

BAB IV

DATA DAN PEMBAHASAN

4.1 SINTESIS SBA-15

Salah satu tujuan penelitian ini adalah untuk mendapatkan material mesopori silika SBA-15 melalui proses sol-gel dan *surfactant-templating*. Tahapan-tahapan dalam mensintesis material mesopori silika SBA-15 dapat dijelaskan sebagai berikut.

Dua gram Pluronik 123 dilarutkan ke dalam 15 gram air dan 60 gram HCl. Kemudian ditambahkan 4.25 gram TEOS. Pluronik 123 berfungsi sebagai surfaktan, TEOS berfungsi sebagai precursor sedangkan HCl berfungsi sebagai katalis. Zat-zat tersebut dilarutkan pada suhu 40°C selama 24 jam. Untuk mempercepat proses pencampuran dilakukan *stirring* menggunakan *magnetic stirrer*. Setelah 24 jam, material hasil sintesis tersebut disaring menggunakan kertas saring dan dicuci dengan menggunakan air. Kemudian dilakukan proses pengeringan di dalam oven selama 24 jam pada temperatur 80°C.

Untuk mengetahui berhasil atau tidaknya sintesis material mesopori silika SBA-15 tersebut dilakukan karakterisasi menggunakan BET (Brunauer-Emmett-Teller). Hasil karakterisasi BET dari material tersebut kemudian dibandingkan dengan literatur.

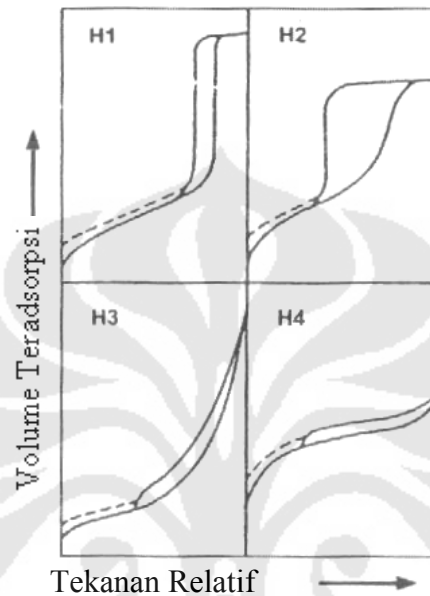
4.2 DATA BET

BET digunakan untuk menentukan volume pori dalam skala mikro atau meso. Volume pori tersebut dapat diukur dari hasil kurva isoterm dengan menggunakan perhitungan Brunauer-Emmett-Teller (BET) yang berkaitan dengan adsorpsi dan desorpsi dari mesopori yang terbuka. Berdasarkan pengujian adsorpsi-desorpsi ada 4 jenis standar kurva histerisis isoterm yaitu :

1. Tipe H1 menunjukkan pori yang berbentuk silindris

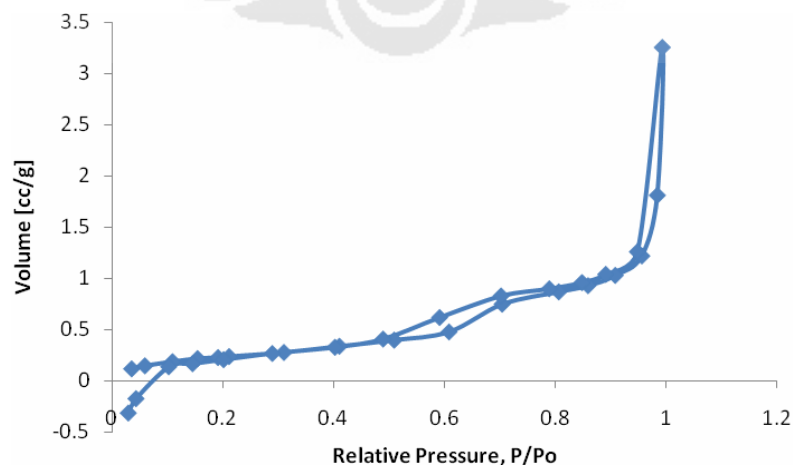
2. Tipe H2 menunjukkan ukuran dan bentuk pori yang tidak teratur
3. Tipe H3 menunjukkan bentuk pori *plate-like* (celah lebar)
4. Tipe H4 dengan bentuk isotherm yang landai untuk bentuk pori juga seperti celah (slit).

Tipe kurva adsorpsi-desorpsi tersebut dapat dilihat pada Gambar 4.1 di bawah ini.



Gambar 4.1. Kurva standar isotherm adsorpsi-desorpsi

Adapun kurva adsorpsi-desorpsi dari sampel yang telah disintesis pada penelitian ini dapat dilihat pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2. Kurva adsorpsi-desorpsi sampel

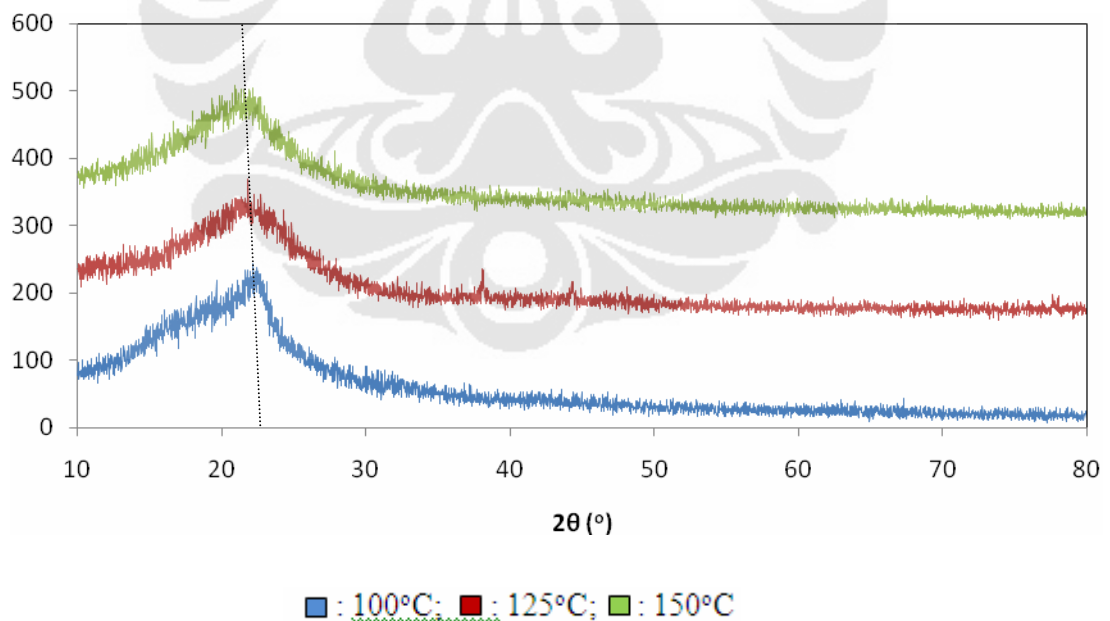
Dari Gambar 4.2 tersebut dapat dilihat kurva adsorpsi yang dihasilkan mendekati tipe H1 yang mencirikan material mesopori. Selain itu, hasil pengujian BET menunjukkan luas permukaan sampel $700 \text{ m}^2/\text{gr}$. Selain itu, dari pengujian BET sampel, didapatkan diameter pori sebesar 12 nm (Lampiran 1). Hal tersebut sesuai dengan literatur yang menunjukkan karakteristik dari material mesopori. Hasil pengujian BET tersebut mengindikasikan bahwa material mesopori silica tersebut telah berhasil disintesis.

4.3 DATA XRD

Pengujian XRD dilakukan untuk mendapatkan ukuran kristal dari setiap sampel. Di bawah ini adalah data yang didapatkan dari hasil pengujian XRD.

4.3.1 Grafik XRD SBA-15 dengan Konsentrasi HCl 0.5 M

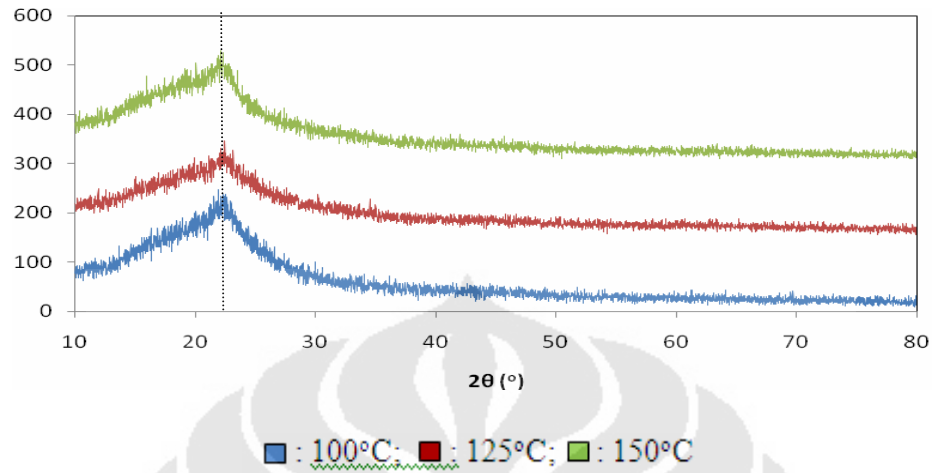
Gambar 4.3 menunjukkan data XRD dari sampel SBA-15 yang disintesis dengan katalis HCl 0.5 M pada temperatur $100\text{-}150^\circ\text{C}$.



