Optimasi Sintesis Aerogel Silika: Pengaruh Suhu, pH, dan Konsentrasi Agen Pemodifikasi

SKRIPSI

Oleh:

MOCHAMMAD ABRIANTO ZULFIKAR
105090200111018

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2014

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

Optimasi Sintesis Aerogel Silika: Pengaruh Suhu, pH, dan Konsentrasi Agen Pemodifikasi

SKRIPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains dalam bidang Kimia

Oleh :

MOCHAMMAD ABRIANTO ZULFIKAR
105090200111018

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2014

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

Optimasi Sintesis Aerogel Silika:
Pengaruh Suhu, pH, dan Konsentrasi Agen Pemodifikasi

Oleh:

Mochammad Abrianto Zulfikar
105090200111018

Setelah dipertahankan di depan Majelis Penguji pada tanggal……

Dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains dalam bidang Kimia

Pembimbing I	Pembimbing II
Dr.rer.nat Rachmat T. T., S.Si., M.Si	**Darjito, S.Si., M.Si**
NIP. 197207172000031002	**NIP. 197007081995031001**

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

Dr. Edi Priyo Utomo, MS
NIP. 195712271986031003

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Mochammad Abrianto Zulfikar
NIM : 105090200111018
Jurusan : Kimia

Penulis skripsi berjudul:
Optimasi Sintesis Aerogel Silika: Pengaruh Suhu, pH, dan Konsentrasi Agen Pemodifikasi

Dengan ini menyatakan bahwa:

1. **Isi dari skripsi yang saya buat ini adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang termaktub di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam skripsi ini**
2. **Apabila dikemudian hari ternyata skripsi yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.**

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, …….....
Yang menyatakan,

Mochammad Abrianto Zulfikar
NIM. 105090200111018

Optimasi Sintesis Aerogel Silika:
Pengaruh Suhu, pH, dan Konsentrasi Agen Pemodifikasi

ABSTRAK

Telah dilakukan sintesis aerogel silika pada tekanan ambien menggunakan natrium silikat sebagai prekursor melalui proses sol-gel. Reagen hidrofobik TMCS (trimethylchlorosilane) digunakan untuk memodifikasi permukaan gel. Gel disiapkan dengan cara menambahkan tetes demi tetes natrium silikat ke dalam 5 mL HNO_3 hingga pH yang ditentukan. Sintesis aerogel dilakukan melalui 3 prosedur berbeda untuk mengetahui pengaruh perlakuan pada aerogel. Pengaruh suhu dan pH dipelajari pada prosedur 1 dan menghasilkan massa jenis aerogel paling rendah 0,06 g/mL. Pengaruh dari konsentrasi TMCS yang rendah juga dilakukan akan tetapi tidak menghasilkan aerogel hidrofobik. Prosedur 2 yang dilakukan tanpa pengeringan hidrogel menghasilkan massa jenis aerogel 0,1187 g/mL. Pengaruh dari suhu dan pH juga dipelajari pada prosedur 3 dimana aerogel hidrofobik didapatkan dengan konsentrasi TMCS yang rendah. Massa jenis paling rendah 0,093 g/mL dari prosedur ini didapatkan pada suhu 50 ^oC dan pH 6. Uji daya serap menunjukkan bahwa aerogel hasil sintesis mampu menyerap minyak. Vibrasi khas aerogel hidrofobik maupun hidrofilik terlihat pada spektra FT-IR.

Kata kunci: aerogel, hidrofobik, hidrofilik, sol-gel

Optimization of Silica Aerogel Synthesis:
Effect of Temperature, pH, and Concentration of Modifier Agent

ABSTRACT

Silica aerogels were synthesized at ambient pressure using sodium silicate as a precursor in sol-gel process. To modify the surface of the gel, TMCS (trimethylchlorosilane) as a hydrophobic reagent was used. The gels were prepared by adding drops of sodium silicate into 5 mL HNO_3 until the expected pH. The syntheses of aerogel were done in three different procedures to study the influence of treatments on aerogels. The influence of the temperature and pH were studied in procedure 1 and yielded aerogel at the lowest density at 0.06 g/mL. The influence of low concentration of TMCS was also studied but did not yield hydrophobic aerogel. Procedure 2 which excludes drying step on hydrogel yields aerogel with density of 0.1187 g/mL. Influence of temperature and pH were also studied in procedure 3 where hydrophobic aerogels were finally obtained using low concentration of TMCS. The lowest density of 0.093 g/mL from this procedure occurred at temperature 50 ^{o}C and pH 6. Adsorption test indicates that most aerogels were able to adsorb oils. The characteristic vibrations of hydrophobic and hydrophilic aerogel appeared in FT-IR spectra.

Keywords: aerogel, hydrophobic, hydrophilic, sol-gel

KATA PENGANTAR

Segala puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT karena atas segala limpahan rahmat, karunia dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **"Optimasi Sintesis Aerogel Silika: Pengaruh Suhu, pH, dan Konsentrasi Agen Pemodifikasi"**. Penyusunan naskah skripsi ini merupakan salah satu persyaratan dalam memperoleh gelar Sarjana Sains di Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya.

Penulis menyampaikan terima kasih kepada:

1. Dr.rer.nat Rachmat Triandi Tjahjanto., S.Si., M.Si selaku dosen pembimbing I atas ilmu, bimbingan, tenaga, dukungan, kesabaran, dan pengarahan yang diberikan kepada penulis selama penyusunan skripsi ini.
2. Darjito, S.Si., M.Si selaku dosen pembimbing II atas ilmu, bimbingan, tenaga, kesabaran, dan pengarahan yang diberikan kepada penulis selama penyusunan skripsi ini.
3. Zubaidah Ningsih A. S., S.Si., M.Phil dan Drs. Mohammad Misbah Khunur, M.Si selaku dosen Penasihat Akademik yang telah memberikan saran-saran kepada penulis selama menempuh studi di Jurusan Kimia Universitas Brawijaya.
4. Dr. Edi Priyo Utomo, MS Selaku Ketua Jurusan Kimia Universitas Brawijaya dan semua karyawan Jurusan Kimia atas semua bantuan yang diberikan.
5. Dosen penguji untuk segala masukan dan saran yang telah diberikan kepada penulis untuk perbaikan naskah tugas akhir.
6. Staf pengajar Jurusan Kimia yang telah memberikan ilmu dan bimbingan selama perkuliahan.
7. Keluarga dan khususnya kedua orang tua penulis yang selalu memberikan dukungan, doa, semangat, kasih sayang, serta nasihat dari awal hingga selesainya kegiatan perkuliahan.
8. Semua rekan-rekan di Jurusan Kimia terutama angkatan 2010, khususnya Wahib, Elok, Laely, serta tidak lupa Latifah Dwi K N yang telah memberikan dukungan dan semangat baru di setiap harinya kepada penulis selama penyusunan naskah tugas akhir ini.

Penulis menyadari bahwa naskah skripsi ini masih memiliki banyak kekurangan, oleh karena itu penulis sangat mengharapkan saran dan kritik yang membangun. Semoga naskah skripsi ini dapat memberikan manfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan.

Malang, Januari 2014

Penulis

DAFTAR ISI

Halaman

HALAMAN JUDUL ……i
HALAMAN PENGESAHAN ……...ii
HALAMAN PERNYATAAN ……iii
ABSTRAK……iv
ABSTRACT ……v
KATA PENGANTAR ……..…vi
DAFTAR ISI ……viii
DAFTAR GAMBAR ……....x
DAFTAR TABEL ……..... xii
DAFTAR LAMPIRAN ……..…xiii
BAB I PENDAHULUAN
1.1 Latar Belakang ……...…1
1.2 Rumusan Masalah ……..……2
1.3 Batasan Masalah …… 2
1.4 Tujuan Penelitian ……... 3
1.5 Manfaat Penelitian ……..3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA
2.1 *Water Glass* ……4
2.2 Aerogel Silika …… 5
2.3 Sintesis Aerogel ……5
2.3.1 Proses sol-gel ……6
2.3.2 *Aging* (pendiaman) ……...… 8
2.3.3 *Drying* (pengeringan) ……...… 9
2.4 Modifikasi Permukaan ……...…9
2.5 Karakterisasi Aerogel Silika dengan Spektrofotometri FT-IR ……11
BAB III METODE PENELITIAN
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian ……13
3.2 Alat Penelitian ……....13
3.3 Bahan Penelitian …… 13
3.4 Tahapan Penelitian ……13
3.5 Prosedur Kerja ……... 13
3.5.1 Pembuatan Gel dengan Variasi pH …….. 13

3.5.2 Variasi pH dan Suhu pada Prosedur 1 ……..14
3.5.3 Pengaruh Konsentrasi Agen Pemodifikasi pada Prosedur 1 ……... 15
3.5.4 Sintesis Aerogel Silika pada Prosedur 2 ……... 15
3.5.5 Variasi pH dan Suhu pada Prosedur 3 … …….15
3.5.6 Karakterisasi ……16
3.5.7 Analisa Data ……. 16
3.5.7.1 Perhitungan densitas aerogel Silika ……...…16
3.5.7.2 Perhitungan % Penyusutan Massa Aerogel ……16
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN
4.1 Pembuatan Gel dengan Variasi pH ……17
4.2 Variasi pH dan Suhu pada Prosedur 1 ……..…… 18
4.3 Pengaruh Konsentrasi Agen Pemodifikasi pada Prosedur 1 ……..21
4.4 Sintesis Aerogel Silika pada Prosedur 2 ……22
4.5 Variasi pH dan Suhu pada Prosedur 3 ……...… 23
4.6 Karakterisasi ……...… 24
4.6.1 Uji Lipofilisitas …… 25
4.6.2 Perhitungan Massa Jenis ……..… 26
4.6.3 Pengukuran Sudut Kontak ……27
4.6.4 Karakterisasi FT-IR ……...…28
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN
5.1 Kesimpulan …… 30
5.2 Saran ……...… 30
DAFTAR PUSTAKA ……...… 31
LAMPIRAN ……. 35

