

BAB IV

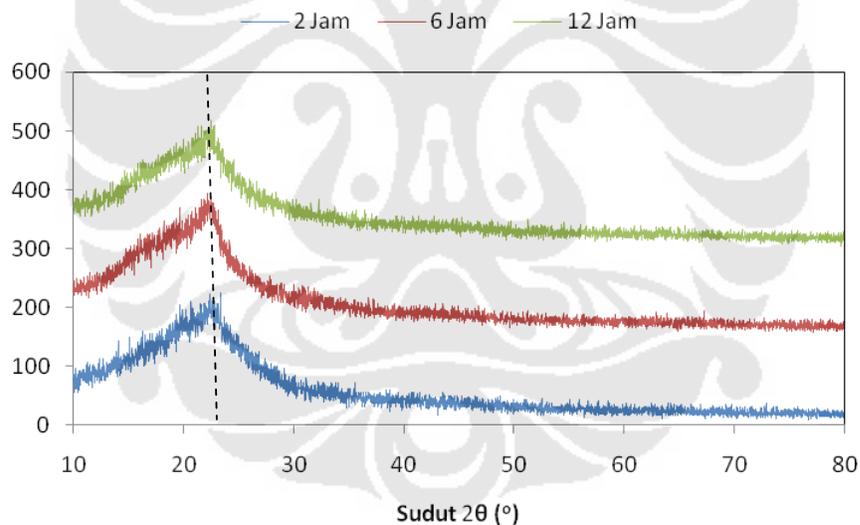
HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

4.1 HASIL PENGUJIAN *X-RAY DIFFRACTION* (XRD)

Pengujian struktur kristal SBA-15 dilakukan dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* dan hasil yang di dapat dari pengujian ini berupa puncak utama pada material SBA-15 seperti yang ditunjukkan oleh Gambar 4.1 sampai 4.7.

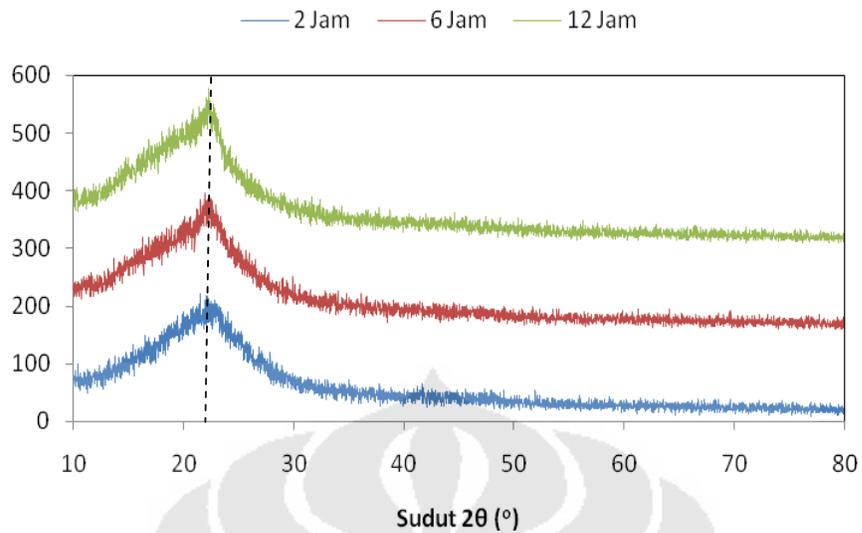
4.1.1 Hasil Pengujian XRD Pada Konsentrasi Hidrogen Klorida (HCl) 0.5, 1, 2 dan 4 M.

Gambar 4.1 adalah hasil pengujian XRD dengan konsentrasi hidrogen klorida (HCl) 0.5 M di bawah kondisi hidrotermal selama 2, 6 dan 12 jam.



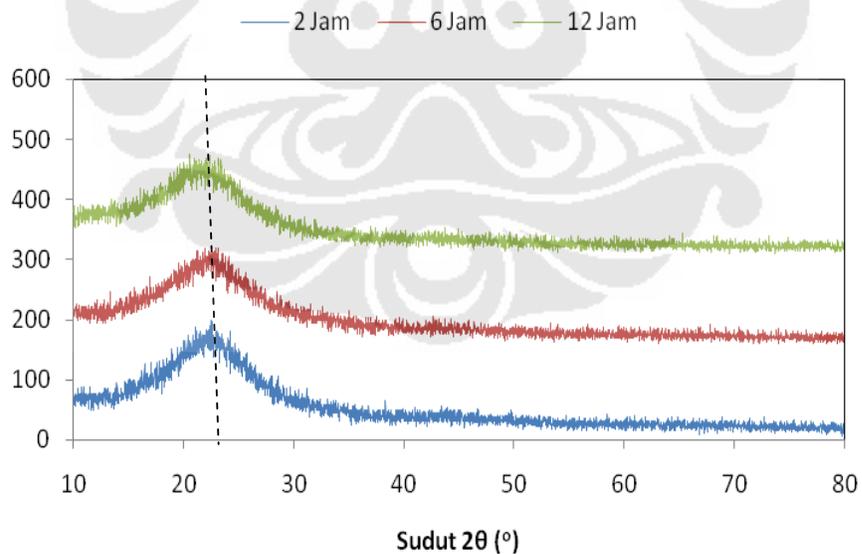
Gambar 4.1 Hasil XRD sampel dengan konsentrasi HCl 0.5 M pada hidrotermal selama 2, 6 dan 12 jam.

Sedangkan Gambar 4.2 adalah hasil pengujian XRD dengan konsentrasi hidrogen klorida (HCl) 1 M di bawah kondisi hidrotermal selama 2, 6 dan 12 jam.



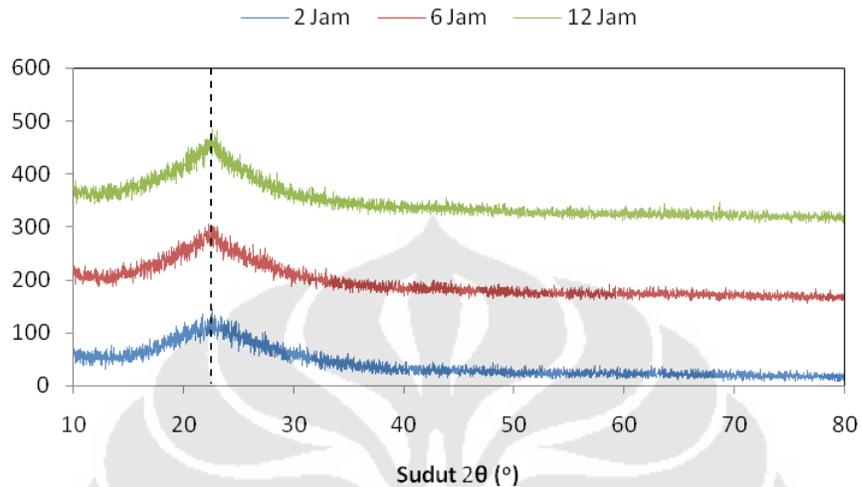
Gambar 4.2 Hasil XRD sampel dengan konsentrasi HCl 1 M pada hidrotermal selama 2, 6 dan 12 jam.

Hasil pengujian XRD dengan konsentrasi hidrogen klorida (HCl) 2 M di bawah kondisi hidrotermal selama 2, 6 dan 12 jam seperti yang diperlihatkan pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Hasil XRD sampel dengan konsentrasi HCl 2 M pada hidrotermal selama 2, 6 dan 12 jam.

