

Identifikasi Ukuran Pori Lapisan SBA-15 Hasil Metode Spin Coating Dengan Menggunakan Atomic Force Microscope (AFM))

Donauta Dhaneswara¹, M. Hikam² dan M. Zaenuri¹
Departemen Metalurgi dan Material Fakultas Teknik Universitas Indonesia*)
Departemen Fisika Fakultas MIPA Universitas Indonesia**)
Kampus UI Depok 16424 (021)7863510
donny@metal.ui.ac.id

Abstrak

Material SBA-15 merupakan material yang banyak diaplikasikan pada dunia industri yang bergerak dalam bidang katalis, adsorban, dan membran. Pori pada material SBA-15 berdasarkan ukurannya termasuk dalam kategori material mesopori, karena ukurannya antara 2-50 nm. Pengamatan diameter pori pada umumnya dilakukan dengan menggunakan Scanning Electron Microscope (SEM) atau Transmission Electron Microscope (TEM). Metode lain yang juga bisa digunakan untuk menentukan diameter pori ialah dengan pengamatan Atomic Force Microscope (AFM). Hasil pengamatan topografi dengan menggunakan AFM dapat mengidentifikasi mengenai ukuran dan bentuk pori SBA-15 dalam orde nanometer. Berdasarkan hasil pengamatan AFM, diketahui bahwa diameter pori material SBA-15 mempunyai ukuran pori 3,27 nm.

Kata kunci: Mesopori, AFM dan SBA-15

Abstract

The SBA-15 material can be applied on many industries such as catalyst, adsorbent and membrane material. Pore size in SBA-15 can be categorized in mesoporous material, because the size ranges from 2-50 nm. Pore diameter generally can be observed by Scanning Electron Microscope (SEM) or Transmission Electron Microscope (TEM). Another method to determine the pore diameter is using a Atomic Force Microscope (AFM). The topography observation from AFM can identify the size and pore shape of SBA-15 in nanometer order. The result of AFM showed that the pore size of SBA-15 is 3.27 nm.

Keywords: Mesoporous, AFM and SBA-15

1. Pendahuluan

Material mesopori adalah material yang memiliki pori-pori, dengan ciri luas permukaan yang tinggi. Secara umum material pori memiliki nilai porositas antara 0,2-0,95 yang merupakan perbandingan dari volume total pori terhadap volume total material [1]. Porositas dalam suatu material, dapat diklasifikasikan dalam dua jenis yaitu; porositas terbuka dan porositas tertutup. Porositas terbuka merupakan pori yang terhubung antara satu permukaan dengan permukaan yang lain dan porositas tertutup adalah pori yang terisolasi dari bagian luar. Dengan berkembangnya teknologi material nanopori, material dengan pori terbuka telah diteliti dan diaplikasikan dalam

berbagai penggunaan seperti dalam proses adsorpsi, katalis, filtrasi dan membran, sedangkan material dengan porositas tertutup digunakan sebagai isolasi sonik, termal dan aplikasi struktur. Pori dalam material mesopori memiliki variasi bentuk seperti silindrikal, sferikal, jenis slit dan bentuk yang lebih kompleks seperti bentuk hexagonal. Saluran pori dapat berbentuk lurus, kurva dengan belokan atau dengan kelokan (*tortuosity*). Definisi ukuran pori yang disebutkan oleh *International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC)* membagi klasifikasi pori dalam tiga kategori yaitu mikropori, mesopori dan makropori [2]. Mikropori adalah pori yang mempunyai ukuran lebih kecil dari 2 nm, mesopori adalah pori dengan ukuran diameter antara 2

nm sampai dengan 50 nm dan makropori jika diameternya lebih dari 50 nm. Pori yang ada dalam material nanopori, biasanya memiliki porositas yang besar nilainya lebih dari 0.4 dan diameter pori antara 1-100 nm. Material mesopori dengan luas permukaan yang tinggi dan nilai porositas yang besar diharapkan memiliki struktur pori yang seragam. Material mesopori ini sangat berguna untuk aplikasi fungsional seperti katalis, khromatografi, separasi dan sensing [3]. Identifikasi ukuran pori material SBA-15 dapat dilakukan dengan berbagai macam metode antara lain dengan metode adsorpsi-desorpsi N₂ [4], menggunakan TEM [5] dan menggunakan High Resolution SEM [6]. Pada penelitian ini akan dilakukan identifikasi ukuran pori dengan menggunakan AFM dikarenakan pengamatan AFM dapat mencapai ukuran nanometer.

