

PENGARUH SUHU KALSINASI PADA PENGHILANGAN TEMPLATE TERHADAP KARAKTERISASI SILIKA

Nanik Astuti Rahman^{1*}, Harimbi Setyawati², Dwi Ana Anggorowati³, Siswi Astuti⁴,
Masrurotul Ajiza⁵

^{1,2,3,4}Program Studi Teknik Kimia – FTI ITN Malang

⁵Program Studi Teknik Geodesi – FTI ITN Malang

Jl. Bendungan Sigura-gura No. 2 Malang 65145

*Email: nanik_ar29@yahoo.com

INTISARI

Silika gel dari abu bagasse telah berhasil disintesis dengan menggunakan polyethylene glycol (PEG) sebagai template. Luas permukaan silika yang dihasilkan masih relatif kecil, <200 m²/g dengan diameter pori < 3nm. Silika ini sudah diaplikasikan sebagai adsorben dalam bleaching limbah industri. Sebagai adsorben, faktor utama yang harus diperhatikan adalah luas permukaan, dimana semakin besar luas permukaan silika maka semakin banyak site aktif yang dihasilkan sehingga akan memberikan kapasitas adsorpsi yang lebih besar. Ukuran pori juga memberikan pengaruh yang besar terhadap perpindahan massa molekul adsorbat terhadap permukaan adsorben. Untuk mendapatkan silika gel dengan karakterisasi seperti yang diinginkan maka pada penelitian ini dikembangkan sintesis silika gel dengan penambahan template, dalam hal ini digunakan PEG. Pori-pori silika terbentuk setelah proses penghilangan template. Digunakan metode kalsinasi untuk menghilangkan template. Suhu dan waktu kalsinasi divariasikan 150 –450 °C selama 8 jam dengan pemanasan bertahap. Analisis terhadap hibrida silika-PEG setelah proses penghilangan template dengan suhu 350°C dan waktu 8 jam memberikan ukuran pori terbesar .

Kata kunci: silika – PEG, template removal, kalsinasi

1. PENDAHULUAN

Beberapa tahun belakangan ini, penelitian tentang material hibrid banyak dilakukan sebagai upaya perbaikan karakterisasi dan aplikasi material berpori (Corma, 1997; Lindeen et al., 1998; Ciesla and Schuut, 1999; Ying et al., 1999). Seperti yang sudah diketahui, material banyak digunakan dalam katalis, pemisahan, sensor, elektro optik dan lain-lain (Corma, 1997; Ying et al., 1999; Schuut et al., 2001; Haywar et al., 2001). Salah satu parameter yang perlu diperhatikan dalam mensintesis material hibrid ini adalah penghilangan template. Secara umum, template digunakan sebagai pembentuk pori dan sebagai pusat terbentuknya jaringan. Pori-pori terbentuk ketika template berhasil dihilangkan.

Metode penghapusan template yang sering digunakan adalah kalsinasi dan ekstraksi solvotermal (Rahman et al.,2015). Biasanya, proses kalsinasi dilakukan pada suhu 550°C selama 4 jam. Kalsinasi pada suhu tinggi dapat memperkecil ukuran pori akibat dari deposit karbon yang ditinggalkan sebagai kontaminan bahan berpori yang akan memblokir pori-pori. Pada penelitian ini dipelajari pengaruh suhu kalsinasi yang digunakan untuk menghilangkan template pada sintesis silika gel dari abu bagasse. Peran PEG (polyethylene glycol), sebagai template organik yang digunakan pada penelitian ini akan dipelajari lebih lanjut.

