

# Sintesa Komposit Silika Karbon dengan Metode Sol-Gel

Emelia Tri Ambarwati, Jannatun Cintya Dewi, Heru Setyawan, Minta Yuwana  
Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)  
Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111 Indonesia  
*e-mail*: sheru@chem-eng.its.ac.id

**Abstrak**---Silika dan karbon merupakan material yang sering digunakan sebagai adsorben dan backbone katalis. Ketahanan termal dan kimia serta karakter *easy-functionalized* karbon diharapkan dapat dipadukan dengan silika sehingga diperoleh material dengan kapasitas adsorpsi yang lebih besar. Penelitian ini mempelajari sintesis komposit silika karbon dengan metode sol-gel dengan natrium silikat sebagai sumber silika serta sukrosa dan PEG sebagai sumber karbon serta mempelajari pengaruh waktu aging terhadap karakteristik silika gel dan pengaruh konsentrasi sukrosa terhadap karakteristik komposit silika karbon. 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 selama 2 jam. Di sisi lain, konsentrasi sukrosa berpengaruh pada karakteristik komposit silika karbon. Semakin besar konsentrasi sukrosa, *surface area* semakin meningkat, namun volume dan diameter pori cenderung konstan. Komposit silika karbon juga dapat disintesa dengan PEG sebagai sumber karbon dengan metode sol gel dan karbonisasi pada 550°C selama 4 jam. Namun, 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

## I. PENDAHULUAN

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 [6]. Namun demikian, penggunaan silika masih dibatasi oleh stabilitas permukaan terhadap udara lembab yang kurang baik. Hal ini mungkin disebabkan oleh permukaan silika bersifat hidrofili [2]. 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 [4]. Material karbon dapat mudah dikombinasikan dengan gugus oksigen dan penggabungan lapisan tipis karbon pada pori-pori silika dapat memudahkan penambahan 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 [8].

Balgis dkk 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 [1]. 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 [9]. Glover dkk 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 [3].

Sedangkan, Takei dkk 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* [7]. Metode ini dinilai cukup rumit dan menjadi kurang efisien apabila silika bukan menjadi produk jadi namun harus disintesis terlebih dahulu. Berdasarkan penelitian yang dilakukan Balgis dkk, penempelan karbon pada silika dapat dilakukan dengan metode sol-gel sehingga sintesis silika-karbon dapat dilakukan dengan satu tahap [1].

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* (NaSiO<sub>3</sub>) 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.

## II. URAIAN PENELITIAN

### A. Sintesa silika karbon dengan sukrosa

Natrium silikat 28% diencerkan dengan aquadest pada perbandingan 1:10 pada suhu 60°C disertai dengan pengadukan menggunakan *hot plate stirrer*. Setelah homogen, larutan didiamkan hingga suhu ruangan. Sol silika dititrasi dengan HCl 1 M dengan rate 2 ml/menit hingga pH mencapai 10 kemudian di-*aging* dengan variasi lama waktu *aging* tahap I selama 0-3 jam. Larutan dititrasi dengan HCl 1 M hingga pH 7 dan di-*aging* selama ±18 jam pada suhu ruangan. Gel yang terbentuk dicuci dengan aquadest, disaring, kemudian dikeringkan dengan oven pada 80 °C selama ± 18 jam. Setelah kering, silika dicuci dengan aquadest, disaring kemudian dikeringkan menggunakan oven pada 80°C; ±18 jam. Silika gel diuji dengan adsorpsi/desorpsi nitrogen dan SEM.

Impregnasi silika gel menggunakan metode *incipient wet impregnation* dengan larutan sukrosa jenuh dengan variabel 0.2-1.2 gram sukrosa/gram silika gel di dalam tabung reaksi kemudian di-*shaker* selama 1 jam, lalu didiamkan selama 1 jam. Silika-sukrosa dikeringkan menggunakan oven pada suhu 80°C selama ±3 jam, dicuci dengan aquadest, dan dioven lagi pada suhu 80°C selama ±12 jam.