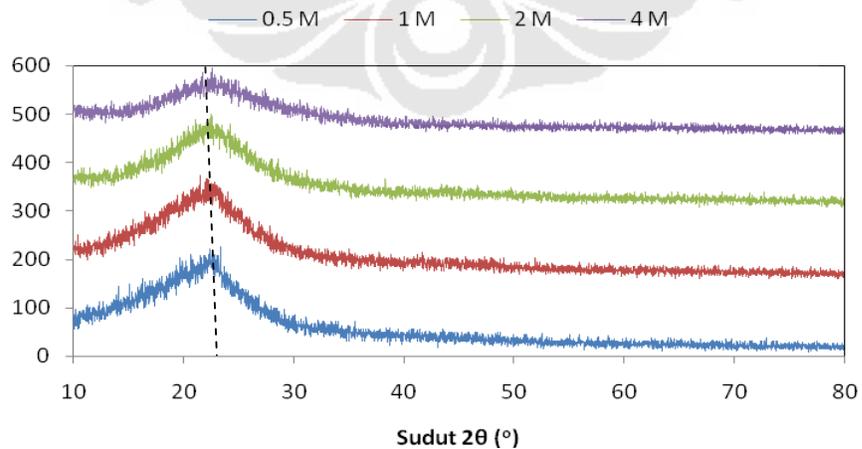
Hasil pengujian XRD dengan konsentrasi hidrogen klorida (HCl) 4 M di bawah kondisi hidrotermal selama 2, 6 dan 12 jam seperti yang diperlihatkan pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Hasil XRD sampel dengan konsentrasi HCl 4 M pada hidrotermal selama 2, 6 dan 12 jam.

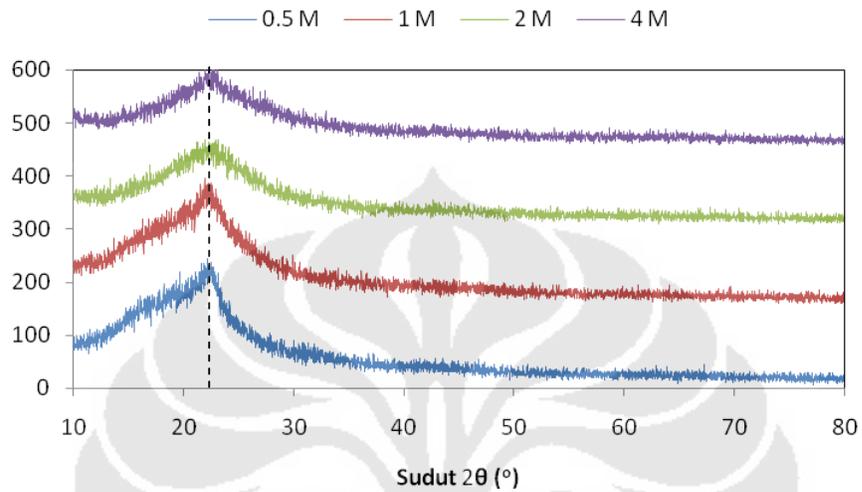
4.1.2 Hasil Pengujian XRD Pada Perlakuan Hidrotermal Selama 2, 6 dan 12 jam.

Gambar 4.5 adalah hasil pengujian XRD dengan perlakuan hidrotermal selama 2 jam pada konsentrasi HCl 0.5, 1, 2 dan 4 M.



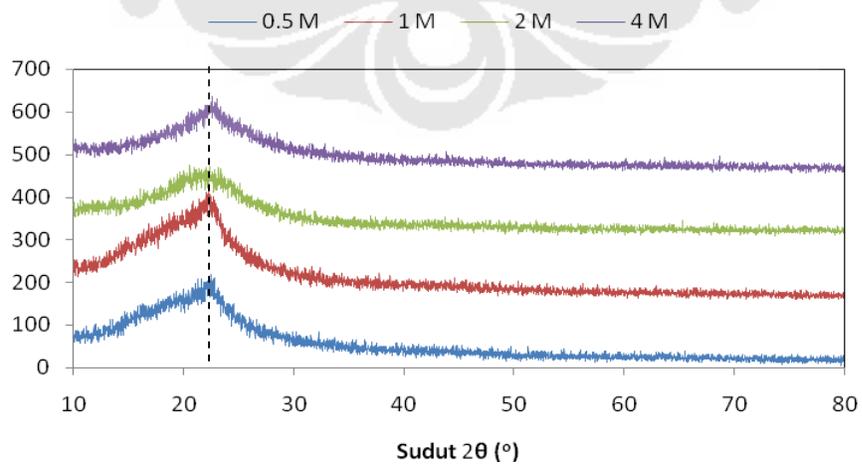
Gambar 4.5 Hasil XRD sampel dengan perlakuan hidrotermal selama 2 jam pada konsentrasi HCl 0.5, 1, 2 dan 4 M.

Sedangkan Gambar 4.6 adalah hasil pengujian XRD dengan perlakuan hidrotermal selama 6 jam pada konsentrasi HCl 0.5, 1, 2 dan 4 M.



Gambar 4.6 Hasil XRD sampel dengan perlakuan hidrotermal selama 6 jam pada konsentrasi HCl 0.5, 1, 2 dan 4 M.

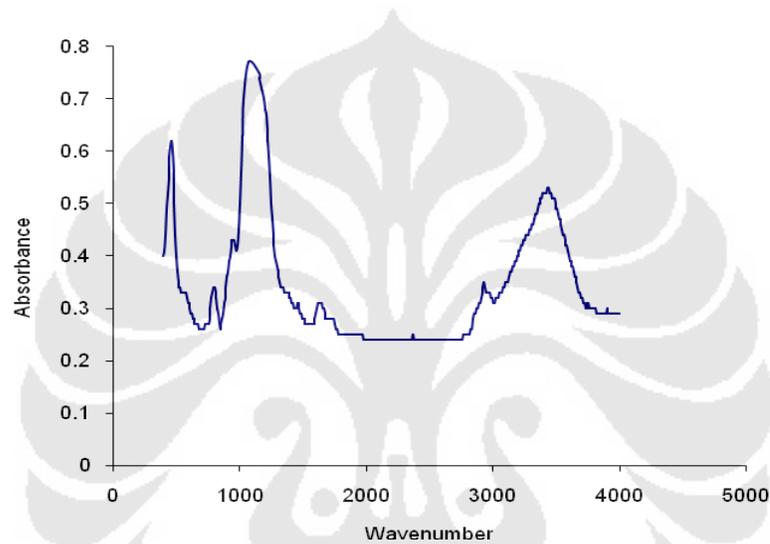
Kelompok data terakhir adalah hasil pengujian XRD dengan perlakuan hidrotermal selama 12 jam pada konsentrasi HCl 0.5, 1, 2 dan 4 M seperti yang diperlihatkan pada Gambar 4.7.



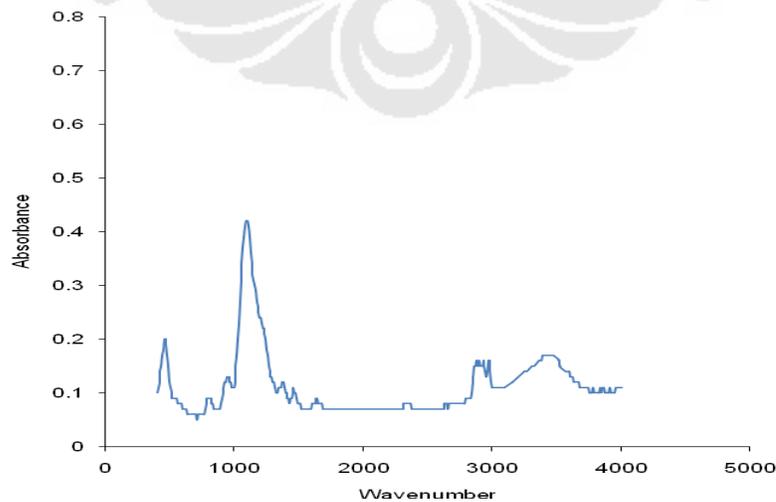
Gambar 4.7 Hasil XRD sampel dengan perlakuan hidrotermal selama 12 jam pada konsentrasi HCl 0.5, 1, 2 dan 4 M.

