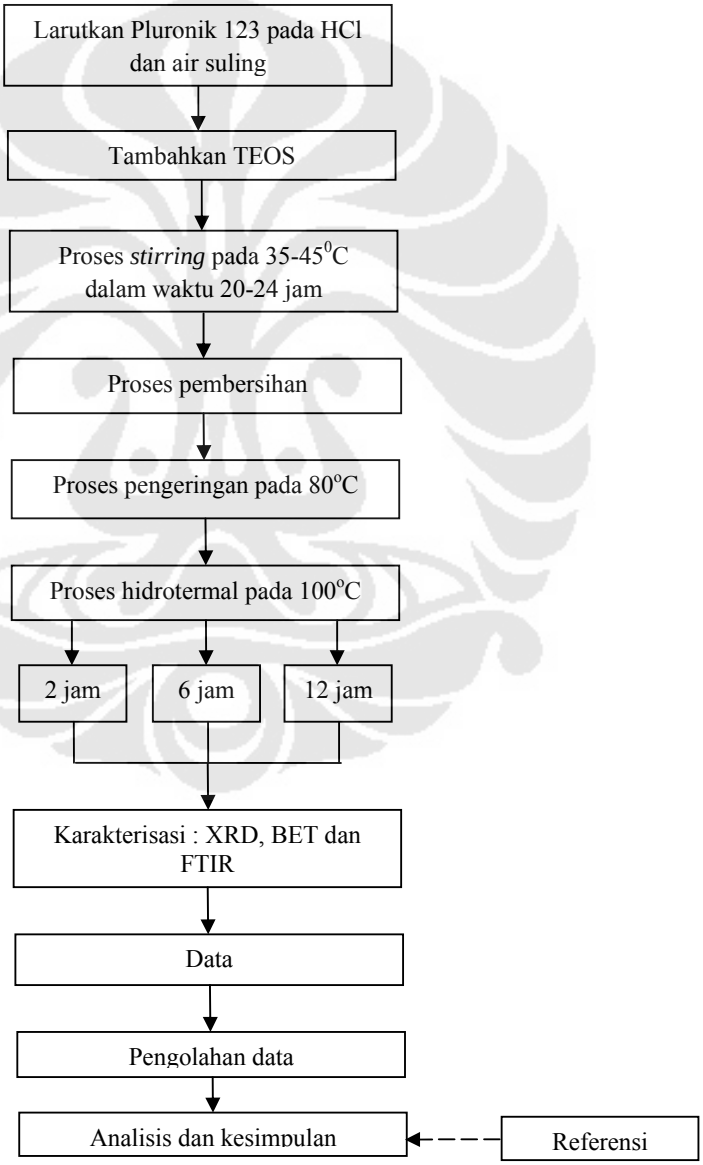
BAB III
METODOLOGI PENELITIAN

3.1 DIAGRAM ALIR

Untuk mengetahui pengaruh konsentrasi hidrogen klorida (HCl) dan waktu hidrotermal terhadap kristalinitas SBA-15, maka penelitian ini dilakukan dengan tahapan sebagai berikut :



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian.

Pengaruh konsentrasi hidrogen..., Ibadurrahman, FT UI, 2008

3.2 PERALATAN DAN BAHAN

3.2.1 Peralatan

Adapun penelitian ini menggunakan :

1. *Magnetic stirrer.*
2. Oven Memmert.
3. *Container* hidrotermal.
4. Tabung Elenmeyer.
5. Gelas ukur.
6. Timbangan
7. Pipet.
8. Termometer.
9. *Alumina Brick.*

3.2.2 Bahan-bahan

1. TEOS.
2. Pluronik 123.
3. Air.
4. HCl.

3.3 PROSES SINTESIS SBA-15

3.3.1 Konsentrasi TEOS, P123, Air dan HCl

Batasan material yang digunakan dalam penelitian ini adalah :

- Tetraethyl orthosilicate TEOS (Merck).
- Surfaktan merek Pluronik® 123 (BASF).
- Air.
- HCl.

Konsentrasi TEOS yang digunakan dibuat tetap yaitu sebanyak 4,25 gr, juga konsentrasi surfaktan Pluronik 123 sebanyak 2 gr dan air sebanyak 15 ml. Sedangkan HCl yang digunakan bervariasi, mulai dari 0.5, 1, 2 dan 4 M. Keseluruhan variabel dapat dilihat pada Tabel 3.1.

Pengaruh konsentrasi hidrogen..., Ibadurrahman, FT UI, 2008

Tabel 3.1 Komposisi bahan-bahan yang digunakan.