### B. Sintesa silika karbon dengan PEG

Natrium silikat diencerkan dengan ratio 2.5:1 hingga konsentrasi 8%. 30 ml natrium silikat tersebut dicampur dengan larutan PEG asam (1 g PEG dilarutkan dalam 30 ml aquadest dan 45 ml HCl 1 M pada suhu kamar). Larutan ditetesi NaOH 1 M dengan *rate* 2mL/min hingga tercapai pH≤4 dan terbentuk gel. Gel di-*aging* selama 1 jam pada suhu kamar dan dioven selama 18 jam pada 80°C. Sebelum dikarbonisasi, gel dicuci dengan aquadest sebanyak 100 ml/g silika-karbon yang dihasilkan kemudian dikeringkan kembali pada suhu 80°C selama 5 jam.

### C. Karbonisasi

Karbonisasi dilakukan dengan *pyrolysis reactor (Thermo Scientific Lindberg/Blue M Tube Furnace)*. Sebelum kalsinasi, dilakukan *purging* dengan mengalirkan gas nitrogen pada 150 ml/menit selama 15 menit untuk menghilangkan gas oksigen. Untuk silika karbon dengan sukrosa, karbonisasi dilakukan pada 400°C divariasikan selama 5 dan 8 jam. Sedangkan untuk silika karbon dengan sumber PEG dilakukan pada suhu 550°C selama 4 jam.

### D. Karakterisasi Produk

Porositas 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 dilakukan 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  $P/P_0$ . 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*) Phenom & PANalytical type minipal 4. Sedangkan, gugus fungsi dalam komposit dianalisa dengan *Fourier Transform Infra Red (Thermo Scientific Nicolet iS10)*.

## III. HASIL DAN PEMBAHASAN

### A. 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. Gambar 3 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 4(a) menunjukkan silika gel tanpa pencucian berbentuk kristal yang berpori dengan banyak partikel kecil di permukaan. Setelah dilakukan pencucian, permukaan silika gel lebih seragam dan tidak terdapat titik-titik kecil di permukaan silika yang terbentuk.

Pada gambar 7(a) terlihat silika gel tanpa pencucian mengandung beberapa impurities antara lain C, Al, dan Cl. Sedangkan, pada gambar 7(b) setelah pencucian sudah tidak terdapat 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.

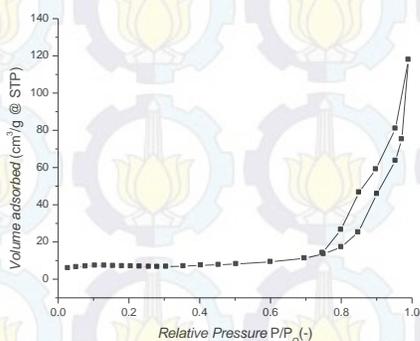


NaCl dapat menutupi pori-pori silika sehingga silika yang terbentuk mempunyai diameter pori yang besar, namun volume pori yang kecil.

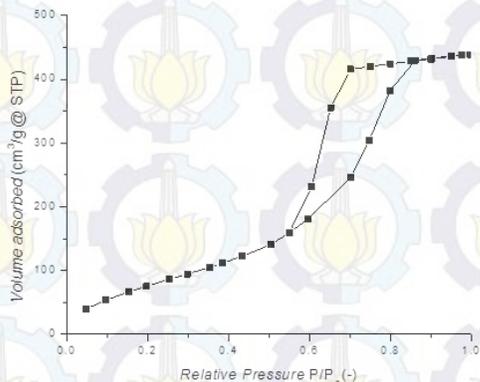
Gambar 1 dan 2 menunjukkan isothermis adsorpsi/desorpsi silika gel tanpa dan dengan pencucian. Isothermis adsorpsi/desorpsi baik untuk silika tanpa maupun dengan pencucian menunjukkan kurva tipe IV sesuai dengan karakteristik IUPAC yang ditunjukkan dengan adanya *loop hysteresis* yang lebar. *Hysteresis* terjadi pada tekanan relatif yang lebih tinggi pada silika gel tanpa pencucian dengan volume teradsorpsi lebih rendah. Tipe ini merupakan isothermis karakteristik material mesopori berdasarkan klasifikasi IUPAC (diameter pori 2-50 nm).