Gambar 4.3. Data XRD SBA-15 konsentrasi HCl 0.5 M, temperatur hidrotermal $100, 125, \text{ dan } 150^\circ\text{C}$

4.3.2 Grafik XRD SBA-15 dengan Konsentrasi HCl 1 M

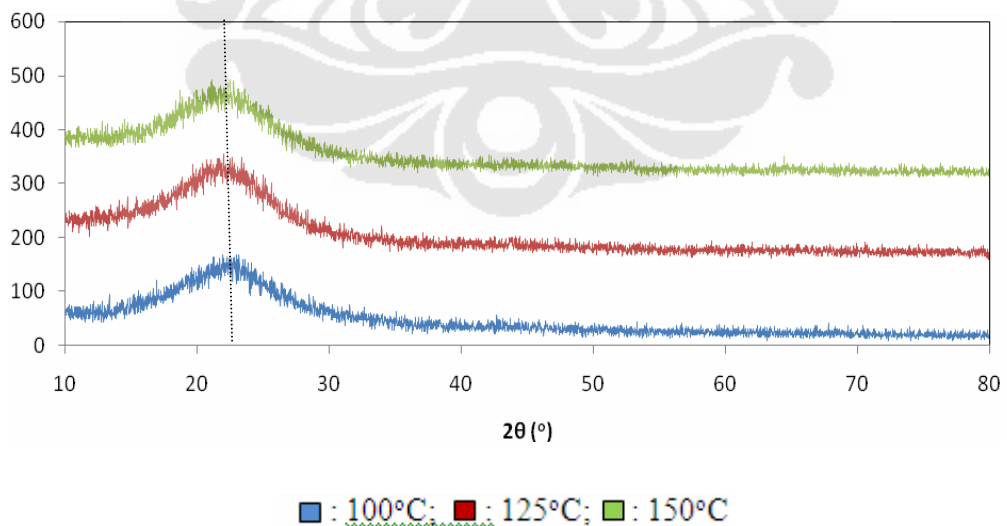
Gambar 4.4 menunjukkan data XRD dari sampel SBA-15 yang disintesis dengan katalis HCl 1 M pada temperatur 100-150°C.



Gambar 4.4. Data XRD SBA-15 konsentrasi HCl 1 M, temperatur hidrotermal 100, 125, dan 150°C

4.3.3 Data Grafik SBA-15 dengan Konsentrasi HCl 2 M

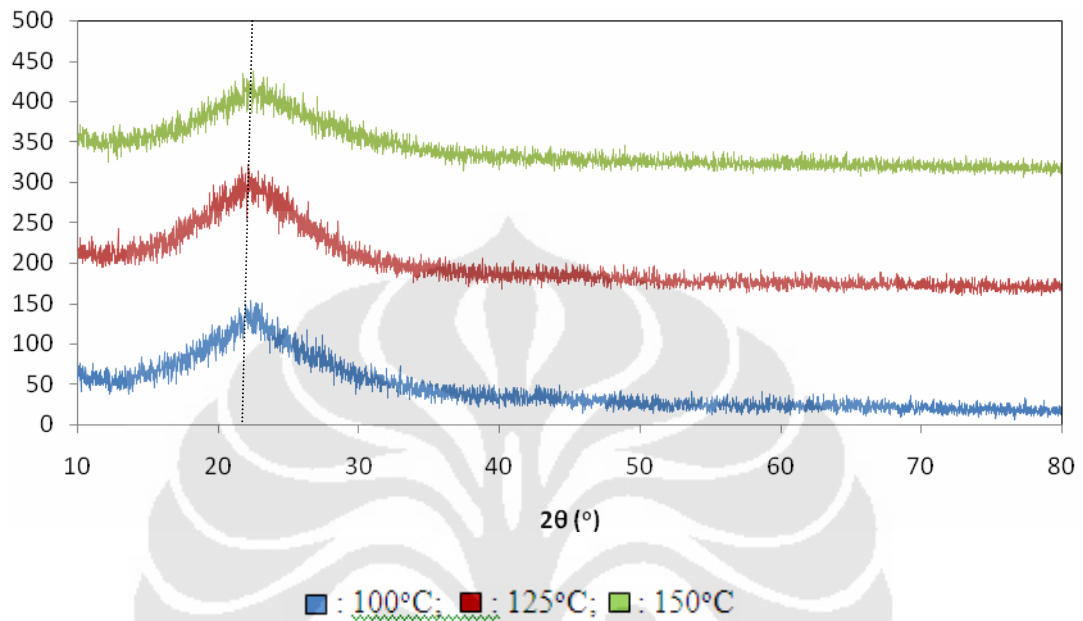
Gambar 4.5 menunjukkan data XRD dari sampel SBA-15 yang disintesis dengan katalis HCl 2 M pada temperatur 100-150°C.



Gambar 4.5. Data XRD SBA-15 konsentrasi HCl 2 M, temperatur hidrotermal 100, 125, dan 150°C

4.3.4 Grafik XRD SBA-15 dengan Konsentrasi HCl 4 M

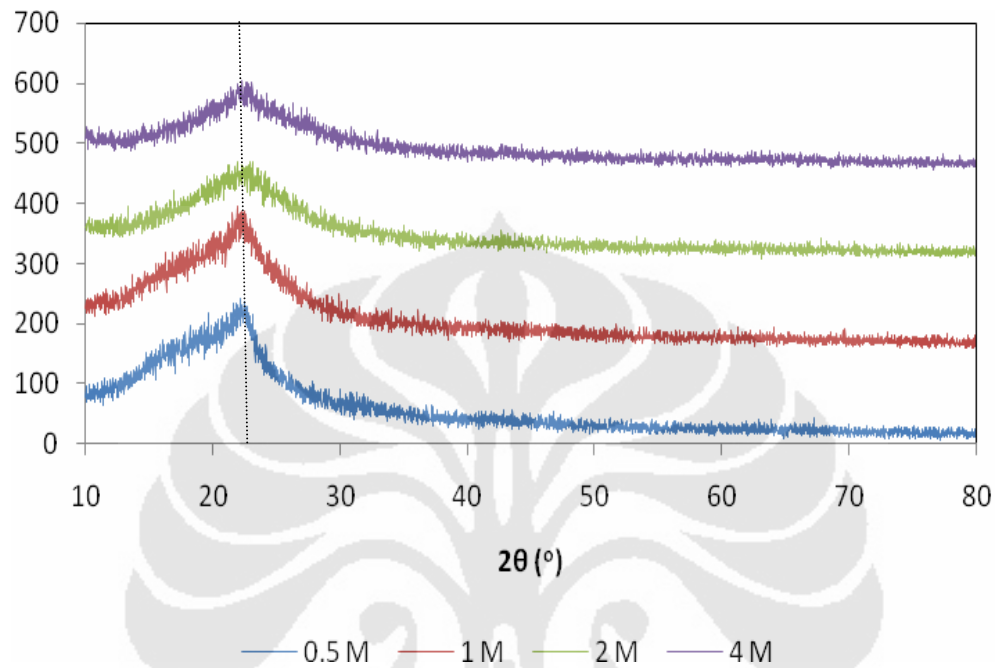
Gambar 4.6 menunjukkan data XRD dari sampel SBA-15 yang disintesis dengan katalis HCl 4 M pada temperatur 100-150°C.