2. Metode Penelitian

Secara skematis tahapan untuk mensintesa material SBA-15 ditampilkan pada Gambar 1. Material yang digunakan untuk mensintesa SBA 15 yaitu: *Tetraethyl orthosilicate* TEOS (Merck; 31,25 gr; 0,15 mol), Surfaktan merek Pluronic[®] P123 (BASF), HCL (Merck, pH 1; 2M; 12,5 ml), Etanol (Merck; 0,75 mol; 45 ml) dan Aqua Bidestilata (50 ml). Dalam melakukan sintesis material SBA-15, konsentrasi surfaktan Pluronic P123 dibuat di atas *critical micelle concentration* CMC [7] yaitu 0,0027 mol. Secara skematis, proses sintesa material SBA 15 terdiri dari beberapa tahap yaitu:

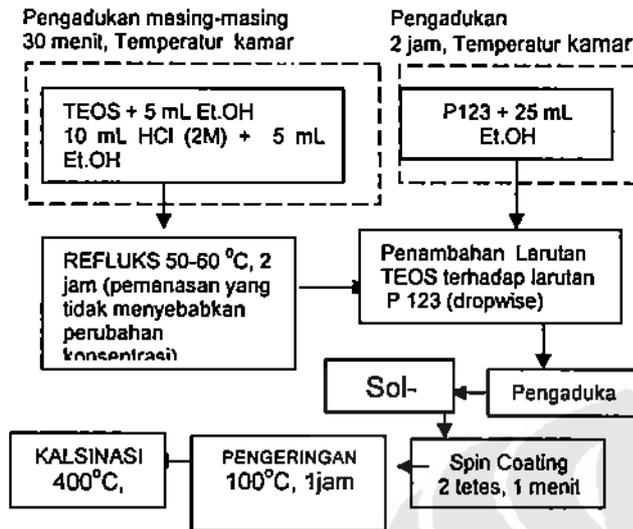
- Pertama dilakukan persiapan dengan membuat 3 larutan. Larutan pertama adalah penambahan 5 ml etanol ke dalam 31.25 gr TEOS, kemudian dilakukan pengadukan selama 30 menit, pada temperatur ruang. Larutan kedua berupa HCl sebanyak 10 ml dengan penambahan 5 ml etanol. Larutan ketiga adalah larutan antara air sebanyak 50ml dan 10 ml etanol.

- Tahap kedua adalah pencampuran dan pengadukan larutan kedua dan ketiga selama 30 menit dalam temperatur ruang.
- Tahap ketiga yaitu campuran hasil tahap ke-2 ditambahkan ke dalam larutan pertama dan dilakukan pengadukan selama 30 menit. Setelah itu dilakukan refluks pada temperatur 50-60°C selama 2 jam. Reflusk adalah pemanasan suatu sistem dengan menjaga konsentrasi larutan tetap atau tidak berubah. Selanjutnya dilakukan pengecekan pH.
- Tahap keempat adalah pembuatan larutan surfaktan dengan penambahan pluronik P123 ke dalam campuran 25 ml etanol dengan 10 ml HCl.

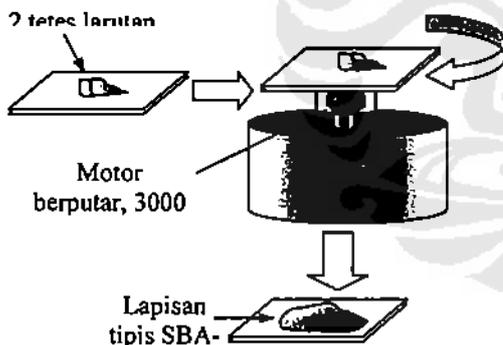
TEOS yang sudah direflusk kemudian ditambahkan secara perlahan dalam bentuk tetes (*dropwise*) sambil diaduk ke dalam larutan pluronik. Kemudian dilakukan pengadukan terhadap campuran antara TEOS dan surfaktan cukup mengental. Sebelum spesimen menjadi gel, terlebih dahulu dilakukan metode *spin coating* seperti terlihat pada Gambar 2, sehingga akan didapatkan spesimen SBA-15 dalam bentuk lapisan (*coating*), yaitu meneteskan 2 tetes larutan akhir yang belum membentuk gel pada suatu media (kaca 2x2 cm) yang berputar (3000 rpm, 1 menit). Dengan adanya gaya sentrifugal maka akan terbentuk suatu lapisan. Kemudian dilakukan pemanasan dan dilanjutkan dengan kalsinasi hingga terbentuk material dalam bentuk lapisan. Proses kalsinasi dimaksudkan untuk menghilangkan surfaktan sehingga akan terbentuk pori [8].

