

BAB II

DASAR TEORI

2.1 TEKNOLOGI NANO

Teknologi nano telah membawa banyak perubahan pada kehidupan di bumi. Teknologi nano disebut-sebut sebagai kunci bagi teknologi masa depan.^[1] Tahun 1965, Gordon Moore, seorang doktor lulusan Institut Teknologi California dan salah satu pendiri perusahaan prosesor terbesar di dunia, Intel Corp., menyatakan bahwa ukuran transistor akan semakin kecil dua kali lipat setiap 18 bulan sejak 1950^[4] dan jumlah transistor dalam IC (*integrated circuit*) meningkat secara eksponensial dalam setiap dua tahun.^[5] Pernyataan Moore tersebut dikenal dengan Hukum Moore. Hal ini telah menjadi kenyataan dimana pada tahun 2007 ukuran transistor telah mencapai 45 nm. Transistor tersebut digunakan pada prosesor Intel yang diberi nama Penryn.^[6] Pernyataan Moore tersebut telah menjadi salah satu motivasi para peneliti untuk terus melakukan riset di bidang nanoteknologi terlebih lagi setelah ditemukannya *carbon nanotube* oleh Sumio Iijima dari NEC Semiconductor, Jepang, pada tahun 1991.^[7]

2.2 MATERIAL NANO

Perkembangan teknologi nano tidak terlepas dari riset mengenai material nano. Dalam pengembangannya, material nano diklasifikasikan menjadi tiga kategori, yaitu material nano nol dimensi (*nano particle*), satu dimensi (*nano wire*), dan dua dimensi (*thin films*). Namun, dari tiga jenis material nano tersebut, terdapat satu jenis material nano yang tidak dapat dimasukkan ke dalam tiga kategori tersebut dikarenakan proses sintesis yang berbeda dan lebih sulit dari pada tiga kategori material nano tersebut. Material nano tersebut dikategorikan sebagai material nano khusus (*special nanomaterials*). Adapun yang termasuk material nano khusus antara lain *carbon fullerene*, *carbon nanotube*, dan material

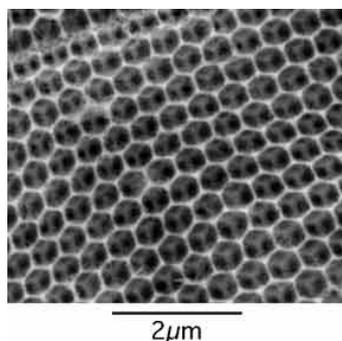
mesopori. Material nano khusus ini sangat unik karena tidak tersedia di alam dan hanya dapat diperoleh dengan sintesis di dalam laboratorium.^[8]

2.3 MATERIAL MESOPORI

International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC)^[9] membagi material pori menjadi tiga jenis berdasarkan diameter pori yang dimiliki material tersebut, yaitu : (i) material mikropori, (ii) material mesopori, dan (iii) material makropori. Material mikropori adalah material yang memiliki diameter pori kurang dari 2 nm. Material makropori adalah material yang memiliki diameter pori lebih dari 50 nm. Sedangkan material mesopori adalah material yang memiliki diameter pori diantara 2–50 nm disebut sebagai material mesopori.^[10] Contoh material mesopori adalah material mesopori silika seperti M41S (MCM-41, MCM-48, MCM-50) dan SBA-15.^[11] Material mesopori memiliki karakteristik antara lain memiliki volume pori yang besar (mencapai 70%) dan memiliki luas permukaan yang tinggi (mencapai lebih dari 700 m²/g).^[12]

2.4 MATERIAL MESOPORI SILIKA SBA-15

Material mesopori silika untuk pertama kalinya disintesis pada tahun 1992 oleh para peneliti dari Mobil Corporation. Material tersebut akhirnya diberi nama *Mobil Crystalline of Materials* atau disebut juga dengan MCM-41.^[2] Karakteristik material tersebut antara lain memiliki pori berbentuk heksagonal yang seragam dan memiliki diameter pori 15–100 Angstrom.^[12] Gambar 2.1 menunjukkan foto mikro MCM-41.

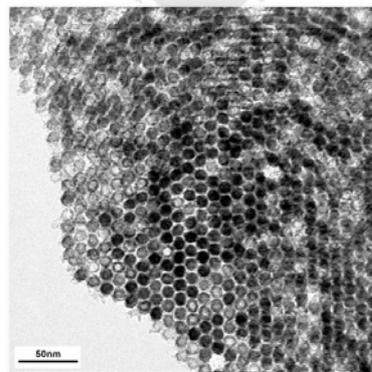


Gambar 2.1. Foto mikro MCM-41^[13]

Keberhasilan riset atas sintesis MCM-41 ternyata membawa minat yang begitu besar bagi para peneliti untuk melakukan riset dibidang yang sama, yaitu riset material mesopori. Ternyata 6 tahun setelah ditemukannya MCM-41, yaitu pada tahun 1998, peneliti dari Universitas California di Santa Barbara, Amerika Serikat, berhasil mendapatkan material mesopori silika yang memiliki karakteristik hampir sama dengan MCM-41, yaitu memiliki pori berbentuk heksagonal yang seragam, hanya saja material ini memiliki diameter pori yang lebih besar dari pada MCM-41. Material tersebut memiliki diameter pori dengan ukuran 46–300 Angstrom. Karena berhasil disintesis di Santa Barbara, maka material tersebut diberi nama *Santa Barbara Amorphous-15* atau lebih dikenal dengan sebutan SBA-15.^[14] Material mesopori silika SBA-15 berbentuk serbuk. Bentuk material SBA-15 dapat dilihat pada Gambar 2.2 sedangkan foto TEM material tersebut dapat dilihat pada Gambar 2.3.



Gambar 2.2. Material mesopori silika^[15]



Gambar 2.3. Foto Mikro SBA-15^[16]

Material mesopori SBA-15 memiliki karakteristik yang lebih baik dibandingkan MCM-41 seperti luas permukaan yang lebih tinggi dan ketahanan termal yang lebih baik.^[17] Karena karakteristik tersebut saat ini banyak dikembangkan riset mengenai material mesopori SBA-15.