DAFTAR GAMBAR

Halaman

Gambar 2.1 Struktur dasar molekul polimer SiO_2 …….. 4
Gambar 2.2 Jaringan Silika ……. 7
Gambar 2.3 Permukaan hidrofobik dan hidrofilik …… 10
Gambar 2.4 Modifikasi permukaan gel ……...10
Gambar 2.5 Spektra inframerah aerogel silika hidrofobik …..12
Gambar 4.1 (a) larutan campuran HNO_3 dan Na_2SiO_3 sebelum aging dan (b) gel terbentuk setelah aging …… 18
Gambar 4.2 Tahap pertukaran pelarut dilakukan didalam tempat tertutup rapat……..…….. 19
Gambar 4.3 (a) gel terlihat berada di dasar saat sililasi dimulai dan (b) gel terlihat mengapung setelah beberapa saat sililasi ……... 19
Gambar 4.4 Mekanisme reaksi modifikasi permukaan menggunakan agen pemodifikasi permukaan TMCS ……... 20
Gambar 4.5 Aerogel setelah pengeringan (a) pH 3 dengan suhu ruang, (b) pH 3 dengan suhu 50 ^oC, (c) pH 6 dengan suhu ruang, dan (d) pH 6 dengan suhu 50 ^oC..……...… 20
Gambar 4.6 Prosedur 1 dengan perlakuan (a) aerogel A pH 3; suhu ruang, (b) aerogel B pH 3; suhu 50 ^oC, (c) aerogel C pH 6; suhu ruang, dan (d) aerogel D pH 6; suhu 50 ^oC ……...… 21
Gambar 4.7 (a) aerogel E hasil sintesis prosedur 1 menggunakan TMCS 6% dan (b) aerogel E pecah ketika dimasukkan ke dalam air ……... 22
Gambar 4.8 Aerogel F prosedur 2 (a) sesaat setelah dikeringkan dan (b) aerogel F dari dekat …..….. 23
Gambar 4.9 Prosedur 3 dengan perlakuan (a) aerogel G pH 4; suhu ruang, (b) aerogel H pH 4; suhu 50 ^oC, (c) aerogel I pH 6; suhu ruang, dan (d) aerogel J pH 6; suhu 50 ^oC ……..…… 24
Gambar 4.10 Aerogel silika (a) sebelum menyerap

minyak dan (b) setelah menyerap minyak ……...26
Gambar 4.11 Pengukuran volume aerogel untuk penghitungan massa jenis ……..…… 26
Gambar 4.12 Pengukuran sudut kontak dari berbagai aerogel (a) aerogel A, (b) aerogel B, (c) aerogel C, (d) aerogel D, (e) aerogel F, (f) aerogel G, (g) aerogel H, (h) aerogel I, (i) aerogel J ……...… 28
Gambar 4.13 Spektra IR aerogel C (hitam), H (biru), dan E (merah)..…… 28
Gambar C.1 Uji hidrofobisitas……..44
Gambar C.2 Warna dari aerogel yang telah menyerap minyak pada uji lipofilisitas …..…… 44

DAFTAR TABEL

Halaman

Tabel 2.1	Ciri-ciri aerogel silika ……..5	
Tabel 2.2	Puncak karakteristik aerogel silika …….....	12
Tabel 4.1	Massa hidrogel setelah dikeringkan ……	18
Tabel 4.2	Massa hidrogel setelah dikeringkan ……	23
Tabel 4.3	Hasil karakterisasi aerogel silika …….	24
Tabel 4.4	Uji lipofilisitas terhadap aerogel silika ……	25
Tabel 4.5	Perbandingan vibrasi (cm^{-1}) aerogel C, H, dan E pada spektra FT-IR ……	29

DAFTAR LAMPIRAN

Halaman

Lampiran A	Diagram Alir Penelitian …….…….....35	
A.1	Pengaruh pH dan Suhu dalam Sintesis Aerogel Silika pada Prosedur 1 ……...……..35	
A.2	Pengaruh Konsentrasi Agen Pemodifikasi dalam Sintesis Aerogel Silika pada Prosedur 1 ...36	
A.3	Sintesis Aerogel Silika pada Prosedur 2 ……..…38	
A.4	Pengaruh pH dan Suhu dalam Sintesis Aerogel Silika pada Prosedur 3 ……...40	
Lampiran B	Perhitungan ……..41	
B.1	Pembuatan Larutan HNO_3 1 M ……. 41	
B.2	Pembuatan Larutan TMCS 6% dan 33% …….42	
B.3	Perhitungan Persentase Penyusutan Massa Gel .. 42	
B.4	Perhitungan Massa Jenis Aerogel ……43	
Lampiran C	Dokumentasi Hasil Penelitian ……. 44	

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

BAB I
PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Aerogel merupakan bahan isolator termal terbaik karena memiliki ukuran mesopori dan daya serap tinggi melebihi 90%. Meskipun memiliki sifat isolator termal yang baik, aplikasinya sebagai bahan isolator termal dibatasi karena lemah dan rapuhnya kekuatan kerangka yang dimilikinya [1]. Istilah aerogel pertama diperkenalkan oleh Kistler pada tahun 1932 untuk mendesain gel yang cairannya digantikan dengan gas, tanpa meruntuhkan jaringan padat gel. Ketika gel basah sebelumnya masih dikeringkan dengan cara evaporasi, Kistler menerapkan teknik pengeringan superkritis, berdasar pada cairan yang terkandung dalam gel. Dalam prakteknya, pengeringan superkritis berdasar pada pemanasan gel dalam suatu autoklaf, hingga tekanan dan temperaturnya melebihi tekanan dan temperatur kritis dari cairan yang terjebak dalam pori-pori gel [2].

Silika diproduksi dalam beberapa bentuk termasuk leburan kuarsa, kristal, silika koloid, gel silika, dan aerogel silika [2]. Aerogel silika adalah material dengan ciri-ciri luas permukaannya tinggi (500-1200 m^2/g), daya serap tinggi (80-99,8%), densitas rendah (~0,003 g/cm^3), serta memiliki nilai isolator termal tinggi (0,005 W/m K) [3]. Karena sifatnya tersebut aerogel silika memiliki beberapa aplikasi teknologi di berbagai bidang, misalnya wadah reaksi fusi termonuklir, isolator termal dalam sistem energi surya, refrigerator, jendela dan sistem ber-AC, filter untuk sistem knalpot dan polutan industri, serta katalis heterogen dalam berbagai reaksi kimia [4].

Produksi komersial aerogel silika terbagi menjadi dua yaitu menggunakan autoklaf untuk proses pengeringan superkritis dan menggunakan alkoksida dalam sintesis sol-gel. Alkoksida yang digunakan sangat mahal, sedangkan proses pengeringan superkritis melibatkan pemanasan dan pemindahan pelarut seperti alkohol yang cukup berbahaya pada temperatur dan tekanan tinggi [4]. Metode sol-gel memilki beberapa keunggulan, yakni kemurnian produk tinggi dan suhu sintesis rendah [5].

Prekursor sol-gel yang digunakan pada beberapa penelitian terdahulu ialah senyawa alkoksida, yakni tetraetilortosilikat (TEOS) dan tetrametoksisilan (TMOS) serta prekursor larut air, seperti natrium silikat (Na_2SiO_3) [6]. Penggunaan prekursor hidrofilik natrium silikat (Na_2SiO_3) lebih aman, efektif, dan ekonomis dibandingkan TEOS dan TMOS. Garam natrium yang merupakan produk samping reaksi dari prekursor natrium silikat dapat dihilangkan melalui resin penukar ion. Metode tersebut membutuhkan waktu yang lama dan mahal [7], cara lain adalah pencucian gel dilakukan secara lebih sederhana yakni dengan merendam gel dalam air suling bebas CO_2 [8]. Pencucian gel menggunakan air bebas ion dapat menghilangkan hasil samping seperti natrium nitrat [9].

Penggunaan air suling bebas CO_2 maupun air bebas ion diterapkan untuk pembuatan aerogel berbahan dasar lumpur lapindo dan sekam padi [8, 9]. Cara tersebut justru belum dilakukan dalam pembuatan aerogel berbahan dasar *water glass* yang dapat mempersingkat sintesis karena tidak diperlukan tahapan preparasi silika. Penelitian ini fokus kepada pembuatan aerogel silika dari *water glass* dengan mempelajari pengaruh suhu, pH, dan konsentrasi agen pemodifikasi terhadap karakter aerogel yang diperoleh.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas dapat ditarik perumusan masalah yakni bagaimanakah pengaruh dari suhu, pH dalam proses gelasi, dan konsentrasi agen pemodifikasi dalam sintesis aerogel silika hidrofobik serta bagaimana pula karakter dari aerogel silika yang dihasilkan pada prosedur tersebut?

1.3 Batasan Masalah

Berdasarkan perumusan masalah diatas, maka terdapat batasan masalah dalam penelitian ini antara lain:

1. Waktu pemeraman dalam pembuatan hidrogel dibatasi dalam kurun waktu 12 hari.
2. Tahap pengeringan terhadap aerogel dilakukan secara bertahap yaitu 50 ^oC selama 24 jam, 80 ^oC selama 10 jam, dan 120 ^oC selama 2 jam.

3. Karakterisasi aerogel silika hasil penelitian ini dilakukan melalui pengamatan secara visual, uji lipofilisitas, pengukuran massa jenis, pengukuran sudut kontak, serta identifikasi gugus fungsi penyusun aerogel silika melalui spektrofotometri FT-IR.

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh pH, suhu, dan konsentrasi agen pemodifikasi terhadap aerogel silika yang berbahan dasar *water glass* dan mengetahui karakter dari aerogel silika yang dihasilkan.

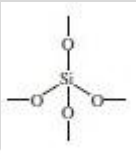
1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi tentang pengaruh suhu, pH, dan konsentrasi agen pemodifikasi dalam menghasilkan aerogel silika hidrofobik berbahan dasar *water glass* sehingga dimungkinkan dilakukan penelitian lanjutan untuk membuat aerogel sebagai isolator panas yang transparan.

BAB II
TINJAUAN PUSTAKA

2.1 *Water Glass*

Silikon dioksida merupakan senyawa kompleks yang mendapat perhatian lebih dalam dunia sains dibandingkan senyawa lain. SiO_2 berbentuk molekul jaringan besar tiga dimensi dimana tiap atom silikonnya dikelilingi oleh empat atom oksigen secara tetrahedral (Gambar 2.1) untuk membentuk kisi yang keras dan kaku [10]:



Gambar 2.1: Struktur dasar molekul polimer SiO_2 [10]

Campuran pasir dan natrium karbonat menghasilkan natrium silikat (Persamaan 2.1), larutan pekat Na_2SiO_3 sering dijual dengan nama *water glass* [10].

$$SiO_{2(s)} + Na_2CO_3 \rightarrow Na_2SiO_{3(s)} + CO_{2(g)} \quad (2.1)$$

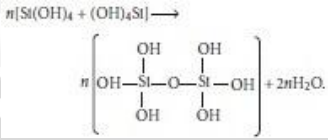
Prekursor untuk proses sol-gel harus memenuhi syarat [11]:

1. Larut dalam campuran reaksi
2. Cukup reaktif untuk ikut dalam proses pembentukan gel

Natrium silikat (Na_2SiO_3) adalah bahan awal (prekursor) asam silikat termurah yang relatif murni dimana gel silika dapat dibuat. Natrium silikat bereaksi dengan air untuk membentuk asam silikat (Persamaan 2.2) kemudian asam silikat berpolimerisasi dan membentuk gel silika [12]:

$$Na_2SiO_3 + H_2O + 2HNO_3 \rightarrow Si(OH)_4 + 2NaNO_3 \quad (2.2)$$

Asam silikat terkondensasi membentuk partikel kecil silika, yang kemudian merantai dan akibatnya membentuk jaringan gel silika (Persamaan 2.3) [12]:



(2.3)

Sifat polar dari molekul (pasangan ion $Si\text{-}O^-$ dan Na^+) di satu sisi membuatnya mudah larut dalam air dan di sisi lain mencegah pembentukan spontan dari polikondensat silika atau gelasi dikarenakan efek elektrostatik. Selain itu, natrium silikat mudah ditangani dan tidak menimbulkan bahaya mudah terbakar seperti alkoksida silikon TEOS atau TMOS. Larutan ini juga stabil dalam jangka panjang pada kondisi penggunaan dan penyimpanan standar sehingga prekursor ini memberikan banyak keuntungan dalam preparasi aerogel [2].

