

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI MATERIAL SILIKA MESOPORI SBA-15
DENGAN *ULTRASONIC ASSISTED SOL-GEL METHOD*
MENGUNAKAN PELARUT ASAM ASETAT**

**SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF MESOPOROUS SILICA MATERIAL
SBA-15 WITH ULTRASONIC ASSISTED SOL-GEL METHOD
USING ACETIC ACID SOLVENT**

Siti Sarah, R.R Dirgarini Julia Nurlianti Subagyono*, Veliyana Londong Allo
Program Studi S1 Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Mulawarman
Jalan Barong Tongkok No. 4 Kampus Gunung Kelua, Samarinda, Indonesia, 75123
*E-mail: dirgarini@fmipa.unmul.ac.id

Diterbitkan: 30 Oktober 2022

ABSTRACT

Synthesis and characterization of mesoporous silica material SBA-15 with ultrasonic assisted sol-gel method using acetic acid solvent has been conducted. The mesoporous silica material SBA-15 was characterized by N_2 adsorption/desorption Analysis, Small Angle X-Ray Diffraction (SAXRD), Scanning Electron Microscopy (SEM), Fourier Transform Infrared (FTIR). SBA-15 material resulted from the calcination method for template removal has a surface of $876 \text{ m}^2/\text{g}$, a pore volume of $5,1 \text{ cm}^3/\text{g}$ and a pore diameter of $1,13 \text{ nm}$. The SAXRD pattern of SBA-15 showed three distinctive peaks with Miller indices of 100, 110 and 200 respectively. The morphology of the SBA-15 material has the form of aggregate particles with a regular cylindrical structure on the particles. Infrared spectra of SBA-15 showed the presence of functional groups, namely Si-O-Si, Si-OH and -OH.

Keywords: Mesoporous silica, SBA-15, sonication

ABSTRAK

Sintesis dan karakterisasi material silika mesopori SBA-15 dengan *Ultrasonic Assisted Sol-gel Method* menggunakan pelarut asam asetat telah dilakukan. Material silika mesopori SBA-15 dikarakterisasi menggunakan N_2 adsorption/desorption Analysis, Small Angle X-Ray Diffraction (SAXRD), Scanning Electron Microscopy (SEM), Fourier Transform Infrared (FTIR). Hasil karakterisasi material SBA-15 dengan metode kalsinasi untuk penghilangan *template* memiliki luas permukaan sebesar $876 \text{ m}^2/\text{g}$, volume pori sebesar $5,1 \text{ cm}^3/\text{g}$ dan diameter pori sebesar $1,13 \text{ nm}$. Pola SAXRD material SBA-15 menunjukkan tiga puncak khas dengan nilai indeks miller [100], [110] dan [200]. Morfologi material SBA-15 memiliki bentuk partikel agregat dengan struktur berbentuk silinder yang teratur pada partikelnya. Spektra Inframerah material SBA-15 menunjukkan adanya gugus fungsi yaitu Si-O-Si, Si-OH dan -OH.

Kata Kunci: Silika Mesopori, SBA-15, Sonikasi

PENDAHULUAN

Material mesopori merupakan salah satu material berpori besar yang berdiameter 2-50 nm [1], bersifat solid [2], dan memiliki porositas yang teratur [3]. Silika mesopori mengandung pori-pori yang beragam, volume pori yang besar, diameter pori dan kelompok fungsional tertentu yang disesuaikan pada permukaannya. SBA-15

(*Santa Barbara Acid-15*) adalah substrat mesopori yang memiliki pori-pori berbentuk silinder dengan volume pori yang lebih kecil [4].

Pembentukan SBA-15 biasanya digunakan TEOS (tetraetilortosilikat) dan TMOS (tetrametilortosilikat) sebagai sumber utama silika [5]. TEOS berupa senyawa yang tidak berwarna dan memiliki wujud cairan serta

termasuk senyawa silikon ester. Senyawa silikon ester yaitu suatu senyawa silikon yang mempunyai unsur oksigen yang berada di antara silikon dan gugus organik [6].

Pembuatan material silika mesopori dengan metode sol gel atau metode hidrotermal membutuhkan waktu yang cukup lama. Menurut penelitian Zhao *et al* (1998) [7] pembuatan SBA-15 menggunakan pluronik 123 sebagai *template*, pelarut HCl sebagai katalis dan TEOS sebagai sumber silika. Proses pembentukan silika dilakukan melalui pengadukan selama 20 jam. Untuk mempercepat proses pembuatan material silika dapat dilakukan dengan bantuan gelombang ultrasonik atau metode sonikasi. Metode sonikasi merupakan metode yang memanfaatkan gelombang ultrasonik dengan rentang frekuensi 20 kHz dan mampu mempercepat waktu kontak antara sampel dan pelarut [8].