Sampel	TEOS	Pluronik 123	Air	HCl
1	4,25 gr	2 gr	15 ml	0,5 M
2	4,25 gr	2 gr	15 ml	1 M
3	4,25 gr	2 gr	15 ml	2 M
4	4,25 gr	2 gr	15 ml	4 M

3.3.2 Penentuan Konsentrasi HCl

Penentuan konsentrasi HCl dihitung dengan langkah-langkah berikut :

Larutan yang tersedia :

- HCl dengan kandungan 32%
- Mr = 36.46
- ρ = 1.16 gr/cm3

Menghitung Konsentrasi HCl :

$M = (\% . 10. \rho) / Mr$ (3.1)

$= (32 . 10 . 1.16) / 36.46$

$= 10.181$ mol/liter

Pengenceran HCl (untuk mendapatkan HCl 100 ml, 2 M) :

$V_1 . M_1 = V_2 . M2$ (3.2)

100 ml. 2 M = V2 . 10.181

V2 = 19.644 ml

Dengan demikian, untuk mendapatkan HCl 100 ml, 2M dari HCl dengan konsentrasi 10.1810203 mol/liter adalah dengan mengencerkan 19.644 ml HCl

Pengaruh konsentrasi hidrogen..., Ibadurrahman, FT UI, 2008

10.181 dengan air suling hingga 100 ml. Begitu pun untuk mendapatkan HCL dengan konsentrasi 0.5, 1 dan 4 M.

3.3.3 Penentuan Temperatur Pada Saat Sintesis

Sebelum melakukan sintesis SBA-15 dilakukan terlebih dahulu kalibrasi dari magnetic stirrer. Pada magnetic stirrer yang ditunjukkan pada Gambar 3.2 terdapat skala kecepatan putaran dan skala temperatur. Kecepatan putaran dan temperatur dapat diatur dengan parameter angka. Kecepatan dan temperatur meningkat seiring dengan meningkatnya angka yang ditunjukkan pada alat tersebut. Yang berarti angka 1 menunjukkan skala terkecil dan angka 6 menunjukkan skala terbesar.

Gambar 3.2 *Magnetic stirrer.*

Pengkalibrasian ini hanya dilakukan pada skala temperatur. Dilakukan dengan cara melakukan pemanasan pada air dengan skala 2 terlebih dahulu. Kemudian diukur temperaturnya setiap beberapa menit selama kurang lebih 1 jam dengan menggunakan termometer. Hal tersebut juga dilakukan pada skala 3, 4 dan 5. Kalibrasi skala 1 dan 6 tidak dilakukan. Karena skala 1 merupakan suhu ruang dan skala 6 tidak diperlukan datanya karena temperatur yang digunakan hanya sekitar 35-45^{o}C. Hasil dari kalibrasi dapat dilihat pada Tabel 3.2**.** Dari data tersebut, penggunaan yang dilakukan pada penelitian ini adalah skala 2 untuk temperatur operasi dan skala 3 untuk kecepatan putaran. Sebagai catatan, skala 3 untuk kecepatan putaran dipilih berdasarkan diskusi dengan pembimbing dari peneliti.

Pengaruh konsentrasi hidrogen..., Ibadurrahman, FT UI, 2008

Tabel 3.2 Skala pada temperatur *magnetic stirrer*.

Skala	Temp (^oC)	Waktu (menit)	Skala	Temp (^oC)	Waktu (menit)
2	33	2	3	40	2
	34	4		55	8
	35	6		67	10
	37	8		72,5	12
	38	10		75	15
	40	12		75	19
	41	14		75	24
	42	16		75	31
	43	18		75	40
	43.5	20		75	46
	44	22		75	56
	44.5	24	4	50	4
	44.5	26		70	9
	44.5	28		80	16
	45	30		80	32
	45	32		82	36
	45	34		81,5	40
	45	36		83	45
	45	40		81,5	48
	45	44		81,5	54
	45	54	5	60	4
	45	64		94	10
	45	70		98	13
	45	72		98	15
	45	76		96,5	17
	45	80		97	21

III.3.4 Proses Sintesis

Proses sintesis dilakukan dengan melarutkan melarutkan 2 gr Pluronik 123 dengan 60 gr HCl dan 15 ml air suling. Konsentrasi HCl yang digunakan tergantung dari sampel yang akan dibuat. Pada proses pelarutan tersebut hal pertama yang dilakukan adalah menempatkan Pluronik 123 kedalam tabung yang telah diletakkan diatas magnetic stirrer. Kemudian HCl ditambahkan diikuti penambahan air. Lalu dimasukkan magnet yang akan berputar ketika skala putaran dijalankan (skala 3) dan pada kondisi temperatur yang diatur pada skala 2.

Pengaruh konsentrasi hidrogen..., Ibadurrahman, FT UI, 2008

Pelarutan ini berlangsung sampai Pluronik 123 benar-benar larut. Hal ini ditandai dengan warna larutan yang bening, kemudian ditambahkan TEOS kedalam larutan tersebut. Penambahan ini dilakukan secara bertahap dengan menggunakan pipet sedikit demi sedikit sampai akhirnya TEOS habis. Kemudian larutan didiamkan dalam keadaan ini selama sekitar 20-24 jam dan setelah selesai larutan didiamkan sampai terbentuk endapan.