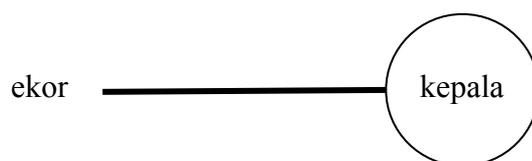
Sintesis SBA-15 dapat dilakukan melalui sebuah proses yang disebut dengan proses sol-gel.^[18] Adapun zat-zat yang bekerja pada proses sol-gel, yaitu prekursor, surfaktan, dan katalis.

2.5 PREKURSOR

Prekursor adalah bahan kimia yang menjadi bahan dasar atau sumber dalam pembentukan material yang lain. Ada beberapa kriteria material untuk disebut sebagai prekursor, yaitu mempunyai sifat reaktif, mudah berubah menjadi zat lain, dan mudah menjadi radikal akibat perlakuan termal maupun akibat proses kimiawi. Prekursor untuk kategori silika diantaranya adalah TMOS (*tetramethylorthosilicate*) dan TEOS (*tetraethylorthosilicate*). Penelitian ini menggunakan TEOS sebagai prekursor. TEOS berguna untuk memberikan ion radikal silika saat proses hidrolisis. Alasan utama digunakannya TEOS ini adalah tidak terbentuknya garam di dalam gel, sehingga tidak perlu pekerjaan tambahan untuk menghilangkan garam tersebut.^[19]

2.6 SURFAKTAN

Surfaktan adalah suatu zat yang dapat mengurangi atau menurunkan tegangan antarmuka. Adapun contoh surfaktan antara lain sabun atau detergen dan zat-zat organik tertentu. Antarmuka adalah bagian dimana dua fasa saling bertemu atau kontak. Surfaktan bersifat *amphiphilic*, yaitu memiliki sifat hidrofilik dan hidrofobik. Dua sifat tersebut terletak pada gugus-gugus surfaktan. Surfaktan memiliki dua buah gugus, yaitu kepala (*head*) yang bersifat hidrofilik dan ekor (*tail*) yang bersifat hidrofobik.^[20]



Gambar 2.4. Ilustrasi surfaktan^[21]

Gambar 2.4 memperlihatkan ilustrasi surfaktan. Seperti yang terlihat pada Gambar 2.4, secara sederhana surfaktan dilambangkan dengan kepala dan ekor. Kepala melambangkan gugus hidrofilik yang dapat terdiri dari ion logam atau senyawa logam sedangkan ekor melambangkan gugus hidrofobik berupa rantai hidrokarbon. Dengan adanya dua gugus yang berbeda ini, maka surfaktan dapat menghubungkan dua zat yang berbeda sifat. Tabel 2.1 menunjukkan perbedaan gugus pada surfaktan.

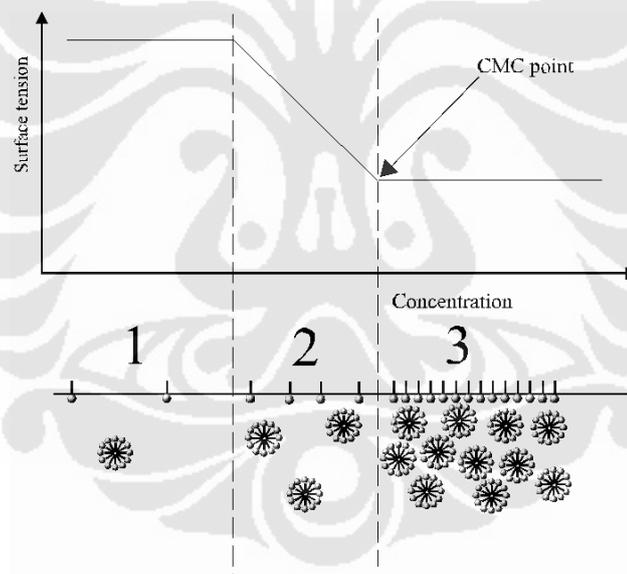
Tabel 2.1. Perbedaan gugus surfaktan

Kepala (Hidrofilik)	Ekor (Hidrofobik)
Bersifat hidrofilik pada media air	Bersifat hidrofobik pada media air
Bersifat hidrofobik pada media hidrokarbon	Bersifat hidrofilik pada media hidrokarbon

Surfaktan dilihat dari asal katanya *surfactant (Surface Active Agent)*, mempunyai arti sebagai material kimia yang mempunyai kemampuan untuk mengadsorpsi antar permukaan suatu material. Antarmuka yang teradsorpsi dapat berupa antara dua cairan yang terlarut, antara permukaan gas dan cair atau antara padatan dan cairan. Walaupun surfaktan dalam jumlah yang sedikit dalam larutan, pengaruhnya sangat besar terhadap sistem tersebut. Pengaruh ini misalnya terjadi pada tegangan permukaan, kelarutan dan tekanan osmosis. Hal ini di karenakan kemampuan adsorpsi permukaan dan pembentukan misel-misel dalam larutan. Pada saat surfaktan dilarutkan dalam larutan yang mengandung air, larutan surfaktan secara keseluruhan akan mempunyai perilaku yang berbeda. Larutan surfaktan yang mengandung air didefinisikan sebagai konsentrasi, dimana hal tersebut dapat merubah secara tiba-tiba beberapa sifat fisik seperti tekanan

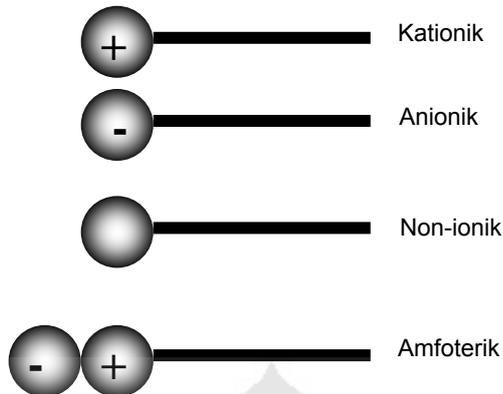
osmosis, konduktivitas listrik dan tegangan permukaan. Perlakuan anomali ini dapat dijelaskan sebagaimana adanya pembentukan agregat dari molekul-molekul surfaktan (misel) yang mana rangkaian hidrokarbon hidrofobik, diorientasikan searah dengan interior miselnya. Gugus hidrofilik berinteraksi atau bersenyawa dengan medium yang mengandung air dan pada suatu konsentrasi tertentu akan mulai membentuk misel. Konsentrasi saat terbentuknya misel disebut juga sebagai *Critical Micell Concentration (CMC)*.

