© HAK CIPTA MILIK UNIVERSITAS ANDALAS



Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang

- 1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar Unand.
- 2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin Unand.

SINTESIS PADATAN DAN MEMBRAN HELICAL SILICA HYBRID DENGAN VARIASI ADITIF DALAM MEDAN MAGNET

TESIS



MARDALIA 0821207011

PROGRAM PASCASARJANA
UNIVERSITAS ANDALAS
PADANG
2010

Sintesis Padatan dan Membran *Helical Silica Hybrid* dengan Variasi Aditif dalam Medan Magnet

Oleh: Mardalia

(Di bawah bimbingan Syukri Arief dan Novesar Jamarun)

RINGKASAN

Silika mesopori, yang mempunyai struktur mirip sarang lebah yang terbentuk oleh interaksi antara surfaktan dan prekursor silika, memiliki diameter pori yang homogen 2-50 nm yang dihasilkan melalui kalsinasi molekul surfaktan. Silika mesopori digunakan sebagai adsorben, katalis, dan pemisah (Yamane, Y.et all, 2007).

Medan magnet, yang memiliki energi magnet kecil pada molekul yang bersifat magnet lemah, dapat mengorientasi pembentukan molekul seperti micel berdasarkan magnetik anisotropi. Medan magnet dapat digunakan sebagai alat utuk mengontrol arah pembentukan molekul (Hamasaki, A.et all, 2009).

Pada penelitian ini kami menggunakan surfaktan anionik SDS, sodium dodecyl sulfate sebagai cetakan, TMAPS, N-trimethoxysilylpropyl-N,N,N-trimethylamonium chloride sebagai CSDA (co-structure directing agent), TEOS, tetraethyl orthosilicate sebagai prekursor silika, dan menggunakan beberapa senyawa aromatis (benzena, naftalena, antrasena, pentasena, dan pirena) sebagai aditif untuk pembuatan helical silica hybrid (HSH) tanpa atau pada medan magnet. Pada studi ini, kami menambahkan senyawa aromatis ke dalam sistem untuk membantu meluruskan

arah molekul cetakan (surfaktan). Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh zat aditif dan medan magnet (6T) terhadap arah, ukuran diameter, *pitch* dan keserbaragaman (*right and left handed*) padatan HSH yang terbentuk.

Sintesis padatan HSH yaitu SDS (0,4 g, 1,92 mmol) dilarutkan dalam aquades (35,36 mL) membentuk larutan bening. Buffer Na₂CO₃. NaOH_(aq) pH 12,22 (4,0 mL) ditambahkan ke dalam larutan dan diaduk (untuk variasi aditif, ditambahkan 10-5 mol aditif, benzena, 0,89µL, naftalena, 1,5 mg, antrasena, 1,96 mg, pentasena, 2,89 mg, dan pirena 2,10 mg), kemudian tambahkan prekursor silika, TEOS, (1,45 mL, 184,6 mmol), dan co-structure-directing agent (CSDA), TMAPS, (0,28 mL, 1,01 mmol) pada temperatur ruang dan stirer. Perbandingan molar SDS: TMAPS: TEOS = 1,00: 0,65 : 3,40. Setelah distirer 5 menit, larutan yang terbentuk disimpan pada suhu 25°C selama 5 jam di dalam water bath (untuk non medan magnet) dan di dalam medan magnet 6T, kemudian didiamkan selama 21 jam pada suhu 35°C. Produk yang terbentuk dipisahkan dari larutan dan dikeringan dalam vacuum. Sintesis membran HSH yaitu plat gelas (1,5 cm x 1,5 cm) diletakkan di dasar botol (25 mL). Plat gelas direndam dalam 5 mL larutan pre silika setelah distirer 5 min, dan disimpan pada suhu 25 °C selama 5 jam di dalam water bath, kemudian didiamkan pada suhu 35 °C selama 21 jam. Plat kaca dipisahkan dari larutan dan dikeringkan dalam vacuum. Produk yang dihasilkan dikarakterisasi dengan XRD dan SEM.

Padatan HSH yang dihasilkan tanpa dan dengan variasi aditif dan medan magnet berdasarkan pengukuran XRD diperoleh dua puncak yang terpisah dengan baik pada range $20/^{\circ} = 1,5-6,0$ dan ditandai dengan indeks difraksi 100 dan 110, yang

merupakan karakteristik untuk dua-dimensi (2D)-hexagonal p6mm mesofasa (Xiaowei Wu et all, 2009).

Puncak XRD padatan HSH tanpa dan dengan variasi aditif dan medan magnet yang telah disintesis mengalami pergeseran (HSH 20/° = 2.502 pada 0T menjadi 20/° = 2.684 pada 6T, HSH benzena 20/° = 2,514 pada 0T menjadi 20/° = 2,53 pada 6T, HSH naftalena 20/° = 2,386 pada 0T menjadi 20/° = 2,5 pada 6T, HSH antrasena 20/° = 2,542 pada 0T menjadi 20/° = 2,492 pada 6T, HSH pentasena 20/° = 2,388 pada 0T menjadi 20/° = 2,602 pada 6T, HSH pirena 20/° = 2,448 pada 0T menjadi 20/° = 2,544 pada 6T), penurunan intensitas (HSH, HSH benzena dan pirena), dan penaikan intensitas (HSH naftalena, antrasena dan pentasena), disebabkan oleh medan magnet . Medan magnet membuat nilai *d-spacing* padatan HSH, berhubungan dengan nilai D (diameter pori silika) lebih kecil (HSH, HSH benzene, naftalena, pentasena dan pirena) dan sedikit lebih besar (HSH antrasena).

Dari gambar SEM dapat dilihat bahwa ke dua jenis material HSH, HSH antrasena, pentasena dan pirena memiliki morfologi tunggal dan ganda batangan helik (single and double helical rod morphologies), sedangkan HSH benzena dan naftalena memiliki morfologi tunggal batangan helik. Penambahan zat aditif benzena, naftalena dan antrasena, serta medan magnet 6T mengakibatkan sebagian partikel HSH tidak tumbuh sempurna membentuk batangan helik.

Gambar SEM dari membran HSH dan HSH naftalena pada 0T memperlihatkan variasi morfologi helical rod (single and double helices), tetapi

PERNYATAAN KEASLIAN TESIS

Dengan ini saya menyatakan bahwa tesis yang saya tulis dengan judul "Sintesis Padatan dan Membran Helical Silica Hybrid dengan Variasi Aditif dalam Medan Magnet" adalah hasil karya saya sendiri dan bukan hasil ciplakan karya orang lain, kecuali kutipan yang sumbernya dicantumkan.

Jika dikemudian hari pernyataan yang saya buat ini tidak benar maka status kelulusan dan gelar yang saya proleh menjadi batal dengan sendirinya.

Padang, Mei 2010

COM

Mardalia

KATA PENGANTAR



Syukur Alhamdulillah atas limpahan berkah dan rahmat Allah SWT sehingga penulis telah dapat menyelesaikan tesis berdasarkan hasil penelitian dengan judul "Sintesis Padatan dan Membran *Helical Silica Hybrid* dengan Variasi Aditif dalam Medan Magnet". Sholawat dan salam semoga senantiasa tercurah buat junjungan serta suri tauladan kita, Rasulullah SAW.

Pada kesempatan ini Penulis mengucapkan terimakasih kepada:

- Prof. Sumio Ozeki dan Dr. Atom Hamasaki, yang telah membimbing dan memberikan pengarahan selama penelitian di labor kimia fisika, Universitas Shinshu, Matsumoto, Jepang.
- Prof. Dr. Syukri Arief, M.Eng dan, Prof. Dr. Novesar Jamarun, M.S yang telah memberikan bimbingan dan arahan kepada penulis selama penyelesaian tesis ini.
- Prof. Dr. Edison Munaf, M.Eng, Prof. Dr. Rahmiana Zein, PhD, Prof. Dr. Abdi Dharma, dan Dr. Refilda, MS, yang telah memberikan motivasi, bimbingan, kesempatan, dan membukakan jalan kepada kami untuk melakukan penelitian di Universitas Shinshu, Matsumoto, Jepang.
- 4. Dr. Djaswir Darwis, MS, DEA sebagai Ketua Jurusan Kimia
- Prof. Dr. Ir. H. Novirman Jamarun, M.Sc sebagai Direktur Program Pascasarjana Universitas Andalas.
- 6. Teman-teman seperjuangan pasca sarjana kimia angkatan 08

DAFTAR ISI

DAFTAR ISI	ii
DAFTAR GAMBAR	v
DAFTAR TABEL	vii
DAFTAR LAMPIRAN	
I. PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Manfaat Penelitian	
II. TINJ <mark>auan pu</mark> staka	
2.1 Silika Mesopori	4
2.2 Surfaktan	
2.3 TEOS (tetraethyl orthosilicate)	7
2.4 TMAPS (N-trimethoxysilylpropyl-N,N,N-trimethylamonia	um chloride)7
2.5 Senyawa Aromatik	7
2.6 Metoda Analisa	
2.6.1 X-Ray Diffraction (XRD)	8
2.6.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)	8
III. METODA PENELITIAN	
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	10
3.2 Prosedur Penelitian	
3.2.1 Alat	10
3.2.2 Bahan	

4.4 Sintesis Helical Silica Hybrids dengan Antrasena
4.4.1 Padatan Helical Silica Hybrids dengan Antrasena
pada Medan Magnet 0 T dan 6 T
4.4.2 Membran Helical Silica Hybrids dengan Antrasena pada 0 T 3
4.5 Sintesis Helical Silica Hybrids dengan Pentasena
4.5.1 Padatan Helical Silica Hybrids dengan Pentasena
pada Medan Medan 0 T dan 6 T
4.3.2 Membran Helical Silica Hybrids dengan Pentasena pada 0 T 39
4.3 Sintesis Helical Silica Hybrids dengan Pirena
4.3.1 Padatan Helical Silica Hybrids dengan Pirena pada
Medan Magnet 0 T dan 6 T
4.3.2 Membran Helical Silica Hybrids dengan Pirena pada 0 T 4
V. KESIMPULAN DAN SARAN
5.1 Kesimpulan
5.2 Saran
DAFTAR PUSTAKA
LAMPIRAN 50

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1 Sy	onthesis pathway of templating mechanism1	
Gambar 2 St	truktur Surfaktan Anionik dan Kationik6	
Gambar 3 S	Canning Electron Microscopy (SEM)9	
Gambar 4 P	ola XRD Padatan Helical Silica Hybrids yang disintesis	
t	tanpa dan dengan medan magnet 6T1	5
	Gambar SEM padatan <i>helical silica hybrids</i> pada 0 T (kiri) dan	
6	T (kanan)10	6
Gambar 6 D	istribusi Diameter helical silica hybrids yang dibuat tanpa (A)	
d	an dengan (B) medan magnet 6 T1	7
Gambar 7 D	istribusi ukuran pitch helical silica hybrids yang dibuat tanpa (A)	
da	an dengan (B) medan magnet 6 T13	8
	Jubungan antara ukuran pitch dan diameter dari helical silica	
h	nybrids yang dibuat tanpa dan dengan medan magnet 6 T	9
Gambar 9	Gambar SEM membran <i>helical silica hybrids</i> pada 0 T20	0
Gambar 10 I	Pola XRD Padatan Helical Silica Hybrids dengan benzena	
3	yang disintesis tanpa dan dengan medan magnet 6T22	2
Gambar 11 (Gambar SEM padatan helical silica hybrids dengan benzena	
F	pada 0 T (kiri) dan 6 T (kanan)2	3
	Gambar SEM membran helical silica hybrids dengan benzena	
-	pada 0 T	4
	Pola XRD Padatan Helical Silica Hybrids dengan naftalena	
3	yang disintesis tanpa dan dengan medan magnet 6T20	5
Gambar14 G	Gambar SEM padatan helical silica hybrids dengan naftalena	
	pada 0 T (kiri) dan 6 T (kanan)27	7
-	Gambar SEM membran helical silica hybrids dengan naftalena	
	oada 0 T2	8