4.2 HASIL PENGUJIAN *FOURIER TRANSFORM INFRA RED (FTIR)*

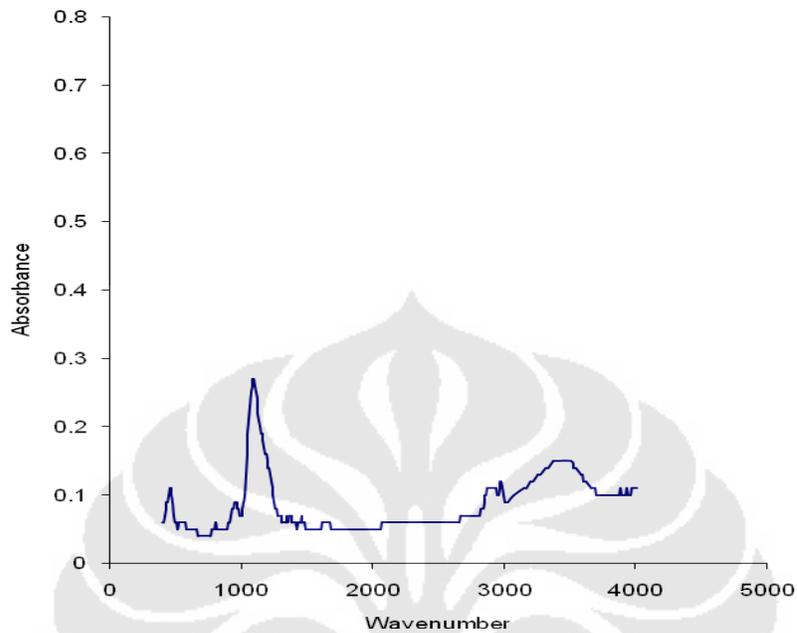
Pengujian FTIR hanya dilakukan pada 3 sampel, yaitu pada sampel dengan konsentrasi HCl 0.5 M di bawah kondisi hidrotermal 2 dan 12 jam serta pada konsentrasi HCl 4 M di bawah kondisi hidrotermal selama 12 jam seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.8, 4.9 dan 4.10.



Gambar 4.8 Hasil pengujian FTIR pada konsentrasi HCl 4 M dengan hidrotermal selama 12 jam.



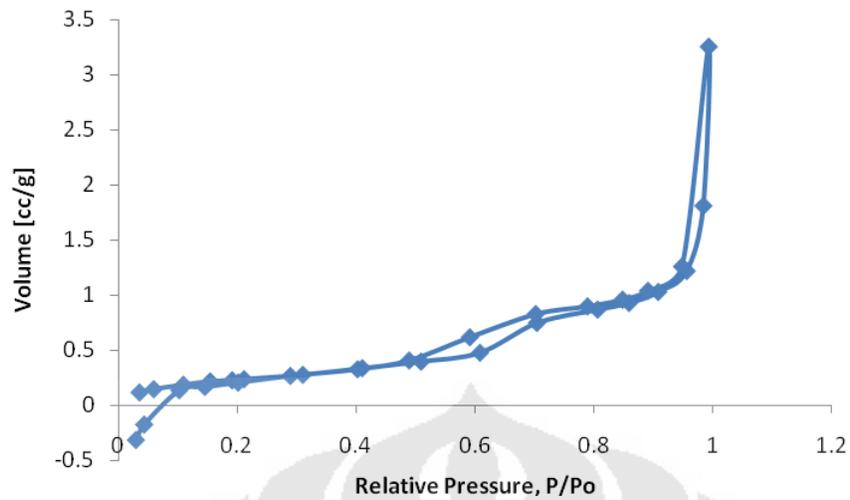
Gambar 4.9 Hasil pengujian FTIR pada konsentrasi HCl 0.5 M dengan hidrotermal selama 12 jam.



Gambar 4.10 Hasil pengujian FTIR pada konsentrasi HCl 0.5 M dengan hidrotermal selama 2 jam.

4.3 HASIL PENGUJIAN *BRUNAUER, EMMET, TELLER* (BET)

Gambar 4.11. menunjukkan kurva adsorpsi-desorpsi sampel SBA-15 yang telah disintesis. Pada kurva tersebut dapat dilihat bahwa sampel mesopori SBA-15 dalam penelitian ini adalah tipe adsorpsi-desorpsi H1 yang mencirikan material mesopori. Selain itu, hasil pengujian BET menunjukkan luas permukaan sampel $700 \text{ m}^2/\text{gr}$ dan diameter pori sebesar 12 nm seperti yang ada pada lampiran. Hal tersebut sesuai dengan literatur yang menunjukkan karakteristik dari material mesopori. Hasil pengujian BET tersebut mengindikasikan bahwa material mesopori tersebut telah berhasil disintesis.

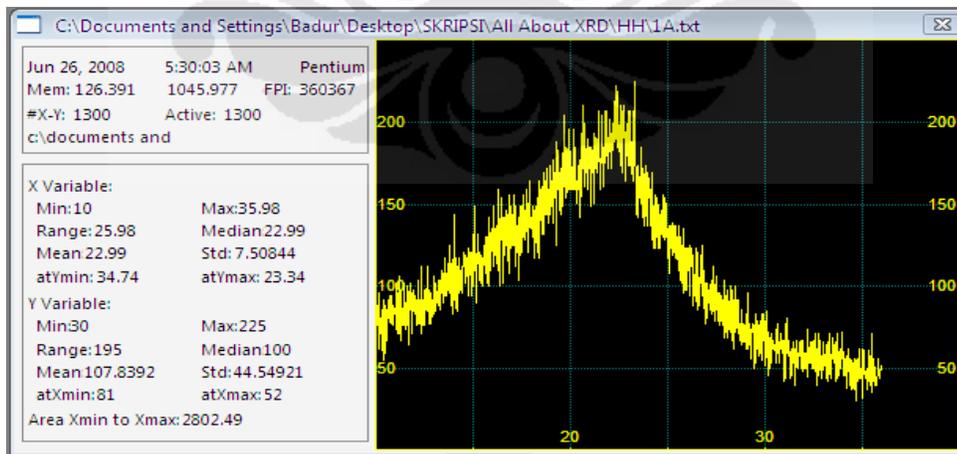


Gambar 4.11. Kurva adsorpsi-desorpsi sampel mesopori SBA-15.