Pada CMC, jumlah agregat menentukan sifat kelarutan surfaktan karena CMC menyatakan konsentrasi terbentuknya misel. Jumlah agregasi menyatakan jumlah molekul-molekul surfaktan yang membentuk misel mula-mula, pertumbuhan misel dan pemisahan fasa dari larutan surfaktan.^[20] Skema pertumbuhan misel dapat dilihat pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5. Skema pertumbuhan misel^[22]

Surfaktan diklasifikasikan ke dalam 4 kategori, yaitu anionik, non-ionik, kationik, dan amfoterik. Surfaktan anionik pada grup kepalanya bermuatan negatif, surfaktan kationik pada kepalanya bermuatan positif sedangkan surfaktan non-ionik grup kepalanya netral dan surfaktan amfoterik dapat berupa anionik maupun kationik. Ilustrasi jenis-jenis surfaktan diperlihatkan pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6. Ilustrasi monomer surfaktan^[23]

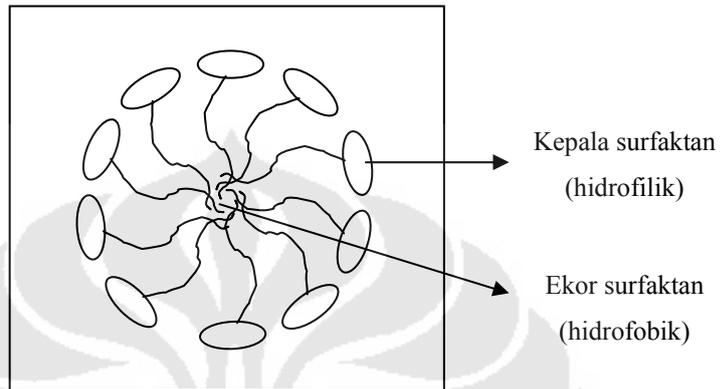
2.7 SELF-ASSEMBLY DAN PEMBENTUKAN MISEL

Self-assembly adalah proses pengorientasian atau penyusunan molekul menjadi susunan yang diharapkan, yang terjadi pada komponen-komponen yang relatif kecil secara spontan dalam pengaruh reaksi kimia, gaya elektrostatis dan gaya kapilaritas. Gaya penggerak (*driving force*) untuk *self-assembly*, yaitu gaya elektrostatis, kehidrofilikan, kehidrofobikan, gaya kapilaritas dan adsorpsi kimia.

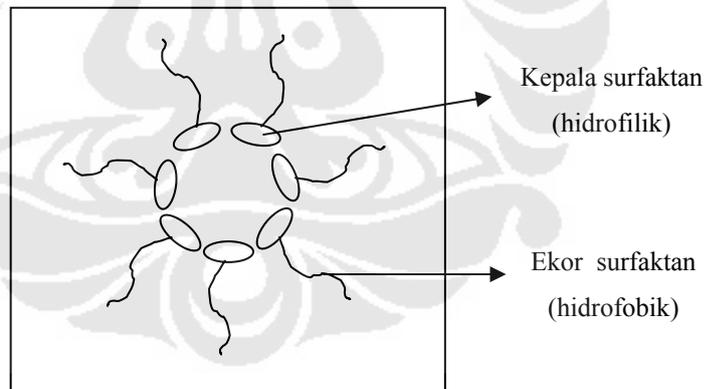
Proses terpenting dari *self-assembly* adalah penyerapan kimia (*chemical adsorption*) dan besarnya energi yang terkait dalam tingkatan puluhan kcal/mol. Sebagai hasil dari reaksi eksotermik antara grup kepala dan substrat, molekul-molekul tersebut mencoba menempati setiap sisi ikatan pada permukaan, dan molekul-molekul adsorpsi akan berdifusi sepanjang permukaan. Pada awalnya bentuk misel adalah sferikal dan tersebar di dalam larutan. Dengan adanya peningkatan konsentrasi surfaktan, misel akan berubah menjadi batang silinder. Bila konsentrasi surfaktan ditingkatkan lagi, maka akan terbentuk misel-misel silinder yang tersusun paralel dalam bentuk heksagonal. Pada konsentrasi yang paling tinggi misel akan berbentuk lamelar.^[24]

Misel memiliki orientasi yang berbeda di dalam larutan yang berbeda. Gambar 2.7 menunjukkan orientasi misel pada pelarut air. Bagian kepala surfaktan berkumpul di daerah luar dan bersentuhan langsung dengan pelarut air.

Hal tersebut disebabkan oleh sifat hidrofilik pada bagian kepala surfaktan. Sedangkan Gambar 2.8 memperlihatkan orientasi misel pada pelarut organik. Pada pelarut organik, bagian ekor yang berada di daerah luar dan bersentuhan langsung dengan pelarut organik disebabkan sifat hidrofobik yang dimilikinya.



Gambar 2.7. Ilustrasi orientasi misel pada pelarut air



Gambar 2.8. Ilustrasi orientasi misel pada pelarut organik

2.8 MATERIAL PENYUSUN SBA-15

Sintesis material mesopori silika SBA-15 melibatkan beberapa zat, yaitu TEOS sebagai prekursor, Pluronik 123 sebagai surfaktan, HCl sebagai katalis, dan air sebagai pelarut.