Asam asetat (CH_3COOH) merupakan senyawa berbentuk cairan yang memiliki bau menyengat, tak berwarna dan memiliki rasa asam yang tajam serta larut dalam air [9]. Dalam sintesis material silika mesopori biasanya digunakan asam kuat sebagai katalis dan pemberi suasana asam. Maka, pada penelitian ini dilakukan sintesis material silika mesopori SBA-15 menggunakan asam asetat (CH_3COOH). Karakteristik fisik dan kimia dari material SBA-15 yang dihasilkan dianalisis menggunakan N_2 Adsorption Desorption Analysis, Small Angle X-Ray Diffraction (SAXRD), Scanning Electron Microscopy (SEM) dan Fourier Transform Infrared (FTIR).

METODOLOGI PENELITIAN

Alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu Erlenmeyer, gelas ukur, termometer, pH universal, cawan porselen, pompa vakum, corong Buchner, oven, Furnace, Krisbow Ultrasonic Cleaner 1400 mL dengan ultrasonic frequency 42 kHz, N_2 Adsorption Desorption Analysis Nova Touch LX4, Small Angle X-Ray Diffraction (SAXRD) D8-Advance Eco, Scanning Electron Microscopy (SEM) Phenom Pro X dan Fourier Transform Infrared (FTIR) BRUKER Alpha II.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu Pluronic 123 (*poly (ethylene glycol)-block-poly (propylene glycol) block-poly (propylene glycol)*), larutan CH_3COOH 2M, TEOS (tetraortosilikat), larutan H_2O_2 , Aquadest, aluminium foil dan kertas saring.

Prosedur Penelitian

Sintesis Material Silika Mesopori SBA-15

Sintesis material silika mesopori SBA-15 dilakukan dengan menggunakan 16 gram pluronic 123 yang berfungsi sebagai *template* dimasukkan ke dalam labu Erlenmeyer dan dilarutkan dalam 600 mL larutan CH_3COOH 2M yang berfungsi sebagai katalis dan pemberi suasana asam dengan metode sonikasi menggunakan Krisbow Ultrasonic Cleaner 1400 mL dengan ultrasonic frequency 42 kHz. Sonikasi dilakukan pada suhu 37-40°C sampai larutan tercampur sempurna. Kemudian, 34 mL TEOS tetes demi tetes ditambahkan ke dalam campuran pada suhu 37-40°C, lalu disonikasi masing-masing selama 3 jam. Setelah itu, dibiarkan selama 7 hari. Lalu, larutan campuran dipindahkan ke dalam botol reagen dan dimasukkan ke dalam oven pada suhu 100°C selama 24 jam. Pada proses ini akan terjadi pembentukan silika menjadi silika mesopori yang disebut dengan proses aging atau pematangan. Selanjutnya, campuran didinginkan dengan suhu kamar dan disaring menggunakan corong Buchner dan pompa vakum agar diperoleh padatan berwarna putih. Kemudian, padatan dicuci dengan aquades hingga pH sama dengan pH aquades, lalu dikeringkan di dalam oven pada suhu 100°C. Setelah itu, padatan dikalsinasi pada suhu 500°C selama 8 jam. Proses kalsinasi berfungsi untuk menghilangkan *template* yaitu Pluronic 123 sehingga diperoleh padatan berupa serbuk berwarna putih.

Karakterisasi

Material silika mesopori SBA-15 yang dihasilkan selanjutnya dikarakterisasi menggunakan N_2 Adsorption/Desorption Analysis Nova Touch LX4, Small Angle X-Ray Diffraction (SAXRD) D8-Advance Eco, Scanning Electron Microscopy (SEM) Phenom Pro X dan Fourier Transform Infrared (FTIR) BRUKER Alpha II.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis Material Silika Mesopori SBA-15