Gambar 16 Pola XRD Padatan Helical Silica Hybrids dengan antracena
yang disintesis tanpa dan dengan medan magnet 6T30
Gambar 17 Gambar SEM padatan helical silica hybrids dengan antrasena
pada 0 T (kiri) dan 6 T (kanan)31
Gambar 18 Gambar SEM membran helical silica hybrids dengan antrasena
pada 0 T32
Gambar 19 Pola XRD Padatan Helical Silica Hybrids dengan pentasena
yang disintesis tanpa dan dengan medan magnet 6T34
Gambar 20 Gambar SEM padatan helical silica hybrids dengan pentacena
pada 0 T (kiri) dan 6 T (kanan)35
Gambar 21 Distribusi Diameter helical silica hybrids dengan pentasena yang
dibuat tanpa (A) dan dengan (B) medan magnet 6 T36
Gambar 22 Distribusi ukuran pitch helical silica hybrids dengan pentasena yang
dibuat tanpa (A) dan dengan (B) medan magnet 6 T37
Gambar 23 Hubungan antara ukuran pitch dan diameter dari helical silica hybrids
dengan pentasena yang dibuat tanpa dan dengan medan magnet 6 T38
Gambar 24 Gambar SEM membran helical silica hybrids dengan pirena pada 0 T39
Gambar 25 Pola XRD Padatan Helical Silica Hybrids dengan pirena
yang disintesis tanpa dan dengan medan magnet 6T41
Gambar 26 Gambar SEM padatan helical silica hybrids dengan pirena
pada 0 T (kiri) dan 6 T (kanan)
Gambar 27 Distribusi Diameter helical silica hybrids dengan pirena yang dibuat
tanpa (A) dan dengan (B) medan magnet 6 T43
Gambar 28 Distribusi ukuran pitch helical silica hybrids dengan pirena yang
dibuat tanpa (A) dan dengan (B) medan magnet 6 T44
Gambar 29 Hubungan antara ukuran pitch dan diameter dari helical silica hybrids
dengan pirena yang dibuat tanpa dan dengan medan magnet 6 T45
Gambar 30 Gambar SEM membran helical silica hybrids dengan pirena pada 0 T46

DAFTAR TABEL

Tabel 1 Parameter Helical Silica Hybrids yang disintesis tanpa
Dan dengan medan magnet6T15
Tabel 2 Parameter Helical Silica Hybrids dengan benzene yang
Disintesis tanpa dan dengan medan magnet6T22
Tabel 3 Parameter Helical Silica Hybrids dengan naftalena yang
Disintesis tanpa dan dengan medan magnet6T26
Tabel 2 Parameter Helical Silica Hybrids dengan antrasena yang
Disintesis tanpa dan dengan medan magnet6T30
Tabel 2 Parameter Helical Silica Hybrids dengan pentasena yang
Disintesis tanpa dan dengan medan magnet6T34
Tabel 2 Parameter Helical Silica Hybrids dengan pirena yang
Disintesis tanpa dan dengan medan magnet6T41
Tabel 7 Perbandingan XRD helical silica hybrid tanpa dan dengan variasi
aditif pada 0 T dan 6 T47

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 a. Sintesis Padatan dan Membrane Helical Silica Hybrid
pada 0 T (non medan magnet)51
b. Sintesis Padatan Helical Silica Hybrid pada
0 T (non medan magnet)
Lampiran 2 a. Sintesis Padatan dan Membrane Helical Silica Hybrid
dengan Aditif pada 6 T (medan magnet)52
b. Sintesis Padatan Helical Silica Hybrid dengan Additive
pada 6 T52

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Silika mesopori, yang mempunyai struktur mirip sarang lebah yang terbentuk oleh interaksi antara surfaktan dan prekursor silika sehingga terbentuk silika hibrid dan diikuti dengan penghilangan cetakan (*template*) (Fig. 1), memiliki diameter pori yang homogen 2-50 nm yang dihasilkan melalui kalsinasi molekul surfaktan. Silika mesopori digunakan sebagai adsorben, katalis, dan pemisah (Yamane, Y.et all, 2007).

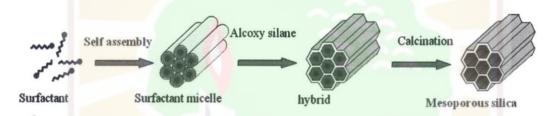


Fig. 1 Synthesis pathway of templating mechanism

Jika struktur dan morfologi silika dikontrol oleh energi dari luar (external fields), mereka akan menjadi sangat berguna untuk penggunaaan yang telah digambarkan di atas. Medan magnet, yang memiliki energi magnet kecil pada molekul yang bersifat magnet lemah, dapat mengorientasi pembentukan molekul seperti misel berdasarkan magnetik anisotropi. Medan magnet dapat digunakan sebagai alat utuk mengontrol arah pembentukan molekul (Hamasaki, A.et all, 2009).

Berbagai variasi morfologi dari silika mesopori dengan menggunakan cetakan (template), seperti bulatan (sphere), spiral (helices), pita ukuran nano (nanoribbons), dan serabut/serat (fiber) telah dilaporkan (Yonggang Y,et all, 2006). Telah diketahui bahwa silika merupakan senyawa yang ketersediaannya di alam sangat melimpah. Bentuk morfologi helik material menjadi topik penelitian yang sangat menarik,

karena dapat diaplikasikan untuk penyeleksi, penanda/pengenal dan katalis untuk senyawa kiral (Yonggang Y. et all, 2005). Permukaan silika kiral mampu mengkatalis pembentukan dan mengadsorbsi L-asam amino dan D-Ribosa (Yonggang Y. et all, 2007).

Pembentukan material mesopori diperoleh melalui metode cetakan-misel, berdasarkan pertemuan muatan elektrostatik dengan adanya surfaktan (Yokoi, T. dan Tatsumi, T., 2007). Dua jenis surfaktan, anionik dan kationik, sebagai cetakan untuk pembuatan silika mesopori telah digunakan. Jika menggunakan surfaktan anionik sebagai cetakan, silika mesopori helik disintesis dari pembentukan sendiri antara surfaktan dan prekursor anorganik dengan adanya CSDA (co-structure directing agent). Penambahan CSDA ke dalam sistem reaksi mengakibatkan interaksi elektrostatik antara surfaktan anionik dan spesies anorganik (sumber silika) yang merupakan faktor kunci pada pembentukan mesofasa yang sangat teratur. Jika menggunakan surfaktan kationik sebagai cetakan, silika mesopori disintesis tanpa penambahan CSDA (Qiu H.& Che S, 2008).

Pada penelitian ini kami menggunakan surfaktan anionik SDS, sodium dodecyl sulfate sebagai cetakan, TMAPS, N-trimethoxysilylpropyl-N,N,N-trimethylamonium chloride sebagai CSDA (co-structure directing agent), TEOS, tetraethyl orthosilicate sebagai prekursor silika, dan menggunakan beberapa senyawa aromatis (benzena, naftalena, antrasena, pentacena, dan pirena) sebagai aditif untuk pembuatan helical silica hybrid tanpa atau pada medan magnet. Pada studi ini, kami menambahkan senyawa aromatis ke dalam sistem untuk membantu meluruskan arah molekul cetakan (surfaktan).

1.2 Perumusan Masalah

Perumusan masalah dari penelitian ini adalah :

- Bagaimana pengaruh zat aditif terhadap pembentukan padatan dan membran helical silica hybrid?
- 2. Bagaimana pengaruh medan magnet (6T) terhadap pembentukan padatan helical silica hybrid tanpa zat aditif?
- 3. Bagaimana pengaruh medan magnet (6T) terhadap pembentukan padatan helical silica hybrid dengan zat aditif?

1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh zat aditif dan medan magnet (6T) terhadap arah, ukuran diameter, pitch dan keserbaragaman (right and left handed) padatan helical silica hybrid yang terbentuk.

1.4 Manfaat Penelitian

Penelitian ini bermanfaat untuk memberikan informasi tentang pengaruh zat aditif dan medan magnet (6T) terhadap arah, ukuran diameter, *pitch* dan keserbaragaman (*right and left handed*) padatan *helical silica hybrid*.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Silika Mesopori

Material mesopori dengan geometri teratur telah mendapatkan perhatian yang banyak karena potensinya sebagai katalis, adsorben, pemisah molekul, sensor, penggunaan medis, ekologi dan nanoteknologi. Berdasarkan klasifikasi dari IUPAC, material mesopori didefinisikan sebagai material berpori dengan ukuran diameter berkisar 2.0 – 50 nm (Anderson, J.M. et all, 1990).

Sebuah terobosan yang signifikan pada penelitian material mesopori telah datang ketika adanya keluarga material M41S *Mobil scientists disclosed* pada permulaan tahun 1990-an (Yokoi, T. and Tatsumi, T., 2007). Material ini memiliki struktur pori yang seragam dan luas, area permukaan spesifik yang tinggi dan volume pori spesifik, termasuk *hexagonal*-MCM-41, *cubic*-MCM-48, dan *lamellar*-MCM-50.

Penemuan perintis ini telah diikuti oleh pembuatan jenis variasi material mesopori yang lain. Sebagai contoh, hexagonal mesoporous silica (HMS) dibuat dari cetakan amina netral yang memiliki struktur hexagonal tak beraturan dan berdinding tipis, kestabilan panas superior ketika kalsinasi di udara, dan ukuran kristal yang lebih kecil. Michigan State University (MSU-1) mensintesis dengan menggunakan polyethylene oxide (PEO) sebagai a structure directing agent juga memiliki struktur channel tak beraturan. Material ini memiliki dinding tipis yang luas dan ukuran partikel kecil sesuai dengan tekstur mesopori yang terbentuk antar partikel kecil.

Sebagai penggunaan material lebih luas, silica mesopori yang sangat teratur Santa Barbara Amorphous-15 (SBA-15) dengan pori dinding lebih kecil dan struktur hexagonal dua dimensi, dengan menggunakan *amphiphilic triblock-copolymer* dari poly(ethylene oxide) dan poly(propylene oxide) (Pluronic P123) sebagai a structure directing reagent dalam media asam tinggi. Diameter pori material SBA berkisar antara 5-30 nm, dan material ini memperlihatkan stabilitas panas yang lebih tinggi dibandingkan dengan material mesopori yang lain (Ajayan V.at all, 2006).

2.2 Surfaktan

Zat yang dapat mengaktifkan permukaan disebut surfaktan. Surfaktan dikelompokkan atas anionik, nonionik, dan kationik, sesuai dengan muatan dari bagian aktif permukaan dalam molekul. Molekul yang bersifat seperti ini mempunyai dua gugus terpisah yaitu gugus hidrofilik (suka air) disebut kepala dan hidrofobik (tidak suka air) disebut ekor.