2.2 Aerogel Silika

Aerogel adalah padatan transparan paling ringan yang pernah ada, yang didapatkan dari gel dengan mengganti cairan dalam pori-pori dengan udara sementara tetap mempertahankan struktur jaringan sama seperti keadaan gelnya [2]. Aerogel silika merupakan bahan keramik yang sangat *porous* dan secara kimia bersifat inert [13]. Ciri-ciri aerogel silika ditunjukkan pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1: Ciri-ciri aerogel silika [12]

Ciri-ciri	Nilai
Massa jenis	0,003-0,35 g/cm^3
Luas permukaan	600-1000 m^2/g
% zat padat	0,13-15%
Rata-rata diameter pori-pori	~20 nm
Diameter partikel	2-5 nm
Indeks bias	1,0-1,08
Koefisien ekspansi termal	2,0-4,0x10^{-6}
Konstanta dielektrik	~1,1

2.3 Sintesis Aerogel

Produksi komersial aerogel silika terbagi menjadi dua yaitu dengan metode pengeringan superkritis dan menggunakan alkoksida dalam sintesis sol-gel. Sintesis sol-gel menggunakan alkoksida yang sangat mahal sedangkan proses pengeringan superkritis melibatkan pemanasan dan pemindahan pelarut seperti alkohol yang cukup berbahaya pada temperatur dan tekanan tinggi [4]. Saat ini aerogel silika hidrofobik telah terbukti menjadi bahan yang menjanjikan dalam berbagai aplikasi menarik seperti penyerapan cairan organik atau minyak, transportasi cairan pada skala nano dan aplikasi bioteknologi, dan absorbsi senyawa beracun [14].

Teknik sol-gel sangat populer dan diandalkan untuk sintesis aerogel silika. Teknik ini menggunakan asam, alkali, atau garam netral sebagai katalis untuk mempercepat reaksi hidrolisis dan kondensasi dari prekursor [16]. Sintesis aerogel silika dapat dibagi menjadi tiga langkah yaitu preparasi gel, pemeraman (*aging*), dan pengeringan (*drying*). Tiga langkah utama sintesis aerogel silika tersebut dapat dijelaskan sebagai berikut [3]:

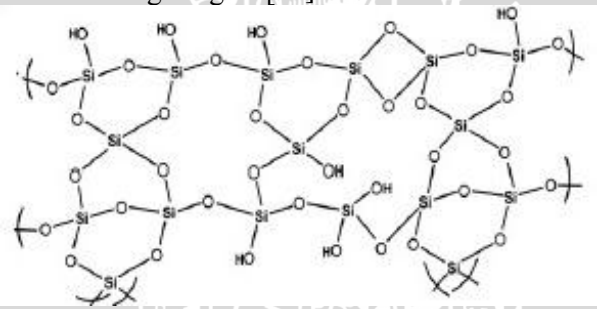
1. Preparasi gel. Gel silika diperoleh dari sol yang disiapkan dari larutan sumber silika dan penambahan katalis, kemudian terjadi gelasi. Gel biasanya terbagi berdasarkan medium dispersi yang digunakan, contohnya hidrogel atau aquagel, alkogel, dan aerogel (untuk air, alkohol, dan udara secara berturut-turut).
2. Pemeraman gel. Gel yang sudah siap pada tahap pertama kemudian di peram dalam larutan mediumnya. Proses pemeraman ini dapat menguatkan gel, sehingga penyusutan selama tahap pengeringan dapat diminimalisir.
3. Pengeringan gel. Pada tahap ini, gel harus dibebaskan dari cairan dalam pori dengan menghindari runtuhnya struktur gel. Proses pengeringan dibuat pada keadaan yang khusus.

2.3.1 Proses sol-gel

Hidrogel yang diubah menjadi aerogel dalam penelitian ini disintesis melalui proses sol-gel. Sol-gel didefinisikan sebagai proses pembentukan senyawa anorganik melalui reaksi kimia dalam larutan pada suhu rendah, dimana dalam proses tersebut terjadi perubahan fasa dari suspensi koloid (sol) membentuk fasa cair kontinyu (gel). Berikut adalah definisi "sol" dan "gel" yang biasa digunakan:

1. Sol merupakan sebuah sistem koloid cair yang mana partikel terdispersinya adalah padatan atau molekul besar yang dimensinya masih kisaran ukuran koloid (1-1000 nm).
2. Gel merupakan sebuah sistem koloid padat yang mana substansi terdispersinya membentuk kerangka bersambung satu sama lain yang dikendalikan oleh sistem (biasanya cair). Sebuah gel bisa dibayangkan paling mudah sebagai jaringan tiga dimensi yang diisi oleh pelarut.

Pada awalnya, partikel koloid dengan diameter dalam kisaran 1-1000 nm terbentuk dan terdispersi dalam cairan. Setiap partikel-partikel ini sebagiannya kemudian berstruktur saling silang. Suspensi koloid ini disebut "sol". Lalu, partikel-partikel koloid tersebut terkait satu sama lain untuk membentuk jaringan tiga dimensi seperti Gambar 2.2, menghasilkan jaringan padat berisi cairan. Inilah yang kemudian disebut dengan "gel" [18].



Gambar 2.2: Jaringan silika [19]

Sol-gel dapat dilakukan dengan metode satu langkah atau dua langkah. Hasil akhir dari gel silika banyak dipengaruhi oleh pH larutan. Metode satu langkah menggunakan katalis asam atau basa yang ditambahkan ke dalam campuran prekursor, alkohol, dan air. Campuran pada pH rendah (keasaman tinggi), partikel silika cenderung mengalami hidrolisis dengan membentuk rantai lurus yang ikatan silangnya rendah. Katalis asam akan menghasilkan gel lunak yang mudah terlarut kembali. Campuran pada pH tinggi (kebasaan tinggi), polimerisasi meningkat dan jumlah ikatan silang antara polimer meningkat pula. Katalis basa akan lebih cenderung ke polimerisasi dan pengembangan jaringan silika. Metode dua langkah meningkatkan kecepatan kondensasi dan mengurangi waktu gelasi.

Proses sol-gel pada metode dua langkah menggunakan katalis asam-basa, alkoksida silika disiapkan dalam kondisi asam dan dilarutkan kembali pada kondisi basa [19]. Reaksi penting yang terjadi selama gelasi adalah proses hidrolisis dan kondensasi dari prekursor. Reaksi hidrolisis menggantikan gugus alkoksida (OR) dengan gugus hidroksil (OH). Reaksi kondensasi selanjutnya melibatkan gugus silanol menghasilkan ikatan siloksan (Si-O-Si) dan alkohol (ROH) atau air. Selama gelasi, jumlah ikatan siloksan bertambah dan akibatnya jumlah silanol (Si-OH) dan gugus alkoksida berkurang [20].

Aerogel hasil dari kedua metode di atas memiliki ciri-ciri yang berbeda. Aerogel hasil metode pertama mudah pecah dan memiliki ukuran pori yang lebih besar, sedangkan aerogel pada metode kedua lebih terlihat bening dikarenakan ukuran pori yang lebih kecil dan jumlah pori yang banyak. Ketika gel terbentuk, isi dari pori (misalnya katalis, pelarut, air) dapat dihilangkan melalui pencucian berulang menggunakan pelarut. Pada banyak penelitian, pelarut yang digunakan adalah alkohol. Selama proses pembersihan, alkogel dapat menjalani reaksi kimia lainnya [19].

Ada beberapa parameter yang mempengaruhi reaksi hidrolisis dan kondensasi yaitu aktivitas dari alkoksida logam, perbandingan air dan alkoksida, pH larutan, temperatur, sifat alami pelarut, dan zat tambahan yang digunakan. Dengan memvariasi parameter-parameter ini material dengan struktur mikro dan permukaan yang berbeda dapat diperoleh [15].

2.3.2 *Aging* (pemeraman)

Pemeraman gel merupakan proses dimana gel masih mengalami polikondensasi membentuk jaringan gel yang meluas. Tujuan utama perlakuan pemeraman adalah untuk mendapatkan jaringan gel yang tebal sehingga secara mekanis memperkuat kerangka yang dihasilkan selama proses sol-gel [16]. Pemeraman yang terkontrol merupakan aspek penting dalam memproduksi aerogel [21].

Waktu dan suhu pemeraman dapat mempengaruhi ciri-ciri dari hasil akhir suatu material. Memperpanjang waktu pemeraman dapat meningkatkan kekuatan kerangka dari gel silika sedangkan menambah suhu pemeraman dapat memperpendek masa pemeraman

[22]. Waktu pemeraman pendek menyebabkan pembentukan gel retak. Waktu pemeraman lama menyebabkan seluruh proses dari sintesis silika mudah dan ekonomis [23].

Berdasar pada teori diatas mengenai pemeraman pada kondisi tertentu dapat meningkatkan kekuatan serta kekakuan dari aerogel, maka dilakukan pemeraman dari gel pada pH 3, 4, dan 6 masing-masing 12 hari, 7 hari, dan dua hari untuk membentuk gel yang padat pada suhu ruang.

2.3.3 *Drying* (pengeringan)

Proses penghilangan pelarut (umumnya alkohol, air, dan katalis) pada kerangka padat gel disebut *drying* (pengeringan) [16]. Pengeringan gel merupakan langkah penting. Penyusutan gel selama pengeringan didorong oleh tekanan kapiler. Pengeringan dapat dilakukan dengan beberapa cara, yaitu [17]:

1. Metode pengeringan superkritis dilakukan dengan mengatur suhu dan tekanan kritis dari cairan dalam pori-pori.
2. Metode pengeringan pada tekanan ambien dilakukan pada suhu rendah untuk mengeluarkan cairan dalam pori-pori gel yang permukaannya sudah termodifikasi.

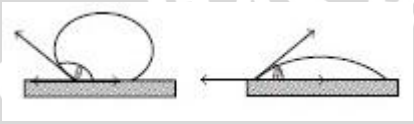
Sangat jelas, teknik pengeringan superkritis lebih berbahaya, rumit, mahal, dan membutuhkan persyaratan lebih pada berbagai parameter dan kondisi. Dibandingkan pengeringan superkritis, pengeringan pada tekanan ambien memiliki persyaratan sederhana dalam eksperimen dan menggunakan konsumsi energi kecil serta parameter dan kondisi yang mudah dikontrol. Dikarenakan pengeringan pada tekanan ambien membutuhkan biaya yang rendah, sehingga memungkinkan produksi secara komersial [16]. Metode pengeringan ambien untuk aerogel silika melingkupi modifikasi permukaan dan penguatan jaringan. Metode ini melibatkan modifikasi permukaan, misalnya melalui sililasi. Campuran air dan alkohol dalam pori-pori gel pertama-tama diganti dengan pelarut bebas air kemudian direaksikan dengan agen sililasi sehingga gugus Si-OH dapat tersililasi [3].