Gambar 4.6. Data XRD SBA-15 konsentrasi HCl 4 M, temperatur hidrotermal 100, 125, dan 150°C

4.3.5 Grafik XRD SBA-15 Temperatur Hidrotermal 100°C

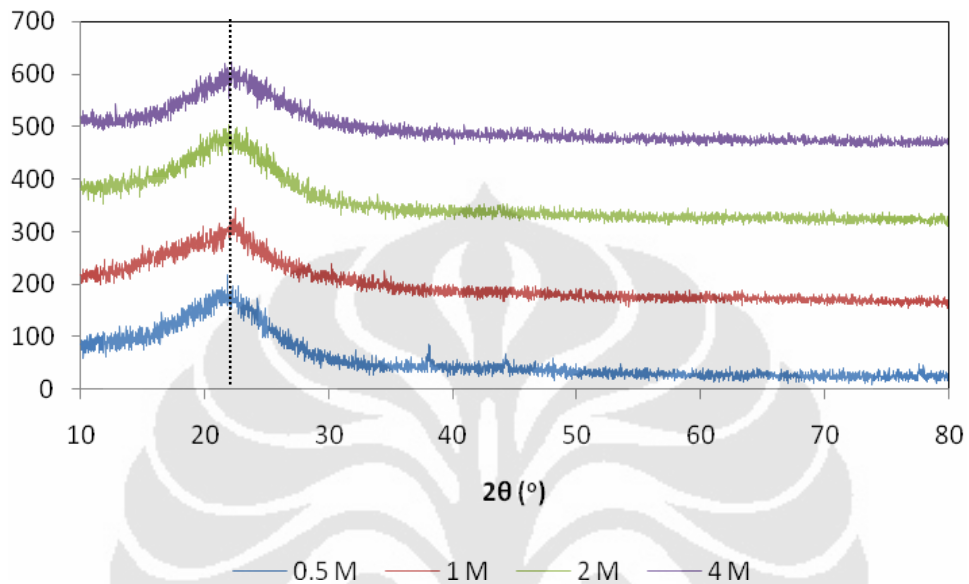
Gambar 4.7 menunjukkan data XRD dari sampel SBA-15 yang disintesis dengan katalis HCl 0.5, 1, 2, dan 4 M pada temperatur hidrotermal 100°C.



Gambar 4.7. Data XRD SBA-15 setelah perlakuan hidrotermal pada temperatur 100°C, konsentrasi HCl 0.5, 1, 2, dan 4 M

4.3.6 Grafik XRD SBA-15 Temperatur Hidrotermal 125°C

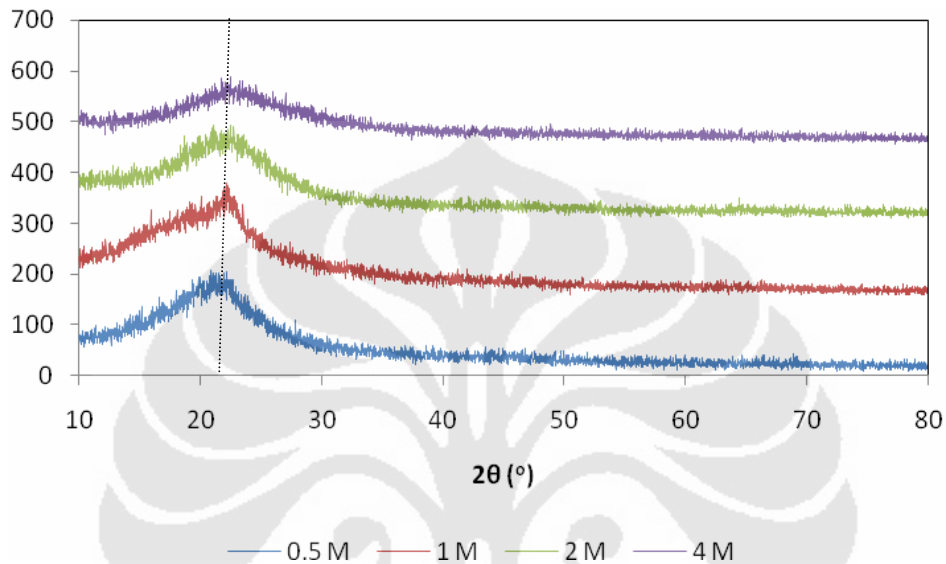
Gambar 4.8 menunjukkan data XRD dari sampel SBA-15 yang disintesis dengan katalis HCl 0.5, 1, 2, dan 4 M pada temperatur hidrotermal 125°C.



Gambar 4.8. Data XRD SBA-15 setelah perlakuan hidrotermal pada temperatur 125°C, konsentrasi HCl 0.5, 1, 2, dan 4 M

4.3.7 Grafik XRD SBA-15 Temperatur Hidrotermal 150°C

Gambar 4.9 menunjukkan data XRD dari sampel SBA-15 yang disintesis dengan katalis HCl 0.5, 1, 2, dan 4 M pada temperatur hidrotermal 150°C.



Gambar 4.9. Data XRD SBA-15 setelah perlakuan hidrotermal pada temperatur 150°C, konsentrasi HCl 0.5, 1, 2, dan 4 M

4.4 PERHITUNGAN BESAR KRISTAL

Data yang didapatkan dari pengujian XRD adalah nilai Full Width at Half Maximum (FWHM). Nilai FWHM digunakan untuk mendapatkan nilai *broadening* (pelebaran) yang menjadi ciri khusus kristal pada ukuran nanometer. Nilai *broadening* akan digunakan pada persamaan Scherrer untuk perhitungan ukuran kristal seperti terlihat di bawah ini.

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

Dimana :

t = besar kristal

k = konstanta ($0.89 < K < 1$)

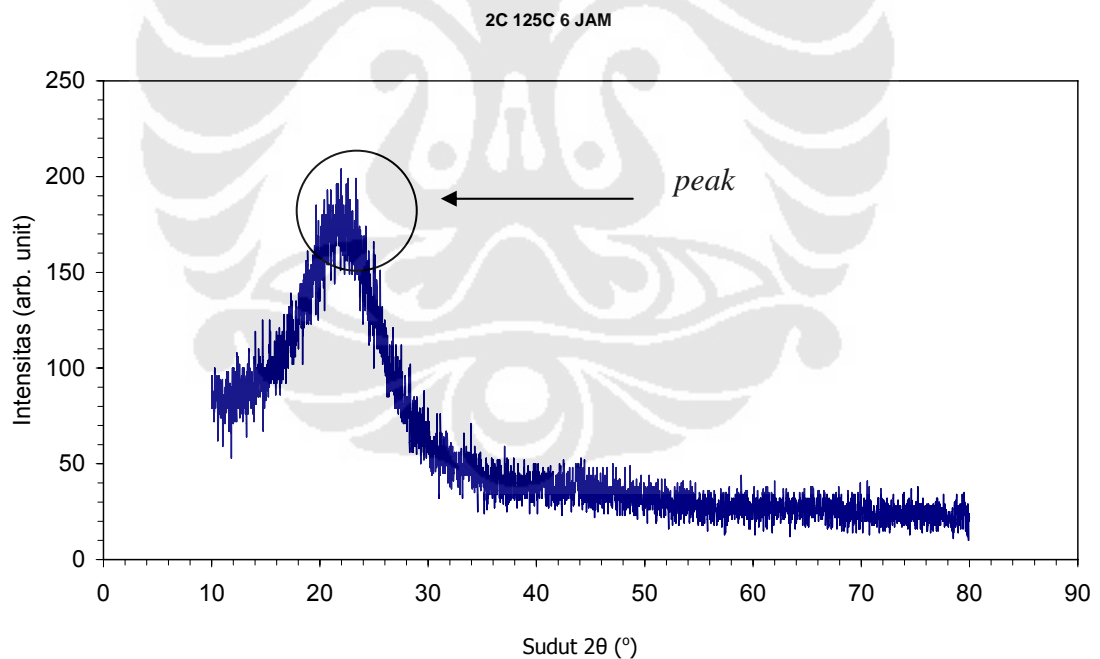
λ = panjang gelombang sinar-X

B = nilai *broadening* (FWHM dalam bentuk radian)