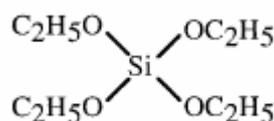
2.8.1 TEOS (*Tetraethylorthosilicate*)

TEOS digunakan sebagai prekursor atau sumber silika dalam pembuatan material mesopori. TEOS termasuk jenis senyawa silikon alkoksi yang terdiri dari atom Si yang berikatan dengan gugus organik (OR) dengan rumus kimia $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$. TEOS memiliki sifat tidak dapat larut (*incompatible*) dalam zat seperti air, alkali, asam-asam mineral dan agen pengoksidasi yang kuat. Sifat fisik TEOS dapat dilihat pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2. Sifat fisik TEOS^[24]

Berat molekul	208,33
Berat Jenis	0.94 gr/cc ³
Titik didih	169 ⁰ C (336 ⁰ F)
Titik Lebur	-86 ⁰ C (-123 ⁰ F)

Senyawa yang banyak digunakan dalam sintesis material mesopori adalah *tetramethylorthosilicate* (TMOS, $\text{Si}(\text{OCH}_3)_4$) dan *tetraethylorthosilicate* (TEOS, $\text{Si}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)_4$). Pada penelitian ini, prekursor yang digunakan adalah TEOS. Gambar 2.9 menunjukkan struktur TEOS. Alasan utama digunakannya TEOS ini adalah tidak terbentuknya garam di dalam gel, sehingga tidak perlu pekerjaan tambahan untuk menghilangkan garam tersebut.^[24]



Gambar 2.9. Struktur kimia TEOS

2.8.2 Pluronik 123

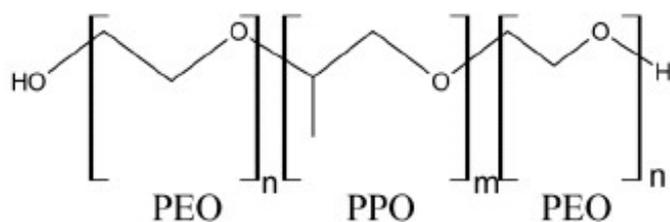
Pluronik 123 (P123) adalah salah satu triblok kopolimer yang banyak digunakan sebagai surfaktan. Pluronik secara umum dinyatakan dengan simbol Poli ($EO_nPO_mEO_n$) untuk EO adalah gugus Etilen Oksida dan PO Propilen Oksida. Sifat fisik Pluronik 123 dapat dilihat pada Tabel 2.3.

Tabel 2.3. Sifat fisik Pluronik P123

Bentuk	Pasta
Berat molekul rata-rata	5750
Kerapatan 60°/25°C	1.01
Viskositas, cps, pada 60°C	350
Tegangan permukaan	34 dyne/cm
Kelarutan di dalam air pada 25oC	>10%

Pada tahun 1998 Dongyuan Zhao telah berhasil membuat sejumlah material silika mesopori dalam media asam dengan variasi kesimetrian dan konektifitas pori yang terdefinisi dengan baik. Dengan menggunakan alkil PEO surfaktan-oligomerik, akan diperoleh mesostruktur heksagonal, kubik dan kesimetrian lamelar. SBA-11 kubik dengan grup ruang Pm3m yang disintesis dari template $C_{16}EO_{10}$, SBA-12 dan SBA-14 yang dipreparasi dengan menggunakan $C_{16}EO_{10}$ dan $C_{12}EO_4$ sebagai template.^[23]

Pluronik 123 berbentuk pasta dan memiliki jumlah gugus etilen oksida sebanyak 20 dan gugus propilen oksida sebanyak 70. P123 dapat ditulis ($EO_{20}PPO_{70}PEO_{20}$). Rumus kimia Pluronik 123 ditunjukkan pada Gambar 2.10. Dapat dilihat bahwa blok polimer PEO, PPO dan PEO saling terikat membentuk kopolimer blok. Gugus PEO adalah bagian kepala yang bersifat hidrofilik, sedangkan gugus PPO disebut sebagai bagian ekor, yang bersifat hidrofobik.



Gambar 2.10. Struktur kimia Pluronic 123

Pluronic 123 adalah termasuk surfaktan anionik yang apabila digunakan dengan konsentrasi surfaktan yang rendah, akan diperoleh kristal cair *templating*. Sintesis yang dilakukan dengan menggunakan konsentrasi surfaktan yang tinggi (50 wt %) akan diperoleh keteraturan yang tinggi pada material mesoporinya.

2.9 SOL-GEL

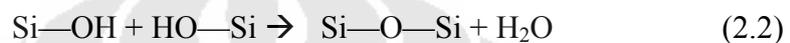
Sol-gel merupakan salah satu metode yang paling banyak digunakan dalam mempersiapkan material oksida logam berukuran nano. Sol merupakan suatu partikel halus yang terdispersi dalam suatu fasa cair membentuk koloid sedangkan gel merupakan padatan yang tersusun dari fasa cair dan padat dimana kedua fasa ini saling terdispersi dan memiliki struktur jaringan internal. Proses sol-gel sendiri didefinisikan sebagai proses pembentukan senyawa anorganik melalui reaksi kimia dalam larutan pada suhu rendah. Dalam proses tersebut terjadi perubahan fasa dari suspensi koloid (sol) membentuk fasa cair kontinu (gel). Metode sol-gel memiliki beberapa keuntungan antara lain :

1. Tingkat stabilitas termal yang baik.
2. Luas permukaan BET (Brunauer, Emmet, dan Teller) yang tinggi.
3. Stabilitas mekanik yang tinggi.
4. Daya tahan pelarut yang baik.
5. Modifikasi permukaan dapat dilakukan dengan berbagai kemungkinan.

Proses sol-gel telah banyak diaplikasikan secara luas. Sebagian besar produk sol-gel adalah bahan keramik dan gelas dalam berbagai bentuk seperti

bubuk *ultrafine* atau *spherical*, lapisan film tipis, serat keramik, membran inorganik mikropori, gelas dan keramik monolitik, dan bahan *aerogel* berpori.

