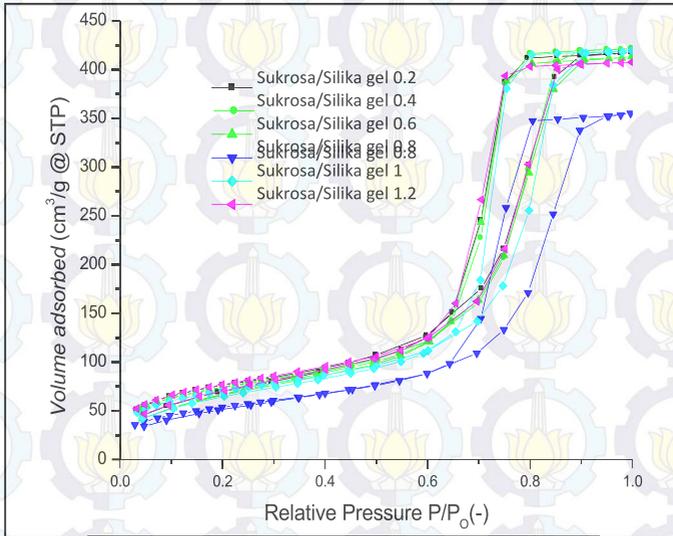
(a) 0.2 gr/gr silika, (b) 0.4 gr/gr silika, (c) 0.6 gr/gr silika, (d) 0.8 gr/gr silika, (e) 1 gr/gr silika, (f) 1.2 gr/gr silika



**Gambar IV.13.** Bentuk fisik komposit silika karbon dengan kalsinasi selama 8 jam, 400 °C pada berbagai konsentrasi sukrosa (a) 0.2 gr/gr silika, (b) 0.4 gr/gr silika, (c) 0.6 gr/gr silika, (d) 0.8 gr/gr silika, (e) 1 gr/gr silika, (f) 1.2 gr/gr silika

Spektra EDAX untuk analisa komposit silika ditunjukkan pada gambar IV.11. Pada komposit silika karbon dengan konsentrasi sukrosa 1 gr/gr silika terdapat puncak unsur C yang cukup tinggi. Dari tabel IV.2 dapat diketahui bahwa karbon terdapat dalam persentase atom yang cukup besar, 16.54%, yang sebelumnya tidak terdapat pada silika gel. Hal ini menunjukkan bahwa sukrosa sudah terdekomposisi menjadi karbon sehingga sudah terbentuk komposit silika karbon. Namun demikian, juga terlihat puncak atom O yang sangat tinggi sesuai data pada tabel IV.2 sebesar 65.97% dan Si yang cukup tinggi dengan persentase 16.62%, sedangkan Na pada jumlah yang sangat kecil dengan persentase 0.87%.

Spectra FTIR komposit silika karbon pada gambar IV.19 menunjukkan beberapa *peak* antara lain pada panjang gelombang  $793\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya ikatan C – O, pada panjang gelombang  $1061\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan ikatan Si – O – Si, dan pada panjang gelombang  $2360\text{ nm}$  yang menunjukkan ikatan O = C = O. Adanya ikatan C – O menunjukkan bahwa sukrosa belum terdekomposisi secara sempurna sehingga atom C masih berikatan dengan O. Ketidaktersempurnaan dekomposisi ini juga terlihat pada morfologi komposit silika karbon berwarna coklat gelap yang menunjukkan bahwa terjadi karamelisasi pada sukrosa.



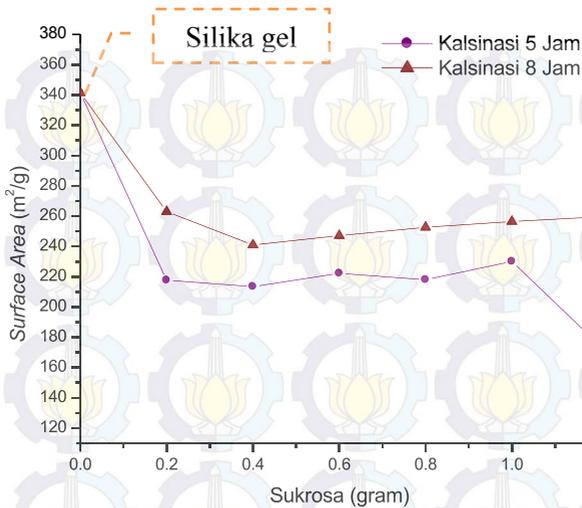
**Gambar IV.14** Isothermis adsorpsi/desorpsi komposit silika karbon dengan kalsinasi 8 jam;  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$