θ = sudut difraksi Bragg

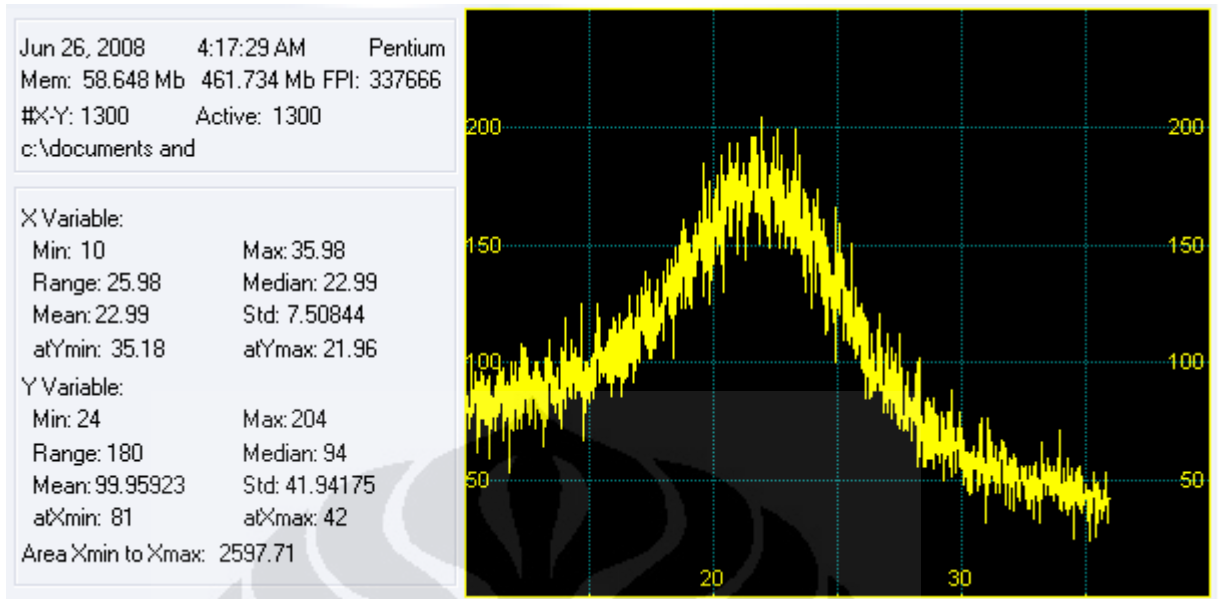
Nilai FWHM didapatkan melalui hasil XRD yang telah diproses menggunakan software PeakFit versi 4.12. Perolehan nilai FWHM untuk setiap sampel dapat dilihat pada **Tabel 4.1**. Berikut ini akan ditunjukkan contoh penggunaan software PeakFit versi 4.12 untuk mendapatkan nilai FWHM.

1. Tentukan rentang sudut Bragg (2θ) untuk daerah puncak (*peak*) dari grafik hasil pengujian XRD.



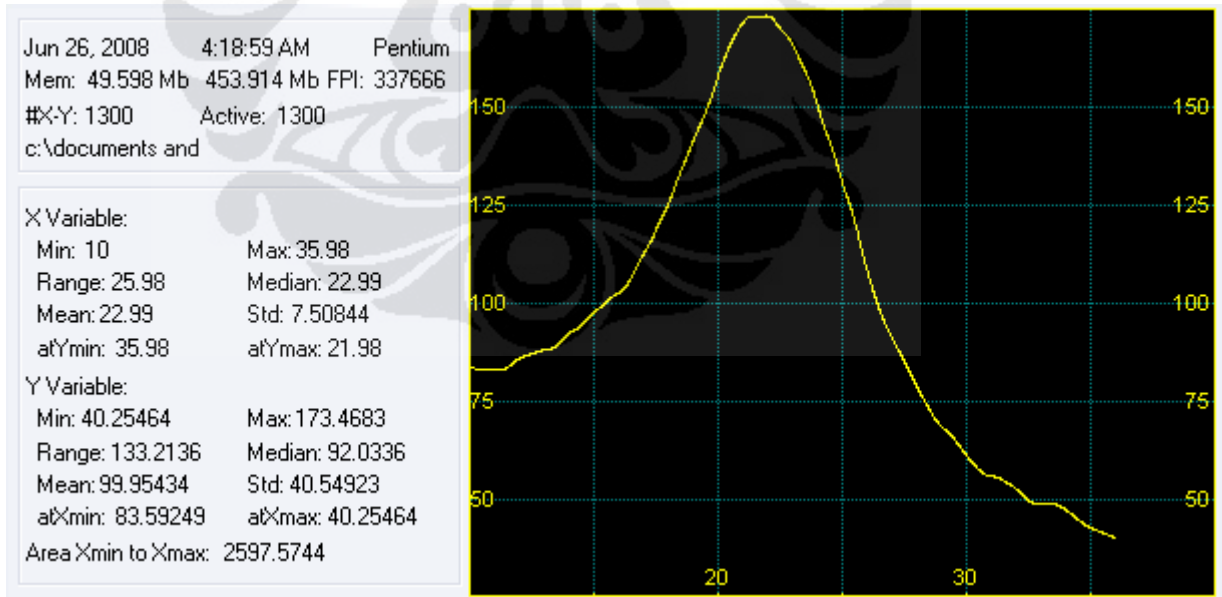
Gambar 4.10. Penentuan puncak (*peak*) dari grafik XRD

2. Transfer grafik XRD ke software PeakFit versi 4.12.



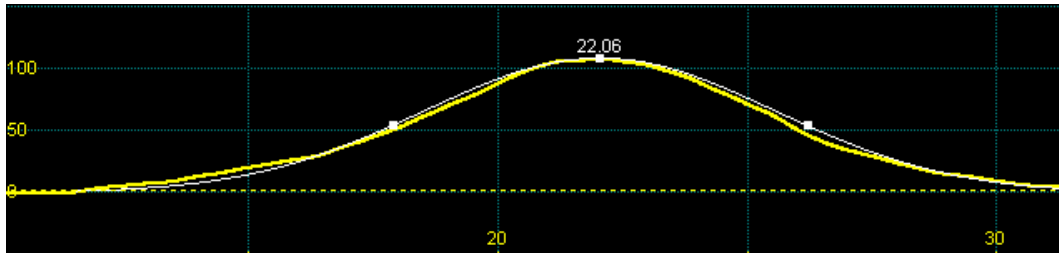
Gambar 4.11. Grafik XRD yang telah di transfer ke software PeakFit versi 4.12

3. Lakukan proses *smoothing* pada grafik.



Gambar 4.12. Proses *smoothing* grafik XRD

4. Tentukan sudut Bragg (2θ) dan akan didapatkan nilai FWHM.



Gambar 4.13. Proses mendapatkan sudut difraksi Bragg (2θ) dan nilai FWHM

Dengan menggunakan software PeakFit versi 4.12 didapatkan sudut difraksi Bragg (2θ) dan nilai FWHM dari dari setiap sampel. Sudut difraksi Bragg dari setiap sampel dapat dilihat pada Tabel 4.1 sedangkan nilai FWHM dari setiap sampel dapat dilihat pada Tabel 4.2.

Tabel 4.1. Sudut difraksi Bragg (2θ) setiap sampel ($^{\circ}$)

Temperatur Hidrotermal ($^{\circ}\text{C}$)	Konsentrasi HCl			
	0.5 M	1 M	2 M	4M
100	20.87	21.27	22.19	22.56
125	21.63	21.49	22.06	22.41
150	20.94	20.65	22.04	22.93

Tabel 4.2. Nilai FWHM setiap sampel dalam satuan radian

Temperatur Hidrotermal ($^{\circ}\text{C}$)	Konsentrasi HCl			
	0.5 M	1 M	2 M	4M
100	0.153	0.155	0.148	0.150
125	0.140	0.152	0.131	0.144
150	0.141	0.156	0.139	0.157

Berikut ini akan ditunjukkan contoh perhitungan besar kristal SBA-15 dari sampel yang disintesis dengan sol-gel pada konsentrasi HCl 2 M dan perlakuan hidrotermal 125°C selama 6 jam.

$$k = 0.89$$

$$\lambda = 1.54 \text{ \AA} \text{ (Cu } k\text{-}\alpha\text{)}$$

$$B = 0.13171216$$

$$\theta = 11.03^\circ$$

maka diperoleh

$$t = \frac{0.89 \times 1.54}{0.13171216 \times \cos(11.03)}$$

Dari persamaan Scherrer diperoleh ukuran kristal sebesar 10.60 nm untuk sampel SBA-15 dengan konsentrasi HCl 2 M saat proses sol-gel yang kemudian diberikan perlakuan hidrotermal 125°C selama 6 jam. Besar ukuran kristal setiap sampel dapat dilihat pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3. Hasil pengukuran besar kristal seluruh sampel (dalam satuan nm)

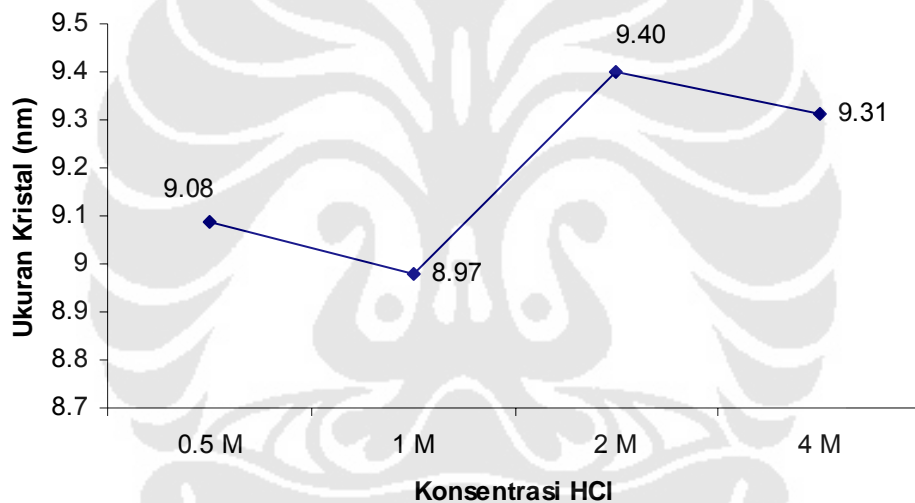
Sampel	Konsentrasi HCl				Temperatur Hidrotermal (°C)
	0.5 M	1 M	2 M	4M	
1	9.08	8.97	9.40	9.31	100°C
2	9.95	9.13	10.60	9.68	125°C
3	9.86	8.87	10.02	8.88	150°C