Perbandingan karakteristik silika gel yang dihasilkan tanpa dan dengan pencucian disajikan pada tabel 1. Pencucian berpengaruh secara signifikan pada karakter silika gel yang dihasilkan. Setelah pencucian, terlihat pola luas permukaan, diameter, dan volume pori silika yang dihasilkan lebih teratur dibandingkan pada silika gel tanpa pencucian. Luas permukaan silika dengan pencucian lebih besar dengan diameter pori lebih kecil, namun volume pori lebih besar. Hal

ini menunjukkan bahwa silika dengan pencucian memiliki bentuk pori yang lebih dalam dibandingkan dengan silika tanpa pencucian. Namun, secara umum pada silika tanpa dan dengan pencucian, semakin lama waktu aging, luas permukaan meningkat, sedangkan diameter dan volume pori cenderung konstan. Silika gel paling optimal dengan luas permukaan terbesar dicapai pada lama waktu aging 2 jam dengan pencucian sebesar 341.406 m<sup>2</sup>/g.



Gambar 1. Isothermis adsorpsi/desorpsi silika 1:10; aging 2 jam tanpa pencucian



Gambar 2. Isothermis adsorpsi/desorpsi silika 1:10 ; aging 2 jam B. Karakteristik Silika Karbon dengan Sukrosa

Pada silika gel dengan pencucian dan aging tahap I selama 2 jam dilakukan impregnasi sukrosa dengan konsentrasi 0.2-1.2 gr/gr silika. Setelah dipanaskan, dicuci, dan dikalsinasi, terbentuk komposit silika karbon. Gambar 4 menunjukkan hasil komposit silika karbon dengan kalsinasi 400<sup>o</sup>C;5 jam. Pada gambar terlihat perbedaan ketajaman warna coklat pada komposit silika karbon yang terbentuk dengan kecenderungan warna tidak teratur. Sedangkan, pada gambar 5 dengan kalsinasi 400<sup>o</sup>C;8 jam, kecenderungan warna coklat komposit lebih teratur. Semakin besar konsentrasi sukrosa, warna komposit semakin coklat gelap yang menunjukkan semakin banyak sukrosa yang terurai menjadi karbon.

Spektra EDAX pada gambar 7(c) untuk komposit silika karbon dengan konsentrasi sukrosa 1 gr/gr silika menunjukkan puncak atom C yang cukup tinggi. Pada tabel 2 juga diketahui terdapat karbon dalam persentase atom yang cukup besar, 16.54%, yang sebelumnya tidak terdapat pada silika gel. Hal ini menunjukkan bahwa sukrosa sudah terdeposisi pada silika. Namun, terdapat pula puncak atom O dengan persentase 65.97% sesuai tabel 2. Selain itu, terdapat puncak atom Si

yang cukup tinggi dengan persentase 16.62% dan Na pada jumlah yang sangat kecil dengan persentase 0.87%.

Analisa FTIR dilakukan pada komposit silika karbon untuk mengetahui jenis ikatan yang terdapat pada komposit silika karbon sehingga kesempurnaan dekomposisi sukrosa dapat diketahui. Spektra FTIR komposit silika karbon pada gambar 12 menunjukkan beberapa puncak antara lain pada panjang gelombang 793 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan adanya ikatan C – O, pada panjang gelombang 1061 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan ikatan Si – O – Si, dan pada panjang gelombang 2360 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. Ikatan Si – O – Si merupakan ikatan pada silika gel sebagai prekursor komposit sebagai SiO<sub>2</sub>. Ikatan O = C = O menunjukkan terbentuknya CO<sub>2</sub> pada proses dekomposisi sukrosa.