2. METODOLOGI

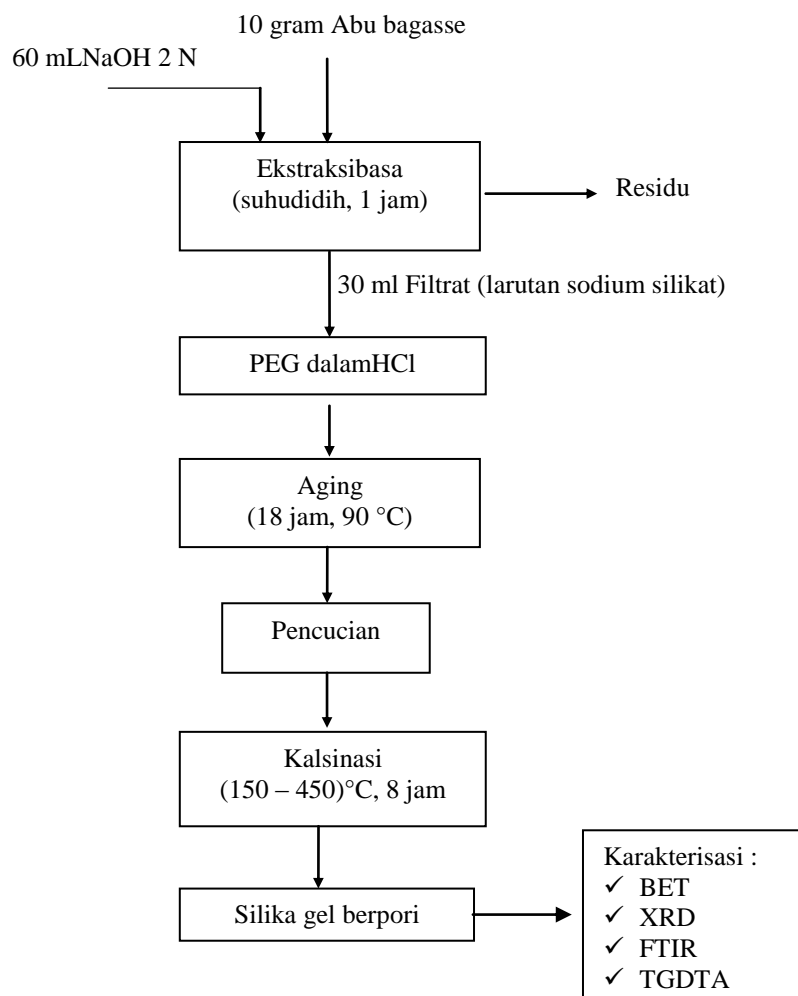
2.1. Material

Raw material yang digunakan pada penelitian ini adalah abu bagasse yang diperoleh dari limbah PG. Kebon Agung Malang. NaOH (Merck), HCl (Merck), PEG 1000 (Merck), HCl teknis 37 % (Merck), kertas saring Whitman No.41.

2.2. Prosedur

Silika dalam abu bagasse diekstraksi dengan menggunakan metode yang sudah dikembangkan sebelumnya (Affandi et al., 2009). Sodium silikat yang dihasilkan dari ekstraksi abu bagasse di tambahkan dengan PEG yang sudah dilarutkan dalam HCl hingga terbentuk gel dengan pH akhir4. Gel yang terbentuk dituakan selama 18 jam. Selanjutnya gel dicuci dengan air

demineralisasi dan dikalsinasi pada suhu (150 – 450)°C selama 8 jam. Silika yang sudah bebas PEG dianalisis struktur porinya dengan BET (*Brunauer-Emmet-Teller*), ikatan yang menunjukkan terbentuknya silika-PEG hibrida dengan FTIR (*Fourier Transform Infra-Red*), struktur kristal dengan XRD (*X-ray diffraction*) dan dekomposisi PEG dari matrik silik dengan TGDTA (*Thermo Gravimetric and Differential Thermal Analysis*).