4.5 PENGARUH KONSENTRASI HCl

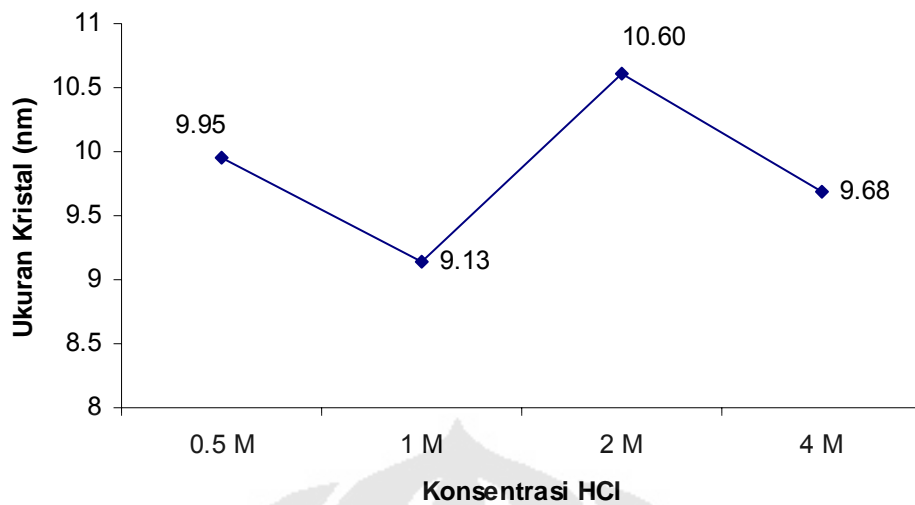
Proses sol-gel dalam pembentukan material mesopori silika SBA-15 melibatkan katalis. Pada penelitian ini katalis yang digunakan adalah HCl dengan konsentrasi yang berbeda pada setiap sampel, yaitu 0.5 M, 1 M, 2 M, dan 4 M. Katalis berfungsi untuk meningkatkan kecepatan reaksi pada proses sol-gel, baik

dalam tahap hidrolisis ataupun kondensasi. Dalam lingkungan asam tahap hidrolisis terjadi lebih cepat dibandingkan dengan tahap kondensasi sehingga semakin tinggi konsentrasi asam maka akan sangat menghambat proses kondensasi. Proses kondensasi yang terlalu cepat akan membentuk struktur Si-OH yang kaku sehingga menyebabkan proses densifikasi membentuk Si-O-Si kristalin sulit terbentuk. Hal itulah yang menyebabkan nilai konsentrasi mempengaruhi ukuran kristal material SBA-15.

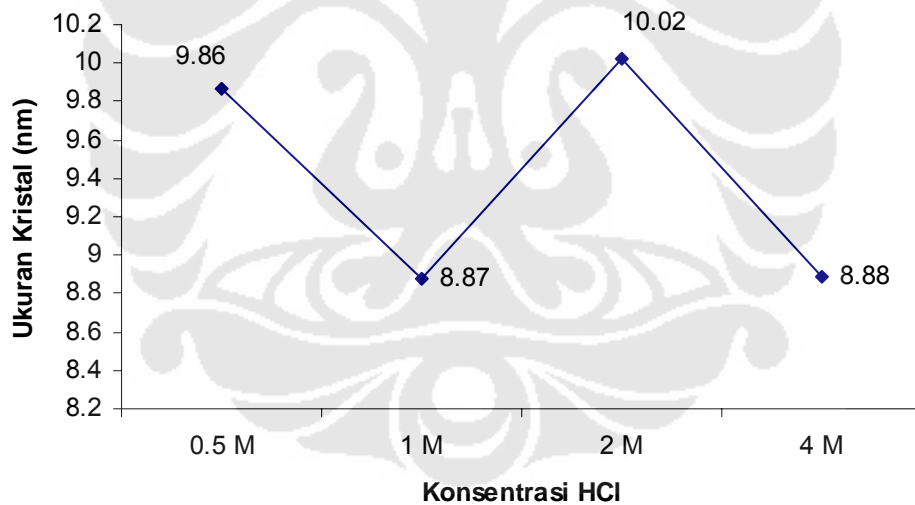
Grafik pengaruh konsentrasi HCl terhadap ukuran kristal SBA-15 dapat dilihat pada Gambar 4.14, 4.15, dan 4.16 berikut ini.



Gambar 4.14. Pengaruh konsentrasi HCl terhadap ukuran kristal SBA-15 setelah hidrotermal 100°C



Gambar 4.15. Pengaruh konsentrasi HCl terhadap ukuran kristal SBA-15 setelah hidrotermal 125°C



Gambar 4.16. Pengaruh konsentrasi HCl terhadap ukuran kristal SBA-15 setelah hidrotermal 150°C

Gambar 4.14 menunjukkan pengaruh konsentrasi HCl terhadap ukuran kristal SBA-15 setelah diberikan perlakuan hidrotermal 100°C selama 6 jam. Grafik tersebut menunjukkan bahwa pada konsentrasi HCl 0.5 M didapatkan besar kristal 9.08 nm. Namun, ketika konsentrasi ditingkatkan menjadi 1 M terjadi penurunan ukuran kristal menjadi 8.97 nm. Ukuran kristal mengalami peningkatan

menjadi 9.40 nm ketika konsentrasi HCl ditingkatkan menjadi 2 M. Dan, yang menarik adalah besar kristal kembali menurun menjadi 9.31 nm ketika konsentrasi HCl ditingkatkan menjadi 4 M.

Kecenderungan yang diperlihatkan Gambar 4.14 ternyata terjadi pula pada Gambar 4.15 dan 4.16. Dapat dilihat bahwa terjadi peningkatan ukuran kristal pada saat konsentrasi HCl ditingkatkan menjadi 2 M. Akan tetapi pada saat konsentrasi HCl ditingkatkan dari 0.5 M menjadi 1 M terjadi penurunan ukuran kristal. Begitu pula ketika konsentrasi HCl ditingkatkan dari 2 M menjadi 4 M terjadi penurunan ukuran kristal pada material mesopori tersebut. Terjadinya perubahan ukuran kristal setiap sampel menunjukkan bahwa konsentrasi HCl mempengaruhi ukuran kristal pada material mesopori tersebut.

Pembahasan mengenai fenomena yang terjadi dapat dideskripsikan sebagai berikut. Diketahui HCl berperan untuk memberikan ion H^+ untuk mempercepat proses hidrolisis saat proses sol-gel. Reaksi hidrolisis akan selesai saat semua grup ($O-CH_2CH_3$) digantikan dengan golongan ($-OH$). HCl juga berpengaruh dalam proses kondensasi. Hanya saja dalam proses kondensasi HCl tidak mempercepat reaksi tersebut. Semakin tinggi konsentrasi HCl maka proses kondensasi akan semakin lambat. Yang diharapkan adalah terjadinya proses kondensasi yang lambat sehingga senyawa $Si-O-Si$ dapat meningkat dan berakibat meningkatnya ukuran kristal. Persamaan 4.2 menunjukkan reaksi yang terjadi pada saat proses kondensasi.



Senyawa $Si-OH$ bertanggung jawab sebagai pembentuk sifat amorf sedangkan senyawa $Si-O-Si$ bertanggung jawab sebagai pembentuk sifat kristal pada material mesopori silika SBA-15. Semakin lambat proses kondensasi maka atom-atom Si yang berasal dari prekursor TEOS akan semakin merata dan teratur untuk membentuk senyawa $Si-O-Si$ sehingga diharapkan terjadi peningkatan ukuran kristal pada material mesopori tersebut. Akan tetapi, proses kondensasi yang terlalu lambat mengakibatkan semakin sulitnya senyawa $Si-O-Si$ yang terbentuk sehingga mengakibatkan terjadinya penurunan ukuran kristal.

Fenomena tersebut terjadi ketika konsentrasi HCl ditingkatkan menjadi 4 M, ukuran kristal mengalami penurunan.