Pengeringan yang dilakukan dalam penelitian ini adalah pada tekanan ambien untuk meminimalisir bahaya yang ditimbulkan selama penelitian. Pengeringan aerogel silika dilakukan secara

bertingkat yaitu selama 24 jam pada suhu 50 ^{o}C, pada suhu 80 ^{o}C selama 10 jam, dan selama dua jam pada suhu 120 ^{o}C.

2.4 Modifikasi Permukaan

Gambar 2.3 menunjukkan hidrofobisitas dan hidrofilisitas dibedakan berdasarkan nilai sudut kontak apakah lebih besar atau lebih kecil dari 90^{o} [12].

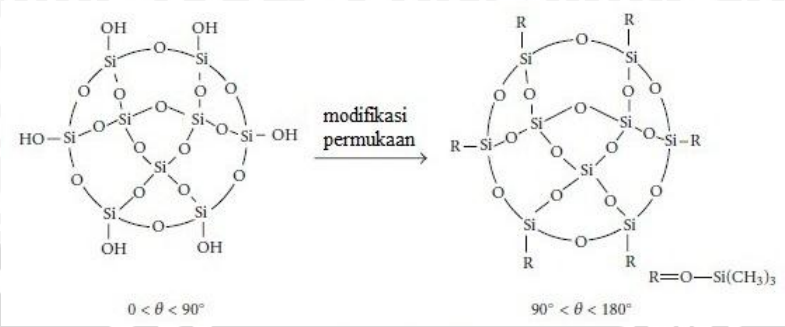


Hidrofobik $\theta > 90^{o}$ Hidrofilik $\theta < 90^{o}$

Gambar 2.3: Permukaan hidrofobik dan hidrofilik

Hidrofilik memiliki sudut kontak dengan air dibawah 90^{o} sedangkan hidrofobik membentuk sudut kontak air diatas 90^{o}, untuk sudut kontak air diatas 150^{o} dikatakan sangat hidrofobik [25]. Sudut kontak yang semakin meningkat menandakan semakin meningkatnya pula hidrofobisitas dari aerogel silika yang dikarenakan pergantian gugus polar –OH pada permukaan dengan gugus non-polar CH_3 saat sililasi terjadi [14].

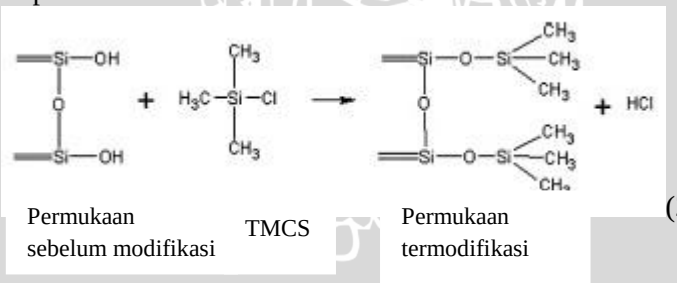
Aerogel hidrofilik yang menyerap air akan menyebabkan aerogel tersebut pecah. Hal ini disebabkan ketika air memasuki skala nanometer dari pori-pori aerogel silika, tegangan permukaan dari air akan mendesak gaya kapiler yang cukup kuat untuk menghancurkan kerangka aerogel silika. Oleh karena itu, mendapatkan permukaan hidrofobik dari aerogel silika sangat penting untuk dapat digunakan misalnya sebagai isolator panas [24]. Metode pengeringan pada tekanan ambien dalam produksi aerogel silika diperkenalkan oleh Brinker untuk menghindari sifat hidrofilik tersebut [26]. Pada proses ini, permukaan dari gel basah dimodifikasi secara kimia dengan cara mengganti H dari gugus hidroksil dengan gugus fungsi hidrofobik diikuti pengeringan pada tekanan ambien (Gambar 2.4).



Gambar 2.4: Modifikasi permukaan gel [12]

Terdapat beberapa senyawa yang mampu mengubah sifat basah dari permukaan, yaitu reagen hidrofobik. Termasuk didalamnya adalah senyawa methyltrimethoxysilane (MTMS), hexamethyldisilazane (HMDZ), dimethylchlorosilane (DMCS), dimethyldichlorosilane (DMDC), trimethylchlorosilane (TMCS), trimethylethoxysilane (TMES), dan hexadecyltrimethoxysilane (HDTMS). Modifikasi permukaan gel melalui penggantian H dari Si-OH oleh gugus non-polar alkil atau aril merupakan tahap penting. Hal ini dapat mencegah penyusutan gel selama pengeringan [12].

Dalam penelitian ini digunakan trimethylchlorosilane (TMCS) sebagai agen pemodifikasi untuk sintesis aerogel silika. Reaksi kimia yang terjadi saat modifikasi permukaan gel dapat dilihat pada Persamaan 2.4.



(2.4)

Luas permukaan dari aerogel silika dipengaruhi juga oleh konsentrasi dari agen pemodifikasi dan pelarut yang digunakan. Pelarut yang baik digunakan adalah heksana bila dibandingkan dengan toluena. Tahap perendaman larutan dalam penelitian ini untuk membentuk aerogel digunakan heksana sebagai pelarut dari

TMCS [4, 8]. Konsentrasi dari TMCS juga dipelajari guna mengetahui kemampuan pemodifikasi dari TMCS pada konsentrasi yang berbeda dari prosedur yang dilakukan sebelumnya [8].

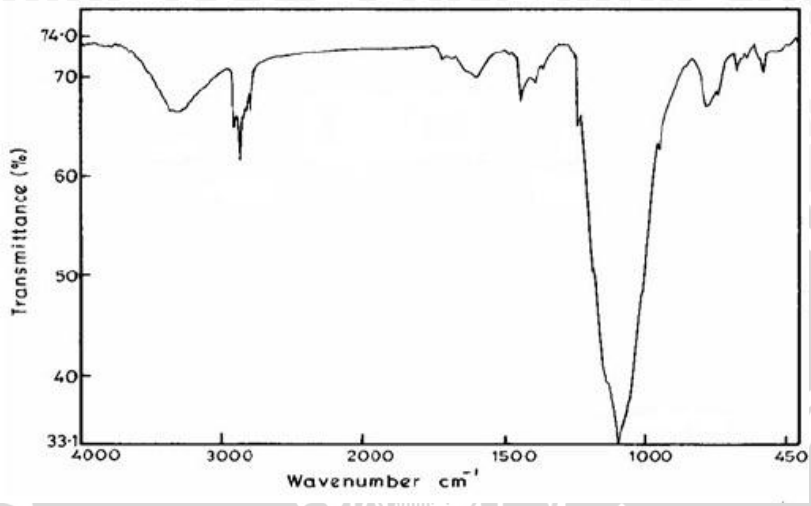
2.5 Karakterisasi Aerogel Silika dengan Spektrofotometri FT-IR

Studi analisis inframerah didasarkan pada absorbsi atau refleksi dari radiasi elektromagnetik yang terletak diantara 1 hingga 1000 μm. FT-IR merupakan salah satu teknik spektroskopi yang umum digunakan untuk identifikasi senyawa dan mengukur konsentrasi dari banyak sampel [27]. ukuran puncak (*peak*) data spektrofotometri FT-IR menggambarkan jumlah atau intensitas senyawa yang terdapat dalam sampel. Spektra FT-IR menghasilkan data berupa kurva intensitas dan frekuensi. Intensitas menunjukkan tingkatan jumlah senyawa, sedangkan frekuensi menunjukkan jenis senyawa yang terdapat dalam sebuah sampel [28].

Terdapat puncak-puncak karakteristik dari aerogel silika (Tabel 2.2), puncak –OH dan Si-OH akan cukup terlihat untuk aerogel silika hidrofilik [4, 9]. Gambar 2.5 merupakan hasil spektrofotometer FT-IR aerogel silika menggunakan agen pemodifikasi permukaan TMCS dengan pelarut heksana.

Tabel. 2.2: Puncak karakteristik aerogel silika

Vibrasi (cm^{-1})	Jenis Vibrasi
~1098	ulur asimetris Si-O-Si
~804	ulur simetris Si-O-Si
~471	tekuk Si-O-Si
~2960 dan ~1450	ikatan C-H
~1260 dan ~840	ikatan Si-C
~960	ulur Si-OH
~3440 dan ~1630	absorbsi –OH



Gambar 2.5: Spektra inframerah aerogel silika hidrofobik [4]

BAB III
METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Anorganik Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya mulai bulan Oktober hingga Desember 2013.

3.2 Alat Penelitian

Peralatan yang digunakan dalam penelitian diantaranya adalah pH indikator universal Macherey Nagel, botol semprot, pengaduk magnet, desikator, neraca analitik Ohaus, oven Fisher Scientific, spektrofotometer FT-IR Shimadzu 8400S, pipet ukur 10 mL, pipet tetes, buret 25 mL, gelas kimia, karet hisap, spatula, dan labu ukur.

3.3 Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: HNO_3, TMCS 99%, metanol, heksana, air demineral. Semua bahan kimia tersebut berderajat pro analisis dari Merck. Sedangkan bahan natrium silikat atau *water glass* berderajat teknis.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan pelaksanaan penelitian secara umum adalah:

1. Persiapan alat dan bahan
2. Variasi pH pembuatan gel silika
3. Preparasi gel silika
4. Sintesis aerogel silika, variasi konsentrasi TMCS dan suhu
5. Karakterisasi aerogel silika
6. Analisa data

3.5 Prosedur Kerja

3.5.1 Pembuatan Gel dengan Variasi pH

Tahap pertama yang dilakukan dalam penelitian ini adalah pembuatan gel silika dari larutan natrium silikat. Proses ini dimulai dengan menuang sebanyak 5 mL larutan HNO_3 1 M ke dalam gelas kimia 50 mL. Kemudian ke dalam gelas kimia itu ditambahkan larutan natrium silikat 1 M tetes demi tetes sambil diaduk untuk

menaikkan pH hingga menjadi 3, 4, dan 6 lalu diperam hingga terbentuk suatu gel. Pemeraman dalam gelas kimia tersebut adalah selama 12 hari untuk pH 3, 7 hari untuk pH 4, serta dua hari untuk pH 6. Setelah pemeraman selesai, gel tersebut dicuci dengan akuademin untuk menghilangkan kandungan natrium. Pencucian dilakukan dengan cara menuang akuademin ke dalam gelas kimia yang berisi gel hingga gelas kimia terisi penuh. Proses pencucian berlangsung selama 12 jam dengan penggantian akuademin tiap 3 jam. Gel yang telah dicuci kemudian diperam selama tiga hari dalam desikator serta dipanaskan dalam oven pada suhu 50 ^{o}C selama 10 jam untuk mengurangi kandungan H_2O. Hingga tahap ini akan didapatkan hidrogel silika bebas $NaNO_3$ yang berbentuk silinder padat dalam gelas kimia.