Karamelisasi merupakan proses kondensasi ketika air tereliminasi dari sukrosa dan karbon mengalami polimerisasi dan isomerisasi sehingga menghasilkan warna gelap yang pekat seperti terlihat pada penampakan komposit secara fisik. Sedangkan adanya ikatan Si – O – Si merupakan ikatan pada silika gel sebagai prekursor komposit silika karbon. Silika gel ini

terdapat sebagai  $\text{SiO}_2$ . Adanya ikatan  $\text{O} = \text{C} = \text{O}$  menunjukkan bahwa terbentuk senyawa  $\text{CO}_2$  pada proses dekomposisi sukrosa. Pada proses ini, panas yang diberikan memecah ikatan  $\text{C} - \text{C}$ ,  $\text{C} - \text{H}$ , dan  $\text{C} - \text{O}$  pada sukrosa. Dari hasil pemecahan ikatan ini, dihasilkan senyawa  $\text{R} - \text{C} - \text{O}$  yang mudah membentuk  $\text{CO}_2$ .

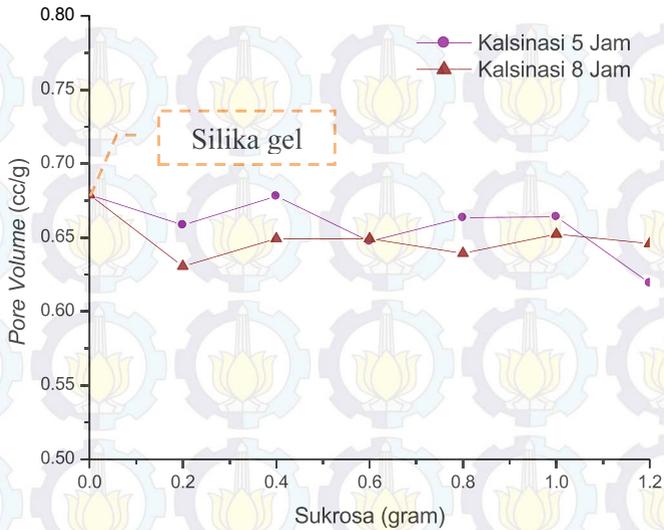
Gambar IV.14 menunjukkan isothermis adsorpsi/desorpsi nitrogen komposit silika karbon. Berdasarkan gambar tersebut dapat diketahui bahwa karakter pori pada komposit silika karbon sama dengan silika gel dengan karakteristik IUPAC tipe IV yang merupakan tipe mesopori. Namun demikian, kenaikan volume adsorbat teradsorpsi oleh adsorben pada awal adsorpsi sangat lambat dibandingkan silika gel pada gambar IV.6 sebagai prekursor yang menunjukkan interaksi antara molekul adsorbat dan adsorben pada komposit lebih lemah sehingga komposit bersifat lebih liofob karena deposisi karbon pada permukaan pori silika.

Titik belok kurva saat adsorpsi terjadi pada tekanan relatif yang lebih tinggi yaitu  $>0.6$ , lebih besar dibandingkan silika gel pada  $0.5-0.6$  dengan volume teradsorpsi pada titik belok yang lebih rendah. Pada kurva ini juga terjadi hysteresis pada semua konsentrasi sukrosa. Namun demikian, hysteresis terjadi pada volume teradsorpsi yang sangat besar dan berubah drastis terhadap sedikit perubahan tekanan sehingga menghasilkan bentuk kurva yang lebih curam di bagian hysteresis dibandingkan silika gel.



