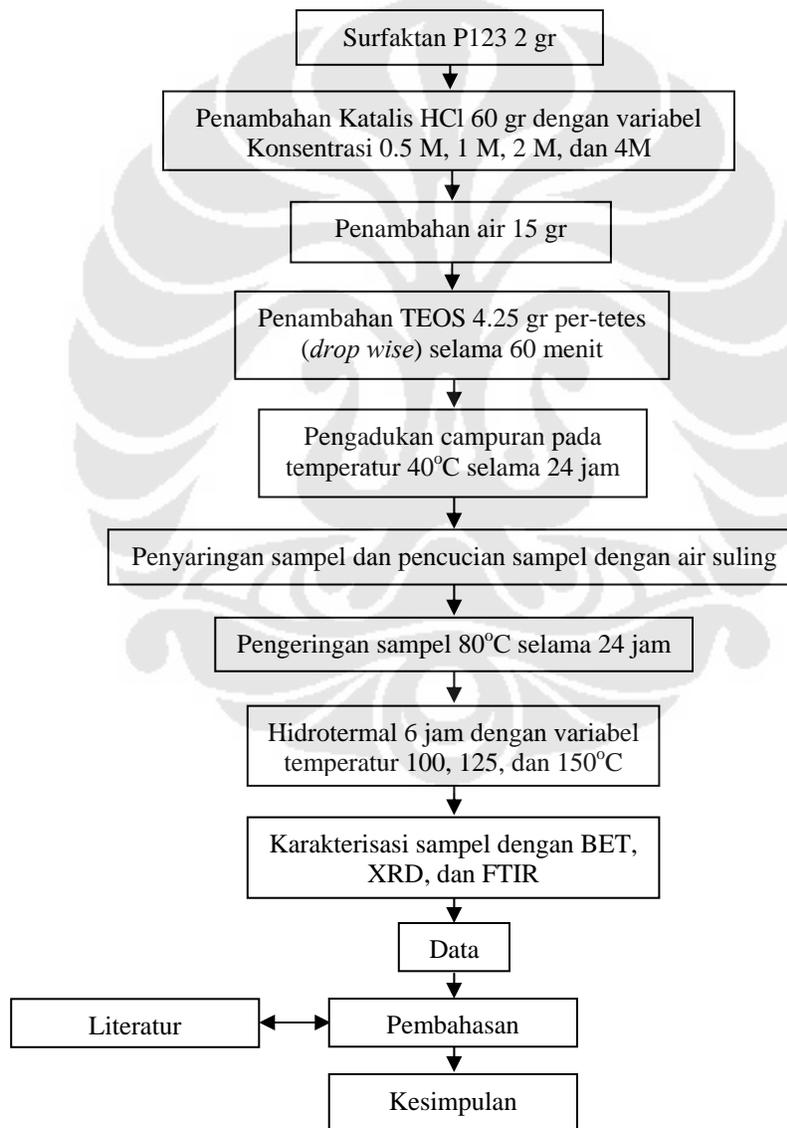


BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 DIAGRAM ALIR PENELITIAN

Gambar 3.1 di bawah ini memperlihatkan diagram alir dalam penelitian ini.



Gambar 3.1. Diagram alir penelitian

3.2 PERALATAN DAN BAHAN PENELITIAN

3.2.1 Peralatan

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini sebagai berikut :

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

3.2.2 Bahan-bahan

Adapun bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini sebagai berikut :

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

3.3 PROSES SINTESIS SBA-15

3.3.1 TEOS, P123, Air dan HCl

Batasan yang digunakan dalam penelitian ini adalah :

- TEOS (*tetraethylorthosilicate*) produksi Merck (Gambar 3.2),
- Surfaktan merek Pluronik 123 produksi BASF (Gambar 3.3),
- Pelarut air, dan
- HCl