Tahap selanjutnya adalah pertukaran pelarut. Pelarut air pada tahap ini ditukar dengan metanol sehingga hidrogel berubah menjadi alkogel. Tahap selanjutnya yaitu tahap sililasi dilakukan dalam tiga prosedur berbeda. Tahap sililasi prosedur 1 menggunakan campuran heksana:TMCS:metanol dengan perbandingan 1:1:1. Prosedur 1 mempelajari pengaruh pH dan suhu pada konsentrasi TMCS 33% serta pengaruhnya ketika menggunakan konsentrasi TMCS 6%. Tahap sililasi prosedur 2 menggunakan campuran heksana dan TMCS dengan perbandingan 1:1. Prosedur 2 mempelajari pengaruh dari perlakuan hidrogel tanpa mengurangi kandungan H_2O-nya. Tahap sililasi prosedur 3 menggunakan TMCS sebanyak dua kali. Prosedur 3 mempelajari pengaruh pH dan suhu menggunakan TMCS 6%.

3.5.2 Variasi pH dan Suhu pada Prosedur 1

Prosedur 1 menggunakan variasi pH 3 dan 6. Hidrogel kemudian direndam dalam 10 mL metanol selama 24 jam dengan pergantian metanol sebanyak dua kali. Setelah didapatkan alkogel, lalu disililasi dengan merendam gel dalam campuran heksana, TMCS 33%, dan metanol masing-masing sebanyak 4 mL dan diperam selama 24 jam. Setelah itu gel yang telah tersililasi dicuci dengan heksana selama 12 jam dengan pergantian heksana sebanyak dua kali. Aerogel basah yang didapat kemudian dikeringkan selama 24 jam pada suhu 50 ^{o}C, 80 ^{o}C selama 10 jam, dan 120 ^{o}C selama dua

jam. Semua perlakuan pergantian pelarut ini, pada masing-masing pH dikondisikan pada variasi suhu ruang dan suhu 50 ^{o}C.

3.5.3 Pengaruh Konsentrasi Agen Pemodifikasi pada Prosedur 1

Konsentrasi TMCS yang sebelumnya sebanyak 33% dibandingkan menggunakan konsentrasi TMCS 6%. Pertama hidrogel silika pada pH 6 dalam gelas kimia direndam dalam metanol sebanyak 10 mL selama 24 jam sebanyak dua kali perlakuan. Kemudian alkogel direndam dalam campuran heksana, TMCS 6%, dan metanol masing-masing sebanyak 4 mL dan diperam selama 24 jam. Gel kemudian dicuci dengan heksana selama 12 jam sebanyak dua kali. Dan terakhir dikeringkan selama 24 jam pada suhu 50 ^{o}C, 80 ^{o}C selama 10 jam, dan 120 ^{o}C selama dua jam. Semua perlakuan dikondisikan pada suhu 50 ^{o}C.

3.5.4 Sintesis Aerogel Silika pada Prosedur 2

Hidrogel silika dalam gelas kimia pada pH 6 dikondisikan tanpa pengeringan selama tiga hari dalam desikator serta dipanaskan dalam oven pada suhu 50 ^{o}C selama 10 jam. Kemudian direndam dalam metanol penuh hingga gelas kimia yang berisi gel tersebut tenggelam seluruhnya dengan posisi miring ke bawah selama 24 jam. Setelah itu direndam dalam campuran TMCS 33% dan heksana masing-masing sebanyak 5 mL selama 24 jam pula. Lalu dilakukan pencucian dengan heksana selama 12 jam sebanyak dua kali. Dan terakhir dikeringkan selama 24 jam pada suhu 50 ^{o}C, 80 ^{o}C selama 10 jam, dan 120 ^{o}C selama dua jam. Pengondisian pergantian pelarut dilakukan pada suhu 50 ^{o}C.

3.5.5 Variasi pH dan Suhu pada Prosedur 3

Prosedur 3 digunakan variasi pH 4 dan 6. Hidrogel silika bebas $NaNO_3$ berbentuk silinder padat dalam gelas kimia kemudian direndam dalam 10 mL metanol selama 24 jam dengan pergantian metanol sebanyak dua kali. Alkogel kemudian langsung direndam dalam 10 mL TMCS 6% selama 24 jam dengan perlakuan sebanyak dua kali. Lalu direndam heksana selama 12 jam sebanyak dua kali. Dan yang terakhir dikeringkan selama 24 jam pada suhu 50 ^{o}C, 80 ^{o}C selama 10 jam, dan 120 ^{o}C selama dua jam. Pada prosedur ini

dilakukan variasi suhu yaitu suhu ruang dan suhu 50 ^{o}C pada masing-masing pH gel.

3.5.6 Karakterisasi

Karakterisasi dalam penelitian ini adalah pengamatan secara visual, uji lipofilisitas, pengukuran massa jenis, pengukuran sudut kontak, serta spektrofotometri FT-IR. Pada uji lipofilisitas dilakukan dengan menimbang pecahan aerogel silika kemudian diletakkan dalam 50 mL akuades yang telah ditetesi minyak goreng sebanyak 10 tetes lalu diamati perubahan yang terjadi dan dicatat massa aerogel sebelum dan sesudah menyerap minyak. Pengukuran massa jenis dilakukan dengan menimbang pecahan aerogel silika hidrofobik kemudian diukur volumenya dengan cara dimasukkan dalam buret yang berisi akuades hingga aerogel utuh tercelup seluruhnya dan diamati penambahan volume akuades dalam buret. Pengukuran sudut kontak dilakukan dengan meneteskan satu tetes air diatas aerogel silika kemudian diambil gambarnya dan diukur sudut kontaknya menggunakan aplikasi *Autocad*. Karakterisasi *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) digunakan untuk menginvestigasi jenis ikatan kimia yang terdapat dalam aerogel silika hidrofobik optimum hasil sintesis dan yang bersifat hidrofilik.

3.5.7 Analisa Data

3.5.7.1 Perhitungan densitas aerogel silika

Densitas teoritis (ρ) aerogel silika dapat diperoleh secara teoritis melalui Persamaan 3.1.

$$\rho = \frac{\text{massa aerogel silika}}{v\text{olume aerogel silika}} \qquad (3.1)$$

3.5.7.2 Perhitungan % Penyusutan Massa Aerogel

Perhitungan persentase penyusutan massa aerogel silika dapat dihitung melalui Persamaan 3.2.

$$\%\ \text{penyusutan massa} = \frac{\text{massa hidrogel} - \text{massa aerogel}}{\text{massa hidrogel}} \text{ x } 100\% \qquad (3.2)$$

BAB IV
HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Pembuatan Gel dengan Variasi pH

Pada gel dengan pH lebih rendah didapatkan gel yang lebih lunak bila dibandingkan dengan pH yang lebih tinggi [29]. Hal ini dapat dijelaskan sesuai reaksi pada Persamaan 4.1 dan 4.2.

$$\equiv Si\text{-}OH + H_3O^+ \rightarrow \equiv Si^+ + 2H_2O \quad (4.1)$$

$$\equiv Si\text{-}O^- + H_3O^+ \rightarrow \equiv Si\text{-}OH + H_2O \quad (4.2)$$

Sesuai pada Persamaan 4.1 diatas dalam penelitian ini pada pH yang lebih rendah yaitu penambahan Na_2SiO_3 yang lebih sedikit mengakibatkan gugus silanol terprotonasi sempurna membentuk ion silikonium dan dua molekul air. Dalam kondisi yang lebih asam ini kadar proton dalam larutan cukup tinggi sehingga menurut Persamaan 4.2 jumlah Si-OH yang terbentuk juga semakin tinggi. Hal ini menyebabkan kadar air dalam gel pada pH rendah semakin tinggi karena hadirnya gugus polar –OH yang dapat menyerap air sehingga gel yang terbentuk lebih lunak. Jumlah Si-OH yang tinggi juga menyebabkan jumlah $Si\text{-}O^-$ berkurang dikarenakan banyak gugus siloksi yang terprotonasi. Sehingga jumlah gugus $Si\text{-}O^-$ yang menyerang atom Si juga ikut berkurang [29]. Oleh sebab itu laju reaksi pembentukan ≡Si-O-Si≡ menjadi lambat (Persamaan 4.3 dan 4.4).

$$\equiv Si^+ + HO{=}Si\equiv \rightarrow \equiv Si\text{-}O\text{-}Si\equiv + H^+ \quad (4.3)$$

$$\equiv Si\text{-}OH + \equiv Si\text{-}O^- \rightarrow \equiv Si\text{-}O\text{-}Si\equiv + OH^- \quad (4.4)$$

Banyak gugus $Si\text{-}O^-$ yang berkurang pada pH yang lebih rendah, sehingga kebanyakan pembentukan ikatan siloksan adalah melalui Persamaan 4.3 dibandingkan Persamaan 4.4.

Pada pH yang lebih tinggi yaitu penambahan Na_2SiO_3 yang lebih banyak kedalam 5 mL HNO_3 kadar proton dalam larutan lebih sedikit dibandingkan pada pH yang lebih rendah. Dalam kasus ini kandungan gugus silanol berkurang sehingga reaksi hidrolisis tidak terlalu dominan. Hal ini menyebabkan gugus $Si\text{-}O^-$ lebih dominan sehingga reaksi lebih mengarah pada kondensasi yang menghasilkan pembentukan ikatan siloksan ≡Si-O-Si≡ lebih cepat. Perubahan fisik campuran Na_2SiO_3 dan HNO_3 tampak seperti Gambar 4.1.

(a) (b)

Gambar 4.1: (a) larutan campuran HNO_3 dan Na_2SiO_3 sebelum aging dan (b) gel terbentuk setelah aging

Gel yang telah di aging kemudian dicuci menggunakan akuademin. Proses ini dilakukan untuk menghilangkan kandungan natrium yang ada dalam gel agar aerogel yang didapat tidak buram. Akuademin digunakan untuk menghilangkan $NaNO_3$ hasil reaksi pembentukan intermediet asam metasilikat [9].

4.2 Variasi pH dan Suhu pada Prosedur 1

Kandungan air yang hilang setelah proses pemeraman dalam desikator dan oven 50 ^oC terlihat melalui massa yang berkurang dan volumenya yang menyusut. Massa yang didapat setelah dikeringkan dapat dilihat pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1: Massa hidrogel setelah dikeringkan

Hidrogel	pH	Waktu Aging	Sebelum	Sesudah
A	3	12 hari	10,5873 g	5,2812 g
B	3	12 hari	9,0966 g	2,1869 g
C	6	2 hari	11,5918 g	4,1861 g
D	6	2 hari	11,5270 g	5,8613 g

Setelah hidrogel disiapkan, kemudian dilakukan pertukaran pelarut agar tidak terjadi penyusutan saat pengeringan. Tahap pertukaran pelarut hingga selesai dilakukan dalam tempat tertutup rapat (Gambar 4.2) untuk menghindari pelarut yang mudah menguap dengan variasi suhu ruang dan suhu 50 ^oC. Proses pertukaran pelarut dilakukan dalam rentang waktu 24 jam untuk semua variasi.