4.4 PENGOLAHAN DATA XRD

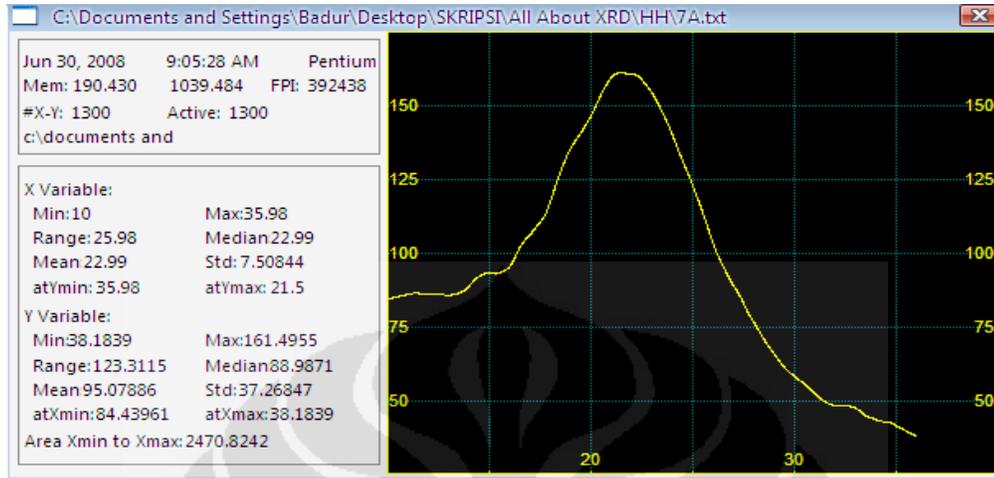
Untuk mendapatkan data dari grafik hasil XRD diatas digunakan software PeakFit dengan tahapan penggunaan seperti dibawah ini :

1. Memasukkan data (format txt) yang didapat dari grafik ke dalam software PeakFit dan akan dihasilkan grafik seperti Gambar 4.12.



Gambar 4.12 Grafik yang dihasilkan pada software PeakFit.

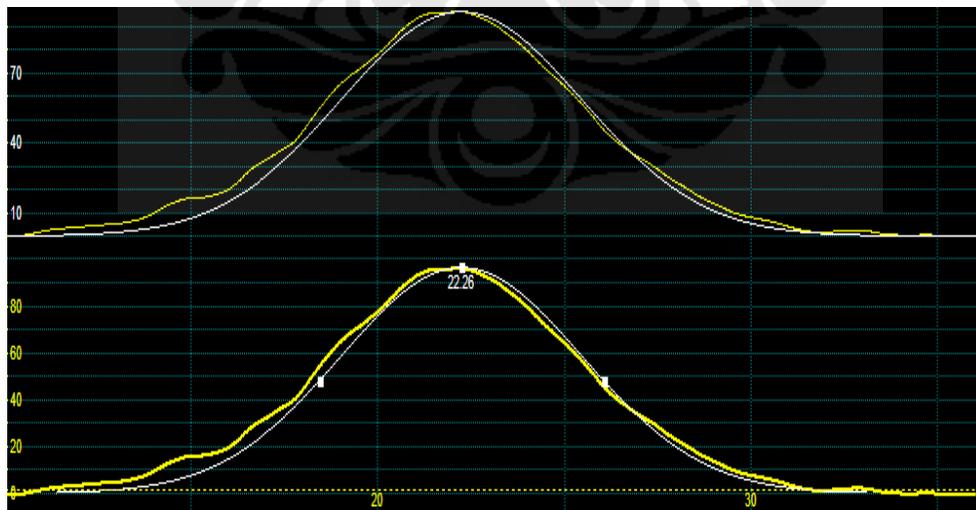
2. Melakukan *smoothing* pada grafik dan hasilnya seperti yang terlihat pada Gambar 4.13



Gambar 4.13 Hasil *smoothing* dari grafik.

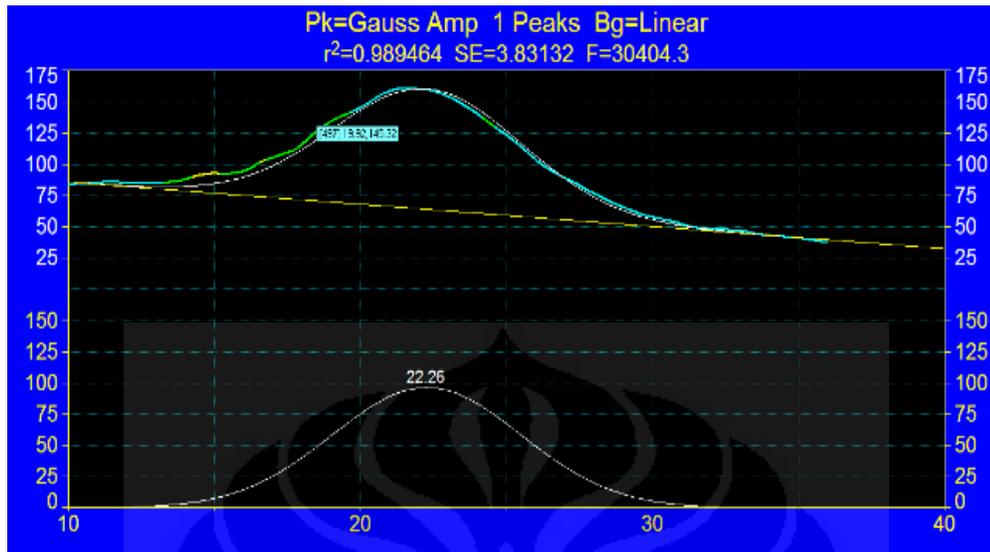
3. Menentukan FWHM

FWHM merupakan parameter yang biasa digunakan untuk menghitung lebar bukit dari sebuah kurva dengan cara menentukan jarak antar 2 titik yang telah memiliki nilai setengah dari nilai maksimal kurva seperti pada Gambar 4.14 dibawah ini.



Gambar 4.14 Hasil penentuan FWHM.

4. Review grafik



Gambar 4.15 Grafik hasil review.

5. Data yang dihasilkan

Fitted Parameters			
r ²	Coef Det	DF Adj	r ²
0.98499764		0.98493967	
Fit Std Err	F-value		
5.27948526	21256.1894		
Peak	Type	a ₀	a ₁
1	Gauss Amp	110.415971	21.5033881
B	Linear Bg	101.187126	-1.4705286
Measured Values			
Peak	Type	Amplitude	Center
1	Gauss Amp	110.415971	21.5033881
FWHM	Asym50	FW Base	Asym10
8.95684997	1.00000000	17.9290003	1.00000000
Peak	Type	Anlytc Area	% Area
1	Gauss Amp	1052.73583	100.000000
Int Area	% Area	Centroid	Moment2
1051.34984	100.000000	21.5179881	14.2711567
Total		1052.73583	100.000000
Total		1051.34984	100.000000
Parameter Statistics			
Peak 1	Gauss Amp		
Parm	Value	Std Error	t-value
Amp	110.415971	0.42800814	257.976335
Ctr	21.5033881	0.01659179	1296.02605
Wid	3.80362397	0.02101157	181.025179
Baseline	Linear Bg		
Parm	Value	Std Error	t-value
a ₀	101.187126	0.73394475	137.867498
a ₁	-1.4705286	0.02447082	-60.093156
Analysis of Variance			
r ²	Coef Det	DF Adj	r ²
0.98499764		0.98493967	
Fit Std Err	F		
5.27948526	21256.189		
Source	Sum of Squares	DF	Mean Square
Regr	2369892.1	4	592473.01
Error	36095.489	1295	27.872965
Total	2405987.5	1299	

Gambar 4.16 Data yang dihasilkan software PeakFit.

Nilai FWHM yang dihasilkan dapat digunakan untuk menghitung nilai broadening (pelebaran), yaitu dengan mengubah nilai FWHM ke dalam radian. Sedangkan untuk mengetahui sudut dimana titik puncak berada dapat langsung dilihat pada grafik di PeakFit.

Data-data tersebut kemudian digunakan untuk menghitung ukuran kristal dengan memasukkannya pada persamaan Scherrer seperti yang ada pada dibawah ini :

$$t = \frac{0.89 \lambda}{B \cos\theta} \quad (4.1)$$

Dengan :

- t = besar kristal
- λ = panjang gelombang sinar-X
- B = nilai Broadening (FWHM dalam radian)
- θ = sudut Bragg

Ukuran kristal setiap sampel yang telah dihitung dapat dilihat pada Tabel 4.1.