Contoh surfaktan anionik yaitu sodium N-myristoylglycinate (C14-GlyNa), N palmitoyl-2-aminoisobutyric acid (C16-2-AIBA), sodium N-lauroylsarcosinate (C12-SarNa), disodium dodecylphosphate (C12-PO4Na2), sodium dodecylsulfate (SDS), sodium myristylcarboxylate (C14Na), contoh surfaktan kationik yaitu cetyltrimethyamounium bromide (CTAB), 1-octadecyl-3-methylimidazolium bromide (C18MIMBr), and hexadecylpyridinium bromide (C16-PyrBr) (Gambar 2). Sifat-sifat fisika SDS yaitu berbentuk powder (bubuk) putih kristalin, titik leleh 204-207° C, nilai densiti 0.4 dan nilai kelarutan dalam air sebesar 250 g/l pada 20° C. SDS bersifat stabil, tidak bereaksi dengan asam kuat dan agen pengoksidasi kuat, bersifat higroskopis dan mudah terbakar. Surfaktan tipe nonionik adalah triton X-100 (polyethyleneglycol p-(1,1,3,3-tetramethylbutyl)-phenylether, $C_{14}H_{22}O(C_2H_4O)_n$ (n = 9-10).

Gambar 2. Struktur Surfaktan Anionik dan Kationik (Huibin Qiu, 2008)

Surfaktan jika dilarutkan dalam air (H₂O) akan membentuk misel. Misel sperik, berbentuk bulat, terbentuk di atas konsentrasi misel kritis di dalam air, tetapi dengan adanya kelebihan konsentrasi garam di dalam larutan, misel sperik akan terbentuk pada konsentrasi misel kritis dan selanjutnya bergabung membentuk misel batang (rod-micelle) sebagaimana konsentrasi misel meningkat (Ikeda, S., 1991).

2.3 TEOS (tetraethyl orthosilicate)

Tetraethyl orthosilicate, yang mempunyai rumus molekul C₈H₂₀O₄Si (TEOS), merupakan larutan transparan tidak berwarna dengan bau yang memusingkan. TEOS memiliki berat molekul 208,33 g/mol, titik leleh -77 ° C, titik didih 168°C, densiti 0.94 dan titik beku 116°F. TEOS bersifat stabil, mudah terbakar dan tidak bereaksi dengan agen pengoksidasi kuat, air, alkali dan asam mineral.

2.4 TMAPS (N-trimethoxysilylpropyl-N,N,N-trimethylamonium chloride)

N-trimethoxysilylpropyl-N,N,N-trimethylamonium chloride, yang mempunyai rumus molekul C₉H₂₄ClNO₃Si (TMAPS), memiliki berat molekul 257,83 g/mol, nilai titik leleh < 0°C, nilai titik didih 68°C, nilai densiti 0.927 dan nilai titik beku 11°C.

2.5 Senyawa Aromatik

Senyawa aromatik yaitu senyawa yang cukup distabilkan oleh delokalisasi elektron pi. Syarat suatu molekul dikatakan aromatik yaitu molekul harus siklik dan datar. Sifat fisis hidrokarbon aromatik yaitu bersifat non polar, tidak larut dalam air, tetapi larut dalam pelarut organik seperti dietil éter, karbon tetraklorida, atau heksana. Senyawa aromatik bisa digolongkan pada dua kelompok yaitu polisiklik dan heterosiklik (Fessenden & Fessenden, 1999).

Senyawa aromatik polisiklik dirujuk sebagai senyawa cincin-terpadu. Senyawa aromatik ini dicirikan oleh cincin-cincin yang memakai atom-atom karbon tertentu secara bersama-sama. Benzena merupakan senyawa aromatik tersederhana. Pertama kali benzen diisolasi pada tahun 1825 oleh Michael Faraday dari residu berminyak yang tertimbun dalam pipa induk gas di London. Naftalena digunakan sebagai

pengusir ngengat, dan derivat naftalena digunakan dalam bahan bakar motor dan pelumas. Aromatik polisiklik digunakan secara luas sebagai zat-antara sintetik, misalnya, dalam pembuatan zat warna (Fessenden & Fessenden, 1997).

2.6 Metode Analisis

ERSITAS ANDALAS 2.6.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Analisis XRD digunakan untuk mengetahui susunan atom-atom dalam suatu material kristalin, sehingga akan dikatahui struktur, orientasi, dan ukuran kristal. Dari analisa ini akan diketahui sifat fisika dari suatu material padat seperti polimer, keramik, dan logam. Hamburan sinar ini akan didifraksikan pada sudut tertentu (θ) sehingga dapat diketahui panjang gelombang sinar $x(\lambda)$ dan jarak antar yang berdekatan (d). Setelah diketahui ketiga variabel diatas maka detektor akan mempolakannya pada flat film. Dari pola inilah dapat ditentukan bentuk kristal suatu material (Sibilia, 1996).

2.6.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)

SEM digunakan untuk menganalisa dan mempelajari topografi permukaan sampel dalam bentuk padat. Sampel padat yang dianalisa bersifat penghantar listrik (konduktor), jika bersifat isolator maka harus dilapisi dengan material penghantar listrik. SEM banyak digunakan untuk menganalisa material keramik, polimer, alloy dan komposit. Alat ini mempunyai resolusi yang tinggi dengan perbesaran 180.000 kali (Sibilia, 1996).

III. METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Oktober 2009 sampai Februari 2010 di Physical Chemistry Laboratory, Departement of Chemistry, Faculty of Science dan Asahi Life Science Research Building, Faculty of Medicine, Shinshu University – Matsumoto, Japan.

3.2 Prosedur Penelitian

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan adalah alat-alat gelas, cyclone separator, stirer, neraca analitis, pompa vakum, superconducting magnet TD-6T150E1(JASTEC)H ≤ 6 T, XRD (Rigaku Multi Flex BD2648N), dan SEM (SEM JEM-3500EX JEOL).

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan adalah *sodium dodecyl sulfate* ,CH₃(CH₂)₁₁OSO₃Na , (SDS, Tokyo Kasei Kogyo Co. LTD), *N-trimethoxysilylpropyl-N,N,N-trimethylamonium chloride*, C₉H₂₄ClNO₃Si (TMAPS 50% dalam metanol, Azmax), *tetraethyl orthosilicate*, C₈H₂₀O₄Si (TEOS, Wako), benzena (C₆H₆, Wako), naftalena (C₁₀H₁₈, Sigma Aldrich), antrasena (C₁₄H₁₀, TCI), pentasena (C₂₂H₁₄, Aldrich), pirena (C₁₆H₁₀, Wako), Na₂CO₃, dan NaOH.

3.3 Prosedur Kerja

3.3.1 Sintesis Padatan Helical Silica Hybrid pada 0 T

SDS (0,4 g, 1,92 mmol) dilarutkan dalam aquades (35,36 mL) membentuk larutan bening. Buffer Na₂CO₃. NaOH_(aq) pH 12,22 (4,0 mL) ditambahkan ke dalam larutan

dan diaduk, kemudian tambahkan prekursor silika, TEOS, (1,45 mL, 184,6 mmol), dan *co-structure-directing agent* (CSDA), TMAPS, (0,28 mL, 1,01 mmol) pada temperatur ruang dan stirer. Perbandingan molar SDS: TMAPS: TEOS = 1,00: 0,65: 3,40. Setelah distirer 5 menit, larutan yang terbentuk disimpan pada suhu 25°C selama 5 jam di dalam *water bath*, kemudian didiamkan selama 21 jam pada suhu 35°C. Produk yang terbentuk dipisahkan dari larutan dan dikeringan dalam *vacuum*.

3.3.2 Sintesis Membran Helical Silica Hybrid pada 0 T

Plat gelas (1,5 cm x 1,5 cm) diletakkan di dasar botol (25 mL). Plat gelas direndam dalam 5 mL larutan pre silika setelah distirer 5 min, dan disimpan pada suhu 25 °C selama 5 jam di dalam water bath, kemudian didiamkan pada suhu 35 °C selama 21 jam. Plat kaca dipisahkan dari larutan dan dikeringkan dalam vacuum.

3.3.3 Sintesis Padatan Helical Silica Hybrid dengan Variasi Aditif pada 0 T

SDS (0,4 g, 1,92 mmol) dilarutkan dalam aquades (35,36 mL) membentuk larutan bening. Buffer Na₂CO₃. NaOH_(aq) pH 12,22 (4,0 mL) ditambahkan ke dalam larutan dan diaduk, kemudian tambahkan benzena (0,89μL, 10⁻⁵ mol), precursor silica, TEOS, (1,45 mL, 184,6 mmol), dan *co-structure-directing agent* (CSDA), TMAPS, (0,28 mL, 1,01 mmol) pada temperatur ruang dan stirer. Perbandingan molar SDS: TMAPS: TEOS = 1,00: 0,65: 3,40. Setelah distirer 5 menit, larutan yang terbentuk disimpan pada suhu 25°C selama 5 jam di dalam *water bath*, kemudian didiamkan selama 21 jam pada suhu 35 °C. Produk yang terbentuk dipisahkan dari larutan dan dikeringan dalam *vacuum*. Proses sintesis menggunakan 10⁻⁵ mol aditif, naftalena (1,5 mg), antrasena (1,96 mg), pentasena (2,89 mg), dan pirena (2,10 mg), sama dengan penjelasan di atas.

3.3.4 Sintesis Membran Helical Silica Hybrid dengan Variasi Aditif pada 0 T

Plat gelas (1,5 cm x 1,5 cm) diletakkan di dasar botol (25 mL). Plat gelas direndam dalam 5 mL larutan pre silika dengan variasi aditif setelah distirer 5 min, dan disimpan pada suhu 25 °C selama 5 jam di dalam *water bath*, kemudian didiamkan pada suhu 35 °C selama 21 jam. Plat kaca dipisahkan dari larutan dan dikeringkan dalam *vacuum*.

3.3.5 Sintesis Padatan Helical Silica Hybrid pada 6 T

SDS (0,4 g, 1,92 mmol) dilarutkan dalam aquadest (35,36 mL) membentuk larutan bening. Buffer Na₂CO₃. NaOH_(aq) pH 12,22 (4,0 mL) ditambahkan ke dalam larutan dan diaduk, kemudian tambahkan precursor silica, TEOS, (1,45 mL, 184,6 mmol), dan *co-structure-directing agent* (CSDA), TMAPS, (0,28 mL, 1,01 mmol) pada temperatur ruang dan stirer. Perbandingan molar SDS: TMAPS: TEOS = 1,00: 0,65: 3,40. Setelah distirer 5 menit, larutan yang terbentuk disimpan pada suhu 25 °C selama 5 jam di dalam medan magnet 6T, kemudian didiamkan selama 21 jam pada suhu 35 °C di dalam *water bath*. Produk yang terbentuk dipisahkan dari larutan dan dikeringan dalam *vacuum*

3.3.6 Sintesis Padatan Helical Silica Hybrid dengan Variasi Aditif pada 6 T

SDS (0,4 g, 1,92 mmol) dilarutkan dalam aquadest (35,36 mL) membentuk larutan bening. Buffer Na₂CO₃. NaOH_(aq) pH 12,22 (4,0 mL) ditambahkan ke dalam larutan dan diaduk, kemudian tambahkan Benzena (0,89 μ L, 10⁻⁵ mol), prekursor silika, TEOS, (1,45 mL, 184,6 mmol), dan *co-structure-directing agent* (CSDA), TMAPS, (0,28 mL, 1,01 mmol) pada temperatur ruang dan stirer. Perbandingan molar SDS: TMAPS: TEOS = 1,00: 0,65: 3,40. Setelah distirer 5 menit, larutan yang terbentuk

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Sintesis Helical Silica Hybrids

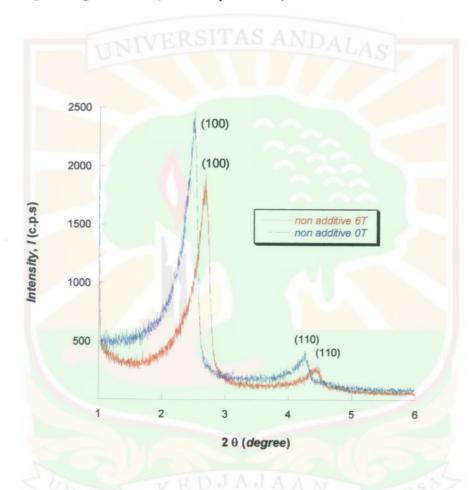
4.1.1 Padatan Helical Silica Hybrids pada Medan Magnet 0 T dan 6 T

Sintesis padatan *helical silica hybrid* (HSH) telah dilakukan dengan menggunakan TEOS sebagai sumber silica dan SDS sebagai cetakan. Dengan perbandingan molar SDS: TMAPS: TEOS = 1,00: 0,65: 3,40 dan temperatur sintesis pada 25°C, kita dapat memperoleh padatan putih *helical silica hybrid*.