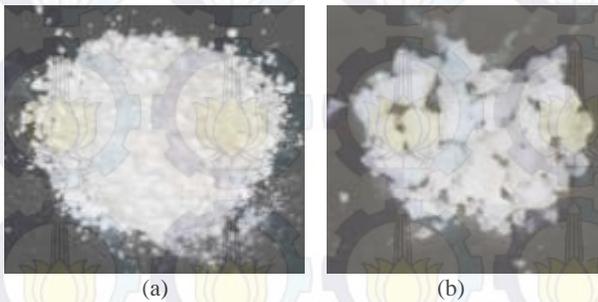
Uji adsorpsi/desorpsi nitrogen komposit silika karbon pada gambar 8 menunjukkan kurva tipe IV sesuai dengan karakteristik IUPAC yang merupakan isothermis karakteristik material mesopori. Kenaikan volume adsorbat teradsorpsi oleh adsorben pada awal adsorpsi lebih lambat dibandingkan silika gel sebagai 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.

Tabel 1. Karakteristik Silika Gel

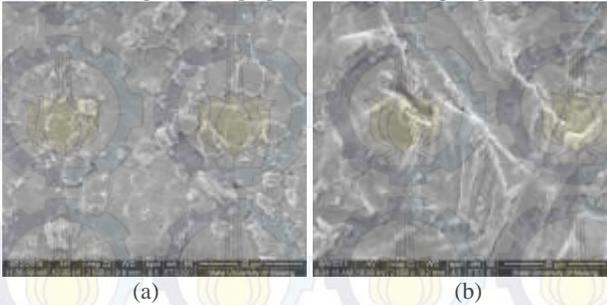
	Variabel aging	Karakteristik		
		Surface Area (m <sup>2</sup> /g)	Pore diameter(nm)	Total pore volume(cc/g)
Tanpa Pencucian	-	33.479	12.489	0.3495
	1 jam	124.139	9.571	0.4289
	2 jam	330.046	12.32	0.1825
	3 jam	57.096	12.639	0.2832
Pencucian	-	281.494	5.672	0.6143
	1 jam	329.246	5.685	0.6492
	2 jam	341.406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

Gambar 9 menunjukkan pengaruh konsentrasi sukrosa pada *surface area* komposit silika karbon dengan waktu kalsinasi 5 jam dan 8 jam. Penambahan konsentrasi sukrosa tidak berpengaruh secara signifikan pada *surface area* komposit, baik pada kalsinasi 5 jam maupun 8 jam. Namun demikian, pada berbagai konsentrasi, *surface area* komposit dengan kalsinasi 8 jam lebih besar daripada kalsinasi 5 jam. *Surface area* komposit juga lebih kecil daripada silika gel.

Pada kalsinasi 8 jam, *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. Pada kalsinasi 5 jam *surface area* cenderung tidak teratur pada rentang 175-230 m<sup>2</sup>/g dan mencapai *surface area* tertinggi pada konsentrasi 1 gr/gr silika, lalu menurun drastis pada konsentrasi 1.2 gr/gr silika.

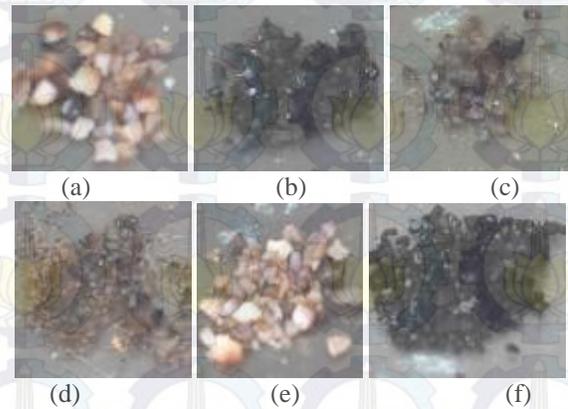


Gambar 3. Silika gel (a) tanpa pencucian (b) dengan pencucian

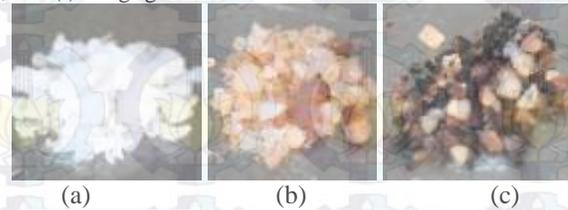


Gambar 4. Hasil analisa SEM silika gel dengan perbesaran 2500x (a) tanpa pencucian (b) dengan pencucian