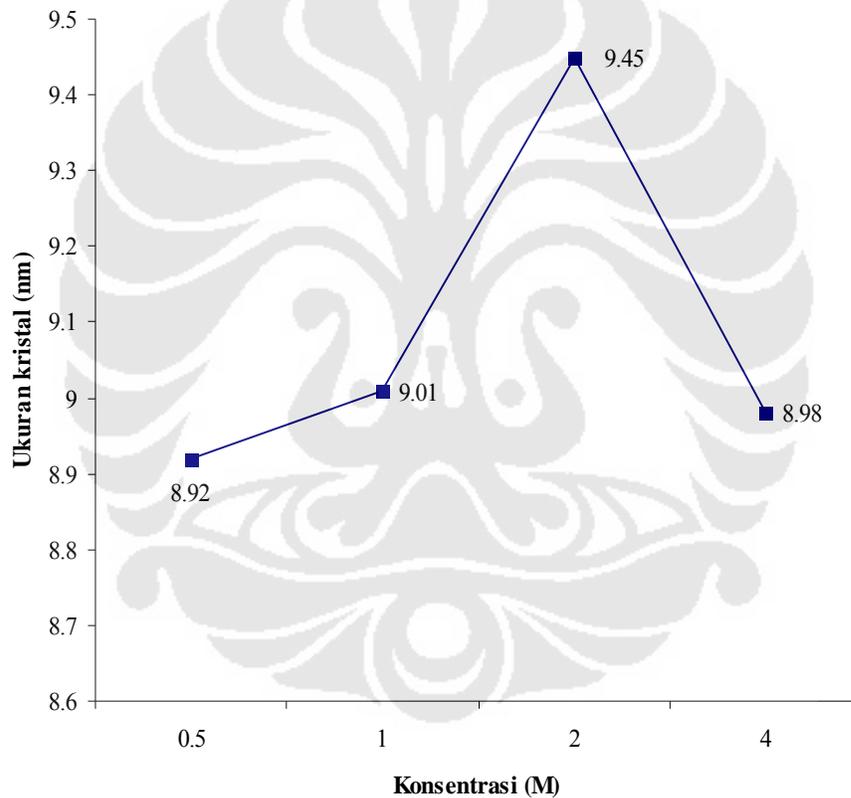
Tabel 4.1 Ukuran kristal.

Sampel	Waktu hidrotermal	Konsentrasi HCl			
		0,5 M	1 M	2 M	4 M
1	2 jam	8.92	9.01	9.45	8.98
2	6 jam	9.16	8.97	9.40	9.31
3	12 jam	9.44	9.42	9.96	10.20

4.5 PEMBAHASAN

4.5.1 Pengaruh Konsentrasi Hidrogen Klorida (HCl)

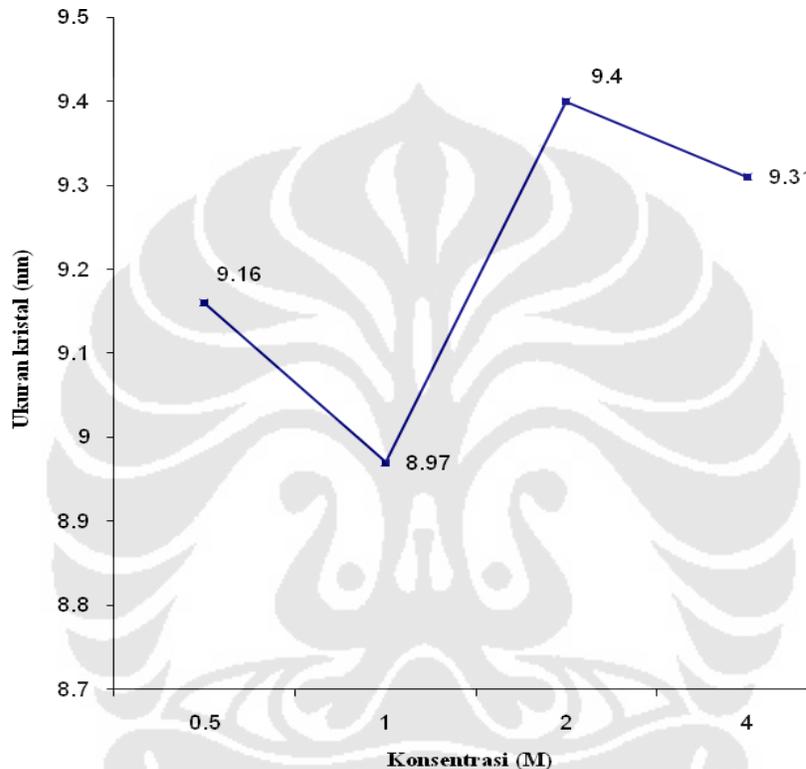
Hidrogen klorida (HCl) merupakan katalis asam yang digunakan dalam penelitian ini dan memiliki konsentrasi yang bervariasi, yaitu 0.5, 1, 2 dan 4 M. Perbedaan konsentrasi ini dimaksudkan untuk melihat pengaruhnya terhadap ukuran kristal dari SBA-15 dengan perlakuan hidrotermal selama 2, 6 dan 12 jam. Grafik pengaruh konsentrasi terhadap ukuran kristal SBA-15 dapat dilihat pada Gambar 4.17, 4.18 dan 4.19.



Gambar 4.17 Pengaruh konsentrasi HCl terhadap ukuran kristal pada hidrotermal selama 2 jam.

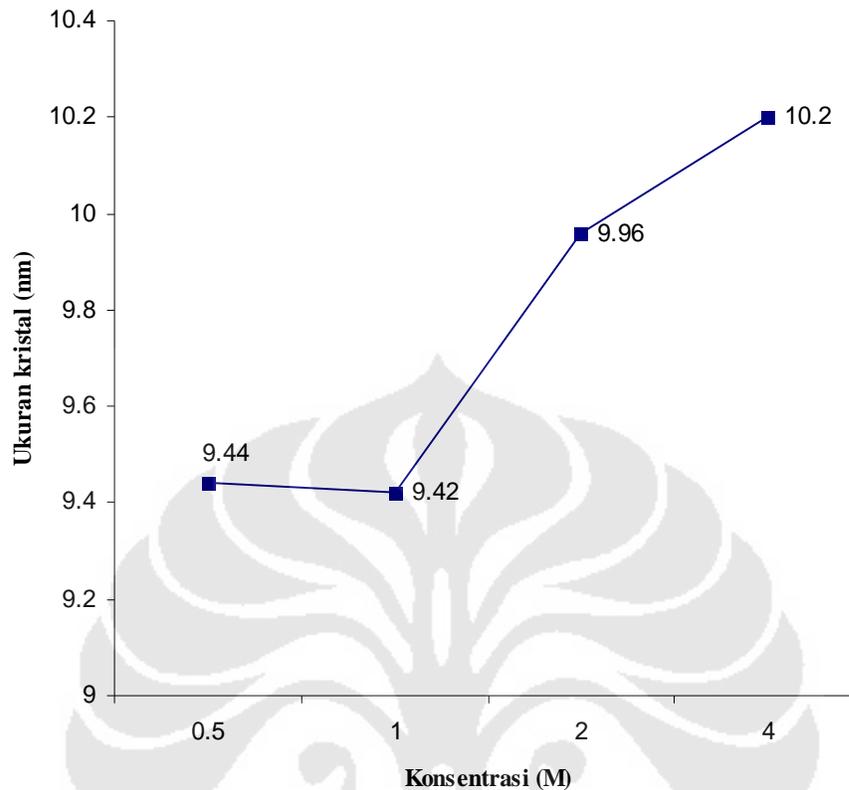
Gambar 4.17 memperlihatkan pengaruh konsentrasi HCl terhadap ukuran kristal pada kondisi hidrotermal selama 2 jam. Dari grafik tersebut dapat diketahui bahwa dengan adanya peningkatan konsentrasi HCl maka ukuran kristal juga akan meningkat, seperti yang terjadi pada peningkatan konsentrasi dari 0.5 M menjadi

1 M. Ukuran kristalnya meningkat dari 8.92 nm menjadi 9.01 nm dan akan terus meningkat menjadi 9.45 nm jika konsentrasi dinaikan menjadi 2 M. Akan tetapi peningkatan ukuran kristal ini tidak diikuti oleh konsentrasi 4 M, ukuran kristalnya mengalami penurunan jika dibandingkan dengan konsentrasi 2 M. Penurunan tersebut terjadi dari 9.45 nm menjadi 8.98 nm.