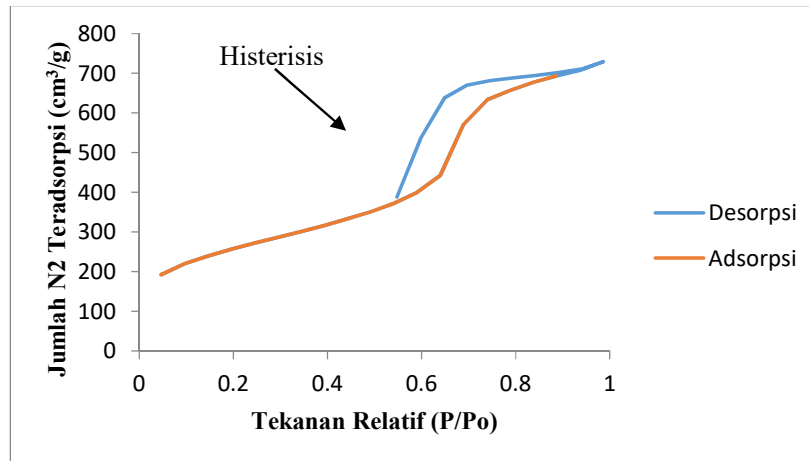
Pada tahap sintesis material silika mesopori SBA-15 digunakan Ultrasonic Assisted Sol-gel Method. Hasil sintesis material silika mesopori SBA-15 dari TEOS berupa serbuk berwarna putih sebesar 2,6 gram.

Karakterisasi Material Silika Mesopori SBA-15

N₂ Adsorption/Desorption Analysis

N₂ Adsorption/Desorption Analysis digunakan untuk menentukan luas permukaan diameter pori rata-rata, distribusi ukuran pori dan

volume pori total pada material padatan [10]. Hasil isoterm *N₂ Adsorption/Desorption Analysis* material silika mesopori SBA-15 dari TEOS yang disintesis pada penelitian ini dapat dilihat pada **Gambar 1** dan **Tabel 1**.



Gambar 1. Kurva isoterm *N₂ Adsorpsi/Desorpsi* Material Silika Mesopori SBA-15

Pada Gambar 1 menunjukkan bahwa kurva isoterm material silika mesopori SBA-15 merupakan jenis isoterm adsorpsi tipe IV yang memiliki loop histerisis dengan kisaran tekanan relatif (*P/P_o*) 0,54-0,84 yang menandakan

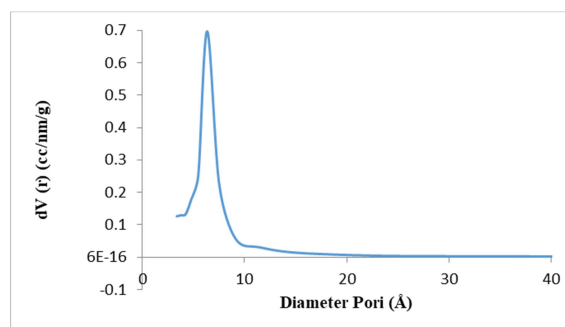
terbentuknya multilayer. Menurut IUPAC (1987) [11], isoterm adsorpsi yang menunjukkan tipe IV dengan histerisis tipe *H₁* yang menandakan bahwa material SBA-15 yang disintesis merupakan material mesopori.

Tabel 1. Perbandingan Luas Permukaan, Diameter Pori dan Volume Pori Material Silika Mesopori SBA-15 dari TEOS

Silika Mesopori	Luas Permukaan (m ² /g)	Diameter Pori (nm)	Volume Pori (cm ³ /g)	Refrensi
SBA-15 asam asetat	876	5,1	1,13	Subagyo, <i>et al.</i> , 2011
SBA-15	723	6,8	0,89	

Tabel 1 menunjukkan hasil analisa BET pada material silika mesopori SBA-15 menggunakan asam lemah (CH₃COOH) yang memiliki luas permukaan 876 m²/g, volume pori 1,13 cm³/g dan rata-rata diameter pori 5,1 nm.

Hasil yang didapatkan menunjukkan bahwa material SBA-15 yang dihasilkan memiliki karakteristik dari material silika mesopori SBA-15.



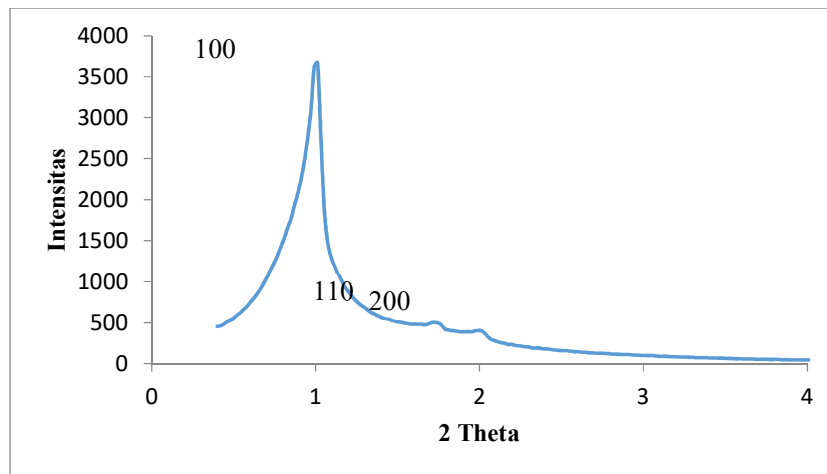
Gambar 2. Grafik Distribusi Pori Material Silika Mesopori SBA-15 dari TEOS

Gambar 2 menunjukkan bahwa distribusi pori material silika mesopori SBA-15 yang dihasilkan memiliki diameter pori yang relatif seragam atau tingkat homogenitas tinggi, dimana ditandai dengan adanya puncak runcing. Ukuran pori dari material SBA-15 yaitu sebesar 4,2-9,1 Å.