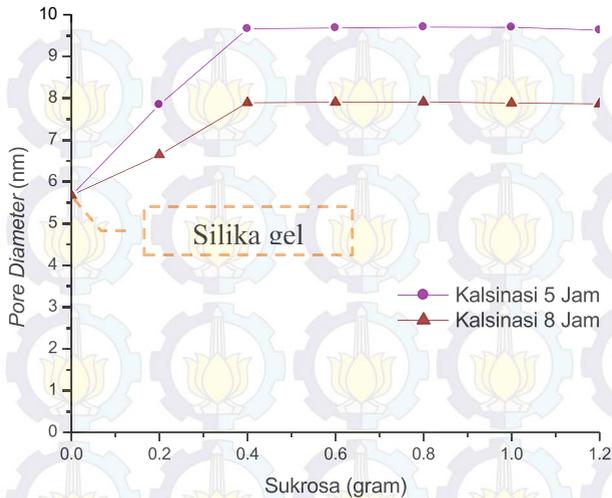
**Gambar IV.15** Perbandingan *surface area* komposit dengan silika gel pada berbagai konsentrasi sukrosa dan lama kalsinasi

Gambar IV.15 menunjukkan pengaruh konsentrasi sukrosa pada *surface area* komposit dengan kalsinasi 5 dan 8 jam. *Surface area* komposit cenderung meningkat dengan bertambahnya konsentrasi sukrosa. Pada kalsinasi 5 jam *surface area* cenderung tidak teratur pada rentang 175-230 m<sup>2</sup>/g dan mencapai *surface area* terbesar saat konsentrasi 1 gr/gr silika, lalu menurun drastis pada konsentrasi 1.2 gr/gr silika. Pada kalsinasi 8 jam, *surface area* cenderung meningkat dengan lebih teratur. *Surface area* tertinggi 263 m<sup>2</sup>/g dicapai pada konsentrasi 0.2 gr/gr silika. Selanjutnya *surface area* turun dan meningkat secara teratur pada rentang 241-259 m<sup>2</sup>/g. Secara umum, komposit silika karbon dengan kalsinasi 8 jam menghasilkan *surface area* yang lebih besar dibandingkan kalsinasi 5 jam. *Surface area* komposit silika karbon lebih rendah dibandingkan silika gel.



**Gambar IV.16.** Perbandingan volume pori komposit silika karbon pada berbagai konsentrasi sukrosa dan lama kalsinasi

Gambar IV.16 menunjukkan pengaruh konsentrasi sukrosa pada volume pori komposit silika karbon. Pengaruh konsentrasi sukrosa pada volume pori komposit menunjukkan kecenderungan yang sama dengan surface area seperti ditunjukkan pada gambar 10. Volume pori cenderung konstan dengan volume pori pada kalsinasi 5 jam lebih besar daripada kalsinasi 8 jam. Volume pori terdapat pada rentang 0.62-0.68 cc/g dan 0.63-0.65 cc/g berturut-turut untuk kalsinasi 5 jam dan 8 jam. Secara umum, volume pori komposit juga lebih kecil dibandingkan dengan silika gel.

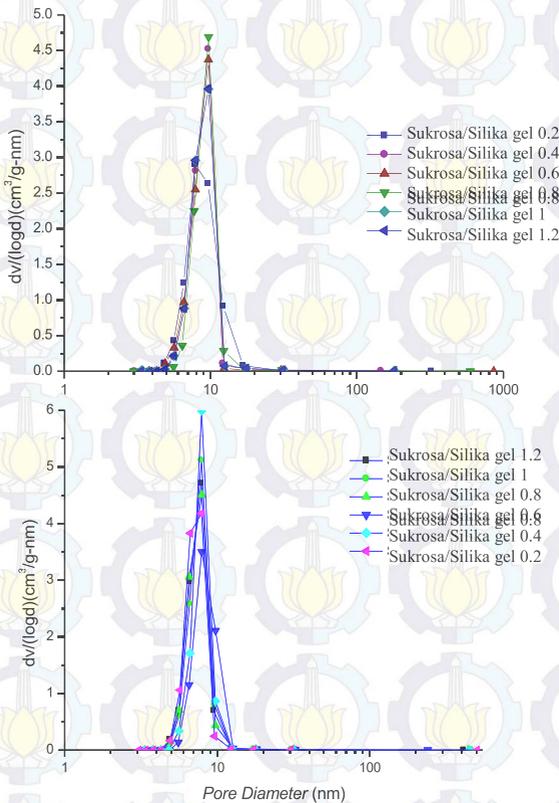


**Gambar IV.17** Perbandingan diameter pori komposit silika karbon pada berbagai konsentrasi sukrosa dan lama kalsinasi

Pada gambar IV.17 terlihat bahwa diameter pori komposit juga cenderung konstan. Pada awalnya diameter pori meningkat, lalu cenderung konstan pada rentang 9.63-9.70 nm dan 7.87-7.91 nm berturut-turut untuk kalsinasi 5 jam dan 8 jam. Komposit dengan kalsinasi 8 jam memiliki diameter pori yang lebih kecil daripada komposit dengan kalsinasi 5 jam. Diameter pori komposit lebih besar dibandingkan dengan silika gel, namun masih dalam rentang diameter mesopori.