Gambar 3.2. TEOS yang digunakan dalam penelitian



Gambar 3.3. Pluronic 123 yang digunakan dalam penelitian

Untuk setiap sampel, TEOS yang digunakan dalam penelitian ini sebanyak 4.25 gr, surfaktan Pluronic 123 sebanyak 2 gr, dan air sebanyak 15 gr. Sedangkan HCl yang digunakan sebanyak 60 gr dengan variabel konsentrasi, yaitu 0.5, 1, 2, dan 4 M. Komposisi variabel dapat dilihat pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1. Komposisi bahan-bahan yang digunakan

Sampel	TEOS	Pluronic 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 Pengenceran HCl

Untuk membuat HCl dengan konsentrasi yang berbeda diperlukan proses pengenceran dari HCl yang telah tersedia. Proses pengenceran HCl dalam penelitian ini dapat dijelaskan sebagai berikut.

Larutan yang tersedia :

- HCl dengan kandungan 32%
- $M_r = 36.46$
- $\rho = 1.16 \text{ gr/cm}^3$

Menghitung Konsentrasi HCl :

$$\begin{aligned} M &= (\% \cdot 10 \cdot \rho) / M_r \\ &= (32 \cdot 10 \cdot 1.16) / 36.46 \\ &= \underline{10.18 \text{ mol/liter}} \end{aligned}$$

Contoh pengenceran HCl untuk mendapatkan HCl 2 M, 100 ml :

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$100 \text{ ml} \cdot 2 \text{ M} = V_2 \cdot 10.18$$

$$V_2 = 19.64 \text{ ml}$$

Dengan demikian, untuk mendapatkan HCl 100 ml, 2M dari HCl dengan konsentrasi 10.1810203 mol/liter adalah dengan mengencerkan 19.64 ml HCl 10.18 dengan aquades hingga 100 ml. Begitu pun untuk mendapatkan HCl dengan konsentrasi 0.5, 1, dan 4 M.

3.3.3 Penentuan Temperatur 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 3.4. *Magnetic stirrer*

Kalibrasi 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°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.

Tabel 3.2. Skala pada temperatur *Magnetic Stirrer*

Skala	Temp (°C)	Waktu (menit)	Skala	Temp (°C)	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		60	4
	45	64	5	94	10
	45	70		98	13
	45	72		98	15
	45	76		96,5	17
	45	80		97	21

3.3.4 Proses Sintesis

Proses sintesis dilakukan dengan melarutkan melarutkan 2 gr Pluronic 123 dengan 60 gr HCl dan 15 ml Aquades. Konsentrasi HCl yang digunakan tergantung dari sampel yang akan dibuat. Pada proses pelarutan tersebut hal pertama yang dilakukan adalah menempatkan Pluronic 123 kedalam tabung yang telah diletakkan diatas *magnetic stirrer*. Kemudian HCl ditambahkan diikuti penambahan aquades.

Kemudian dimasukkan *stirrer* yang akan berputar ketika skala putaran dijalankan pada skala 3 dan temperatur diatur pada skala 2.

Pelarutan ini berlangsung sampai Pluronik 123 benar-benar larut. Hal ini ditandai dengan warna larutan yang bening. Baru kemudian ditambahkan TEOS sebanyak 4.25 gr kedalam larutan tersebut sedikit-sedikit dalam waktu 1 jam. Kemudian larutan didiamkan dalam keadaan ini selama sekitar 24 jam. Setelah selesai larutan didiamkan sampai terbentuk endapan.

3.3.5 Penyaringan Sampel

Endapan yang ada pada dasar tabung diambil dengan menggunakan kertas saring. Endapan tersebut lalu dibilas dengan menggunakan Aquades sampai beberapa kali. Proses pembilasan ini dilakukan dengan tujuan untuk membersihkan endapan tersebut dari zat-zat yang tidak diperlukan dan juga terhadap kontaminan.

3.4 PROSES PENGERINGAN

Endapan yang telah dibersihkan kemudian dikeringkan pada temperatur 80°C. Proses ini dilakukan dengan menggunakan oven seperti pada Gambar 3.5. Proses pengeringan sendiri bertujuan untuk menghilangkan kadar air yang masih ada dan untuk menghilangkan *template*. Proses ini berlangsung selama 24 jam. Hasil dari proses ini adalah terbentuknya serbuk putih SBA-15.