Gambar 4 memperlihatkan pola XRD padatan HSH pada 0 and 6 T. Tabel 1 merangkum beberapa parameter dari struktur padatan HSH. Dua puncak terpisah dengan baik pada range 20/° = 1,5 - 6, yang terlihat dan ditandai dengan indeks difraksi 100 dan 110, merupakan karakteristik untuk dua-dimensi (2D)-hexagonal p6mm mesofasa (Xiaowei Wu et all, 2009). Schmidt telah melaporkan bahwa jika hanya refleksi 100 yang terlihat pada pola XRD maka masih memungkinkan material memiliki tingkat/derajat keteraturan dengan ukuran jari-jari pori 2,5 - 3,25 nm (Schmidt, 2008). Padatan HSH yang telah disintesis memiliki ukuran diameter pori 4,069 nm (0 T) dan 3,793 nm (6 T) (Tabel 7).

Puncak yang lebar mengindikasikan bahwa silika helik mesopori memiliki pori yang kurang teratur dan seragam (Xiaowei Wu et all, 2009). Padatan HSH pada 0 dan 6 T yang telah disintesis memiliki puncak difraksi yang lebar. Nilai *d-spacing* telah dihitung dari puncak difraksi pertama yaitu 3,526 nm untuk padatan HSH pada 0 T dan 3,287 nm untuk padatan HSH pada 6 T (Tabel 1). Puncak XRD padatan HSH

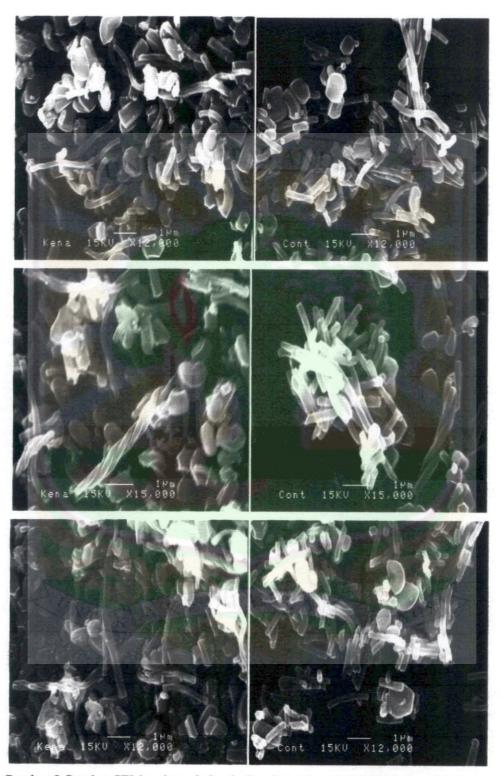
yang telah disintesis mengalami pergeseran ke kanan (dari $20/^{\circ} = 2.502$ pada 0 T menjadi $20/^{\circ} = 2.684$ pada 6 T), dan penurunan intensitas (Tabel 1) disebabkan oleh medan magnet . Medan magnet mengakibatkan nilai *d-spacing* padatan HSH, berhubungan dengan nilai D (diameter pori silica) lebih kecil.



Gambar.4. Pola XRD Padatan *Helical Silica Hybrids* yang disintesis tanpa & dengan medan magnet 6T

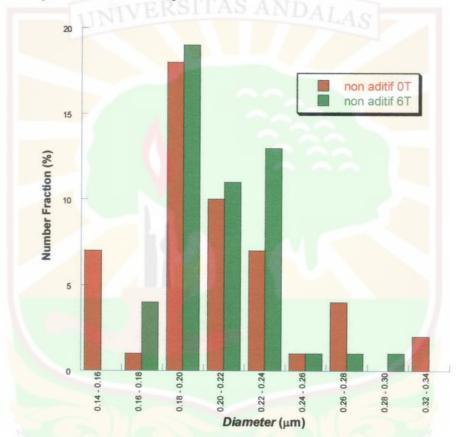
Tabel 1 Parameter Helical Silica Hybrids yang disintesis tanpa & dengan medan magnet 6T

Silika Helik	2θ (derajat)	Intensitas (I/c.p.s)	Pilin-Kiri (%)	Pilin-Kanan (%)	d (nm)
Non aditif 0T	2.502	2472.92	60	40	3.526
Non aditif 6T	2.684	1945.83	60	40	3.287



Gambar.5 Gambar SEM padatan helical silica hybrids pada 0 T (kiri) dan 6 T (kanan)

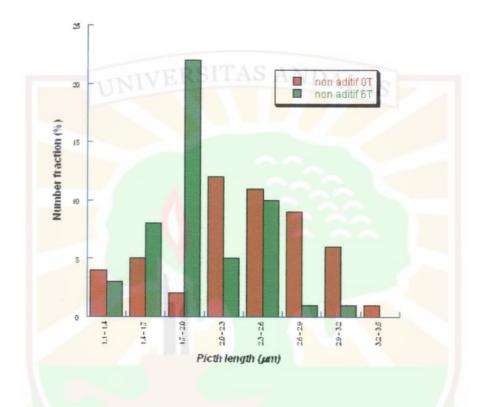
Gambar 5 memperlihatkan gambar SEM dari padatan HSH pada 0 dan 6 T. Dari gambar SEM dapat dilihat bahwa ke dua jenis material memiliki morfologi tunggal dan ganda batangan helik (single and double helical rod morphologies). Tidak semua partikel HSH tumbuh dengan baik membentuk batangan helik. Arah pertumbuhan partikel HSH ke dua jenis material tidak teratur.



Gambar 6. Distribusi diameter *helical silica hybrids* yang dibuat tanpa dan dengan medan magnet 6 T.

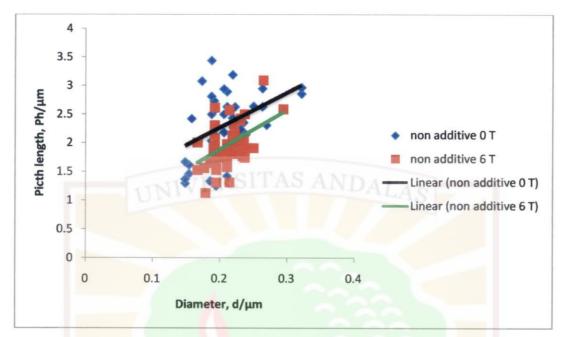
Gambar 6 memperlihatkan perbandingan distribusi ukuran diameter HSH yang disintesis tanpa dan dengan medan magnet 6 T. Distribusi ukuran diameter luar dari partikel HSH berkisar antara \sim 0,14 sampai \sim 0,28 μ m pada 0T dan \sim 0,16 sampai \sim 0,24 μ m pada 6 T . Pendistribusian ukuran diameter batangan helik HSH

dengan medan magnet (6T) cenderung sedikit lebih sempit dibandingkan dengan partikel HSH tanpa medan magnet (0T).



Gambar 7. Distribusi ukuran *pitch helical silica hybrids* yang dibuat tanpa (A) dan dengan (B) medan magnet 6 T.

Gambar 7 memperlihatkan perbandingan distribusi ukuran *pitch* HSH yang disintesis tanpa dan dengan medan magnet 6 T. Distribusi ukuran *pitch* yaitu $\sim 2,0$ sampai $\sim 3,2~\mu\text{m}$ (0T) and $\sim 1,7$ sampai $\sim 2,0~\mu\text{m}$ (6 T). Pendistribusian ukuran *pitch* partikel HSH dengan medan magnet (6 T) cederung lebih sempit dibandingkan dengan partikel HSH tanpa medan magnet (0 T). Ini memperlihatkan bahwa medan magnet mengakibatkan penyebaran ukuran *pitch* menjadi sempit.



Gambar 8. Hubungan antara ukuran *pitch* dan diameter dari *helical silica hybrids* yang dibuat tanpa dan dengan medan magnet 6 T.

Gambar 8 memperlihatkan hubungan antara ukuran *pitch* dan dimater partikel HSH yang disintesis tanpa dan dengan medan magnet 6 T. Ukuran *pitch* HSH cenderung meningkat dengan kenaikan diameter *rod* partikel HSH.

4.1.2 Membran Helical Silica Hybrids pada 0 T

Gambar 9 memperlihatkan gambar SEM dari membran helical silica hybrids yang disintesis tanpa medan magnet (0T). Ini dapat dilihat hexagonal rodlike helical silica tumbuh, tetapi hanya sebagian dari partikel HSH, dan memiliki variasi morfologi helical rod (single and double helices).



Gambar 9. Gambar SEM membran helical silica hybrids pada 0 T.

4.2. Sintesis Helical Silica Hybrids dengan Benzena

4.2.1 Padatan Helical Silica Hybrids dengan Benzena pada Medan Magnet 0 T dan 6 T

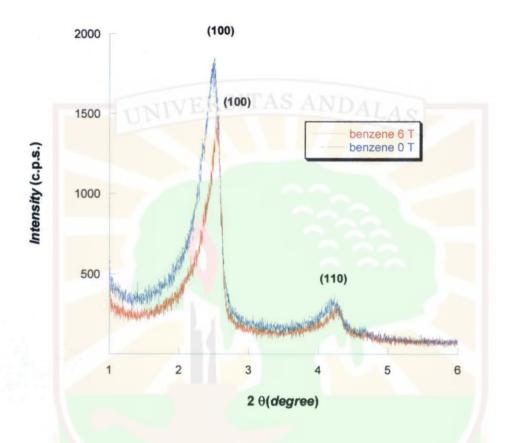
Sintesis padatan *helical silica hybrids* (HSH) telah dilakukan dengan menggunakan TEOS sebagai sumber silica, SDS sebagai cetakan, dan benzena sebagai aditif. Dengan perbandingan molar SDS: TMAPS: TEOS = 1,00: 0,65: 3,40 dan temperatur sintesis pada 25°C, kita dapat memperoleh padatan putih *helical silica hybrid* dengan benzena.

Gambar 10 memperlihatkan pola difraksi XRD padatan HSH dengan benzena pada 0 dan 6 T. Tabel. 2 merangkum beberapa parameter dari struktur padatan HSH dengan benzena. Dua puncak yang terpisah dengan baik pada range $20/^{\circ} = 1,5 - 6$ yang terlihat dan ditandai dengan indeks difraksi 100 dan 110, merupakan karakteristik untuk dua-dimensi (2D)-hexagonal p6mm mesofasa (Xiaowei Wu et all, 2009).