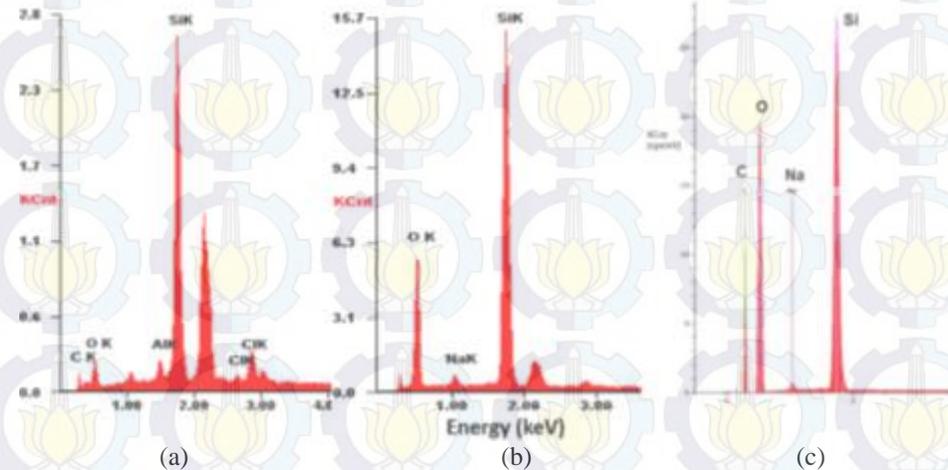
Pengaruh konsentrasi sukrosa pada volume pori komposit menunjukkan kecenderungan yang sama dengan surface area seperti ditunjukkan pada gambar 10. Volume pori cenderung konstan dengan volume pori pada kalsinasi 5 jam lebih besar daripada kalsinasi 8 jam. Volume pori terdapat pada rentang 0.62-0.68 cc/g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



Gambar 5. Bentuk fisik komposit silika karbon kalsinasi 5 jam, 400 °C pada berbagai konsentrasi sukrosa (a) 0.2, (b) 0.4, (c) 0.6, (d) 0.8, (e) 1, dan (f) 1.2 gr/gr silika



Gambar 6. Bentuk fisik komposit silika karbon kalsinasi 8 jam, 400 °C pada berbagai konsentrasi sukrosa (a) 0.2, (b) 0.4, (c) 0.6, (d) 0.8, (e) 1, dan (f) 1.2 gr/gr silika



Gambar 7. Hasil analisa EDAX silika gel (a) tanpa pencucian (b) dengan pencucian (c) komposit silika karbon

Pada gambar 11 terlihat 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. Diameter pori komposit lebih besar dibandingkan dengan silika gel, namun masih dalam rentang diameter mesopori.

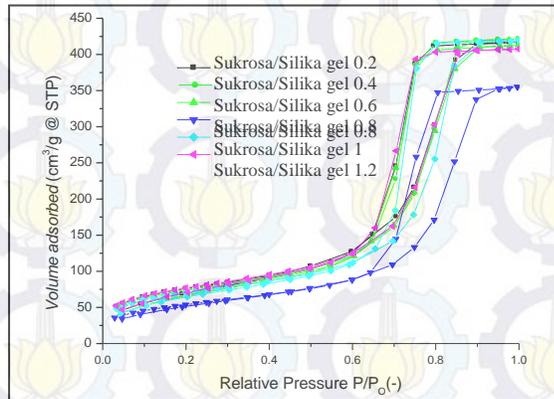
Ketika sukrosa ditambahkan pada silika gel, molekul sukrosa terdeposisi pada pori silika gel. Semakin besar konsentrasi sukrosa, karbon yang terdeposisi semakin banyak sehingga surface area meningkat, namun lebih kecil dibandingkan silika gel. Karbon juga menutupi pori silika