Gambar 4.18 Pengaruh konsentrasi HCl terhadap ukuran kristal pada hidrotermal selama 6 jam.

Gambar 4.18 adalah grafik besar kristal pada material SBA-15 sebagai hasil variasi konsentrasi HCl di bawah kondisi hidrotermal selama 6 jam. Pada proses hidrotermal selama 6 jam tidak terjadi peningkatan seperti yang diperlihatkan pada proses hidrotermal selama 2 jam. Konsentrasi yang meningkat dari 0.5 M menjadi 1 M dan dari 2 M menjadi 4 M menyebabkan terjadinya penurunan ukuran kristal dari 9.16 nm menjadi 8.97 nm dan dari 9.4 menjadi 9.31 nm. Peningkatan ukuran kristal hanya terjadi pada peningkatan konsentrasi dari 1 M menjadi 2 M.

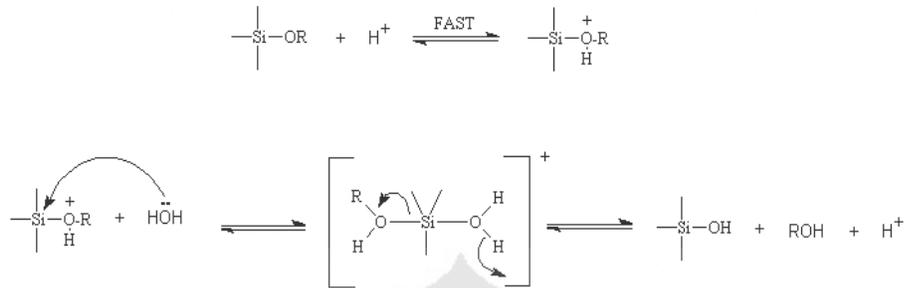


Gambar 4.19 Pengaruh konsentrasi HCl terhadap ukuran kristal pada hidrotermal selama 12 jam.

Gambar 4.19 menunjukkan grafik pengaruh konsentrasi HCl terhadap besar kristal dibawah kondisi hidrotermal selama 12 jam. Dari grafik tersebut dapat diketahui bahwa peningkatan konsentrasi dari 1 M menjadi 4 M selalu diikuti dengan peningkatan ukuran kristal kecuali pada peningkatan dari 0.5 M menjadi 1 M, ukuran kristal mengalami sedikit penurunan dari 9.44 nm menjadi 9.42 nm. Ukuran kristal terbesar diperlihatkan oleh konsentrasi 4 M, yaitu 10.2 nm.

Hasil penelitian ini memperlihatkan bahwa dengan peningkatan konsentrasi HCl maka akan menyebabkan ukuran kristal meningkat. Akan tetapi ada beberapa penyimpangan yang terjadi pada data yang dihasilkan. Penyimpangan tersebut berupa penurunan ukuran kristal walaupun konsentrasi ditingkatkan. Jika ditinjau dari proses sol-gel, terutama pada tahap hidrolisis, HCl

berfungsi sebagai katalis yang akan membuat reaksi menjadi lebih cepat. Reaksi yang terjadi terlihat pada Gambar 4.20 dibawah ini.



Gambar 4.20 Hidrolisis dengan katalis HCl.^[32]

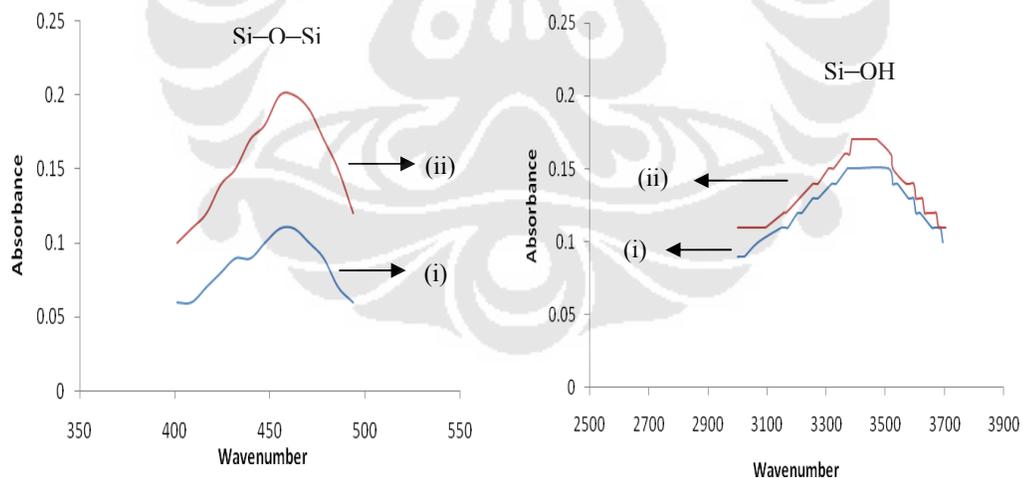
Reaksi yang terjadi pada hidrolisis adalah reaksi penggantian gugus organik (-OR) dengan gugus fungsi hidroksil (-OH) melalui serangan nukleofilik dari oksigen yang terkandung di dalam air sehingga gugus -OH menempel pada silikon membentuk *silanol* (Si-OH) yang bersifat amorf. Dalam penelitian ini digunakan TEOS Si(OC₂H₅)₄, jadi gugus organiknya adalah OC₂H₅ sehingga reaksi kondensasi dari grup yang reaktif akan menghasilkan ikatan *siloxene* (Si-O-Si) dimana atom H akan putus dan diganti dengan atom silikon seperti yang terlihat pada Gambar 4.21.



Gambar 4.21 Serangan nukleofilik untuk membentuk ikatan *siloxene*.^[33]

Reaksi hidrolisis akan terjadi terus menerus sampai semua gugus organik tergantikan oleh gugus hidroksil dan dalam pembentukan ini konsentrasi HCl sangat berpengaruh terhadap kecepatan reaksi disebabkan oleh ion H⁺ yang dihasilkan HCl. Pada penelitian ini peningkatan konsentrasi dari 0.5 M menjadi 2 M menunjukkan pengaruh dalam peningkatan ukuran kristal. Hal ini dikarenakan semakin tinggi konsentrasi HCl maka ion H⁺ akan semakin banyak dan reaksi akan berjalan semakin cepat sampai pembentukan Si-OH yang terjadi