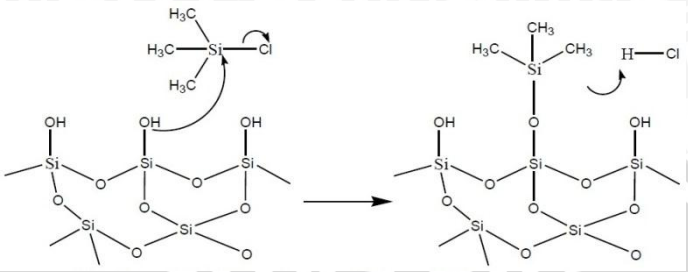
Gambar 4.2: Tahap pertukaran pelarut dilakukan di dalam tempat tertutup rapat

Metanol baik digunakan daripada etanol dan propanol dikarenakan gugus alkil dari metanol tidak sebesar yang dimiliki etanol dan propanol sehingga halangan sterik yang dimiliki metanol lebih rendah. Alkogel yang telah dibuat disililasi menggunakan TMCS 33%. Tahap sililasi di tandai dengan gel yang mengapung diatas campuran tersebut (Gambar 4.3).

(a) (b)

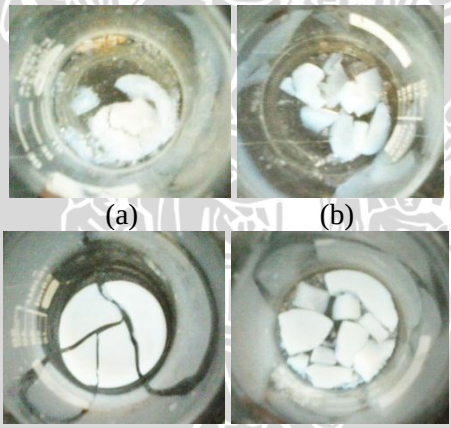
Gambar 4.3: (a) gel terlihat berada di dasar saat sililasi dimulai dan (b) gel terlihat mengapung setelah beberapa saat sililasi

Sililasi adalah reaksi substitusi nukleofilik antara gugus silanol pada permukaan gel silika dengan gugus metoksi dari agen sililasi seperti trimetilklorosilan. Pada saat sililasi, atom hidrogen yang aktif pada gugus silanol diganti dengan gugus alkilsilil yaitu trimetilsilil atau TMS. Atom oksigen yang sifatnya nukelofilik pada gugus silanol menyerang atom silikon yang elektrofilik pada TMCS. Atom Cl^- yang merupakan gugus tinggal yang baik, terlepas dari TMCS dan bereaksi dengan H^+ dari silanol menghasilkan produk samping HCl. Gugus silanol yang termodifikasi oleh gugus trimetilsilan inilah yang menyebabkan aerogel silika bersifat hidrofobik [8] seperti reaksi pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4: Mekanisme reaksi modifikasi permukaan menggunakan agen pemodifikasi permukaan TMCS

Setelah proses sililasi selesai lalu gel direndam dalam heksana sebanyak dua kali. Pencucian gel menggunakan heksana dilakukan untuk melarutkan TMCS yang tidak bereaksi saat proses sililasi. Kemudian gel yang basah dikeringkan secara bertahap untuk menghilangkan pelarut dalam pori-porinya sehingga didapatkan suatu aerogel (Gambar 4.5). Pengeringan dilakukan selama 24 jam pada suhu 50 ^{o}C, 80 ^{o}C selama 10 jam, dan 120 ^{o}C selama 2 jam.



(a) (b)

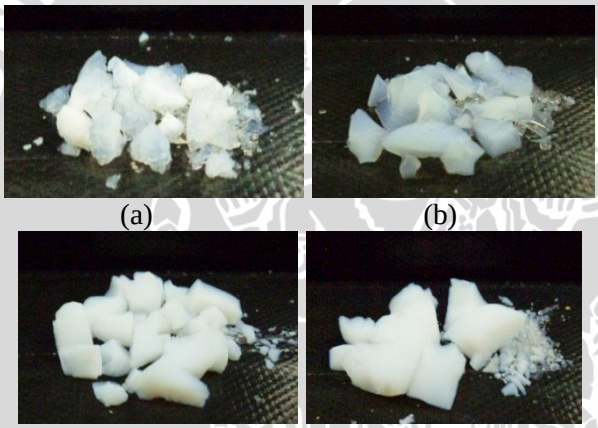
(b) (d)

Gambar 4.5: Aerogel setelah pengeringan (a) pH 3 dengan suhu ruang, (b) pH 3 dengan suhu 50 ^{o}C, (c) pH 6 dengan suhu ruang, dan (d) pH 6 dengan suhu 50 ^{o}C

Gambar 4.5 diatas terlihat bahwa aerogel yang didapat pada pH yang lebih rendah (a) dan (b) memiliki warna yang lebih bening

bila dibandingkan dengan aerogel pada pH yang lebih tinggi (c) dan (d). Hal ini karena waktu gelasi yang lama membuat ion natrium yang berdifusi dari matriks gel dapat dicuci dengan mudah. Waktu gelasi cepat mengakibatkan ion natrium sulit berdifusi dari matriks gel sehingga gel tampak lebih buram pada pH yang lebih tinggi.

Variasi suhu yang dilakukan ketika pertukaran pelarut tidak memberikan pengaruh berarti secara visual. Pertukaran pelarut pada suhu 50 ^{o}C menghasilkan aerogel yang mengalami keretakan lebih banyak selama proses sintesis dibandingkan dengan yang dilakukan pada suhu ruang. Secara visual aerogel yang dihasilkan pada kedua perlakuan ini tidak memberikan pengaruh pada suhu ruang maupun suhu 50 ^{o}C (Gambar 4.6).



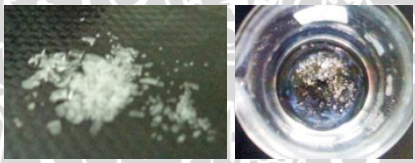
Gambar 4.6: Prosedur 1 dengan perlakuan (a) aerogel A pH 3; suhu ruang, (b) aerogel B pH 3; suhu 50 ^{o}C, (c) aerogel C pH 6; suhu ruang, dan (d) aerogel D pH 6; suhu 50 ^{o}C

4.3 Pengaruh Konsentrasi Agen Pemodifikasi pada Prosedur 1

Pada prosedur yang sama dibandingkan pengaruh dari konsentrasi TMCS 33% dengan konsentrasi TMCS 6% pada kondisi yang sama dengan aerogel D. Perlakuan di setiap proses sintesis diberlakukan sama, akan tetapi saat sililasi digunakan TMCS 6%.

Hasil sintesis aerogel silika pada prosedur 1 menggunakan konsentrasi TMCS 6% didapatkan aerogel tersebut masih bersifat hidrofilik. Hasil ini dimungkinkan karena pada waktu sililasi selama

24 jam dengan suhu 50 ^{o}C belum cukup memenuhi untuk gel tersililasi sempurna karena konsentrasi TMCS sangat kecil dan volume yang digunakan hanya 4 mL untuk prosedur ini. Sehingga jumlah gugus trimetilsilil belum cukup banyak untuk bisa menggantikan atom H gugus silanol pada permukaan gel dalam waktu 24 jam tersebut. Aerogel hidrofilik yang didapat dibuktikan ketika dimasukkan ke dalam air tenggelam dan bentuk gel tersebut langsung pecah berkeping-keping dengan mengeluarkan suara letupan kecil (Gambar 4.7). Secara teoritis pada aerogel silika hidrofilik bila dimasukkan ke dalam air, pori-pori aerogel akan terisi air dan saat itu juga tegangan permukaan dari air akan mendesak gaya kapiler yang cukup kuat untuk menghancurkan kerangka aerogel silika, suara letupan kecil yang dihasilkan dimungkinkan ketika kerangka aerogel silika mulai hancur. Spektra FT-IR menunjukkan aerogel E memiliki serapan dari Si-OH dan –OH yang masih cukup tinggi.



(a) (b)

Gambar 4.7: (a) aerogel E hasil sintesis prosedur 1 menggunakan TMCS 6% dan (b) aerogel E pecah ketika dimasukkan ke dalam air

4.4 Sintesis Aerogel Silika pada Prosedur 2

Sintesis prosedur 2 dilakukan untuk mengetahui bagaimana pengaruh dari aerogel yang dihasilkan pada prosedur tanpa pengeringan hidrogel. Sintesis ini berhasil menjadikan aerogel bersifat hidrofobik akan tetapi volume aerogel banyak mengalami penyusutan seperti terlihat pada Gambar 4.8 dengan tingkat keretakan lebih kecil bila dibandingkan dengan aerogel pada prosedur 1.

(a) (b)

Gambar 4.8: Aerogel F prosedur 2 (a) sesaat setelah dikeringkan dan (b) aerogel F dari dekat

Volume yang banyak berkurang diduga karena masih banyak kandungan air pada hidrogel yang digunakan dalam prosedur ini. Sehingga ketika pertukaran pelarut terjadi, air didalam pori-pori gel banyak yang keluar sehingga gel mengalami penyusutan. Secara keseluruhan visual aerogel hidrofobik yang dihasilkan pada prosedur 2 hampir mirip dengan prosedur 1.

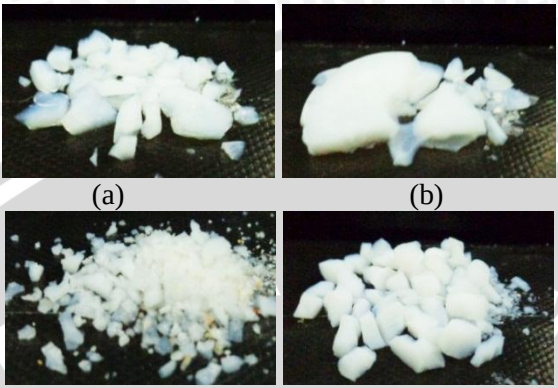
4.5 Variasi pH dan Suhu pada Prosedur 3

Prosedur 3 dilakukan untuk memaksimalkan kekurangan pada prosedur 1. Tabel 4.2 menunjukkan massa yang berkurang dari hidrogel setelah pengeringan.

Tabel 4.2: Massa hidrogel setelah dikeringkan

Hidrogel	pH	Waktu Aging	Sebelum	Sesudah
G	4	7 hari	10,2771 g	3,1730 g
H	4	7 hari	10, 3713 g	3,7065 g
I	6	2 hari	11,3436 g	4,45871 g
J	6	2 hari	11,3845 g	3,8838 g

Pada prosedur ini didapatkan aerogel hidrofobik yang terlihat berwarna putih (Gambar 4.9). Bila dibandingkan dengan pH 3 dari prosedur 1 warna aerogel lebih putih pada pH 4 pada prosedur 3. Aerogel silika hidrofobik didapatkan meskipun konsentrasi TMCS hanya 6% bila dibandingkan dengan prosedur 1 karena waktu sililasi pada prosedur ini lebih panjang dan gugus trimetilsilil yang ditambahkan lebih banyak. Sehingga untuk membuat aerogel silika bersifat hidrodobik dengan konsentrasi agen pemodifikasi yang kecil akan lebih baik digunakan prosedur 3 dibandingkan prosedur 1.