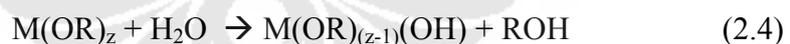
Prekursor yang digunakan pada umumnya ialah logam inorganik yang dikelilingi oleh ligan yang reaktif seperti logam alkoksida ($M(OR)_z$), dimana R menunjukkan grup alkil (C_nH_{2n+1}). Logam alkoksida banyak digunakan karena sifatnya yang mudah bereaksi dengan air diantaranya ialah Tetrametoksisilan (TMOS), Tetraetoksisilan (TEOS) dan alkoksida lainnya seperti aluminat, titanat, borat, dan lain-lain. Pada jenis alkoksi silikon, reaksi yang umum terjadi yaitu :



Proses sol-gel terbagi ke dalam 4 tahap, yaitu hidrolisis, kondensasi, pematangan atau *aging*, dan kalsinasi.

A. Hidrolisis

Pada tahap pertama logam prekursor (alkoksida) dilarutkan dalam alkohol dan terhidrolisis dengan penambahan air pada kondisi asam, netral atau basa menghasilkan sol koloid. Hidrolisis menggantikan ligan ($-OR$) dengan gugus hidroksil ($-OH$) dengan reaksi sebagai berikut :



Faktor yang berpengaruh terhadap proses hidrolisis adalah rasio air/prekursor dan jenis katalis hidrolisis yang digunakan. Peningkatan rasio pelarut/prekursor akan meningkatkan reaksi hidrolisis. Reaksi berlangsung cepat sehingga waktu gelasi lebih cepat.

Katalis yang digunakan pada proses hidrolisis adalah jenis katalis asam atau katalis basa, namun proses hidrolisis juga dapat berlangsung tanpa menggunakan katalis. Dengan adanya katalis maka proses hidrolisis akan berlangsung lebih cepat dan konversi menjadi lebih tinggi.

Reaksi hidrolisis akan selesai saat semua grup (O-CH₂CH₃) digantikan dengan golongan (-OH). Reaksi hidrolisis menghasilkan sol yang terdiri dari Si(OH)₄ dan CH₃CH₂OH. Reaksi hidrolisis tersebut dapat dilihat pada persamaan 2.5.



B. Kondensasi

Pada tahapan ini terjadi proses transisi dari sol menjadi gel. Reaksi kondensasi melibatkan ligan hidroksil untuk menghasilkan polimer dengan ikatan M-O-M. Pada berbagai kasus, reaksi ini juga menghasilkan produk samping berupa air atau alkohol dengan persamaan reaksi secara umum adalah :



Dari reaksi umum di atas, reaksi yang terjadi jika menggunakan prekursor TEOS sebagai berikut :



C. Pematangan (*Aging*)

Setelah reaksi hidrolisis dan kondensasi, dilanjutkan dengan proses pematangan *gel* yang terbentuk. Proses ini lebih dikenal dengan nama proses *aging*. Pada proses pematangan ini, terjadi reaksi pembentukan jaringan *gel* yang lebih kaku, kuat dan menyusut didalam larutan.

D. Pengeringan (*Kalsinasi*)

Tahap terakhir ialah proses penguapan larutan dan cairan yang tidak diinginkan untuk mendapatkan struktur sol-gel yang memiliki luas permukaan yang tinggi. Kalsinasi berguna untuk melepaskan template yang digunakan saat proses sol-gel.

2.10 HIDROTERMAL

2.10.1 Sejarah Hidrotermal

Pada tahun 1839, ahli kimia dari Jerman, Robert Whilhelm Bunsen, melakukan riset terhadap barium karbonat dan stronsium karbonat. Pada material tersebut dilakukan proses hidrotermal pada temperatur 200°C dan pada tekanan 100 bar. Riset Bunsen tersebut merupakan riset hidrotermal pertama.^[25] Penelitian Bunsen diteruskan oleh Schafhäult pada tahun 1845 dan Sénarmont pada tahun 1851. Riset mereka menyimpulkan bahwa proses hidrotermal berhasil mendapatkan pertumbuhan kristal secara mikroskopik.^[26] Kemudian riset G. Spezzia pada tahun 1905 mendapatkan bahwa proses hidrotermal berhasil mendapatkan pertumbuhan kristal secara makroskopik. Spezzia mendapatkan pertumbuhan kristal baru dengan ukuran mencapai 15 mm. Spezzia melakukan proses hidrotermal pada temperatur 320-350°C.^[27] Riset hidrotermal terus dilakukan oleh Acken (1946), Hale (1948), Brown (1951), Walker (1950) and Kohman (1955).^[28]

II. 10. 2 Proses Hidrotermal

Hidrotermal dapat didefinisikan sebagai metode pertumbuhan ukuran kristal yang disebabkan pemanasan material oleh uap air. Pertumbuhan kristal pada proses hidrotermal terjadi pada baja bertekanan tinggi yang disebut dengan autoclave. Gambar 2.11 memperlihatkan autoclave yang digunakan saat proses hidrotermal.



Gambar 2.11. *Container* hidrotermal

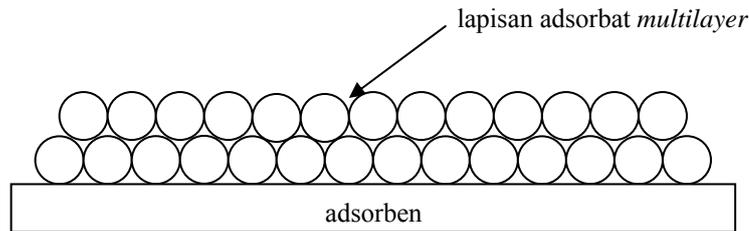
2.11 KARAKTERISASI SBA-15

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh proses konsentrasi HCl sebagai katalis asam dan perlakuan hidrotermal terhadap tingkat kristalinitas. Untuk karakterisasi material mesopori digunakan BET sedangkan untuk karakterisasi kristalinitas digunakan XRD dan FTIR.