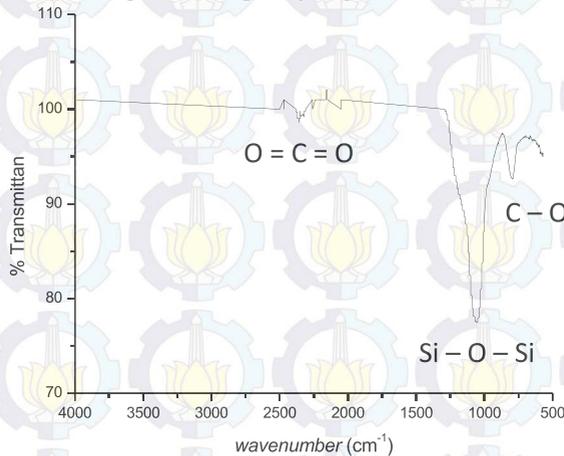
Ketika sukrosa ditambahkan pada silika gel, molekul sukrosa terdeposisi pada pori silika gel. Semakin besar konsentrasi sukrosa, karbon yang terdeposisi semakin banyak sehingga surface area meningkat, namun lebih kecil dibandingkan silika gel. Karbon juga menutupi pori silika sehingga volume pori menurun dan pori semakin dangkal sehingga diameter pori lebih besar. Ketika seluruh pori silika sudah tertutup karbon, diameter pori dan volume pori cenderung konstan karena ruang pada pori silika sudah tertutup seluruhnya oleh karbon. Di sisi lain, proses

kalsinasi juga mengakibatkan pengerutan pori silika gel yang terlihat pada perbandingan kalsinasi 5 jam dan 8 jam. Semakin lama waktu kalsinasi, volume dan diameter pori menjadi semakin kecil. Berdasarkan hasil penelitian, dapat disimpulkan bahwa semakin besar konsentrasi sukrosa, *surface area* semakin meningkat, namun volume dan diameter pori cenderung konstan.



**Gambar IV.18** Perbandingan distribusi pori komposit silika karbon pada berbagai konsentrasi sukrosa pada kalsinasi selama 5 jam dan 8 jam, 400 °C

Distribusi ukuran pori pada komposit silika karbon disajikan pada gambar IV.18. Dari grafik tersebut, dapat diketahui bahwa komposit dengan kalsinasi 5 jam;400°C mempunyai distribusi diameter pori terpusat pada rentang 7.8-9.8 nm, sedangkan komposit dengan kalsinasi 8 jam;400°C mempunyai distribusi pori terpusat pada rentang 6.9-8 nm. Hal ini menunjukkan bahwa partikel komposit silika karbon dengan kalsinasi 5 jam maupun 8 jam memiliki diameter pori yang seragam dalam tipe mesopori. Distribusi pori untuk komposit dengan kalsinasi 8 jam ini lebih sempit dengan diameter yang lebih kecil dibandingkan untuk komposit dengan kalsinasi 5 jam. Berdasarkan data tersebut, dapat disimpulkan bahwa semakin lama kalsinasi menghasilkan pori yang berukuran lebih seragam.



**Gambar IV.19.** Spektra FTIR pada komposit silika karbon dengan konsentrasi sukrosa 1 gr/gr silika dan kalsinasi 8 jam

### IV.3 Karakteristik Silika Karbon dengan PEG

Proses sintesis silika karbon dengan *polyethylene glycol* (PEG) cukup berbeda bila dibandingkan dengan silika karbon yang menggunakan sukrosa. PEG ditambahkan bersamaan dengan natrium silikat yang telah diencerkan membentuk larutan yang berwarna putih keruh yang menunjukkan terjadi presipitasi.