Small Angle X-Ray Diffraction

Hasil uji analisis SAXRD pada material silika mesopori SBA-15 menunjukkan 3 puncak

pada daerah 0-5° sudut 2θ. Ketiga puncak tersebut muncul pada sudut 1,11°; 1,74°; dan 2,1° 2θ (Tabel 2) dengan nilai indeks miller yang berurutan [100], [110], dan [200]. Tiga puncak tersebut menyatakan bahwa material SBA-15 yang terbentuk merupakan material SBA-15 dengan ciri khas dari struktur heksagonal p6mm dua dimensi. Difraktogram material SBA-15 dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Difraktogram Material Silika Mesopori SBA-15 dari TEOS

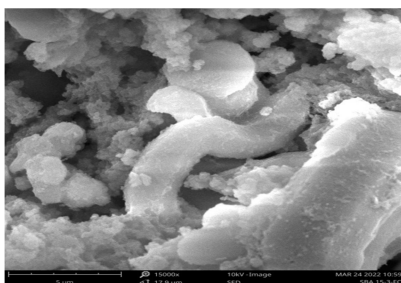
Tabel 2. Perbandingan Sudut 2θ Tiga Puncak Material Silika Mesopori SBA-15

Silika Mesopori	2θ			Referensi
	[100]	[110]	[200]	
SBA-15 asam asetat	1,1	1,74	2,1	Subagyono, <i>et al.</i> , 2011
SBA-15	0,95	1,6	1,9	

Scanning Electron Microscope

Analisis SEM bertujuan untuk mengetahui bentuk morfologi dari material yang disintesis. Hasil analisis SEM material SBA-15 yang disintesis pada penelitian ini dapat dilihat pada Gambar 4.

Hasil analisis SEM menunjukkan bahwa morfologi material SBA-15 yang disintesis berbentuk partikel agregat dengan struktur berbentuk silinder yang teratur pada partikelnya.



Gambar 4. Hasil Analisa SEM Material Silika Mesopori SBA-15

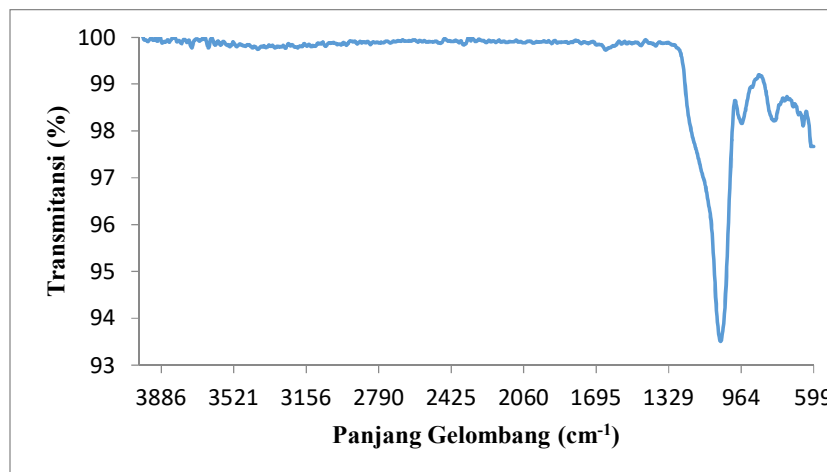
Fourier Transform Infrared

Analisis FTIR digunakan untuk mengidentifikasi dan menentukan jenis gugus fungsi suatu senyawa. Hasil analisis FTIR pada material SBA-15 dapat dilihat pada Gambar 5.

Berdasarkan hasil analisa FTIR pada material SBA-15 (Gambar 5) terdapat serapan panjang gelombang 3400 cm⁻¹ yang menunjukkan vibrasi fisik gugus silanol -OH dengan molekul air dan terdapat serapan panjang gelombang 1394 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya gugus -OH dari adsorpsi air. Kemudian, terdapat serapan pada panjang gelombang 961 cm⁻¹ yang

menunjukkan adanya gugus silanol ulur simetris (Si-OH). Selanjutnya, terdapat serapan panjang gelombang 798 cm^{-1} dan 1068 cm^{-1} yang

menunjukkan adanya gugus fungsi siloksan anti simetris dari gugus Si-O-Si dan gugus Si-O-Si ulur simetris.