Puncak yang lebar mengindikasikan bahwa silika helik mesopori memiliki pori yang kurang teratur dan seragam (Xiaowei Wu et all, 2009). Padatan HSH dengan benzena pada 0 dan 6 T yang telah disintesis memiliki puncak difraksi yang lebar. Schmidt telah melaporkan bahwa jika hanya refleksi 100 yang terlihat pada pola difraksi XRD maka masih memungkinkan material memiliki tingkat/derajat keteraturan dengan ukuran jari-jari pori 2,5 – 3,25 nm (Schmidt, 2008).

Padatan HSH dengan benzena yang telah disintesis memiliki ukuran diameter pori 4,05 nm (0 T) dan 4,023 nm (6 T) (Tabel 7). Nilai *d-spacing* telah dihitung dari puncak difraksi pertama yaitu 3,51 nm (0 T) dan 3,487 nm (6 T) (Tabel 2). Puncak XRD padatan HSH dengan benzena yang telah disintesis mengalami pergeseran sedikit (dari $20/^{\circ} = 2,514$ pada 0 T menjadi $20/^{\circ} = 2,53$ pada 6 T) dan penurunan intensitas (Tabel 2) disebabkan oleh medan magnet dan aditif benzena. Medan magnet mengakibatkan nilai *d-spacing* padatan HSH dengan benzena, berhubungan dengan nilai D (diameter pori silika), sedikit lebih kecil.

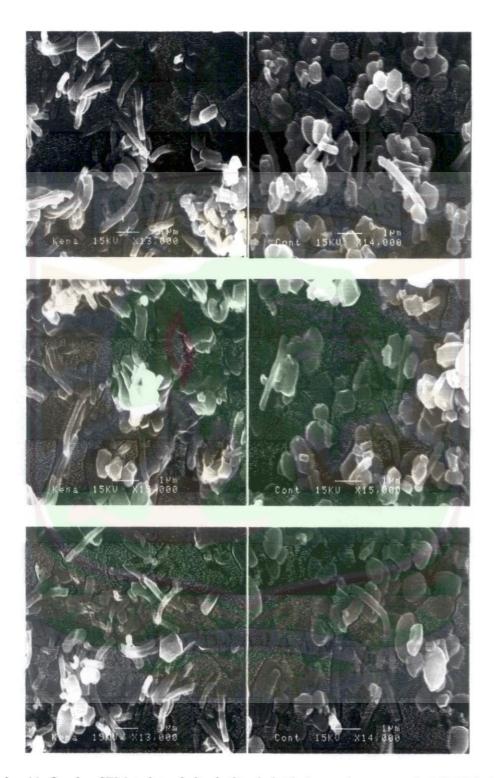
1



Gambar 10. Pola XRD Padatan *Helical Silica Hybrids* dengan benzena yang disintesis tanpa & dengan medan magnet 6T

Tabel 2 Parameter *Helical Silica Hybrids* dengan benzena yang disintesis tanpa & dengan medan magnet 6T

No.	Silica Helik	2θ (derajat)	Intensitas (I/c.p.s)	d (nm)
1	Benzena 0T	2.514	1856.25	3.51
2	Benzena 6T	2.53	1522.92	3.487

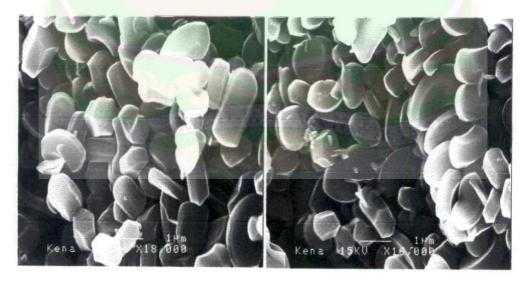


Gambar 11. Gambar SEM padatan $helical\ silica\ hybrids$ dengan benzena pada 0 T (kiri) dan 6 T (kanan)

Gambar 11 memperlihatkan gambar SEM dari padatan HSH dengan benzena pada 0 dan 6T. Dari gambar SEM dapat dilihat bahwa ke dua jenis partikel HSH memiliki morfologi tunggal batangan helik (*single helical rod morphologies*), tetapi hanya sebagian kecil dari partikel yang tumbuh. Partikel HSH dengan benzene pada 0 T relatif memiliki ukuran batangan helik lebih panjang dibandingkan pada 6 T. Penambahan zat aditif benzena dan medan magnet 6 T mengakibatkan sebagian partikel HSH tidak tumbuh sempurna membentuk batangan helik. Arah pertumbuhan partikel HSH dengan benzene tidak teratur.

4.2.2 Membran Helical Silica Hybrids dengan Benzena pada 0 T

Gambar 12 memperlihatkan gambar SEM dari membran *helical silica hybrids* dengan benzena pada 0 T. Ini dapat dilihat silica helik *rodlike* hexagonal tidak tumbuh dengan baik dan morfologi partikel *rod* helik berukuran pendek yang terbentuk.



Gambar. 12 Gambar SEM membran helical silica hybrids dengan benzena pada 0 T.

4.3. Sintesis Helical Silica Hybrids dengan Naftalena

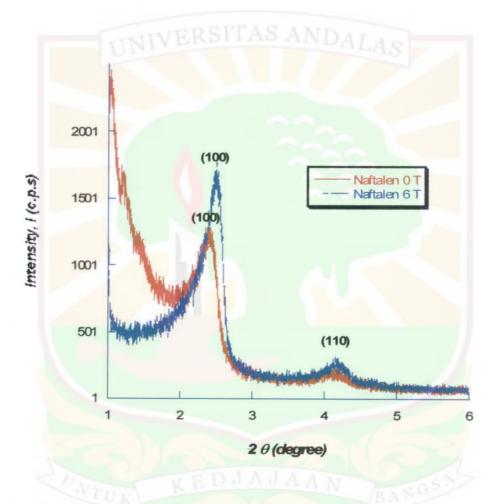
4.3.1 Padatan Helical Silica Hybrids dengan Naftalena pada Medan Magnet 0 T dan 6 T

Sintesis padatan helical silica hybrids (HSH) telah dilakukan dengan menggunakan TEOS sebagai sumber silica, SDS sebagai cetakan, dan naftalena sebagai aditif. Dengan perbandingan molar SDS: TMAPS: TEOS = 1,00: 0,65: 3,40 dan temperatur sintesis pada 25°C, kita dapat memperoleh padatan putih helical silica hybrid dengan naftalena.

Gambar 13 memperlihatkan pola XRD padatan HSH dengan naftalena pada 0 dan 6 T. Tabel. 3 merangkum beberapa parameter dari struktur padatan HSH dengan naftalena. Dua puncak yang terpisah dengan baik pada range 20/° = 1,5-6,0 terlihat dan ditandai dengan indeks difraksi 100 dan 110, yang merupakan karakteristik untuk dua-dimensi (2D)-hexagonal p6mm mesofasa (Xiaowei Wu et all, 2009). Puncak yang lebar mengindikasikan bahwa silica helik mesopori memiliki pori yang kurang teratur dan seragam (Xiaowei Wu et all, 2009). Padatan HSH dengan naftalena pada 0 T dan 6 T yang telah disintesis memiliki puncak difraksi yang lebar. Schmidt telah melaporkan bahwa jika hanya refleksi 100 yang terlihat pada pola XRD maka masih memungkinkan material memiliki tingkat/derajat keteraturan dengan ukuran jari-jari pori 2,5 – 3,25 nm (Schmidt, 2008).

Padatan HSH dengan naftalena yang telah disintesis memiliki ukuran diameter pori 4,267 nm (0 T) dan 4,072 nm (6 T) (lih. Tabel 7). Nilai *d-spacing* telah dihitung dari puncak difraksi pertama yaitu 3,698 nm (0 T) dan 3,529 nm (6 T) (lih. Tabel 3). Puncak XRD padatan HSH dengan naftalena yang telah disintesis

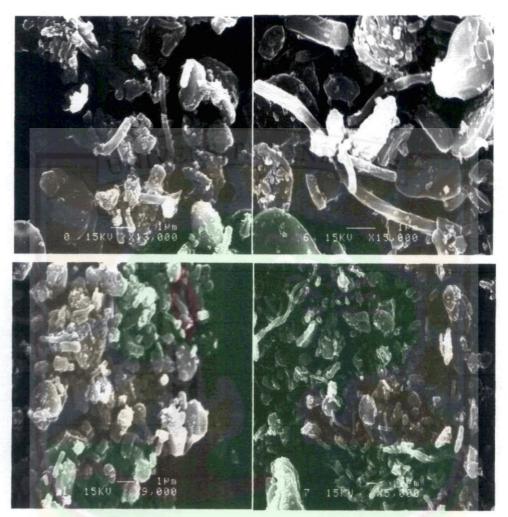
mengalami pergeseran (dari 2θ /° = 2,386 pada 0 T menjadi 2θ /° = 2,5 pada 6 T) dan penaikan intensitas (lih Tabel 3) disebabkan oleh medan magnet dan aditif naftalena. Medan magnet mengakibatkan nilai *d-spacing* padatan HSH dengan naftalena, berhubungan dengan nilai D (diameter pori silika) lebih kecil.



Gambar 13. Pola XRD Padatan *Helical Silica Hybrids* dengan naftalena yang disintesis tanpa & dengan medan magnet 6T

Tabel 3 Parameter *Helical Silica Hybrids* dengan naftalena yang disintesis tanpa & dengan medan magnet 6T

No.	Silika Helik	2θ (derajat)	Intensitas (I/c.p.s)	d (nm)	
1 Naftalena 0T		2.386	1304.17	3.698	
2 Naftalena 6T		2.5	1760.42	3.529	



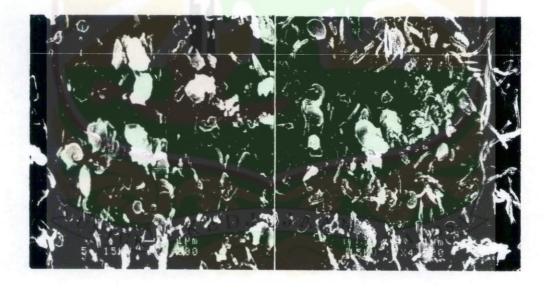
Gambar 14. Gambar SEM padatan *helical silica hybrids* dengan naftalena pada 0 T (kiri) dan 6 T (kanan)

Dari gambar SEM (lih. Gambar 14), ini dapat dilihat ke dua jenis material memiliki morfologi tunggal hexagonal *rodlike* tetapi sebagian besar partikel tidak tumbuh dengan baik. Ukuran panjang *rod* bervariasi berkisar antara \sim 0,5 sampai \sim 2,67 μ m (0 T) dan \sim 1,43 sampai \sim 11,43 μ m (6 T), diameter bagian luar sekitar \sim 100 nm (0 T) dan berkisar antara \sim 43 sampai \sim 114 nm (6 T). Partikel HSH dengan

naftalena pada 6 T relatif memiliki ukuran batangan helik lebih panjang dibandingkan pada 0 T. Penambahan zat aditif naftalena dan medan magnet 6 T mengakibatkan sebagian partikel HSH tidak tumbuh sempurna membentuk batangan helik. Arah pertumbuhan partikel HSH tidak teratur

3.2 Membran Helical Silica Hybrids dengan Naftalena pada 0 T

Gambar 15 memperlihatkan gambar SEM dari membran helical silica hybrids dengan naftalena pada 0 T. Ini dapat dilihat hexagonal rodlike helical silica tumbuh, dan memiliki variasi morfologi helical rod (single and double helices), tetapi sebagian dari partikel HSH yang terbentuk tidak tumbuh dengan baik.