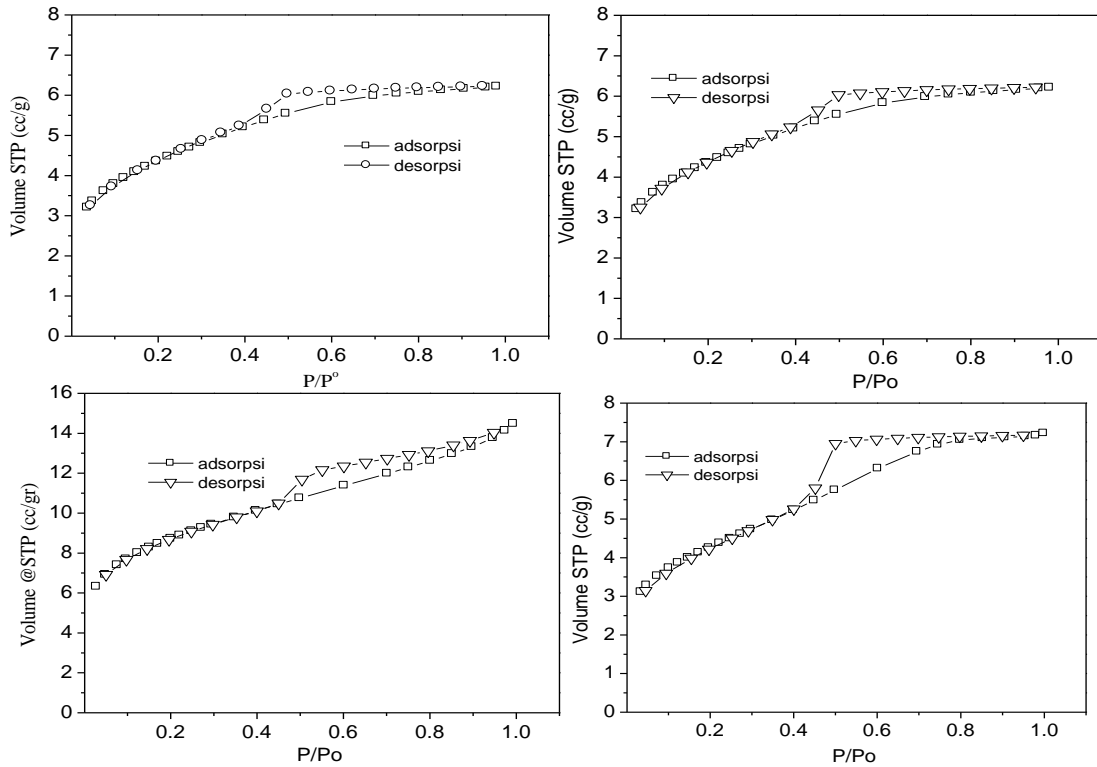


Gambar 1. Prosedur sintesis silika gel dari abu bagasse dengan template PEG

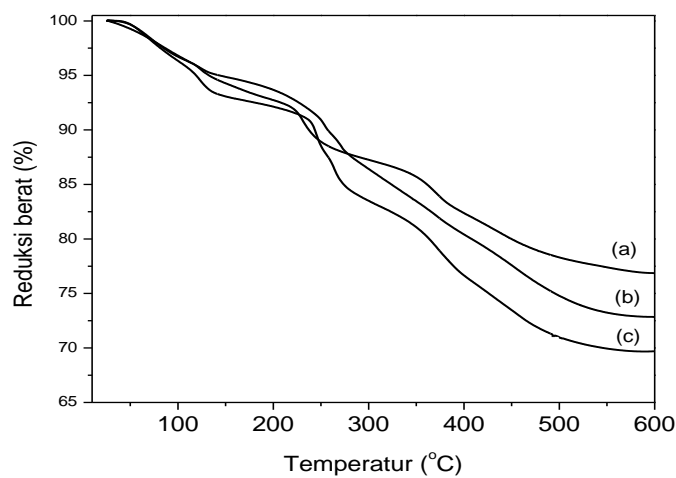
3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Proses kalsinasi pada penghilangan template sangat berpengaruh terhadap karakterisasi silika yang dihasilkan. Isoterm adsorpsi desorpsi nitrogen pada silika-PEG yang sudah dikalsinasi pada berbagai suhu kalsinasi dapat dilihat pada Gambar 2. Kurva-kurva pada Gambar 2 menunjukkan bahwa penggunaan PEG sebagai template dapat memperbesar pori silika yang dihasilkan. Kurva (a) adalah isoterm N₂ untuk silika tanpa template. Ketiga kurva yang (b – d) menunjukkan type isoterm IV menurut IUPAC yang berarti bahwa material yang tersebut adalah material berpori. Pengaruh suhu kalsinasi signifikan terhadap pori yang dihasilkan. Dari Gambar 2 juga diinformasikan bahwa sampel silika yang dikalsinasi pada suhu 350°C memberikan jumlah gas N₂ terserap yang paling banyak. Hal ini berarti pori yang terbentuk paling besar. Suhu 150 °C, masih ada PEG yang terjebak dalam matrik silika sehingga pori yang dibentuk tidak terlalu besar. Suhu 300 °C memberikan pori silika yang lebih besar dibandingkan material yang dihasilkan pada suhu kalsinasi 450°C, hal ini terjadi karena PEG merupakan bahan organik yang tidak tahan panas tinggi. Hal ini juga dikonfirmasi dengan hasil analisis TGDTA, seperti pada Gambar 3.