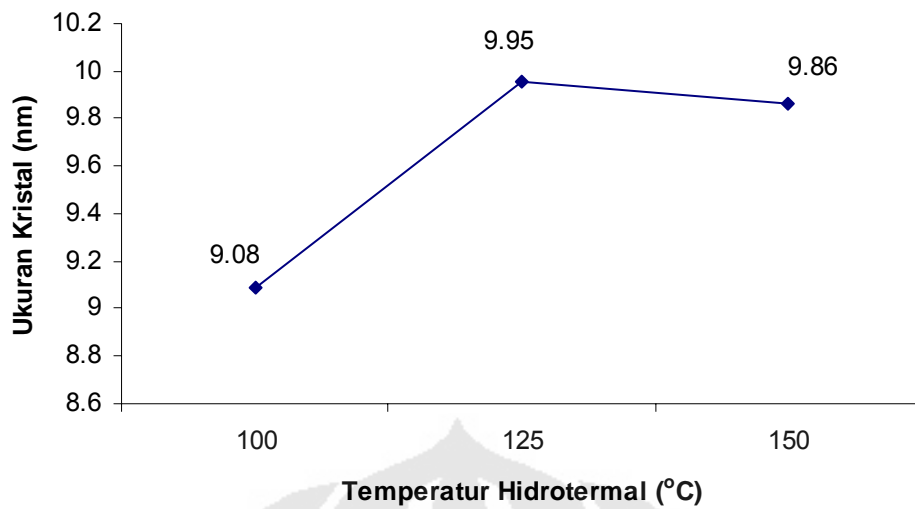
Pada saat konsentrasi HCl 1 M juga terjadi penurunan ukuran kristal. Hal ini tidak sesuai dengan literatur. Turunnya ukuran kristal tersebut dimungkinkan karena terjadi kesalahan pada preparasi sampel. Sampel tersebut mengalami waktu pencucian (*rinse*) yang lebih lama dan sampel dibiarkan cukup lama dalam udara luar. Hal tersebut dapat menyebabkan adanya kontaminasi dari udara dan uap air sehingga dapat terbentuk kembali ikatan Si–OH akibat reaksi hidrolisis.

Untuk konsentrasi HCl 2 M terjadi peningkatan ukuran kristal. Konsentrasi HCl 2 M merupakan konsentrasi optimal dalam pembentukan material mesopori SBA-15. Hal ini sesuai dengan penelitian Zhao yang mendapatkan material mesopori SBA-15 yang memiliki karakteristik yang diharapkan seperti luas permukaan yang tinggi dan diameter pori yang besar.^[2] Hal itulah yang menjadi acuan setiap peneliti untuk mensintesis SBA-15 dengan konsentrasi HCl 2 M.

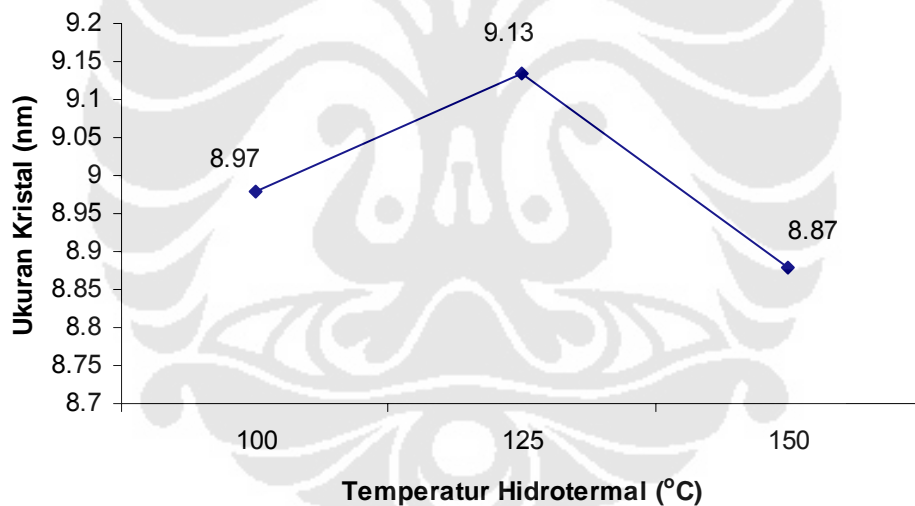
4.6 PENGARUH JENIS PERLAKUAN HIDROTERMAL

Material mesopori yang diharapkan adalah selain memiliki karakteristik pori yang baik (tingginya luas permukaan pori, diameter pori, dan volume permukaan pori) juga memiliki sifat mekanik serta stabilitas kimia, tekanan, dan termal yang baik. Sifat mekanik, stabilitas kimia, tekanan, dan termal yang baik erat kaitannya dengan ukuran kristal pada material mesopori tersebut. Salah satu cara yang digunakan untuk meningkatkan ukuran kristal pada material mesopori tersebut adalah dengan menggunakan proses hidrotermal.

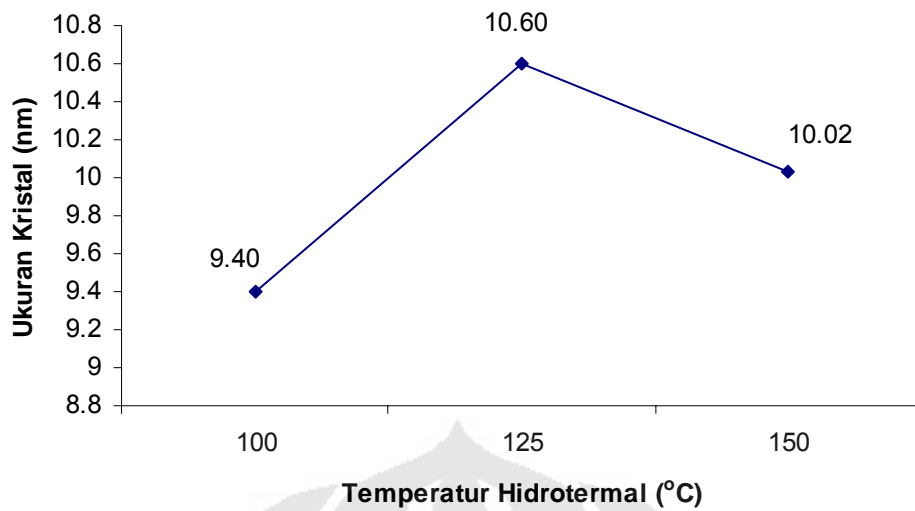
Perlakuan hidrotermal berfungsi untuk meningkatkan ukuran kristal material mesopori silika SBA-15. Prinsip hidrotermal adalah menurunkan nilai tegangan pada material dengan cara memecahkan ikatan-ikatan senyawa amorf pada material dengan uap air pada temperatur tertentu sehingga diharapkan terjadinya peningkatan ukuran kristal. Pada penelitian ini, perlakuan hidrotermal dilakukan dengan perbedaan variabel temperatur, yaitu 100, 125, dan 150°C dalam waktu 6 jam. Grafik pengaruh temperatur hidrotermal terhadap ukuran kristal SBA-15 dapat dilihat pada Gambar 4.17-4.20.



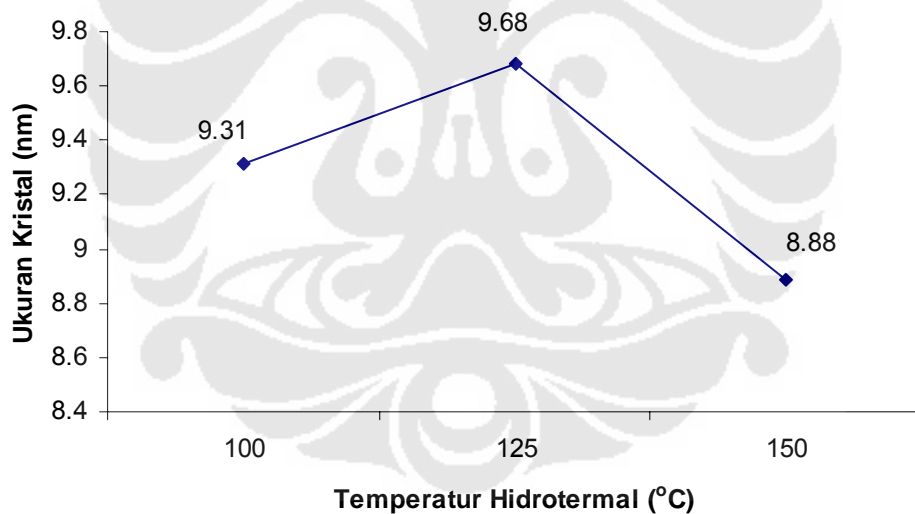
Gambar 4.17. Pengaruh temperatur hidrotermal terhadap ukuran kristal SBA-15 dengan konsentrasi HCl 0.5 M



Gambar 4.18. Pengaruh temperatur hidrotermal terhadap ukuran kristal SBA-15 dengan konsentrasi HCl 1 M



Gambar 4.19. Pengaruh temperatur hidrotermal terhadap ukuran kristal SBA-15 dengan konsentrasi HCl 2 M



Gambar 4.20. Pengaruh temperatur hidrotermal terhadap ukuran kristal SBA-15 dengan konsentrasi HCl 4 M

Hasil penelitian menunjukkan terjadinya perubahan ukuran kristal setelah dilakukan proses hidrotermal. Gambar 4.17 menunjukkan peningkatan ukuran kristal dari 9.08 nm menjadi 9.95 nm ketika temperatur hidrotermal ditingkatkan dari 100°C menjadi 125°C. Akan tetapi, ketika temperatur hidrotermal ditingkatkan dari 125°C menjadi 150°C terjadi penurunan ukuran kristal dari 9.95

nm menjadi 9.86 nm. Gambar 4.18, 4.19, dan 4.20 mengindikasikan hal yang sama seperti Gambar 4.17, yaitu terjadinya peningkatan ukuran kristal ketika temperatur hidrotermal ditingkatkan menjadi 125°C dan ukuran kristal mengalami penurunan ketika temperatur ditingkatkan menjadi 150°C.