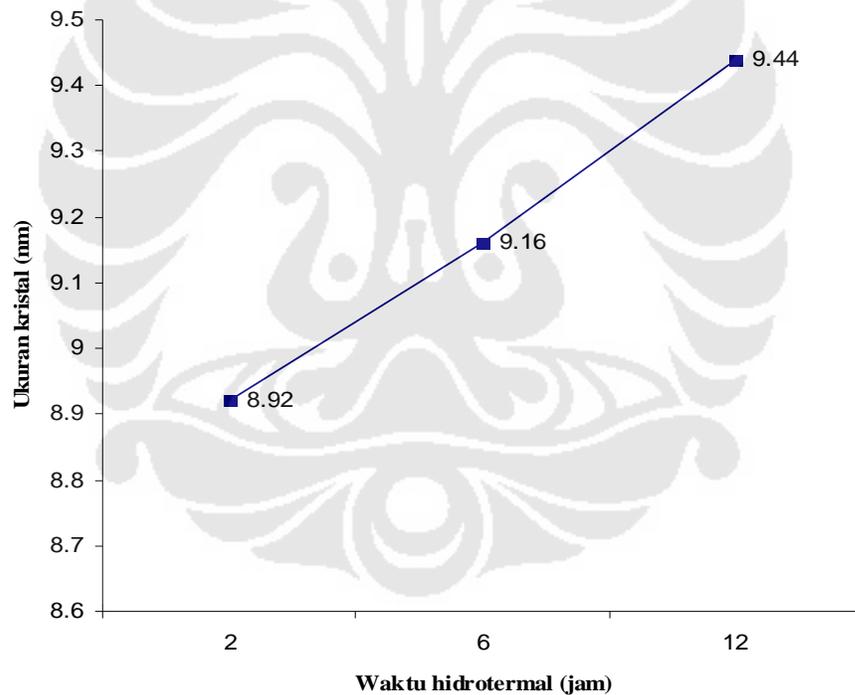
mencapai titik optimum kemudian diikuti reaksi pembentukan Si–O–Si (bersifat kristalin). Akan tetapi pada peningkatan konsentrasi menjadi 4 M pada hidrotermal selama 2 jam dan 6 jam terjadi penurunan ukuran kristal. Hal ini mungkin disebabkan adanya uap air yang terkontaminasi pada sampel. Uap air tersebut membentuk ikatan Si–OH yang mana ikatan ini bersifat amorf, sehingga tingkat kristalinitas menurun. Sedangkan pada hidrotermal selama 12 jam ukuran kristal konsentrasi 4 M mengalami peningkatan yang cukup signifikan. Untuk mengetahui apakah peningkatan kristalinitas ini benar terjadi maka dibutuhkan data pendukung, yaitu grafik hasil pengujian FTIR yang bertujuan untuk membandingkan intensitas ikatan Si–O–Si dengan Si–OH yang terjadi pada sampel dengan konsentrasi 0.5 dan 4 M di bawah kondisi hidrotermal selama 2 jam dan 12 jam. Grafik tersebut ditampilkan pada Gambar 4.22 di bawah ini. Dari hasil pengujian FTIR dapat dilihat bahwa memang telah terjadi peningkatan intensitas ikatan Si–O–Si pada konsentrasi 4 M dengan hidrotermal selama 12 jam.



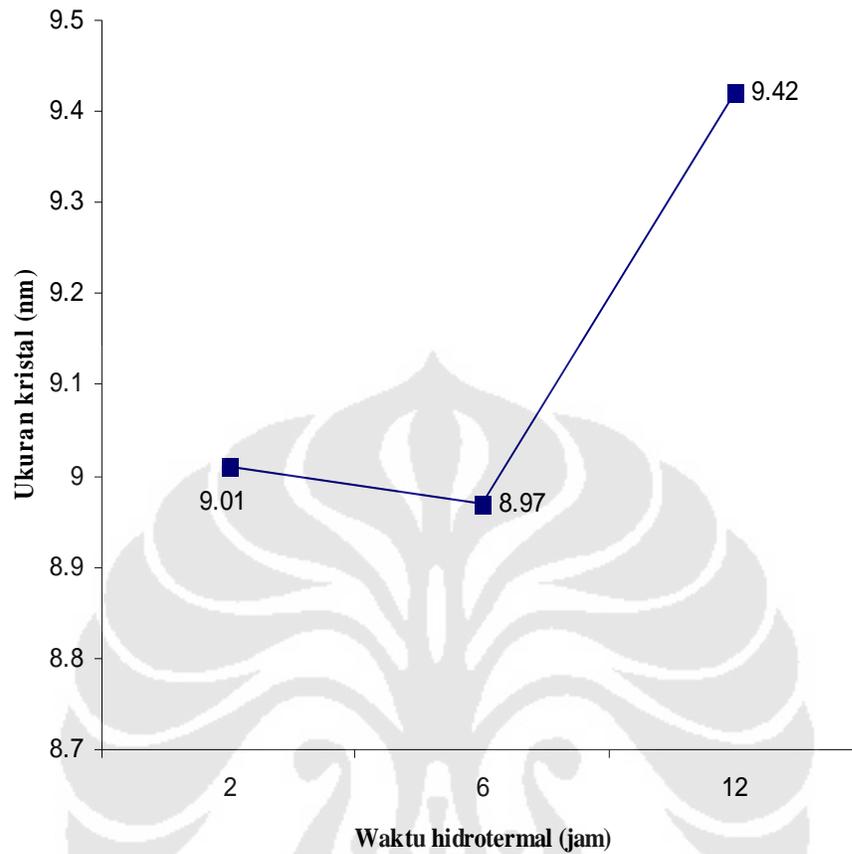
Gambar 4.22 Perbandingan intensitas Si–O–Si dan Si–OH hasil pengujian FTIR dengan konsentrasi HCl 0.5 M (i) dan 4 M (ii).

4.5.2 Pengaruh Waktu Hidrotermal

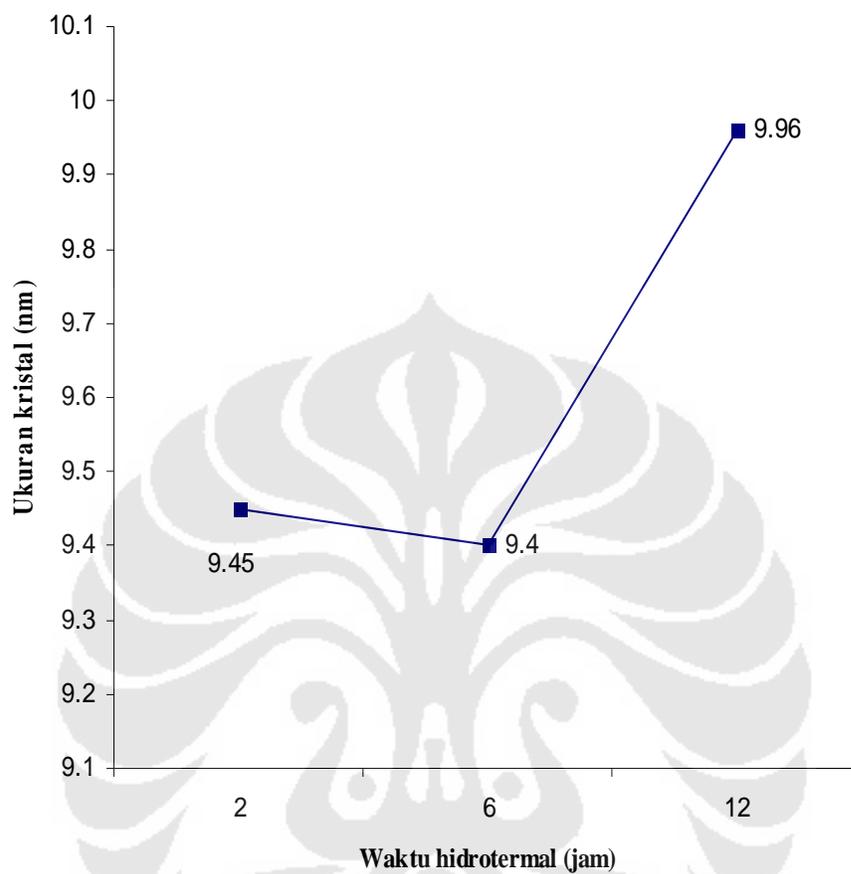
Proses yang terjadi pada saat hidrotermal adalah pemutusan ikatan Si–OH oleh uap air untuk kemudian membentuk ikatan Si–O–Si yang fleksibel^[34]. Ikatan Si–O–Si fleksibel yang terbentuk kemudian menyusun ulang dan berdensifikasi membentuk ikatan SiO₂ yang kristalin. Proses tersebut akan terus terjadi selama uap air masih dihasilkan yang berarti proses hidrotermal terus dilakukan dan hal ini berhubungan dengan berapa lamanya waktu proses yang dilakukan. Waktu proses inilah yang digunakan untuk melihat pengaruhnya terhadap tingkat kristalinitas SBA-15 dan dibedakan menjadi 2, 6 dan 12 jam pada temperatur 100°C dengan konsentrasi HCl 0.5, 1, 2 dan 4 M. Pengaruh waktu hidrotermal dapat dilihat pada Gambar 4.23, 4.24, 4.25 dan 4.26.