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

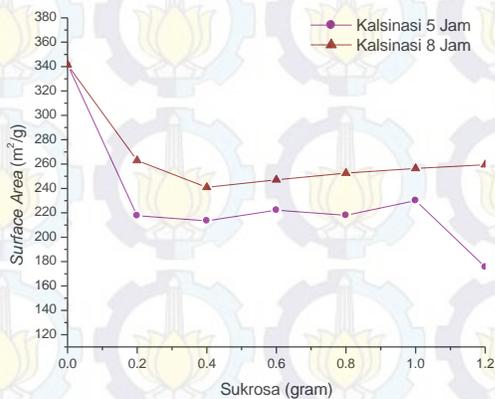
meningkat, namun volume dan diameter pori cenderung konstan.

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

At	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 8. Isothermis adsorpsi/desorpsi komposit silika karbon dengan kalsinasi 8 jam;400 °C

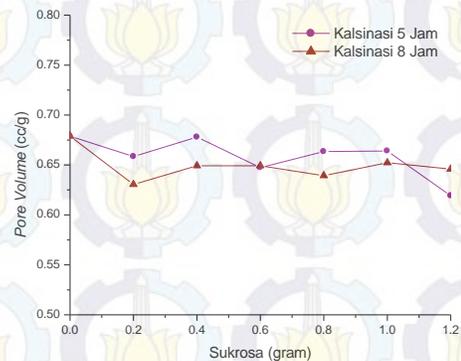


Gambar 9. Perbandingan *surface area* komposit dengan silika gel pada berbagai konsentrasi sukrosa dan lama kalsinasi

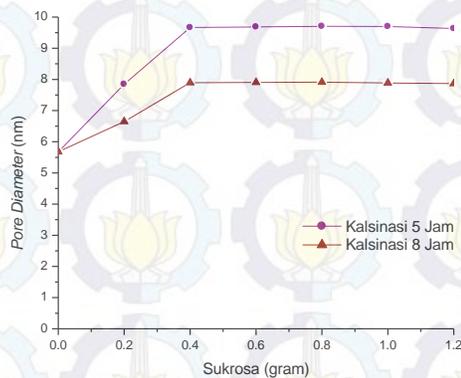
C. Karakteristik Silika Karbon dengan PEG

Pada sintesis komposit silika karbon dengan *polyethylene glycol* (PEG), PEG ditambahkan bersamaan dengan natrium silikat yang telah diencerkan membentuk larutan yang berwarna putih keruh. Hal ini menunjukkan adanya interaksi antara silikat dan PEG yang mengakibatkan presipitasi. Setelah ditambahkan NaOH hingga pH mencapai 4, campuran ini membentuk gel. Setelah gel di-aging dan dikeringkan, diperoleh komposit 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

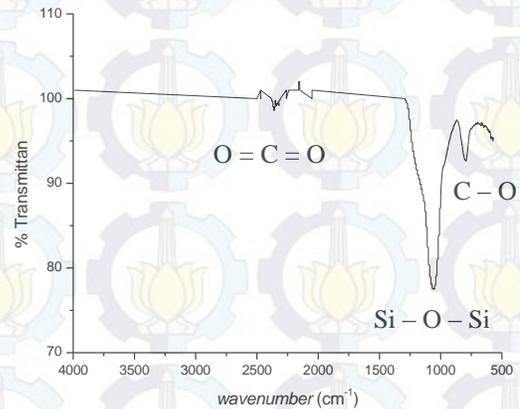
cenderung mengakibatkan agregasi partikel dan membentuk struktur platelet teragregasi.