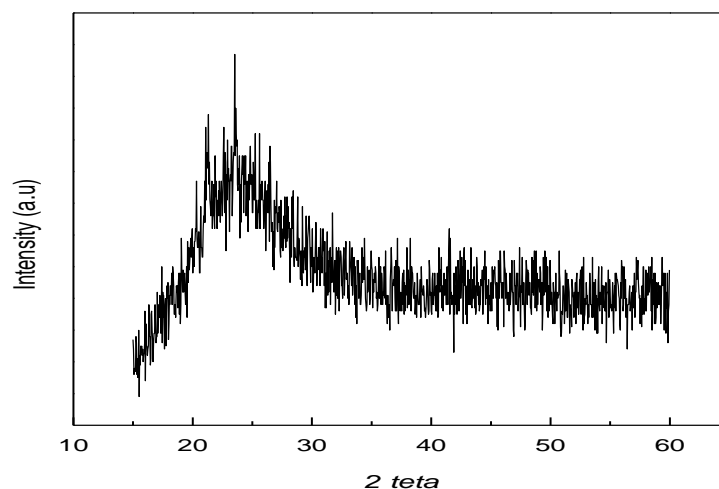
Analisis TGDTA pada Gambar 3 menunjukkan banyaknya PEG yang terurai karena perubahan temperatur. Kurva (a) menunjukkan silika-PEG yang dikalsinasi pada suhu 150°C. Pada ketiga kurva (a – c) terlihat penurunan pada suhu kamar hingga 110°C, 110°C – 360°C, > 360°C. Pada range suhu penurunan pertama terjadi penguapan air dan sisa pelarut yang tidak bereaksi. Range suhu penurunan kedua diakibatkan adanya PEG yang mulai terdekomposisi, sedangkan PEG terlepas sempurna pada suhu 350°C - 360°C dan penurunan terakhir adalah akibat dekomposisi senyawa-senyawa organik lain dan mulai terbentuk abu.



Gambar 2. Isoterm adsorpsi-desorpsi N₂ (a) silika murni; silika-PEG setelah penghilangan template pada suhu kalsinasi (b) 150 °C; (c) 300 °C; (d) 450 °C



Gambar 3. Analisis TGDTA silika-PEG setelah penghilangan template pada suhu kalsinasi (a) 150°C; (b) 300°C dan (c) 450°C



Gambar 4. Pola XRD hibrida silika-PEG setelah penghilangan template

Proses penghilangan template PEG dari matrik silika gel akan menghasilkan silika mesopori yang dikonfirmasi dengan pola XRD yang ditunjukkan pada Gambar 4. Hasil analisis XRD memberikan informasi bahwa material yang dihasilkan adalah berpori, ditandai dengan munculnya puncak landai pada $2\theta = 22 - 26$.

Adanya perlakuan panas yang dilakukan pada proses kalsinasi untuk menghilangkan template PEG dari hibrida silika-PEG sangat mempengaruhi karakterisasi silika yang dihasilkan. Analisis yang dilakukan menunjukkan bahwa PEG berperan sebagai pembentuk pori dan penguat jaringan pada silika gel dari abu bagasse.

4. KESIMPULAN

Silika gel dari abu bagasse dengan template PEG berhasil dilakukan. Analisis BET, FTIR, TGTA dan XRD mengkonfirmasi bahwa PEG dalam pembuatan silika gel dari abu bagasse dapat digunakan sebagai agen pembentuk pori dan penguat jaringan silika. Metode kalsinasi dalam rangka menghilangkan PEG dari matrik silika memberikan hasil terbaik pada suhu $350\text{ }^{\circ}\text{C}$ dengan waktu 8 jam.

DAFTAR PUSTAKA

- A. Corma, *Chem. Rev.* 97 (1997) 2373.
F. Schueth, A. Wingen, J. Sauer, *Micropor. Mesopor. Mater.* 44–45 (2001) 465
J.Y. Ying, C.P. Mehnert, M.S. Wong, *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* 38 (1999) 56.
K.K. Unger, D. Kumar, M. Grün, G. Buechel, S. Luedtke, Th. Adam, K. Schumacher, S. Renker, *J. Chromatogr. A* 892 (2000) 47.
M. Linde, S. Schacht, F. Schueth, A. Steel, K.K. Unger, *J. Porous Mater.* 5 (1998) 177.
N.A. Rahman, I. Widhiana, S.R. Juliastuti, H. Setyawan, *Colloids Surf., A*, 476(2015), 1-7
R.C. Hayward, P. Alberius-Henning, B.F. Chmelka, G.D. Stucky, *Micropor. Mesopor. Mater.* 44–45 (2001) 619
S. Affandi., H. Setyawan, S. Winardi, A., Purwanto, R. Balgis, (2009). *Adv. Powder Technol.*, 20, 468-472.
U. Ciesla, F. Schueth, *Micropor. Mesopor. Mater.* 27 (1999) 131.