Gambar 5. Spektrum FTIR Material Silika Mesopori SBA-15

KESIMPULAN

Sintesis dan karakterisasi material silika mesopori SBA-15 dengan *Ultrasonic Assisted Sol-gel Method* menggunakan pelarut asam asetat telah dilakukan. Hasil karakteristik fisik dan kimia pada material SBA-15 memiliki luas permukaan 876 m^2/g , volume pori 5,1 cm^3/g dan diameter pori 1,13 nm. Pola SAXRD menunjukkan 3 puncak khas dari material SBA-15 yaitu pada sudut $1,1^\circ$; $1,74^\circ$; dan $2,1^\circ$ 2θ dengan nilai indeks miller yang berurutan [100], [110] dan [200]. Hasil SEM menunjukan morfologi material SBA-15 memiliki bentuk partikel agregat dengan struktur berbentuk silinder yang teratur pada partikelnya. Spektrum IR material SBA-15 menunjukkan adanya gugus fungsi Si-O-Si (siloksan), Si-OH (silanol) dan –OH (gugus hidroksil).

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan Terima Kasih kepada Kementerian Pendidikan, Kebudayaan, Riset dan Teknologi melalui Hibah *World Class Research* (Contract Number: 585/UN17.L1/PG/2021) untuk pelaksanaan penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Ulfa, M. (2017). Karbon Mesopori dalam Dunia Global. *Jurnal Kimia dan Pendidikan Kimia*, 2(1).
- [2] Precelia, S. C., dkk. (2018). Sintesis Silika Mesopori Tersulfonasi dari Abu Daun Bambu Petung (*Dendrocalamus asper*). *Jurnal Atomik*. 3(1): 61-67.
- [3] Oliveira, D. M., & Andrada, A. S. (2019). Synthesis of Ordered Mesoporous Silica MCM-41 with Controlled Morphology for Potential Application in Controlled Drug Delivery Systems. *Ceramica*, 65, 170-179.
- [4] Subagyono, R.R Dirgarini J. N., Zhijian Liang, Gregory P. Knowles, Alan L. Chaffee. (2011). Amine Modified Mesocellular Siliceous Foam (MCF) as a Sorbent for CO_2 . *Chemical Engineering Research & Design*. Vol 89, Issue 9, pp. 1647-1657.
- [5] Zhao, D., Sun, J., Li, Q., and Stucky, G. D. (2000). *Morphologic Control of Highly Ordered Mesoporous Silica SBA-15*. Department of Chemistry. Fudan University. Shanghai. People's Republic of China and Department of Chemistry. University of California. Santa Barbara. 93106 t.12. 275-279.
- [6] Puspito, M. M dan Rahman, S. N. (2013). *Prarancangan Pabrik Etil Silikat-40 dari Etanol dan Silikon Tetraklorida dengan Kapasitas 50.000 ton/tahun*. Skripsi. Yogyakarta: Universitas Gadjah Mada, Program Sarjana.
- [7] Zhao, D., Huo, Q., Feng, J., Chmelka, B. F., Stucky, G. D. (1998). Nonionic Triblock and Star Diblock Copolymer and Oligomeric Surfactant Synthesis of Highly Ordered, Hydrothermally Stable, Mesoporous Silica Structures. *Journal of The American Chemical Society* 120, 6024-6036.

- [8] Sekarsari, S., Widarta, I.W.R., dan Jambe, A.A.G.N.A. (2019). Pengaruh Suhu dan Waktu Ekstraksi dengan Gelombang Ultrasonik Terhadap Aktivitas Antioksidan Ekstrak Daun Jambu Biji (*Psidium guajava* L.). *Jurnal Ilmu dan Teknologi Pangan*, 8(3), 267-277.
- [9] Hardoyo., Tjahjono, Agus Eko., Hartono., dan Musa. (2007). Kondisi Optimum Fermentasi Asam Asetat Menggunakan *Acetobacter aceti* B166. *Jurnal Sains MIPA*, 13(1). 17-20.
- [10] Ulfa, Maria. (2016). Karakterisasi SAXRD, Adsorpsi-Desorpsi N₂ dan TEM pada Karbon Mesopori dari Gelatin Tulang Sapi. *Jurnal Kimia Riset*, 1(2).
- [11] IUPAC. (1987). *Pure Appl. Chem.* 87. 603.