2.11.1 BET (Brunauer, Emmet, Teller)

BET merupakan singkatan dari nama-nama ilmuwan yang menemukan teori luas permukaan pada suatu material. Mereka adalah Brunauer, Emmet, dan Teller.^[29] BET digunakan untuk karakterisasi permukaan suatu material yang meliputi *surface area* (SA, m^2/g), diameter pori (D) dan volume pori (V_{pr} , cc/gr). Teori BET menjelaskan bahwa adsorpsi terjadi di atas lapisan adsorbat *monolayer*. Sehingga, isoterm adsorpsi BET dapat diaplikasikan untuk adsorpsi *multilayer*. Keseluruhan proses adsorpsi dapat digambarkan sebagai berikut :

- a. Penempelan molekul pada permukaan padatan (adsorben) membentuk lapisan *monolayer*
- b. Penempelan molekul pada lapisan *monolayer* membentuk lapisan *multilayer*



Gambar 2.12. Pendekatan isoterm adsorpsi BET

Pada pendekatan ini, perbandingan kekuatan ikatan pada permukaan adsorben dan pada lapisan adsorbat *monolayer* didefinisikan sebagai konstanta c . Lapisan adsorbat akan terbentuk sampai tekanan uapnya mendekati tekanan uap dari gas yang teradsorpsi. Pada tahap ini, permukaan dapat dikatakan "basah (*wet*)". Bila V menyatakan volume gas teradsorpsi, V_m menyatakan volume gas yang diperlukan untuk membentuk lapisan *monolayer*, dan x adalah P/P^* , maka isoterm adsorpsi BET dapat dinyatakan sebagai :

$$\frac{V}{V_m} = \frac{cx}{(1-x)(1-x+cx)} \quad (2.10)$$

Kesetimbangan antara fasa gas dan senyawa yang teradsorpsi dapat dibandingkan dengan kesetimbangan antara fasa gas dan cairan dari suatu senyawa. Dengan menggunakan analogi persamaan Clausius – Clapeyron, maka :

$$\frac{d(\ln P)}{dT} = -\frac{\Delta H_{ads}}{RT^2} \quad (2.11)$$

dimana ΔH_{ads} adalah entalpi adsorpsi. Sehingga dapat ditarik kesimpulan bahwa tekanan kesetimbangan dari gas teradsorpsi bergantung pada permukaan dan entalpi adsorpsi. Gambar 2.13 menunjukkan alat pengujian BET.



Gambar 2.13. Mesin BET surface area

2.11.2 XRD (X-Ray Diffraction)

Sinar X ditemukan pertama kali oleh Wilhelm Conrad Rontgen pada tahun 1895, di Universitas Wurtzburg, Jerman. Karena asalnya tidak diketahui waktu itu maka disebut sinar-X. Untuk penemuan ini Rontgen mendapat hadiah nobel pada tahun 1901, yang merupakan hadiah nobel pertama di bidang fisika. Sejak ditemukannya, sinar-X telah umum digunakan untuk tujuan pemeriksaan tidak merusak pada material maupun manusia. Disamping itu, sinar-X dapat juga digunakan untuk menghasilkan pola difraksi tertentu yang dapat digunakan dalam analisis kualitatif dan kuantitatif material. Pengujian dengan menggunakan sinar-X disebut dengan pengujian XRD (X-Ray Diffraction).

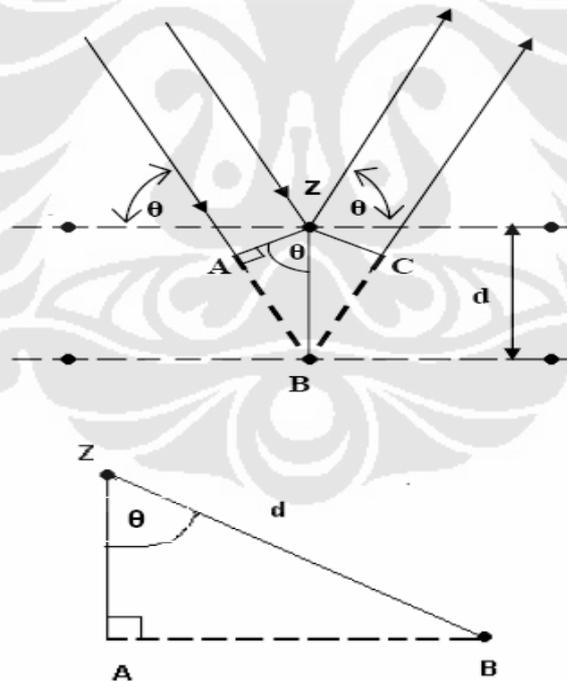
XRD digunakan untuk analisis komposisi fasa atau senyawa pada material dan juga karakterisasi kristal. Prinsip dasar XRD adalah mendifraksi cahaya yang melalui celah kristal. Difraksi cahaya oleh kisi-kisi atau kristal ini dapat terjadi apabila difraksi tersebut berasal dari radius yang memiliki panjang gelombang yang setara dengan jarak antar atom, yaitu sekitar 1 Angstrom. Radiasi yang digunakan berupa radiasi sinar-X, elektron, dan neutron.

Sinar-X merupakan foton dengan energi tinggi yang memiliki panjang gelombang berkisar antara 0.5 sampai 2.5 Angstrom. Ketika berkas sinar-X berinteraksi dengan suatu material, maka sebagian berkas akan diabsorpsi, ditransmisikan, dan sebagian lagi dihamburkan terdifraksi. Hamburan terdifraksi inilah yang dideteksi oleh XRD.