Gambar 15. Gambar SEM membran helical silica hybrids dengan naftalena pada 0 T.

4.4. Sintesis Helical Silica Hybrids dengan Antrasena

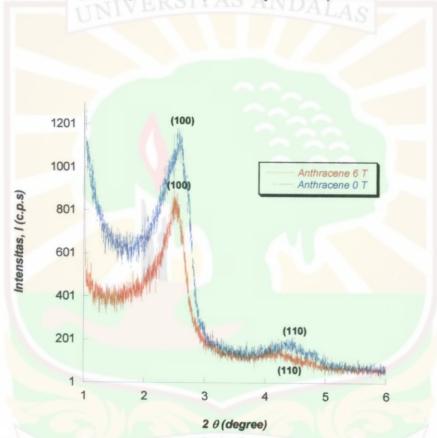
4.4.1 Padatan *Helical Silica Hybrids* dengan Antrasena pada Medan Magnet 0 T dan 6 T

Sintesis padatan *helical silica hybrids* (HSH) telah dilakukan dengan menggunakan TEOS sebagai sumber silica, SDS sebagai cetakan, dan antrasena sebagai aditif. Dengan perbandingan molar SDS: TMAPS: TEOS = 1,00: 0,65: 3,40 dan temperatur sintesis pada 25°C, kita dapat memperoleh padatan putih *helical silica hybrid* dengan antrasena.

Gambar 16 memperlihatkan pola XRD padatan HSH dengan antrasena pada 0 T dan 6 T. Tabel. 4 merangkum beberapa parameter dari struktur padatan HSH dengan antrasena. Dua puncak yang terpisah dengan baik pada range 20/° = 1,5-6,0 terlihat ditandai dengan indeks difraksi 100 dan 110, yang merupakan karakteristik untuk dua-dimensi (2D)-hexagonal p6mm mesofasa (Xiaowei Wu et all, 2009). Puncak yang lebar mengindikasikan bahwa heliks silica mesopori memiliki pori yang kurang teratur dan seragam (Xiaowei Wu et all, 2009). Padatan HSH dengan antrasena pada 0 T dan 6 T yang telah disintesis memiliki puncak difraksi yang lebar. Schmidt telah melaporkan bahwa jika hanya refleksi 100 yang terlihat pada pola XRD maka masih memungkinkan material memiliki tingkat/derajat keteraturan dengan ukuran jari-jari pori 2,5 – 3,25 nm (Schmidt, 2008).

Padatan HSH dengan antrasena yang telah disintesis memiliki ukuran diameter pori 4,005 nm (0 T) dan 4,086 nm (6 T) (lih. Tabel 7). Nilai *d-spacing* telah dihitung dari puncak difraksi pertama yaitu 3,471 nm (0 T) dan 3,541 nm (6 T) (lih.

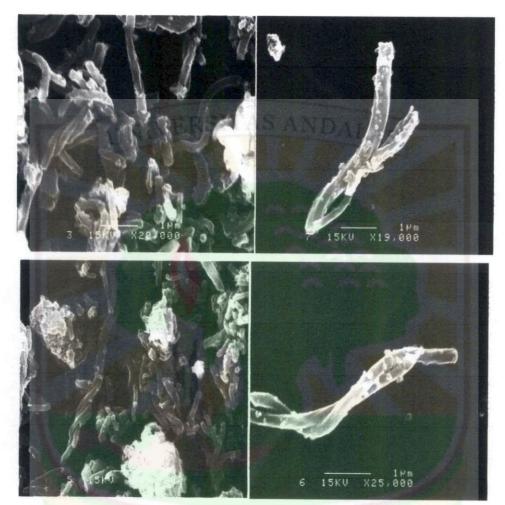
Tabel 4). Puncak XRD padatan HSH dengan antrasena yang telah disintesis mengalami pergeseran sedikit (dari $2\theta/^{\circ} = 2,542$ pada 0 T menjadi $2\theta/^{\circ} = 2,492$ pada 6 T) dan penaikan intensitas (lih Tabel 4) disebabkan oleh medan magnet dan aditif antrasena. Medan magnet mengakibatkan nilai *d-spacing* padatan HSH dengan antrasena, berhubungan dengan nilai D (diameter pori silika) sedikit lebih besar.



Gambar 16. Pola XRD Padatan *Helical Silica Hybrids* dengan antrasena yang disintesis tanpa & dengan medan magnet 6T

Tabel 4 Parameter *Helical Silica Hybrids* dengan antrasena yang disintesis tanpa & dengan medan magnet 6T

No.	Silica Helik	2θ (derajat)	Intensitas (I/c.p.s)	d (nm) 3.471	
1	Antrasena 0T	2.542	1183.33		
2 Antrasena 6T		2.492	1895.833	3.541	



Gambar.17 Gambar SEM padatan helical silica hybrids dengan antrasena pada 0 T (kiri) dan 6 T (kanan)

Dari gambar SEM (lih. Gambar 16), ini dapat dilihat ke dua jenis material memiliki morfologi tunggal dan ganda hexagonal *rodlike* tetapi sebagian besar partikel tidak tumbuh dengan baik. Ukuran panjang *rod* bervariasi berkisar antara ~ 0.54 sampai $\sim 5.43~\mu m$ (0 T) dan ~ 1.28 sampai $\sim 7.14~\mu m$ (6 T), diameter bagian luar sekitar ~ 100 nm (0 T dan 6 T). Arah pertumbuhan partikel HSH tidak teratur.

4.2 Membran Helical Silica Hybrids with Antrasena in 60 T

Gambar 18 memperlihatkan gambar SEM dari membran helical silica hybrids dengan antrasena pada 0 T. Ini dapat dilihat hexagonal rodlike helical silika tumbuh, dan memiliki variasi morfologi helical rod (single and double helices) dengan rod yang panjang.



Fig. 18 Gambar SEM membran helical silica hybrids dengan antrasen pada 0 T

4.5. Sintesis Helical Silica Hybrids dengan Pentasena

4.5.1 Padatan *Helical Silica Hybrids* dengan Pentasena pada Medan Magnet 0 T dan 6 T

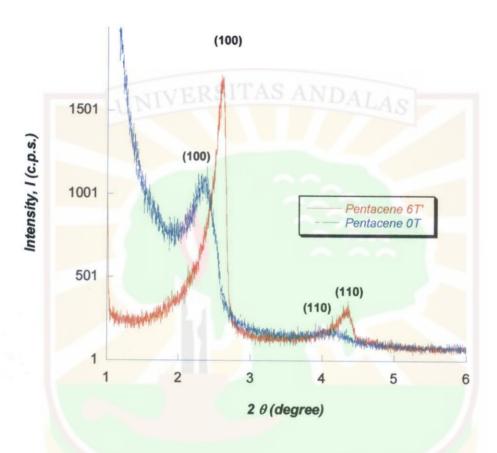
Sintesis padatan *helical silica hybrids* (HSH) telah dilakukan dengan menggunakan TEOS sebagai sumber silika, SDS sebagai cetakan, dan pentasena sebagai aditif.

Dengan perbandingan molar SDS: TMAPS: TEOS = 1,00: 0,65: 3,40 dan

temperatur sintesis pada 25°C, kita dapat memperoleh padatan putih *helical silica hybrid* dengan pentasena.

Gambar 19 memperlihatkan pola XRD padatan HSH dengan pentasena pada 0 dan 6 T. Tabel. 5 merangkum beberapa parameter dari struktur padatan HSH dengan pentasena. Dua puncak yang terpisah dengan baik pada range $20/^{\circ} = 1,5-6,0$ terlihat dan ditandai dengan indeks difraksi 100 dan 110, yang merupakan karakteristik untuk dua-dimensi (2D)-hexagonal p6mm mesofasa (Xiaowei Wu et all, 2009). Schmidt telah melaporkan bahwa jika hanya refleksi 100 yang terlihat pada pola XRD maka masih memungkinkan material memiliki tingkat/derajat keteraturan dengan ukuran jari-jari pori 2,5 – 3,25 nm (Schmidt, 2008).

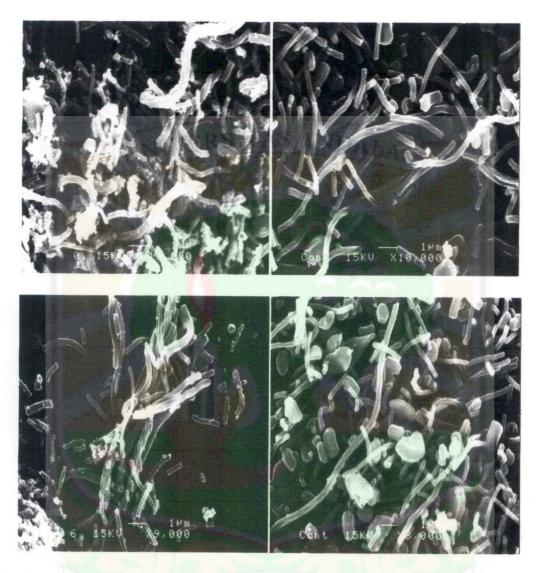
Padatan HSH dengan pentasena yang telah disintesis memiliki ukuran diameter pori 4,264 nm (0 T) dan 3,913 nm (6 T) (lih. Tabel 7). Puncak yang lebar mengindikasikan bahwa silika helik mesopori memiliki pori yang kurang teratur dan seragam (Xiaowei Wu et all, 2009). Padatan HSH dengan pentasena pada 0 dan 6 T yang telah disintesis memiliki puncak difraksi yang lebar. Nilai *d-spacing* telah dihitung dari puncak difraksi pertama yaitu 3,695 nm untuk padatan HSH dengan pentasena pada 0 T dan 3,391 nm untuk padatan HSH dengan pentasena pada 6 T (lih. Tabel 1.5). Puncak XRD padatan HSH yang telah disintesis mengalami pergeseran (dari 20/° = 2,388 pada 0 T menjadi 20/° = 2,602 pada 6 T) dan penaikan intensitas (lih Tabel 5) disebabkan oleh medan magnet dan aditif pentasena. Medan magnet mengakibatkan nilai *d-spacing* padatan HSH, berhubungan dengan nilai D (diameter pori silika) lebih kecil.