Karakterisasi permukaan yang digunakan untuk mengidentifikasi permukaan dalam skala nano digunakan *Atomic Force Microscopy* (AFM). Spesimen yang digunakan yaitu spesimen dalam bentuk lapisan dimasukkan dalam *holder*. Kemudian divakumkan dan dilanjutkan dengan penyinaran sinar laser yang bertujuan untuk menentukan zona awal. Setelah itu jarum *cantilever* akan melakukan *scanning* pada daerah yang telah ditentukan. Peralatan AFM digunakan dengan metode

contact pada luas daerah permukaan 273 x 273 nm pada tegangan referensi -0,643 V (bias 0,000 V). Data yang dihasilkan berupa kontur permukaan dalam skala nanometer.



Gambar 1. Skema Proses Sintesa Material SBA-15



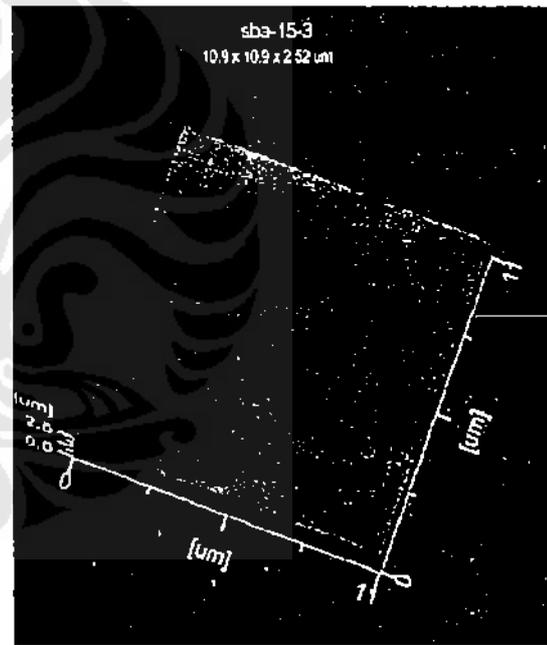
Gambar 2. Metode Spin Coating

3. Analisa dan Pembahasan

Peralatan pengamatan topografi material solid dapat dilakukan dalam tingkatan orde mikro sampai skala Angstrom. Untuk orde mikro biasanya menggunakan pengamatan dengan sumber cahaya nampak (metalografi), untuk orde skala nano dapat

digunakan sumber gelombang elektron. Material mesopori SBA-15 mempunyai orde pori dari 2-50 nm akan dapat divisualisasikan dengan menggunakan range gelombang elektron. Pada penelitian ini digunakan salah satu metode dengan ketelitian yang cukup tinggi (nm) dimana peralatan yang digunakan adalah *Atomic Force microscopy (AFM)*. Berdasarkan penelitian yang dilakukan, gambar visual topografi lapisan SBA-15 dapat dilihat pada Gambar 3.

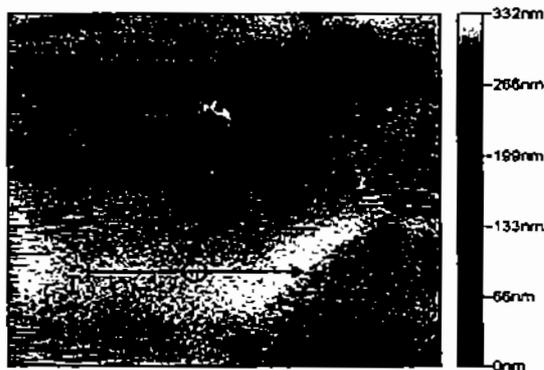
Pada Gambar 3. terlihat kecenderungan fasa adalah homogen, bentuk perspektif dalam 3D yang memvisualisasikan topografi permukaan material SBA-15 dapat terlihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Mikrostruktur Dari SBA-15 Dalam Tampak Tiga Dimensi Dengan Konsentrasi Pada Konsentrasi Surfaktan 0,0027 mol.