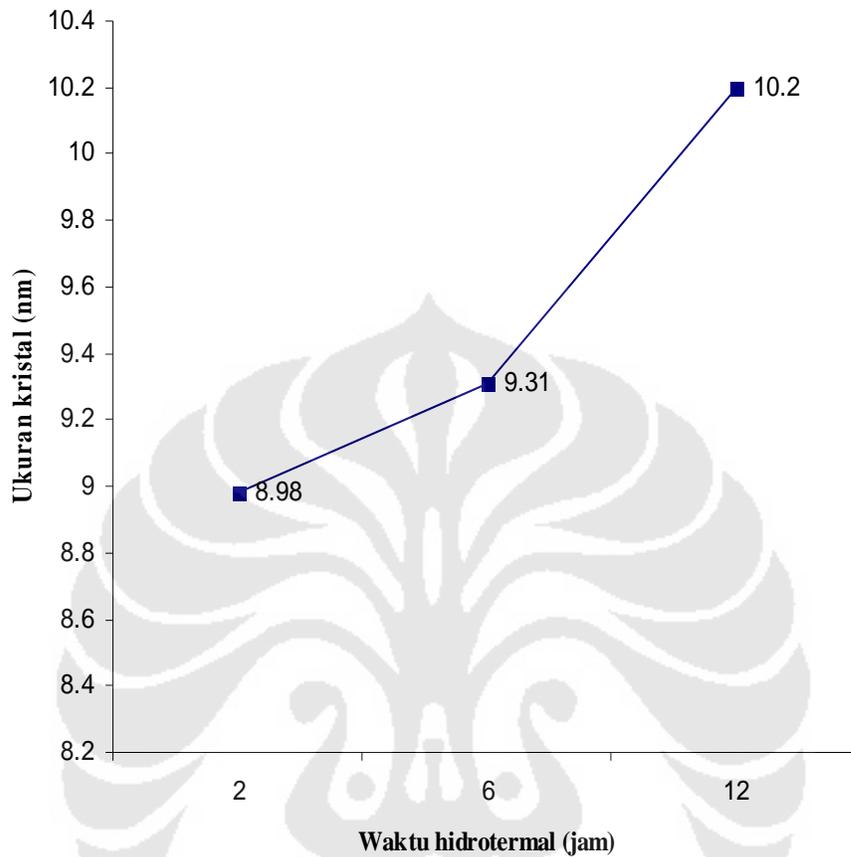
Gambar 4.23 Pengaruh waktu hidrotermal terhadap ukuran butir pada konsentrasi HCl 0.5 M pada temperatur 100°C.



Gambar 4.24 Pengaruh waktu hidrotermal terhadap ukuran butir pada konsentrasi HCl 1 M pada temperatur 100°C.



Gambar 4.25 Pengaruh waktu hidrotermal terhadap ukuran butir pada konsentrasi HCl 2 M pada temperatur 100°C.



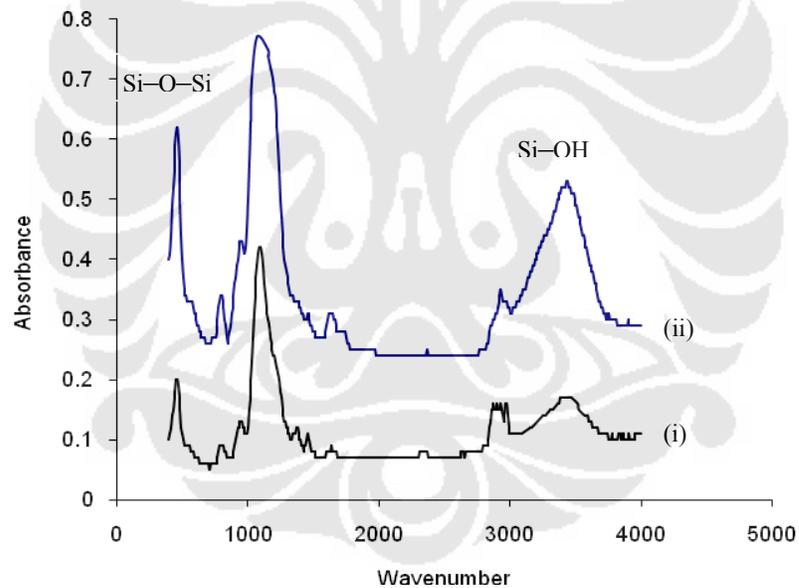
Gambar 4.26 Pengaruh waktu hidrotermal terhadap ukuran butir pada konsentrasi HCl 4 M pada temperatur 100°C.

Dari grafik yang ditampilkan diatas dapat dilihat bahwa dengan meningkatnya waktu hidrotermal maka ukuran kristal dari SBA-15 juga meningkat. Peningkatan ukuran kristal paling ekstrem diperlihatkan pada sampel dengan konsentrasi 2 M dimana peningkatan yang terjadi dari ukuran kristal 9.45 nm (2 jam) menjadi 9.96 nm(12 jam). Sedangkan untuk ukuran kristal paling besar dihasilkan pada sampel dengan konsentrasi 4 M dengan waktu hidrotermal 12 jam, yaitu sebesar 10.2 nm.

Ukuran kristal yang dihasilkan pada proses hidrotermal selama 12 jam selalu bernilai paling besar. Hal ini menunjukkan bahwa pada kondisi ini telah terjadi peningkatan pembentukan Si–O–Si yang disebabkan semakin banyaknya

ikatan Si-OH^[30] yang terputus oleh uap air sehingga material SBA-15 menjadi semakin kristalin. Sedangkan pada proses hidrotermal selama 6 jam menunjukkan peningkatan kristalinitas yang tidak begitu tinggi bahkan menurun pada sampel dengan konsentrasi 1 dan 2 M. Hal ini dimungkinkan oleh durasi waktu yang belum cukup untuk proses pemutusan Si-OH dan pembentukan Si-O-Si.

Perbandingan ikatan Si-O-Si dengan Si-OH yang terjadi proses hidrotermal selama 2 jam dengan hidrotermal selama 12 jam dapat dilihat pada hasil FTIR pada Gambar 4.27. Dengan meningkatnya waktu hidrotermal akan meningkatkan intensitas ikatan Si-O-Si yang terjadi dan menurunkan intensitas ikatan Si-OH. Hal ini berarti bahwa material tersebut mengalami peningkatan kristalinitas.



Gambar 4.27 Perbandingan intensitas Si-O-Si dan Si-OH hasil pengujian FTIR dengan hidrotermal selama 2 jam (i) dan 12 jam (ii).