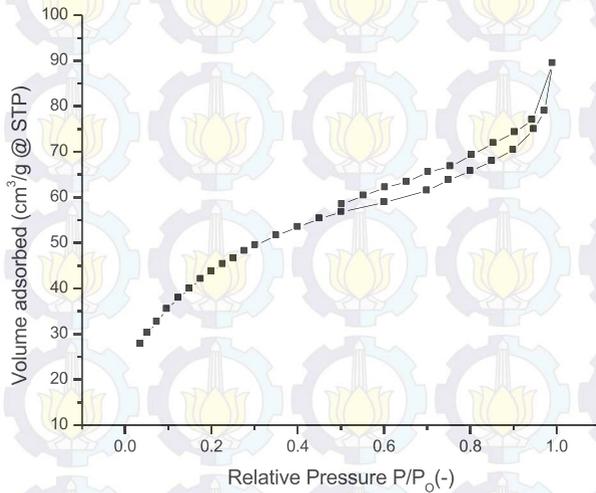
Hal ini menunjukkan adanya interaksi antara silikat dan PEG yang mengakibatkan presipitasi. Setelah ditambahkan NaOH hingga pH mencapai 4, campuran ini membantuk gel. Setelah gel di-aging dan dikeringkan, diperoleh komposisi silika-PEG. Kemudian, dilakukan karbonisasi untuk mendekomposisikan PEG sehingga terbentuk komposit silika karbon. PEG merupakan polimer organik yang diketahui mempunyai kemampuan untuk menurunkan konstanta dielektrik pelarut sehingga PEG cenderung mengakibatkan agregasi partikel dan membentuk struktur platelet teragregasi.

Mikrostruktur komposit dianalisa dengan adsorpsi/desorpsi nitrogen. Gambar IV.20 menunjukkan isothermis adsorpsi/desorpsi nitrogen untuk komposit silika karbon dengan PEG sebagai prekursor. Tipe ini merupakan isothermis karakteristik material mesopori berdasarkan klasifikasi IUPAC. Kenaikan volume adsorbat teradsorpsi oleh adsorben pada awal adsorpsi lebih lambat dengan volume teradsorpsi yang kecil dibandingkan silika gel. Hal ini menunjukkan bahwa interaksi molekul adsorbat dan adsorben pada komposit silika karbon PEG lebih lemah dibandingkan komposit silika karbon sukrosa maupun silika gel dengan *hysteresis loop* yang terjadi juga lebih kecil. Berdasarkan adsorpsi/desorpsi ini didapatkan surface area komposit sebesar  $155.1 \text{ m}^2/\text{g}$ , sedangkan diameter pori dan volume pori berturut-turut  $3.36 \text{ nm}$  dan  $0.138 \text{ cc/g}$ , ukuran pori yang lebih kecil dibandingkan silika gel maupun komposit silika karbon.

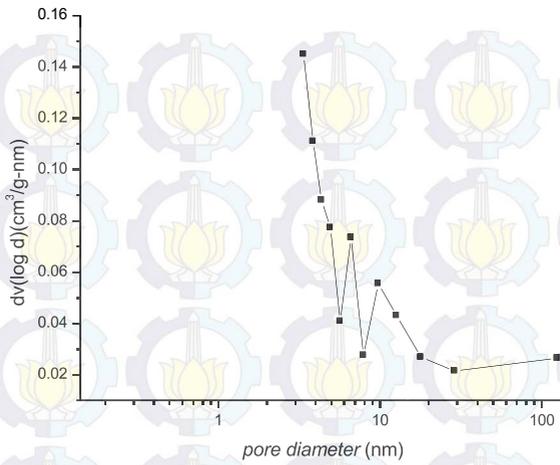
Distribusi ukuran pori komposit disajikan pada gambar IV.21. Pada gambar terlihat bahwa distribusi pori terpusat pada ukuran pori terkecil pada komposit yaitu pada diameter  $3\text{-}4 \text{ nm}$ . Di sisi lain, distribusi pori pada komposit silika karbon dengan PEG juga lebih bervariasi dibandingkan komposit silika karbon dengan sukrosa.