Dalam penentuan dimensi pori dapat dilakukan dengan berbagai metode secara mekanik ataupun secara optik. Metode AFM merupakan metode mekanik yaitu berdasarkan pergerakan jarum *cantilever* yang akan melakukan perunutan pada suatu permukaan. Pada Gambar 5 menunjukkan

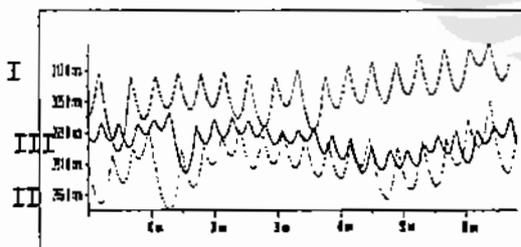
kontur permukaan dari lapisan SBA-15 yang kemudian akan dianalisa diameter rata-rata dan bentuk porinya.



Gambar 5.

Struktur Permukaan Material SBA-15 yang Diamati Dengan AFM

Untuk mendapatkan ukuran pori material mesopori dengan menggunakan AFM, dilakukan dengan cara memvisualisasikan kontur penampangnya dalam orde nanometer. Langkah selanjutnya dilakukan *scanning* topografi permukaan. Pada penelitian ini *scanning* dilakukan pada 3 zona pengamatan yaitu pada garis I, II dan III seperti ditampilkan pada Gambar 5. Topografi permukaan yang merupakan kontur pori dari ketiga zona pengamatan diperlihatkan pada Gambar 6.



Gambar 6.

Grafik Kontur Pori Material SBA-15 Dengan AFM

Pada Gambar 6, terlihat kontur pori dari lapisan SBA-15 yang dapat merepresentasikan diameter pori dengan menghitung jarak antar puncak yang diprediksikan sebagai diameter satu pori.

Perhitungan diameter pori rata-rata dilakukan dengan menghitung jumlah pori dibagi dengan panjang lintasan (dalam garis lurus) untuk masing-masing kurva. Dari hasil perhitungan diameter pori rata-rata seperti tertera pada Tabel 2. didapat diameter pori sebesar 3.27 nm.

Tabel 1.
Hasil Perhitungan Diameter Pori Dari Pengamatan AFM

Garis	Panjang lintasan (nm)	Jumlah pori	Diameter Pori (nm)
I	60	16	3.75
II	60	18	3.33
III	60	22	3.72
	Rata-rata		3.27

4. Kesimpulan

Hasil pengamatan AFM memperlihatkan topografi pori dalam skala nanometer. Hasil pengukuran diameter pori material SBA-15 dengan konsentrasi surfaktan 0,0027 mol menunjukkan diameter pori rata-rata 3, 27 nm

Daftar Acuan

- [1]. Ishizaki K., Komarneni. and Nanko M., *Porous Materials-Process Technology and Application*, Kluwer academic Publisher, Boston, (1998), p.2
- [2]. Sing K.S.W., Everreet D.H.W., Haul R.A., Moscou L., J Pierotti., Rouquerol J., and T Siemieniewska., *Pure Appl, Chem*, 57, (1985) 603.
- [3]. Lu G.Q., Zhao X.S., *Nanoporous Material*, Science and Engineering, Imperial Collage Press; (2004).
- [4]. Ravikovitch P. I., *Characterization of micro- and Mesoporosity in SBA-15 Materials from Adsorption Data by the NLDFT Method*, *J. Phys Chem B*,105, (2001), 6817-6823.
- [5]. Zhao D., Feng J., Huo Q., Melosh N., Glenn H., Chmelka B. F., Stucky G. D., *Triblock Copolymer Syntheses of Mesoporous Silica With Periodic 50 to 300 Angstrom Pores*, *Science*, Vol. 279, (1998) p. 548-552.

- [6]. Che S., Lund K., *Direct Observation of 3D Mesoporous Structure by Scanning Electron Microscopy (SEM): SBA-15 Silica and CMK-5 Carbon*, J. Agew. Chem.Int.Ed (2003), 42, 2182-2185.
- [7]. Cheng H., *Thermodynamic Modeling of Surfactant Solutions*, Ph.D. Thesis, Department of Chemical Engineering, Technical University of Denmark, Kogens Lyngby, Denmark (2002).
- [8]. Wong M., Knowles W.V., *Surfactant Templated Mesoporous Materials: Synthesis and Compositional Control*, Nano Porous Material, Science and Engineering, (2004), p.125-152.