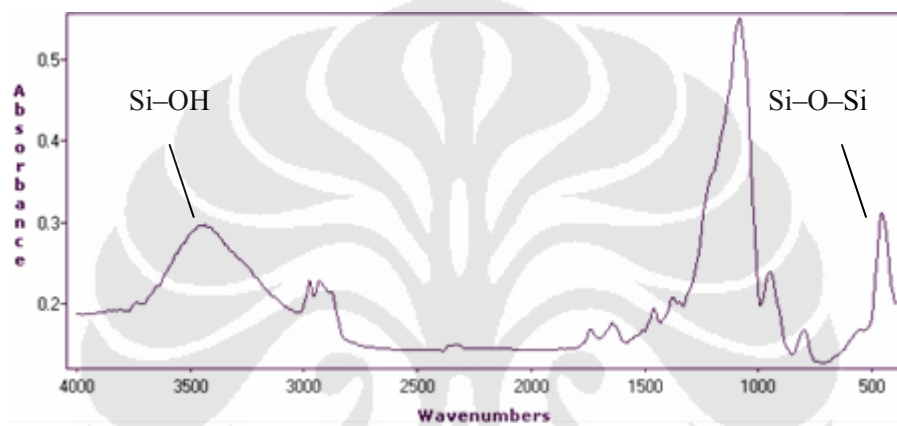
Perlakuan hidrotermal berfungsi sebagai pemecah sifat amorf yang diakibatkan oleh senyawa Si-OH pada material mesopori silika SBA-15. Dengan perlakuan hidrotermal, maka senyawa Si-OH tersebut akan terurai menjadi Si-O-Si sehingga dapat meningkatkan ukuran kristal pada material mesopori tersebut.

Dengan peningkatan temperatur hidrotermal dari 100°C hidrotermal 125°C terjadi peningkatan ukuran kristal tetapi ketika temperatur ditingkatkan dari 125°C menjadi 150°C, yang terjadi adalah penurunan ukuran kristal material mesopori SBA-15 tersebut. Berdasarkan hasil penelitian ini, pada temperatur hidrotermal 100°C dan 125°C terjadinya peningkatan ukuran kristal diakibatkan oleh optimalnya temperatur hidrotermal dan waktu yang cukup untuk menurunkan nilai tegangan (*release stress*) dan dapat memecah senyawa Si-OH menjadi Si-O-Si pada material tersebut. Akan tetapi, pada temperatur hidrotermal 150°C terjadi penurunan ukuran kristal pada material SBA-15. Hal tersebut tidak sesuai dengan literatur dikarenakan waktu hidrotermal pada 150°C belum cukup untuk memutuskan ikatan Si-OH. Secara ideal, semakin tinggi temperatur hidrotermal akan membuat material semakin kristalin. Namun pada kenyataannya, pada penelitian ini terjadi penurunan pada saat temperatur hidrotermal 150°C. Hal ini disebabkan temperatur yang fluktuatif pada oven dan waktu hidrotermal 6 jam belum cukup efektif untuk proses hidrotermal pada temperatur 150°C. Untuk mengetahui hubungan antara tingkat intensitas antara Si-OH dan Si-O-Si terhadap tingkat kristalinitas SBA-15 dilakukan pengujian lanjutan dengan menggunakan Fourier Transform Infrared (FTIR).

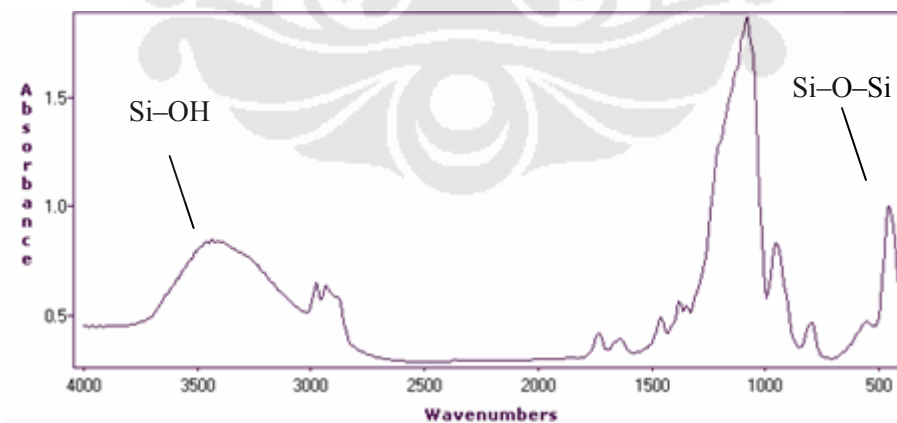
4.7 PENGUJIAN FOURIER TRANSFORM INFRARED (FTIR)

Tingkat kristalinitas material mesopori silika SBA-15 dipengaruhi oleh keberadaan senyawa Si-OH dan Si-O-Si. Semakin banyak Si-O-Si yang terbentuk maka kristalinitas material SBA-15 akan semakin meningkat dan sebaliknya, dengan semakin banyaknya Si-OH yang terbentuk maka kristalinitas

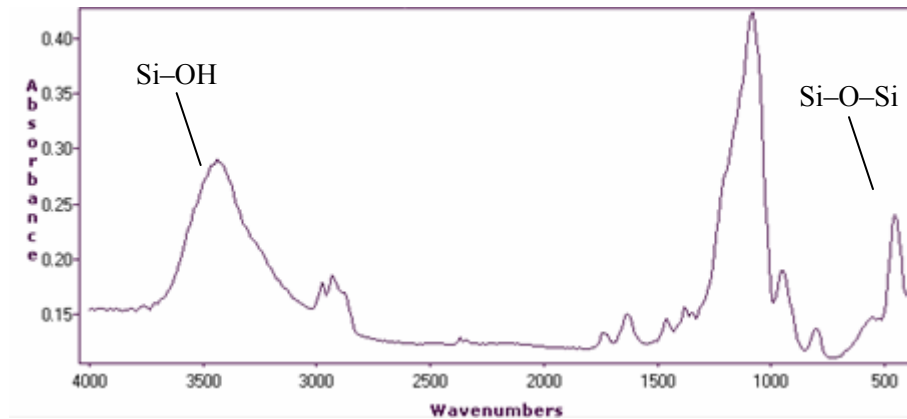
material SBA-15 akan semakin menurun. Pengujian FTIR bertujuan untuk mengetahui perbandingan tingkat intensitas dari senyawa Si-OH dan Si-O-Si pada material SBA-15. Pengujian FTIR tidak dilakukan pada semua sampel. Pengujian ini hanya dilakukan pada sampel yang memiliki nilai ekstrem berdasarkan nilai pengujian XRD, yaitu SBA-15 yang menggunakan konsentrasi HCl 2 M pada saat proses sol-gel. Hasil pengujian FTIR dengan sampel SBA-15 dengan konsentrasi HCl 2 M pada kondisi hidrotermal 100, 125, dan 150°C diberikan oleh Gambar 4.21, 4.22, dan 4.23.