Gambar 19. Pola XRD Padatan *Helical Silica Hybrids* dengan pentasena yang disintesis tanpa & dengan medan magnet 6T

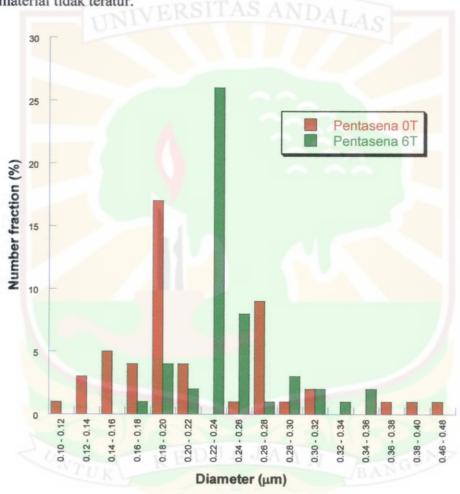
Tabel 5 Parameter *Helical Silica Hybrids* dengan pentasena yang disintesis tanpa & dengan medan magnet 6T

Silika Helik	2θ (derajat)	Intensitas (I/c.p.s)	Pilin-Kiri (%)	Pilin-Kanan (%)	d (nm)
Pentasena 0T	2.388	1164.58	64	36	3.695
Pentasena 6T	2.602	1706.25	66	34	3.391



Gambar 20. Gambar SEM padatan helical silica hybrids dengan pentasena pada 0 T (kiri) dan 6 T (kanan)

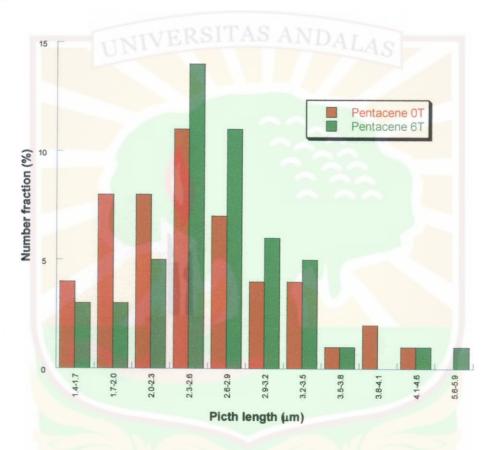
Gambar 20 memperlihatkan gambar SEM dari padatan HSH dengan pentasena pada 0 T dan 6 T. Dari gambar SEM dapat dilihat bahwa ke dua jenis material memiliki morfologi tunggal dan ganda batangan helik (single and double helical rod morphologies). Arah pertumbuhan partikel HSH dengan pentasena ke dua jenis material tidak teratur.



Gambar. 21 Distribusi Diameter *helical silica hybrids* dengan pentasena yang dibuat tanpa dan dengan medan magnet 6 T.

Gambar 21 memperlihatkan perbandingan distribusi ukuran diameter HSH dengan pentasena yang disintesis tanpa dan dengan medan magnet 6 T. Distribusi

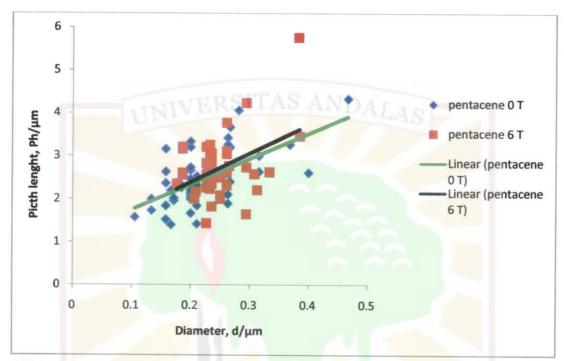
ukuran diameter luar dari partikel HSH dengan pentasena berkisar antara \sim 100 sampai \sim 200 nm dan \sim 260 sampai \sim 280 nm (0 T) dan \sim 220 sampai \sim 260 nm (6 T). Pendistribusian ukuran diameter batangan helik HSH dengan medan magnet (6T) cenderung lebih sempit dibandingkan dengan partikel HSH tanpa medan magnet (0T).



Gambar 22. Distribusi ukuran *pitch helical silica hybrids* dengan pentasena yang dibuat tanpa dan dengan medan magnet 6 T.

Gambar 22 memperlihatkan perbandingan distribusi ukuran pitch HSH dengan pentasena yang disintesis tanpa dan dengan medan magnet 6 T. Distribusi ukuran pitch yaitu \sim 1,4 sampai \sim 3,6 μ m (0 dan 6 T). Pendistribusian ukuran pitch partikel HSH dengan pentasena tanpa (0 T) dengan medan magnet 6 T adalah sama

dan cederung lebar. Ini memperlihatkan bahwa medan magnet tidak mempengaruhi penyebaran ukuran *pitch* partikel HSH dengan pentasena.



Gambar 23. Hubungan antara ukuran pitch dan diameter dari helical silica hybrids dengan pentasena yang dibuat tanpa dan dengan medan magnet 6 T.

Gambar 23 memperlihatkan hubungan antara ukuran *pitch* dan dimater partikel HSH dengan pentasena yang disintesis tanpa dan dengan medan magnet 6 T. Ukuran *pitch* HSH cenderung meningkat dengan kenaikan diameter *rod* partikel HSH.

4.5.2 Membran Helical Silica Hybrids dengan Pentasena in 0 T

Gambar 24 memperlihatkan gambar SEM dari membran helical silica hybrids dengan pentasena pada 0 T. Ini dapat dilihat hexagonal rodlike helical silika tumbuh, dan

memiliki variasi morfologi *helical rod* (*single and double helices*) dengan *rod* yang panjang.



Gambar 24. Gambar SEM membran helical silica hybrids dengan pentasena pada 0 T

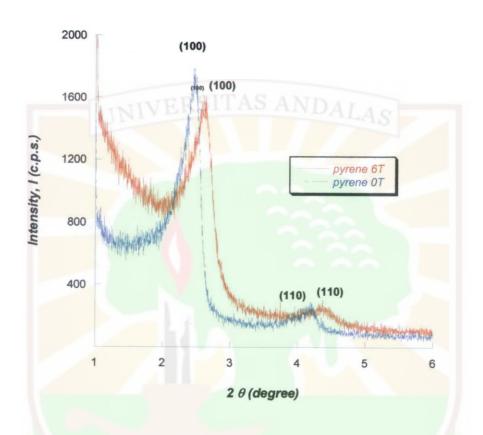
4.6. Sintesis Helical Silica Hybrids dengan Pirena

4.6.1 Padatan *Helical Silica Hybrids* dengan Pirena pada Medan Magnet 0 T dan 6 T

Sintesis padatan *helical silica hybrids* (HSH) telah dilakukan dengan menggunakan TEOS sebagai sumber silica, SDS sebagai cetakan, dan pirena sebagai aditif. Dengan perbandingan molar SDS: TMAPS: TEOS = 1,00: 0,65: 3,40 dan temperatur sintesis pada 25°C, kita dapat memperoleh padatan putih *helical silica hybrid* dengan pirena.

Gambar 25 memperlihatkan pola difraksi XRD padatan HSH dengan pirena pada 0 and 6 T. Tabel 6 merangkum beberapa parameter dari struktur padatan HSH dengan pirena. Dua puncak yang terpisah dengan baik pada range $20/^{\circ} = 1,5$ - 6, yang terlihat dan ditandai dengan indeks difraksi 100 dan 110, merupakan karakteristik untuk dua-dimensi (2D)-hexagonal p6mm mesofasa (Xiaowei Wu et all, 2009). Schmidt telah melaporkan bahwa jika hanya refleksi 100 yang terlihat pada pola XRD maka masih memungkinkan material memiliki tingkat/derajat keteraturan dengan ukuran jari-jari pori 2,5 – 3,25 nm (Schmidt, 2008).

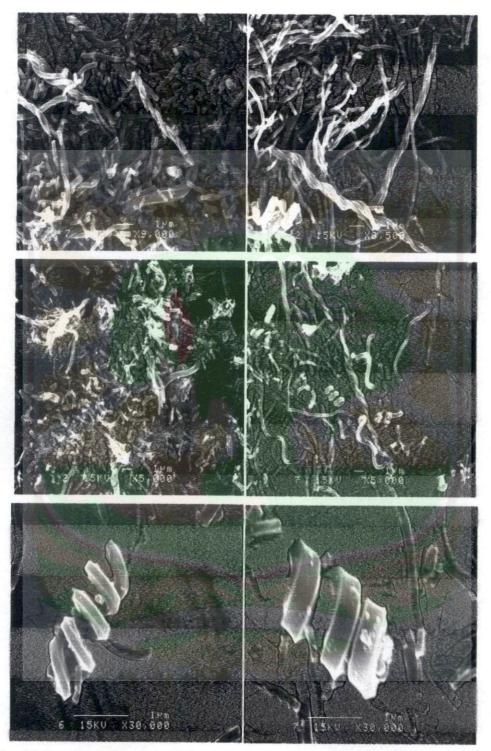
Padatan HSH dengan pirena yang telah disintesis memiliki ukuran diameter pori 4,159 nm untuk (0 T) dan 4,002 nm (6 T) (Tabel 7). Puncak yang lebar mengindikasikan bahwa silica helik mesopori memiliki pori yang kurang teratur dan seragam (Xiaowei Wu et all, 2009). Padatan HSH dengan piren pada 0 T dan 6 T yang telah disintesis memiliki puncak difraksi yang lebar. Nilai *d-spacing* telah dihitung dari puncak difraksi pertama yaitu 3,604 nm untuk padatan HSH dengan pirena pada 0 T dan 3,468 nm untuk padatan HSH dengan pirena pada 6 T (Tabel 6). Puncak XRD padatan HSH yang telah disintesis mengalami pergeseran (dari 20/° = 2,448 pada 0 T menjadi 20/° = 2,544 pada 6 T) dan penurunan sedikit intensitas (Tabel 6) disebabkan oleh medan magnet dan aditif pirena. Medan magnet mengakibatkan nilai *d-spacing* padatan HSH, berhubungan dengan nilai D (diameter pori silika) lebih kecil.



Gambar 25. Pola XRD Padatan *Helical Silica Hybrids* dengan pirena yang disintesis tanpa & dengan medan magnet 6T

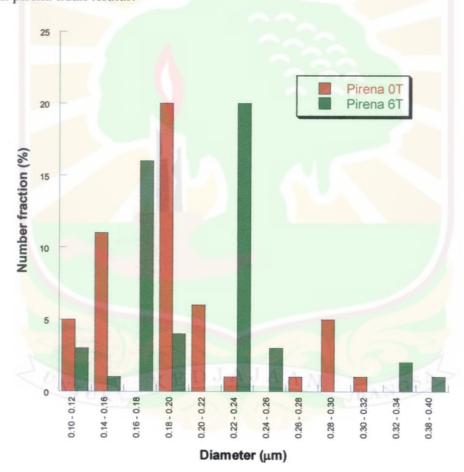
Tabel 6 Parameter *Helical Silica Hybrids* dengan pirena yang disintesis tanpa & dengan medan magnet 6T

Silika Helik	20 (derajat)	Intensitas (I/c.p.s)	Pilin-Kiri (%)	Pilin-Kanan (%)	d (nm)
Piren 0T	2.448	1983.33	58	42	3.604
Piren 6 T	2.544	1947.92	68	32	3.468



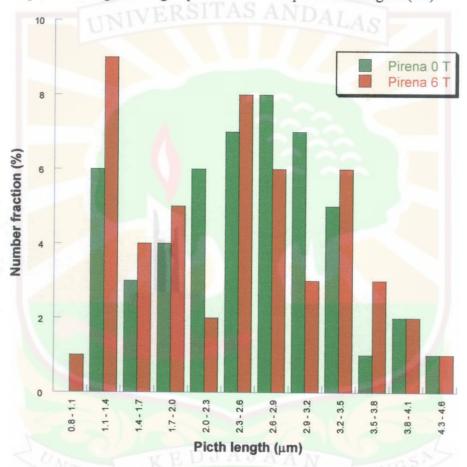
Gambar 26. Gambar SEM padatan *helical silica hybrids* dengan pirena pada 0 T (kiri) dan 6 T (kanan)

Gambar 26 memperlihatkan gambar SEM dari padatan HSH dengan pirena pada 0 T dan 6 T. Dari gambar SEM dapat dilihat bahwa ke dua jenis material memiliki morfologi tunggal , ganda, dan banyak batangan helik (single, double and multiple helical rod morphologies). Hampir semua partikel silika hibrid tumbuh helik dipengaruhi oleh pirena dan ukuran rod helical silica hybrid dengan pirena menjadi lebih panjang dipengaruhi oleh medan magnet. Arah pertumbuhan partikel HSH dengan pirena tidak teratur.