Pada awalnya, teori mengenai sinar-X dari sistem kristal telah dikembangkan dengan persamaan Laue. Kemudian Bragg mengembangkannya

lebih lanjut dengan menggunakan model kristal semi transparan yang terdiri dari beberapa lapisan atau bidang. Pada penelitiannya, sebagian sinar-X yang diarahkan ke suatu bidang akan direfleksikan dengan suatu sudut refleksi yang sama dengan sudut sinar datang terhadap sudut sinar datang tersebut. Sebagian lagi akan diteruskan kesisi dalam dan kemudian direfleksikan oleh bidang bagian lebih dalam dan seterusnya.

Berkas sinar X yang dihamburkan tersebut ada yang saling menghilangkan karena fasanya berbeda dan ada juga yang saling menguatkan karena fasanya sama. Berkas sinar X yang saling menguatkan itulah yang disebut sebagai berkas difraksi. Hukum Bragg merumuskan tentang persyaratan yang harus dipenuhi agar berkas sinar X yang dihamburkan tersebut merupakan berkas difraksi. Ilustrasi difraksi sinar-X pada XRD dapat dilihat pada Gambar 2.14.



Gambar 2.14. Ilustrasi difraksi sinar-X pada XRD

Dari gambar 2.14 dapat dideskripsikan sebagai berikut. Sinar datang yang menumbuk pada titik pada bidang pertama dan dihamburkan oleh atom z. Sinar datang yang kedua menumbuk bidang berikutnya dan dihamburkan oleh atom B,

sinar ini menempuh jarak $AB + BC$ bila dua sinar tersebut paralel dan satu fasa (saling menguatkan). Jarak tempuh ini merupakan kelipatan (n) panjang gelombang (λ), sehingga persamaan menjadi :

$$n \lambda = AB + BC \quad (2.12)$$

Dari Gambar 2.14 terlihat bahwa :

$$AB = d \sin \theta \quad (2.13)$$

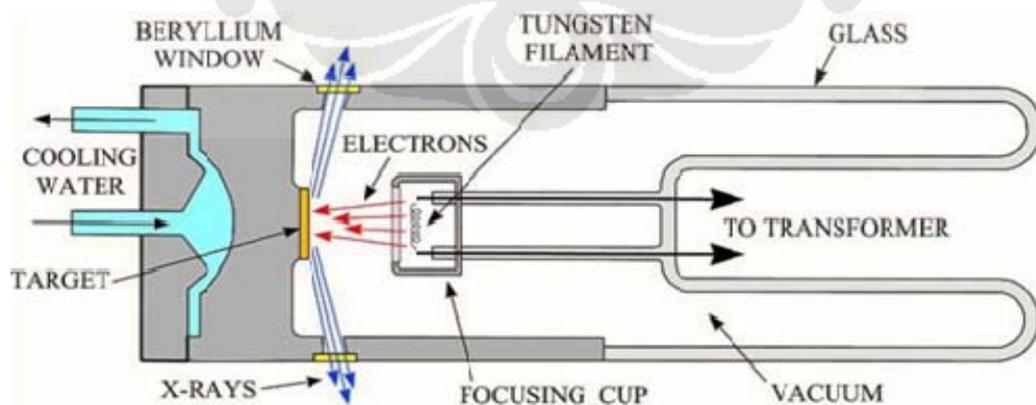
karena $AB = BC$ persamaan menjadi :

$$n \lambda = 2 AB \quad (2.14)$$

Substitusi persamaan menjadi :

$$n \lambda = 2 d \sin \theta \quad (2.15)$$

Sehingga dari Persamaan 2.16 diatas, dengan mengetahui panjang gelombang sinar-X (λ) dan sudut datang pada bidang kisi (θ), maka jarak antara dua bidang planar kristal (d_{001}) dapat diketahui. Skema alat uji XRD dapat dilihat pada Gambar 2.14.



Gambar 2.15. Skema alat uji XRD

2.11.3 FTIR

FTIR merupakan kependekan dari *Fourier Transform Infra Red*, yaitu metode analisis material dengan menggunakan spektroskopi sinar infra merah. Sinar infra merah memiliki rentang panjang gelombang dari 2.5 μm sampai 25 μm . Adapun frekuensi sinar infra red memiliki rentang dari 400 cm^{-1} sampai 4000 cm^{-1} . FTIR merupakan salah satu pengujian tidak merusak. Dalam spektroskopi sinar infra merah, radiasi sinar infra merah ditembakkan ke arah sebuah molekul. Sebagian radiasi sinar infra merah tersebut diserap (diadsorpsi) oleh molekul dan sebagian lagi diteruskan (ditransmisikan) melalui molekul tersebut yang menghasilkan sebuah spektrum. Hasil spektrum tersebut mewakili nilai adsorpsi dan transmisi dari molekul. Seperti sidik jari manusia, tidak ada molekul yang memiliki nilai spektrum atau vibrasi yang sama. Hal itu menyebabkan spektroskopi infra merah sangat bermanfaat untuk menganalisis dari molekul. Mesin uji FTIR ditunjukkan pada Gambar 2.15.



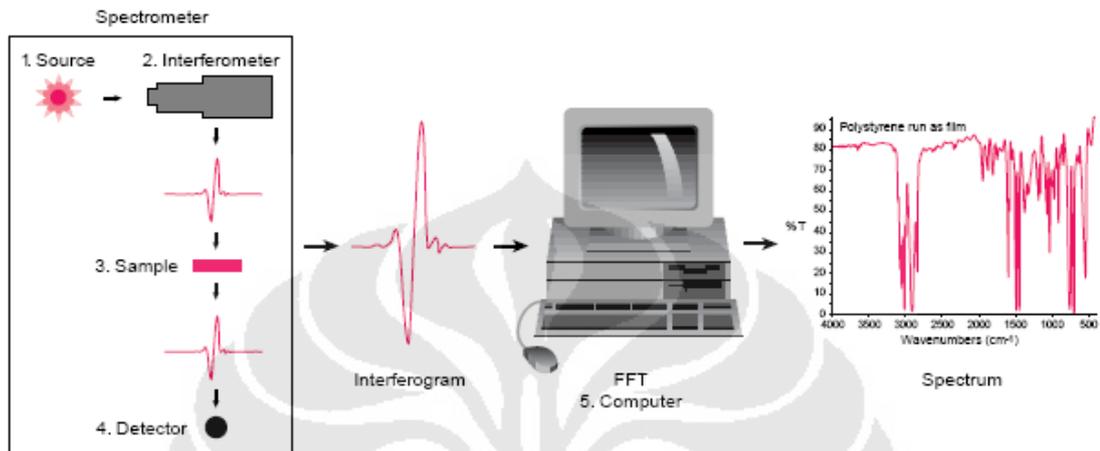
Gambar 2.16. Alat uji FTIR^[30]

Instrumen FTIR memiliki 5 komponen. Berikut ini adalah komponen-komponen yang terintegrasi dalam instrument FTIR.