Ketika natrium silikat ditambahkan pada PEG, terjadi agregasi silika oleh PEG. Silika membungkus molekul PEG menjadi partikel bulat. Partikel ini bergabung menjadi agregat

terbatas difusi mengandung PEG dan silika dalam ukuran yang lebih besar yang mengeras menjadi struktur yang lebih kompak. Konsentrasi PEG yang tinggi mengakibatkan terbentuk endapan PEG-silika ketika penambahan silika dan gel terjebak dalam endapan komposit. Gel ini terhubung antar komposit sehingga ketika PEG dihilangkan, terbentuk pori yang kecil dengan surface area yang tinggi (Rahman, 2015). Proses dekomposisi PEG menjadi karbon juga belum sempurna dikarenakan suhu karbonisasi yang kurang tinggi sehingga PEG belum terurai menjadi karbon dan mengakibatkan penyumbatan pori oleh molekul PEG.



**Gambar IV.20** Isothermis adsorpsi/desorpsi komposit silika karbon dengan prekursor PEG



**Gambar IV.21.** Distribusi pori komposit silika karbon dengan prekursor PEG

## DAFTAR PUSTAKA

- Balgis, Ratna dan Dyan Wardani. *Sintesa Partikel Berpori melalui Metode Sol-Gel*. Skripsi Jurusan Teknik Kimia ITS. (2007)
- Choi, Junhyun dkk. *Pore Characteristics and Hydrothermal Stability of Mesoporous Silica: Role of Oleic Acid*. Journal of Nanomaterials Volume 2014, Article ID 580347. (2014)
- Glover, T. Grant, LeVan, M. Douglas. *Carbon–Silica Composite Adsorbent: Sensitivity to Synthesis Conditions*. Elsevier Journal: Microporous and Mesoporous Materials 118:21–27. (2009)
- Han, Sang Hoon dkk. *Control of Pore Characteristics in Carbon Molecular Sieve Membranes (CMSM) Using Organic/Inorganic Hybrid Materials*. Elsevier Journal: Desalination 233 88–95. (2008)
- Jia, J., Zhou, X., Caruso, R. A., and Antonietti, M., Nov. *Synthesis of Microporous Silica Templated by Gelatin*. Chemistry Letters, 33: 202-203. (2003)
- Khoirul, Dwi. *Perlindungan Korosi pada Baja dengan Blackening Process secara Elektrokimia*. Skripsi Jurusan Teknik Kimia ITS. (2012)
- Kusnanto, Andar. *Sintesis Komposit Silika Karbon dari Geothermal Sludge*. Skripsi Jurusan Teknik Kimia ITS. (2013)
- Liu, Ya dkk. *Preparation and Properties of Sulfonated Carbon–Silica Composites from Sucrose Dispersed on MCM-48*. Chemical Engineering Journal 148 201–206. (2009)
- P. Selvam, S. K. Bhatia, and C. G. Sonwane. *Recent Advances in Processing and Characterization of Periodic Mesoporous MCM-41 Silicate Molecular Sieves*. Industrial and Engineering Chemistry Research, vol. 40, no. 15, pp. 3237–3261. (2001)

Rahman, Nanik Astuti dkk. *Synthesis of mesoporous silica with controlled pore structure from bagasse ash as a silica source*. Colloids and Surfaces A: Physiochemical and Engineering Aspects, vol 476, pp 1-7. (2015)

Setyawan, H., Balgis, R. *Preparation of Mesoporous Silicas from Sodium Silicate Using Gelatin Templating*. Asia-Pacific Journal of Chemical Engineering. (2011)

Vigon, Patricia Valle dkk. *Carboxyl-Functionalized Mesoporous Silica–Carbon Composites as Highly Efficient Adsorbents in Liquid Phase*. Microporous and Mesoporous Materials 176 78–85. (2013)

Yokoi, Toshiyuki dkk. *Preparation of Silica/Carbon Composites with Uniform and Well-Ordered Mesopores by Esterification Method*. Microporous and Mesoporous Materials 124 123–130. (2009)

Zieba, J. Skubiszewska, R. Leboda, O. Seledets, V.M. Gun'ko. *Effect of Preparation Conditions of Carbon–Silica Adsorbents Based on Mesoporous Silica Gel Si-100 and Carbonized Glucose on Their Pore Structure*. Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects, 231 : 39–49. (2003)