Gambar 27. Distribusi Diameter *helical silica hybrids* dengan pirena yang dibuat tanpa dan dengan medan magnet 6 T

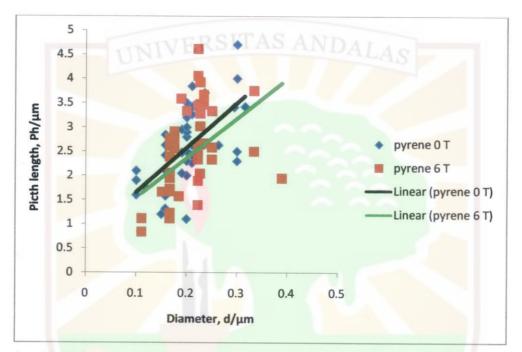
Gambar 27 memperlihatkan perbandingan distribusi ukuran diameter HSH dengan pirena yang disintesis tanpa dan dengan medan magnet 6 T. Distribusi ukuran diameter luar dari partikel HSH dengan pirena berkisar antara ~100 sampai ~220 nm (0 T) dan ~160 sampai ~180 nm, ~220 sampai ~240 nm (6 T). Pendistribusian ukuran diameter batangan helik HSH dengan pirena pada medan magnet (6T) cenderung lebih sempit dibandingkan dengan partikel HSH tanpa medan magnet (0T).



Gambar 28. Distribusi ukuran *pitch helical silica hybrids* dengan pirena yang dibuat tanpa dan dengan medan magnet 6 T.

Gambar 28 memperlihatkan perbandingan distribusi ukuran *pitch* HSH dengan pirena yang disintesis tanpa dan dengan medan magnet 6 T. Distribusi ukuran *pitch* yaitu \sim 1,1 sampai \sim 3,2 μ m (0 and 6 T). Pendistribusian ukuran *pitch* partikel HSH dengan pentasena tanpa (0 T) dengan medan magnet 6 T adalah sama dan cederung

lebar. Ini memperlihatkan bahwa medan magnet tidak mempengaruhi penyebaran ukuran *pitch* partikel HSH dengan pirena.



Gambar 29. Hubungan antara ukuran pitch dan diameter dari helical silica hybrids dengan pirena yang dibuat tanpa dan dengan medan magnet 6 T.

Gambar 29 memperlihatkan hubungan antara ukuran *pitch* dan dimater partikel HSH dengan pirena yang disintesis tanpa dan dengan medan magnet 6 T. Ukuran *pitch* HSH cenderung meningkat dengan kenaikan diameter *rod* partikel HSH.

4.6.2 Membran Helical Silica Hybrids dengan Pirena pada 0 T

Gambar 30 memperlihatkan gambar SEM dari membran *helical silica hybrids* dengan pirena pada 0 T. Ini dapat dilihat hexagonal *rodlike* silika helik tumbuh, dan memiliki variasi morfologi *helical rod* (*single and double helices*) dengan *rod* yang panjang.



Gambar 30. Gambar SEM membran helical silica hybrids dengan pirena pada 0 T

Table 7 Perbandingan XRD $helical\ silica\ hybrid\ tanpa\ dan\ dengan\ variasi\ aditif\ pada\ 0\ T\ dan\ 6\ T$

No.	Helical Silica	2θ (degree)	Intensity (I/c.p.s)	d (nm)	D (nm)
1	Non additive 0T	2.502	2472.92	3.526	4.069
		4.258	420.833	2.072	2.391
	Non additive 6T	2.684	1945.83	3.287	3.793
		4.466	306.25	1.976	2.28
2	Benzene OT	2.514	1856.25	3.51	4.05
		4.236	379.167	2.083	2.403
	Benzene 6T	2.53	1522.92	3.487	4.023
		4.334	285.417	2.036	2.349
3	Naphthalene 0T	2.386	1304.17	3.698	4.267
		4.052	233.333	2.178	2.513
	Naphthalene 6T	2.5	1760.42	3.529	4.072
		4.092	308.333	2.156	2.488
4	Anthracene OT	2.542	1183.33	3.471	4.005
		4.488	214.583	1.965	2.267
	Anthracene 6T	2.492	895.833	3.541	4.086
		4.492	183.33	1.964	2.266
5	Pentacene OT	2.388	1164.58	3.695	4.264
		4	210.417	2.206	2.545
	Pentacene 6T	2.602	1706.25	3.391	3.913
		4.354	360.417	2.027	2.339
6	Pyrene 0 T	2.448	1983.33	3.604	4.159
		4.294	354.167	2.055	2.371
	Pyrene 6 T	2.544	1947.92	3.468	4.002
	The state of the s	4.218	291.667	2.092	2.414

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa puncak XRD padatan HSH tanpa dan dengan variasi aditif dan medan magnet yang telah disintesis mengalami pergeseran, penurunan intensitas (HSH, HSH dengan benzena dan pirena), dan penaikan intensitas (HSH dengan naftalena, antrasena dan pentasena), disebabkan oleh medan magnet . Medan magnet membuat nilai *d-spacing* padatan HSH, berhubungan dengan nilai D (diameter pori silika) lebih kecil (HSH, HSH dengan benzene, naftalena, pentasena dan pirena) dan sedikit lebih besar (HSH dengan antrasena). Gambar SEM memperlihatkan bahwa ke dua jenis material 0 dan 6 T HSH, HSH dengan antrasena, pentasena dan pirena memiliki morfologi tunggal dan ganda batangan helik (*single and double helical rod morphologies*), sedangkan HSH benzene dan naftalena memiliki morfologi tunggal batangan helik. Penambahan zat aditif benzene, naftalena dan antrasena, serta medan magnet 6 T mengakibatkan sebagian partikel HSH tidak tumbuh sempurna membentuk batangan helik

5.2 Saran

Untuk penelitian selanjutnya, disarankan agar menggunakan jenis surfaktan anionik jenis yang lain seperti *N-myristoylglycinate* (C14-GlyNa), *N-palmitoyl-2-aminoisobutyric acid* (C16-2-AIBA), dan *sodium N-lauroylsarcosinate* (C12-SarNa) sebagai cetakan dalam sintesis *helical silica hybrids*.

DAFTAR PUSTAKA

Ajayan, V., Toshiyuki, M., Katsuhiko, A. 2006. New families of mesoporous materials. Science and Technology of Advanced Materials. Hal 753–771.

Anderson, J.M., Leaver K.D., Rawlings, R.D., and Alexander, J.M. 1990. *Materials Science* Fourth edition. Chapman & Hall: London.

Fessenden & Fessenden. 1997. Kimia Organik Jilid 1 Edisi 3. Erlangga: Jakarta. Hal 451-511.

Fessenden & Fessenden. Kimia Organik Jilid 2 Edisi 3. Erlangga: Jakarta. 1999. Hal 249-290.

Hamasaki, A., Yamane, Y., Kubota, K., Abe, H., Ozeki, S. 2009. Additives Effects on Magnetic Orientation of Helical and Membrane Mesoporous Silica. The International Conference on Magneto-Science (ICMS).

Ikeda, S. 1991. Stability of Spherical and rod-like micelles of ionic surfactants in Relation to Their Counterion Binding and Modes of Hydration. Colloid Polym Sci 269. 1991. Hal 49-61.

Jin, H., Liu, Z., Ohsuna, T., Terasaki, O., Inoue, Y., Sakamoto, K., Nakanishi, T. Ariga, K. and Che, S. 2006. *Control of Morphology and Helicity of Chiral Mesoporous Silica*. Adv. Mater.

Kubota, K., and Ozeki, S. 2007. Structural Control of Helical Silica due to Magnetic Fields, Tsukuba Magnet Laboratory (TML Annual Report 2007). Hal 105.

Li, X., Wu, Y., and Li, Y. 2007. Surfactant-assisted synthesis of helical silica. Inorganica Chimica Acta 360. Hal 241–245.

Pei, X., Zhang, J., Wang, S., Chen, Y., Wu, X. Organization of helical mesoporous silica nanotubes. J Sol-Gel Sci Technol 50. 2009. Hal 397–402.

Qiu, H. and Che, S. 2008. Formation Mechanism of Achiral Amphiphile-Templated Helical Mesoporous Silicas. J. Phys. Chem. B, 112. Hal 10466–10474.

Schmidt, W.2008.Micropor.Mesopor.Mater.<doi: 10.1016/j.micromeso.2008.07.020>.

Sibilia, J.P, 1996. A Guide to Material Characterization and Chemical Analysis. 2nd ed, Mc Graw Hill, USA, 1996.

Sumio Ozeki, Yoshifumi Tanimoto, Eric Beaugnon, Tsunehisa Kimura. 2008. Focus on Magneto Science. Sci. Tecnology Advanced Mater.

Yamane, Y., Kubota, K., Abe, H., Ozeki, S. 2007. Structural Control of Films and Helices of Mesoporous Silica by Magnetic Field. The International Conference on Magneto-Science (ICMS).

Yokoi, T. and Tatsumi, T. 2007. Synthesis of Mesoporous Silica Materials by Using Anionic Surfactan as Template. Journal of the Japan Petroleum Institute, 50, (6).

Yonggang Yang, Masahiro Suzuki, Sanae Owa, Hirofusa Shirai and Kenji Hanabusa. 2006. *Control of Helical Silica Nanostructures Using a Chiral surfactant*. J. Mater. Chem., 16. Hal 1644–1650.

Yonggang Yang, Masahiro Suzuki, Sanae Owa, Hirofusa Shirai and Kenji Hanabusa. 2005. *Preparation of Helical Nanostructures Using Chiral Cationic Surfactants*. Chem. Commun. 4462–4464.

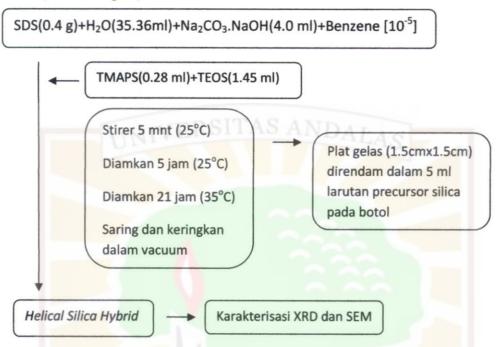
Yonggang Yang, Miho Nakazawa, Masahiro Suzuki, Hirofusa Shirai, and Kenji Hanabusa. 2007. Fabrication of Helical Hybrid Silica bundles. J. Mater. Chem.17. Hal 2936–2943.

Wu, X., Ruan, J., Ohsuna, T., Terasaki, O., and Che, S. 2007. *A Novel Route for Synthesizing Silica Nanotubes with Chiral Mesoporous Wall Structures*. Chem. Mater 19, Hal 1577-1583.

Wu, X., Qiu, H., and Che, S. 2009. Controlling the Pitch of Helical Mesoporous Silica. Macroporous and mesoporous materials 120.

Zhou, L., Hong, G., Qi, L., and Lu, Y. 2009. Seeding-Growth of Helical Mesoporous Silica Nanofibers Templated by Achiral Cationic Surfactant. Langmuir, 25(11).

Lampiran 2. a Sintesis Padatan dan Membrane *Helical Silica Hybrid* dengan Additiv pada 6T (medan magnet)



Cara yang sama dilalukan untuk jenis zat additive yang lain (naphthalene, antracene, pentacene dan pyrene)

b. Sintesis Padatan Helical Silica Hybrid dengan Additiv pada 6T (medan magnet)