Gambar 4.21. Data FTIR SBA-15 setelah perlakuan hidrotermal 100°C



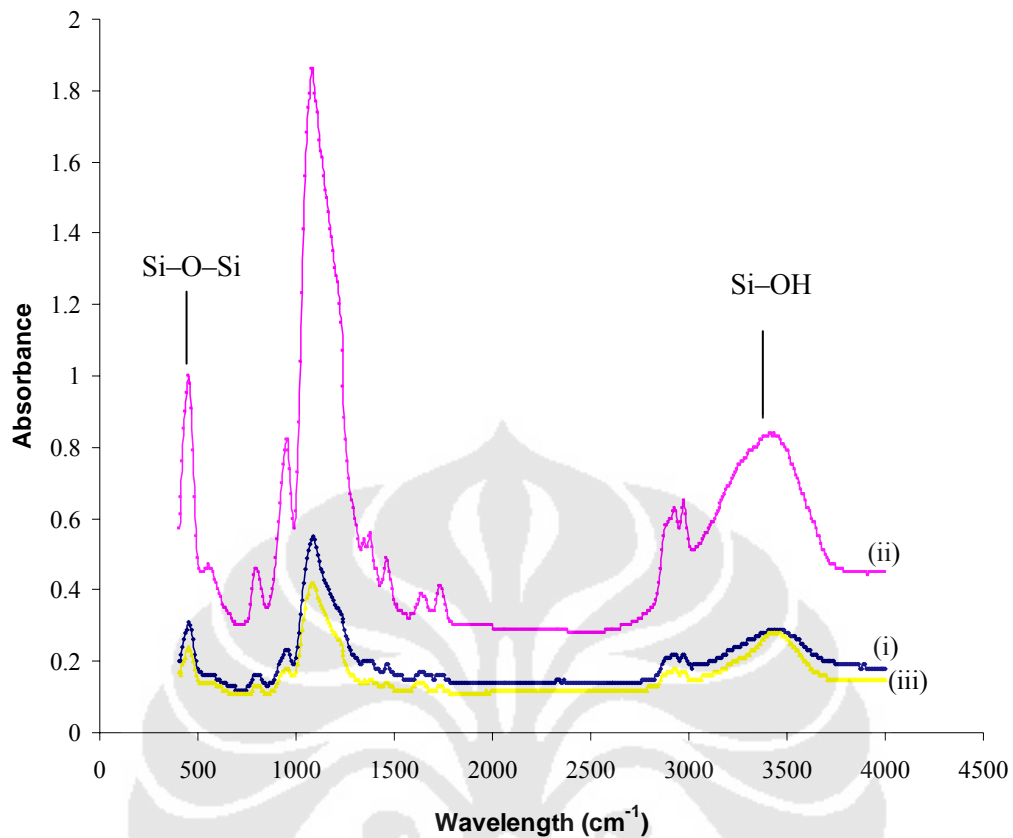
Gambar 4.22. Data FTIR SBA-15 setelah perlakuan hidrotermal 125°C



Gambar 4.23. Data FTIR SBA-15 setelah perlakuan hidrotermal 150°C

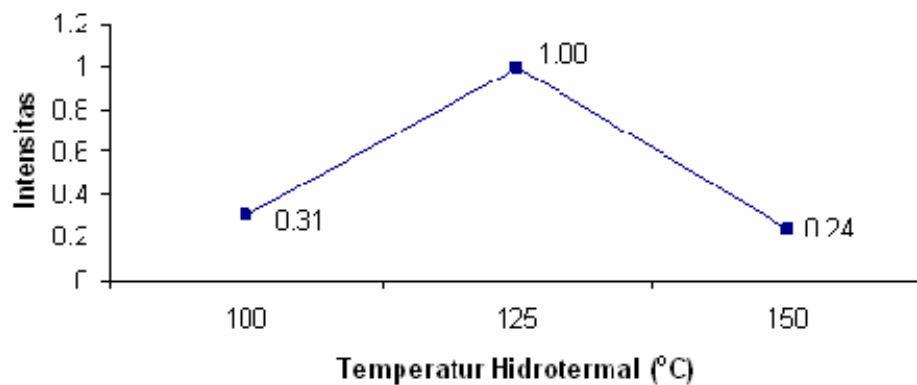
4.8 PERBANDINGAN TINGKAT INTENSITAS Si-OH DENGAN Si-O-Si

Berdasarkan literatur, vibrasi regang dari ikatan Si-OH berada pada rentang 3750 sampai 3300 cm^{-1} sedangkan senyawa Si-O-Si berada pada rentang 450-470 cm^{-1} . Pada Gambar 4.21, 4.22, dan 4.23 terlihat bahwa ikatan Si-OH berada pada titik 3432.67 cm^{-1} sedangkan ikatan Si-O-Si berada pada titik 455.11 cm^{-1} . Perbedaan temperatur perlakuan hidrotermal setiap sampel berpengaruh kepada intensitas Si-OH dan Si-O-Si yang terbentuk. Gambar 4.24 menunjukkan grafik pengaruh temperatur perlakuan hidrotermal pada peningkatan senyawa Si-O-Si.



Gambar 4.24. Data FTIR SBA-15 setelah perlakuan hidrotermal (i)100°C, (ii)125°C, (iii)150°C

Gambar di atas menunjukkan pengaruh yang terjadi pada sampel setelah dilakukan proses hidrotermal pada temperatur yang berbeda, yaitu 100°C, 125°C, dan 150°C. Proses hidrotermal yang dilakukan memiliki pengaruh pada intensitas senyawa Si-O-Si yang dihasilkan. Terjadi peningkatan intensitas Si-O-Si pada temperatur 125°C sedangkan pada temperatur 150°C terjadi penurunan intensitas Si-O-Si yang berakibat pada menurunnya ukuran kristal pada material mesopori silika SBA-15. Gambar 4.25 menunjukkan perubahan tingkat intensitas senyawa Si-O-Si karena pengaruh proses hidrotermal.



Gambar 4.25. Pengaruh temperatur hidrotermal terhadap intensitas Si–O–Si

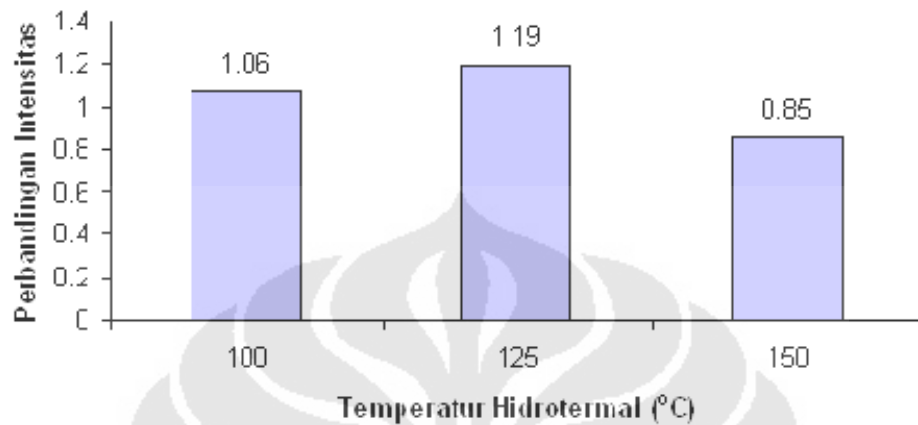
Hidrotermal berfungsi untuk melakukan kembali proses hidrolisis dan kondensasi seperti yang terjadi pada saat proses sol-gel dengan mekanisme pemutusan ikatan Si–OH oleh uap air. Senyawa Si–OH yang telah terputus rantainya akan membentuk senyawa Si–O–Si. Reaksi yang terjadi pada saat hidrotermal sebagai berikut :



Dari Gambar 4.25 terlihat bahwa temperatur hidrotermal 125°C merupakan temperatur yang menghasilkan Si–O–Si lebih banyak dari pada temperatur hidrotermal 100°C dan 150°C. Hal ini disebabkan pada temperatur 100°C, uap air dari proses hidrotermal tidak memecah rantai senyawa Si-OH sebanyak uap air pada temperatur 125°C. Pada temperatur hidrotermal 150°C terjadi penurunan intensitas Si–O–Si. Hal tersebut tidak sesuai dengan literatur dikarenakan waktu 6 jam untuk hidrotermal pada temperatur 150°C belum cukup untuk memutus ikatan Si–OH. Sebagaimana disebutkan pada sub-bab sebelumnya, semakin tinggi temperatur hidrotermal akan membuat material semakin kristalin.

Reaksi bolak-balik yang terjadi pada reaksi hidrolisis dan kondensasi berakibat pada perubahan intensitas kedua senyawa yang berpengaruh pada usuran kristal SBA-15, yaitu Si–OH dan Si–O–Si. Ketika terjadi peningkatan intensitas Si–OH maka akan terjadi penurunan intensitas Si–O–Si. Dan, begitu

juga halnya ketika terjadi peningkatan intensitas Si–O–Si maka akan terjadi penurunan intensitas pada Si–OH. Gambar 4.26 menunjukkan perbandingan intensitas Si–OH dengan Si–O–Si.



Gambar 4.26. Perbandingan intensitas Si–O–Si dan Si–OH pada hasil FTIR sebagai pengaruh temperatur hidrotermal

Gambar 4.31 mengindikasikan bahwa tingkat kristalinitas tertinggi setelah sampel SBA-15 melalui proses hidrotermal dengan temperatur 125°C dikarenakan terjadinya peningkatan intensitas Si–O–Si yang diikuti dengan penurunan intensitas Si–OH.