(a) (b)

(c) (d)

Gambar 4.9: Prosedur 3 dengan perlakuan (a) aerogel G pH 4; suhu ruang, (b) aerogel H pH 4; suhu 50 ^{o}C, (c) aerogel I pH 6; suhu ruang, dan (d) aerogel J pH 6; suhu 50 ^{o}C

4.6 Karakterisasi

Tabel 4.3: Hasil karakterisasi aerogel silika. Prosedur 1 (A,B,C,D,E), prosedur 2 (F), prosedur 3 (G,H,I,J). Persentase susut massa dapat dihitung dari perbandingan massa hidrogel dan massa aerogel

Gel	pH	Suhu	% TMCS	Massa Hidrogel (gram)	Massa Aerogel (gram)	Sudut Kontak	Massa Jenis (g/mL)
A	3	Ruang	33%	10,5873	0,4969	147◦	0,2240
B	3	50 ◦C	33%	9,0966	0,4626	143◦	0,1640
C	6	Ruang	33%	11,5918	0,4868	148◦	0,1030
D	6	50 ◦C	33%	11,5270	0,4410	145◦	0,0600
E	6	50 ◦C	6%	-	-	-	-
F	6	50 ◦C	33%	11,4794	0,4638	141◦	0,1187
G	4	Ruang	6%	10,2771	0,4995	145◦	0,1827
H	4	50 ◦C	6%	10,3713	0,5032	153◦	0,1220
I	6	Ruang	6%	11,3436	0,5468	144◦	0,1180
J	6	50 ◦C	6%	11,3845	0,4562	146◦	0,0930

Secara visual aerogel yang telah disintesis berwarna putih. Aerogel yang dibuat dari hidrogel pada pH 3 lebih bening daripada pH 4 dan 6. Semua aerogel yang diperoleh mengalami keretakan dan mudah hancur. Hal ini sesuai teori yang telah dijelaskan dalam bab 2. Dari Tabel 4.3 diatas dapat dilihat untuk aerogel silika hidrofilik tidak dapat dikarakterisasi dikarenakan sifat hidrofiliknya membuat gel tersebut pecah bila dikenai air sebelum dapat dikarakterisasi. Untuk aerogel silika hidrofobik didapatkan persentase susut massa diatas 90%. Sesuai teori bahwa aerogel didapat dengan cara mengganti cairan didalam pori-pori dengan udara.

4.6.1 Uji Lipofilisitas

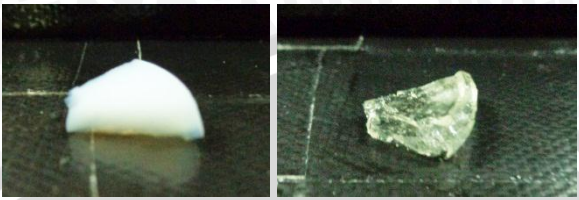
Melalui uji ini didapatkan bahwa aerogel silika dapat menyerap minyak. Mekanisme penyerapan minyak ini dimungkinkan karena aerogel memiliki pori-pori terbuka sehingga memiliki kemampuan absorbsi. Selain itu minyak yang bersifat non polar tidak akan bisa bereaksi dengan air yang bersifat polar melalui mekanisme *like dissolve like* sehingga minyak akan tertolak dengan air. Sedangkan aerogel silika hidrofobik yang memiliki sifat non polar akan lebih mudah berinteraksi dengan minyak.

Uji lipofilisitas dilakukan pada aerogel silika B, F, dan H. Kemampuan menyerap dari aerogel diamati melalui perubahan warna aerogel silika menjadi seperti warna minyak serta perubahan massa sebelum dan sesudah menyerap minyak (Tabel 4.4).

Tabel 4.4: Uji lipofilisitas terhadap aerogel silika

Aerogel	Sebelum	Sesudah
B	0,0378 g	0,1932 g
F	0,0440 g	0,5566 g
H	0,0616 g	0,4781 g

Tabel 4.4 diatas menunjukkan bahwa aerogel silika mampu menyerap minyak hingga 90% sesuai teori. Perubahan warna dari aerogel dapat dilihat dari Gambar 4.10:



(a) (b)

Gambar 4.10: Aerogel silika (a) sebelum menyerap minyak dan (b) setelah menyerap minyak

4.6.2 Perhitungan Massa Jenis

Massa jenis dari aerogel silika dihitung dengan menimbang pecahan aerogel kemudian diukur volumenya dengan memasukkan pecahan tersebut kedalam air dan dilihat penambahan volume dari air (Gambar 4.11).

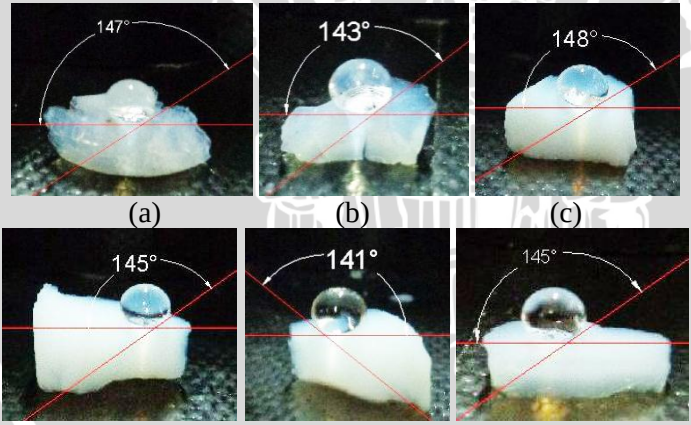
Gambar 4.11: Pengukuran volume aerogel untuk penghitungan massa jenis

Pada Tabel 4.3 terlihat dari prosedur 1 maupun prosedur 3 bahwa suhu pada pertukaran pelarut memberikan pengaruh terhadap massa jenis aerogel. Pada kedua prosedur tersebut massa jenis aerogel yang dihasilkan pada suhu 50 ^{o}C lebih rendah dibandingkan massa jenis dari pertukaran pelarut pada suhu ruang. Sedangkan pada prosedur 2 massa jenis yang didapat masih berada pada kisaran normal sehingga pengeringan hidrogel tidak memberikan pengaruh pada massa jenis namun volume dari aerogel yang didapatkan menyusut lebih banyak. Untuk pengaruh pH pada prosedur 1 maupun prosedur 3 didapat bahwa pada pH lebih rendah massa jenis yang didapat lebih besar dibandingkan pada pH lebih tinggi.

4.6.3 Pengukuran Sudut Kontak

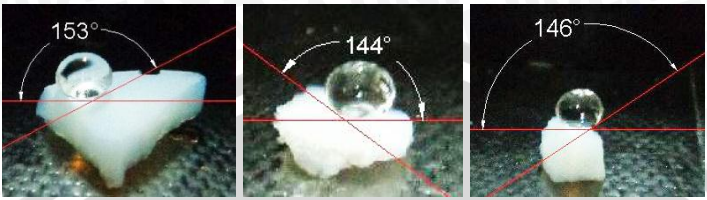
Untuk uji hidrofobisitas dilakukan dengan mengukur sudut kontak aerogel dengan air (Gambar 4.12). Semakin meningkatnya sudut kontak mengindikasikan semakin meningkatnya hidrofobisitas aerogel tersebut dikarenakan air bersifat polar dan aerogel bersifat non polar sebab pergantian gugus polar –OH dengan gugus non polar CH_3 saat sililasi terjadi.

Sudut kontak pada prosedur 1 yang paling tinggi didapatkan pada aerogel C yaitu sebesar 148^o. Pada suhu ruang prosedur 1 aerogel yang dihasilkan lebih hidrofob dibandingkan pada suhu 50 ^{o}C. Hal ini menunjukkan bahwa sililasi berhasil dan memiliki aerogel yang hidrofob walaupun sililasi terjadi pada suhu ruang. Akan tetapi perbedaan sudut kontaknya tidak terlalu besar sehingga perlakuan suhu pada sililasi tidak memberikan pengaruh yang sangat besar pada hidrofobisitas. Untuk prosedur 2 didapatkan sudut kontak yang juga masih di kisaran normal untuk hidrofobisitas. Sedangkan pada prosedur 3 didapatkan perlakuan menggunakan suhu 50 ^{o}C memiliki sudut kontak yang lebih besar dibanding pada suhu ruang. Meskipun perbedaannya juga tidak terlalu jauh, hal ini dapat disebabkan karena sililasi dilakukan sebanyak dua kali walaupun konsentrasinya kecil.



(a) (b) (c)

(c) (e) (f)

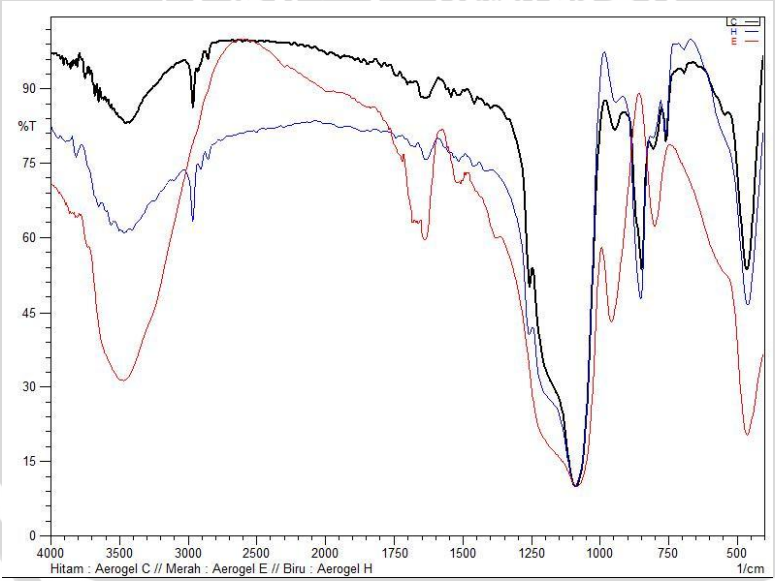


(g) (h) (i)

Gambar 4.12: Pengukuran sudut kontak dari berbagai aerogel (a) aerogel A, (b) aerogel B, (c) aerogel C, (d) aerogel D, (e) aerogel F, (f) aerogel G, (g) aerogel H, (h) aerogel I, (i) aerogel J

4.6.4 Karakterisasi FT-IR

Karakterisasi FT-IR dilakukan pada aerogel dengan sudut kontak paling besar pada prosedur 1 dan prosedur 3 serta aerogel E (Gambar 4.13). Vibrasi ulur Si-OH tidak terlihat pada aerogel hidrofobik (C dan H) sedangkan pada aerogel hidrofilik (E) cukup terlihat. Ikatan C-H dan Si-C tidak terlihat pada aerogel hidrofilik sedangkan absorbsi –OH sangat terlihat sesuai teori.