Gambar 10. Perbandingan volume pori komposit silika karbon pada berbagai konsentrasi sukrosa dan lama kalsinasi



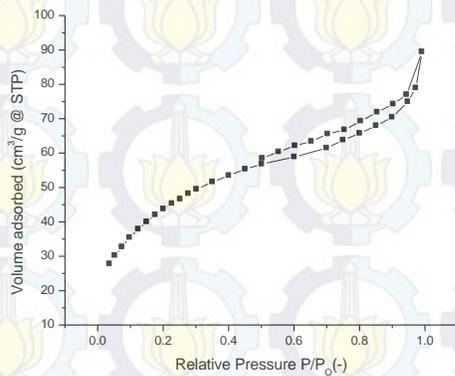
Gambar 11. Perbandingan diameter pori komposit silika karbon pada berbagai konsentrasi sukrosa dan lama kalsinasi



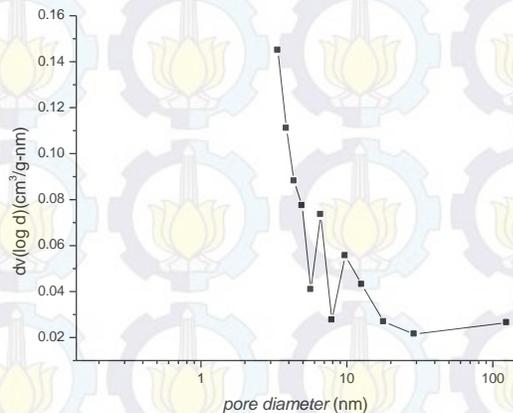
Gambar 12. Spektra FTIR pada komposit silika karbon dengan konsentrasi sukrosa 1 gr/gr silika dan kalsinasi 8 jam

Mikrostruktur komposit dianalisa dengan adsorpsi/desorpsi nitrogen. Gambar 13 menunjukkan kurva tipe IV sesuai dengan karakteristik IUPAC untuk komposit silika karbon dengan PEG sebagai prekursor. Tipe ini merupakan isothermis karakteristik material mesopori. 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.



Gambar 13. Isothermis adsorpsi/desorpsi komposit silika karbon dengan PEG



Gambar 14. Distribusi pori komposit silika karbon dengan PEG

Distribusi ukuran pori komposit disajikan pada gambar 14. 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. [8] 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.

#### IV. KESIMPULAN

Komposit silika karbon dapat disintesa dengan metode sol gel dengan menggunakan natrium silikat sebagai sumber silika dan sukrosa maupun PEG sebagai sumber karbon. 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 yang dihasilkan. 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.

#### UCAPAN TERIMA KASIH

Pada kesempatan ini, kami mengucapkan terima kasih kepada kedua orang tua kami dan keluarga yang telah banyak memberikan dukungan moral, spiritual, dan material. Bapak Prof. Dr. Heru Setyawan, M.Eng dan Bapak Ir. Minta Yuwana, MS selaku dosen pembimbing kami. Rekan-rekan seperjuangan dari laboratorium Elektrokimia dan Korosi, Teknik Kimia FTI-ITS.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] Balgis, Ratna dan Dyan Wardani. *Sintesa Partikel Berpori melalui Metode Sol-Gel*. Skripsi Jurusan Teknik Kimia ITS. (2007)
- [2] Choi, Junhyun dkk. *Pore Characteristics and Hydrothermal Stability of Mesoporous Silica: Role of Oleic Acid*. Journal of Nanomaterials Volume 2014, Article ID 580347. (2014)
- [3] Glover, T. Grant, LeVan, M. Douglas. *Carbon-Silica Composite Adsorbent: Sensitivity to Synthesis Conditions*. Elsevier Journal: Microporous and Mesoporous Materials 118:21-27. (2009)
- [4] 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)
- [5] 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) Selvam, P, 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)
- [6] Takei, Takahiro dkk. *Formation Kinetics of Chemically Vapor-Deposited Carbon on Mesoporous Silica*. Journal of the Ceramic Society of Japan 115 [9] 541-545. (2007)
- [7] 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)
- [8] 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)