1. Sumber sinar infra merah
2. Interferometer

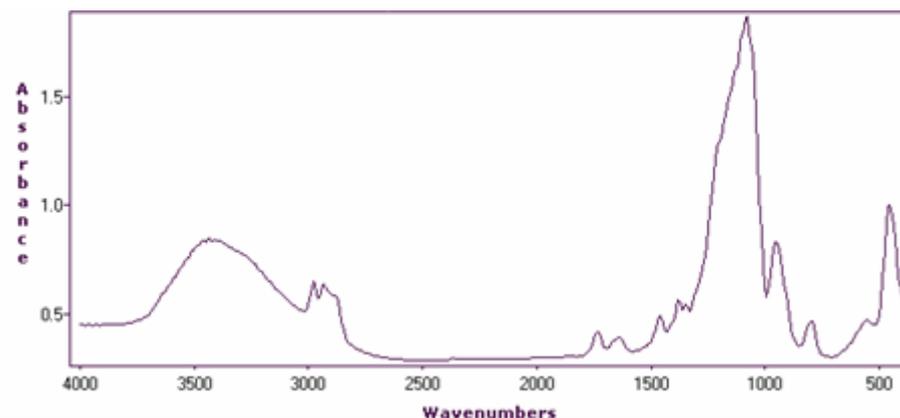
3. Sampel
4. Detektor
5. Komputer

Gambar 2.16 menggambarkan ilustrasi instrument FTIR.



Gambar 2.17. Skema instrumen FTIR^[30]

Pengujian FTIR memiliki 3 fungsi, yaitu (i) untuk mengidentifikasi material yang belum diketahui, (ii) untuk menentukan kualitas atau konsistensi sampel, dan (iii) untuk menentukan intensitas suatu komponen dalam sebuah campuran. FTIR merupakan pengujian kuantitatif untuk sebuah sampel. Ukuran puncak (*peak*) data FTIR menggambarkan jumlah atau intensitas senyawa yang terdapat didalam sampel. FTIR menghasilkan data berupa grafik intensitas dan frekuensi. Intensitas menunjukkan tingkatan jumlah senyawa sedangkan frekuensi menunjukkan jenis senyawa yang terdapat dalam sebuah sampel. Gambar 2.17 menunjukkan contoh hasil pengujian FTIR.



Gambar 2.18. Contoh data hasil uji FTIR

II. 12 APLIKASI SBA-15

Berkaitan dengan ukuran pori yang homogen dengan luas permukaan yang tinggi serta grup permukaan yang kaya dan dapat berfungsi tepat maka material mesopori yang telah di-*template* oleh blok kopolimer nonionik menunjukkan aplikasi yang potensial sebagai katalis, adsorpsi, separasi, optik, sensor, nano reaktor, dan berfungsi sebagai *template carbon nano tube*. Secara umum, material mesopori SBA-15 digunakan sebagai membran karena kemampuan pembentukan porositas dengan jumlah dan struktur yang khas. Aplikasi lain dari material SBA-15 adalah sebagai berikut :

Katalis

Proses katalis mempersyaratkan peningkatan dari keaktifan dan selektifitas material katalis tersebut. Keaktifan dan selektifitas ini dipengaruhi oleh disain dari material katalis dengan mikrostruktur yang diharapkan. Material mesopori SBA-15 menawarkan kemungkinan terhadap pengontrolan terhadap luas dan permukaan yang dapat diakses dari terhadap suatu zat kimia. Contoh dalam penggunaan sebagai katalis adalah untuk *coupling* alkohol untuk membentuk eter, khususnya dari metanol dan *coupling* isobutanol untuk membentuk metil isobutil eter. Semua publikasi tentang aplikasi katalis difokuskan pada material silika mesopori Al-, Ti- dan Co-. Aluminium yang mengandung saringan molekular

mesopori sering digunakan sebagai penyokong (*support*) untuk reaksi asam katalis.

Adsorban

Material mesopori yang difungsionalisasi dengan group organik digunakan sebagai adsorban untuk ion logam berat. Satu hal yang lebih menarik adalah material mesopori silika yang dipreparasi oleh blok kopolimer yang dapat digunakan dalam adsorpsi/desorpsi dari biomolekul yang berbasis pada aplikasi separasi mendatang.

Separasi

Sebagaimana telah disebutkan di atas, silika mesopori dengan pori seperti yang diharapkan juga memiliki karakteristik yang baik sebagai separasi.

Aplikasi Bioteknologi

Material mesopori sangat potensial digunakan dalam aplikasi bioteknologi sebagai material topografi dan memiliki distribusi spasial dari fungsi kontrol terhadap protein, sel dan untuk bioseparasi. Banyak konsep dasar yang dipelajari untuk mengembangkan dan mengeksplorasi alam dalam skala nano, antara lain :

1. Mengembangkan separasi kimia dan media isolasi menggunakan material mesopori.
2. Mengintegrasikan proses teknik dan *assembly* atau perancangan material menjadi piranti yang bermanfaat.
3. Mengembangkan produk baru dan piranti biomedikal dengan memanipulasi enzim dan protein.
4. Sistem pengiriman obat (*drug delivery system*) pada jaringan atau organ-organ tubuh.