Gambar 3.5. Oven yang digunakan pada proses pengeringan dan hidrotermal

3.5 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 pada temperatur yang berbeda dengan waktu proses 6 jam. Pembagian sampel dan variabel temperatur dapat dilihat pada Tabel 3.3.

Tabel 3.3. Pembagian sampel dan temperatur proses

Temperatur Hidrotermal (°C)	Konsentrasi HCl			
	0.5 M	1 M	2 M	4 M
100	1A	1B	1C	1D
125	2A	2B	2C	2D
150	3A	3B	3C	3D

Untuk proses hidrotermal sampel ditempatkan pada *container*. Gambar 3.6 menunjukkan *container* yang digunakan dalam proses hidrotermal. Preparasi 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 3.5). Temperatur yang digunakan pada proses ini adalah 100°C, 125°C, dan 150°C selama 6 jam. Setelah waktu yang ditentukan telah dicapai *container* dikeluarkan. Sampel dapat dikeluarkan dari *container* ketika temperatur *container* mencapai temperatur ruang.



Gambar 3.6. *Container* yang digunakan pada proses hidrotermal

3.6 KARAKTERISASI

Karakterisasi sampel dilakukan dengan 3 pengujian, yaitu BET, XRD, dan FTIR. Pengujian BET dilakukan untuk karakterisasi material mesopori berdasarkan kurva adsorpsi-desorpsi. Pengujian XRD bertujuan untuk karakterisasi kristal pada sampel sedangkan pengujian FTIR bertujuan untuk menentukan ikatan yang bertanggung jawab atas tingkat kristalinitas sampel tersebut. Data hasil pengujian FTIR berguna untuk mendukung data hasil pengujian XRD.

3.6.1 BET

Spesimen dari tiap-tiap komposisi diambil sebanyak beberapa gram dilakukan *degassing* ($\sim 10^{-2}$ Pa) pada temperatur 300°C selama 12 jam. Kemudian dilakukan analisis adsorpsi-desorpsi N_2 dengan menggunakan Autosorb Multistation 1.23 Analyzer (Quantachrome Corp) yang dilakukan di Departemen Teknik Kimia FTUI. Data adsorpsi-desorpsi yang dihasilkan berupa kurva isoterm adsorpsi-desorpsi, luas area permukaan pori Brunauer-Emmett-Teller (BET) dan volume total pori, V_t . Gambar 3.7 memperlihatkan alat uji BET yang terdapat di Departemen Teknik Kimia FT-UI.



Gambar 3.7. Alat uji BET Departemen Teknik Kimia FT-UI

3.6.2 XRD

Karakterisasi ukuran kristal material SBA-15 dilakukan dengan menggunakan XRD yang dilakukan di BATAN, Serpong. Peralatan yang digunakan adalah XRD merek Philips dengan tipe PW 2213/20. Alat uji XRD ditunjukkan pada Gambar 3.8.



Gambar 3.8. Alat uji XRD BATAN

3.6.3 FTIR

FTIR digunakan untuk menentukan intensitas suatu senyawa pada sebuah campuran. Pada penelitian ini, FTIR berguna untuk mendapatkan data intensitas ikatan Si-OH dan Si-O-Si dari sampel. Si-OH merupakan ikatan yang bertanggung jawab atas sifat amorf pada material mesopori silika SBA-15 sedangkan Si-O-Si bertanggung jawab atas sifat kristalin SBA-15. Selain itu, data FTIR bertujuan untuk menguatkan data hasil uji XRD. Pengujian FTIR dilakukan di Departemen Teknik Kimia FT-UI. Gambar 3.9 memperlihatkan mesin uji FTIR di Departemen Teknik Kimia FT UI, Depok.



Gambar 3.9. Mesin uji FTIR Departemen Teknik Kimia FT UI