III.3.5 Proses Pengambilan Sampel dan Pembersihan

Endapan yang ada pada dasar tabung diambil dengan menggunakan kertas saring. Endapan tersebut lalu dibilas dengan menggunakan air suling sampai beberapa kali. Proses pembilasan ini dilakukan dengan tujuan untuk membersihkan endapan tersebut dari HCl yang mungkin masih ada dan juga terhadap pengotor seperti debu.

III.4 PROSES PENGERINGAN

Endapan yang telah dibersihkan kemudian dikeringkan pada temperatur 80^{o}C dengan menggunakan oven seperti pada Gambar 3.3. Proses pengeringan sendiri bertujuan untuk menghilangkan kadar air yang masih ada dan untuk menghilangkan *template* dan hal ini berlangsung selama 20-24 jam. Hasilnya adalah serbuk berwarna putih bernama SBA-15.

Gambar 3.3 Oven Memmert yang digunakan pada proses pengeringan dan hidrotermal.

Pengaruh konsentrasi hidrogen..., Ibadurrahman, FT UI, 2008

III.5 PROSES HIDROTERMAL

Sebelum dilakukan hidrotermal, sampel terlebih dahulu dipisahkan menjadi beberapa bagian. Pemisahan ini berdasarkan konsentrasi HCl. Sampel yang telah dipisahkan akan digunakan pada proses hidrotermal dengan waktu proses yang berbeda-beda. Pembagian sampel dan variabel waktu dapat dilihat pada Tabel 3.3.

Tabel 3.3 Pembagian sampel dan lamanya waktu proses.

Sampel	Waktu proses	Konsentrasi HCl			
		0,5 M	1 M	2 M	4 M
1	2 jam	1A	1B	1C	1D
2	6 jam	2A	2B	2C	2D
3	12 jam	3A	3B	3C	3D

Untuk proses hidrotermal sampel ditempatkan pada *container* seperti yang ada pada Gambar 3.4. Preparasinya dilakukan dengan memasukkan air pada dasar *container* tersebut sebanyak 15 ml. Kemudian kawat kasa diletakkan diatas air tersebut (tidak terjadi kontak antara air dengan kawat kasa). Kawat kasa ini berfungsi untuk menahan agar serbuk SBA-15 tidak bercampur dengan air. Sampel yang dimasukkan pada *container* tersebut hanya satu sampel. Hal ini ditujukan agar sampel tersebut tidak tercampur. Setelah preparasi selesai, *container* dimasukkan kedalam oven (Gambar 3.3). Temperatur yang digunakan pada proses ini dibuat tidak berubah yaitu 100^{o}C. Setelah waktu yang ditentukan telah dicapai container dikeluarkan dan ditunggu sampai dingin baru kemudian dibuka dan sampel dikeluarkan. Proses ini dilakukan sebanyak 12 kali sesuai dengan banyaknya sampel.

Pengaruh konsentrasi hidrogen..., Ibadurrahman, FT UI, 2008

Gambar 3.4 *Container* yang digunakan pada proses hidrotermal.

3.6 KARAKTERISASI

3.6.1 *X-Ray Diffraction* (XRD)

Karakterisasi struktur kristal dan jarak antar kisi material SBA-15 dilakukan dengan menggunakan XRD yang dilakukan di BATAN. Peralatan yang digunakan adalah XRD merek PHILIPS dengan tipe PW 2213/20 yang dioperasikan pada 25-60 KV dan 10-80 mA dengan menggunakan radiasi CuKα (λ = 0.154 nm)

3.6.2 *Brunauer, Emmet, Teller* (BET)

Sampel dari tiap-tiap komposisi diambil sebanyak beberapa gram dilakukan outgassing (~10^{-2} Pa) pada temperatur 300 ^{o}C selama 12 jam. Kemudian dilakukan analisis Adsorbsi-Desorbsi N_2 dengan menggunakan Autosorb Multistation 1.23 Analyzer (Quantachhrome Corp) yang dilakukan di Departemen Teknik Kimia FTUI. Data adsorpsi-desorpsi yang dihasilkan berupa kurva isoterm adsorpsi-desorpsi, luas area permukaan pori BET dan volume total pori, Vt.

Pengaruh konsentrasi hidrogen..., Ibadurrahman, FT UI, 2008

3.6.3 Spektroskopi *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)

Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui perbandingan intensitas ikatan Si–OH dan Si–O–Si yang terjadi dan data dari pengujian ini digunakan sebagai data penunjang hasil pengujian XRD. Pengujian ini dilakukan di Departemen Teknik Kimia FTUI. Preparasi sampel dilakukan dengan mengeringkan sampel terlebih dahulu untuk menghilangkan kandungan air yang mungkin masih terdapat pada sampel. Setelah itu sampel dihaluskan dan diteteskan larutan KBr untuk kemudian sampel dijadikan bentuk pelet. Pelet inilah yang nantinya ditembakkan dengan sinar infra merah. Hasil pengujian berupa spektrum yang mewakili nilai adsorbsi dan transmisi dari molekul.

Pengaruh konsentrasi hidrogen..., Ibadurrahman, FT UI, 2008