Gambar 4.13: Spektra IR aerogel C (hitam), H (biru), dan E (merah)

Tabel 4.5: Perbandingan vibrasi (cm^{-1}) aerogel C, H, dan E pada spektra FT-IR

Vibrasi teoritis (cm^{-1})	Jenis Vibrasi	Vibrasi Aerogel C (cm^{-1})	Vibrasi Aerogel H (cm^{-1})	Vibrasi Aerogel E (cm^{-1})
~1098	ulur asimetris Si-O-Si	1087,78	1089,71	1081,99
~804	ulur simetris Si-O-Si	804,26	806,19	800,4
~471	tekuk Si-O-Si	462,88	460,96	460,96
~2960 dan ~1450	ikatan C-H	2964,39	2964,39	-
~1260 dan ~840	ikatan Si-C	1255,57 dan 846,69	1257,5 dan 850,55	-
~960	ulur Si-OH	-	-	956,63
~3440 dan ~1630	absorbsi –OH	3450,41 dan 1635,52	3465,84 dan 1633,58	3467,77 dan 1637,45

BAB V
PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Didapatkan tiga prosedur sintesis aerogel hidrofobik. Prosedur 1 menggunakan konsentrasi tinggi dari agen pemodifikasi yang menghasilkan aerogel D dengan massa jenis paling rendah 0,06 g/mL. Prosedur 2 menghasilkan aerogel F dengan massa jenis yaitu 0,1187 g/mL. Sedangkan pada prosedur 3 didapat massa jenis paling rendah aerogel J yaitu 0,093 g/mL. Beberapa hasil pengamatan selama penelitian:

1. Aerogel yang berasal dari hidrogel pada pH 3 lebih transparan dibanding pH 4 dan 6.
2. Semua aerogel pada prosedur yang dilakukan mengalami keretakan dengan berbagai tingkat keretakan.
3. Aerogel hasil sintesis memiliki daya absorbsi terhadap minyak yang tinggi.
4. Uji hidrofobisitas melalui pengukuran sudut kontak didapat semua aerogel bersifat hidrofob dengan hidrofobisitas bervariasi kecuali aerogel E menghasilkan sifat hidrofilik karena konsentrasi agen pemodifikasi terlalu kecil untuk digunakan pada prosedur 1.
5. Suhu pada pertukaran pelarut mempengaruhi massa jenis aerogel.

5.2 Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut prosedur sintesis aerogel silika yang menghasilkan aerogel tidak mudah pecah serta sangat transparan.

DAFTAR PUSTAKA

[1] Kim, C. Y., Jang, A., Kim, B., and Suh D. H., **Surface Silylation and Pore Structure Development of Silica Aerogel Composites from Colloid and TEOS-based Precursor**, Springer, Department of Chemical Engineering, Hanyang University, 17 Haengdang-dong Seongdong-ku, Seoul, South Korea

[2] Aergerter, M. A., 2011, **Aerogels Handbook: Advances in Sol-Gel Derived Materials and Technologies.** Springer, New York

[3] Dorcheh, A. S., and Abbasi, M.H., 2007, **Review: Silica Aerogel; Synthesis, Properties and Characterization**, Elsevier, Department of Materials Engineering, Isfahan University of Technology, Isfahan, Iran

[4] Sarawade, P. B., Kim, J. K., Park, J. K., and Kim, H. K., 2006, **Influence of Solvent Exchange on the Physical Properties of Sodium Silicate Based Aerogel Prepared at Ambient Pressure**, Department of Applied Chemistry, Hanyang University 2-304, Science and Technology Building I, 1271 Sa I Dong, Ansan, Kyunggi-do, 425-791, South Korea

[5] Shajesh, P., 2009, **Organically Modified Sol-Gel Derived Siloxane Networks: Mesoporous, Hybrid Aerogels Through Ambient Pressure Drying**, *Thesis*, Materials and Minerals Division, National Institute for Interdisciplinary Science and Technology, Kerala, India

[6] Salazar, A. C. D., 2011, **Development of Silica Containing Materials for The Adsorption of Organic Compounds**, *Thesis*, Department of Chemical Engineering, Faculty of Engineering and Architecture, National University of Columbia, Manizales, Columbia

[7] Bangi, U. K. H., Dhere, S. L., and Rao, A. V., 2010, **Influence of Various Processing Parameters on Waterglass Based**

Atmospheric Pressure Dried Aerogels for Liquid Marble Purpose, *Journal of Material Science*, Vol. 45, pp. 2944-2951

[8] Rosmawati, A., Tjahjanto, R. T., dan Prananto, Y. P., 2013, **Variasi Metode Preparasi Gel Pada Sintesis Aerogel Silika dari Lumpur Lapindo**, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya, Malang

[9] Nayak, J. P. and Bera, J. 2009, **Preparation of Silica Aerogel by Ambient Pressure Drying Process using Rice Husk Ash as Raw Material**, Department of Ceramic Engineering, National Institute of Technology, India

[10] Meyers, R. A., 2001, **Encyclopedia of Physical Science and Technology Third Edition**, Elsevier Science Ltd, California

[11] Livage, J., Barboux, P., Tronic E., and Jolivet, J. P., 1986, **Science of Ceramic Processing**, H. Hench and D. Ulrich, Eds., Wiely, New York, USA

[12] Gurav, J. L., Jung, I.K., Park, H.H., Kang, E.S., and Nadargi, D.Y., 2010, **Review Article: Silica Aerogel: Synthesis and Applications**, Hindawi Publishing Corporation, Journal of Nanomaterials, Korea

[13] Hrubesh, L. W., 1998, **Aerogel Applications**, Journal of Non-Crystalline Solids, vol 225, pp. 335-342

[14] Parale, V. G., Mahadik, D. B., Mahadik, S. A., Kavale, M. S., Rao, A. V., and Wagh, P. B., 2012, **Wettability Study of Surface Modified Silica Aerogels with Different Silylating Agents**, Springer, Department of Physics, Shivaji University, Maharashtra, India

[15] Tkalcec, E., R. and Schmauch, N. J., 1998, **Crystallization Kinetics of Mullite from Single-Phase Gel Determined by**

Isothermal Differential Scanning Calorimetry, Journal of Non-Crystalline Solids, vol. 223, no.1-2, pp. 57-72

[16] Huang, L., 2012, **Feasibility Study of Using Silica Aerogel as Insulation for Buildings**, *Thesis*, KTH School of Industrial Engineering and Management, Stockholm

[17] Patel, R. P., Purohit, N. S., and Suthar, A. M., 2009, **An Overview of Silica Aerogels**, International Journal of ChemTech Research, India

[18] Pierre, A. C., Pajonk G.M., 2002, **Chemistry of Aerogels and Their Applications**, Chem Rev, vol. 102, pp. 4243-4265

[19] Yang, E., 2011, **Fabrication and Preliminary Characterization of Hydrophobic Silica Aerogel Films for Oil Remediation Studies**, *Thesis*, Pomona College, California

[20] Sinko, K., 2010, **Influence of Chemical Conditions on the Nanoporous Structure of Silicate Aerogels**, *Open Access Materials*, Institute of Chemistry, University of Lorand, Hungary

[21] Husing, N., and Schubert, U., 1998, **Aerogels – Airy Materials: Chemistry, Structure, and Properties**, Angew Chem Int Edit, pp. 22-45

[22] He, F., Zhao, H., Qu, X., Zhang, C., and Qiu, W., 2009, **Modified Aging Process for Silica Aerogel**, *Journal of Materials Processing Technology*, *209*(3), pp. 1621-1626.

[23] Kirkbir, F., Murata, Hideaki, Meyers, Douglas, Chaudhuri, S. R., and Arnab, S., 1996, **Drying and Sintering of Sol-Gel Derived Large SiO_2 Monoliths**, *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, *6*(3), pp. 203-217.

[24] Shi, F., Wang, L., Liu, J., and Zeng, M., 2007, **Effect of Heat Treatment on Silica Aerogels Prepared via Ambient**

Drying, Department of Materials Science and Engineering, Dalian Institute of Light Industry, China

[25] Song, Junlong and Rojas, O. J., 2013, **Approaching Super-Hydrophobicity from Cellulosic Materials: A Review**, Nordic Pulp & Paper Research Journal Vol. 28 no. 2, China

[26] Brinker, C. J. and Scherer, W., 1990**, Sol-gel sciences, in The Processing and the Chemistry of Sol-Gel Processing**, Academic Press, San Diego, California, USA

[27] Rouessac, F. and Rouessac, A., 2007, **Chemical Analysis Modern Instrumentation Methods and Techniques Second Edition**, John Wiley & Sons Ltd, France

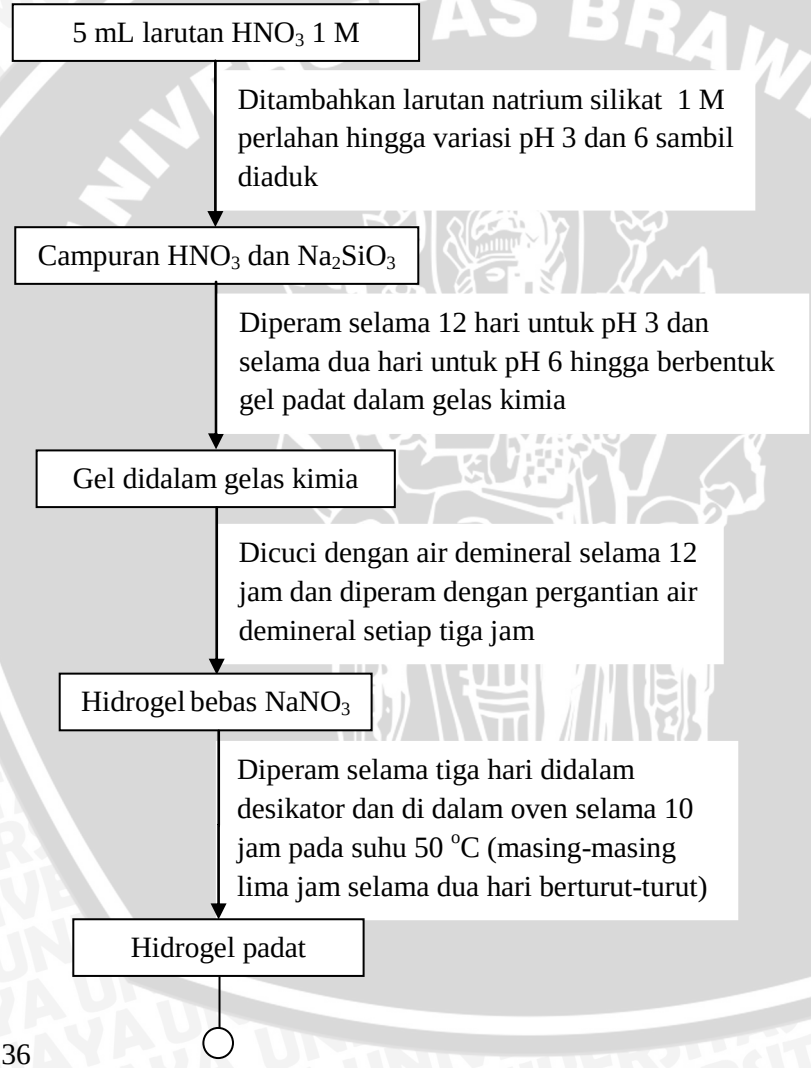
[28] Joni, I. M., 2007**, Pengantar Biospektroskopi**, *Diktat Spektroskopi*, Jurusan Fisika Fakultas MIPA, Universitas Padjadjaran, Bandung

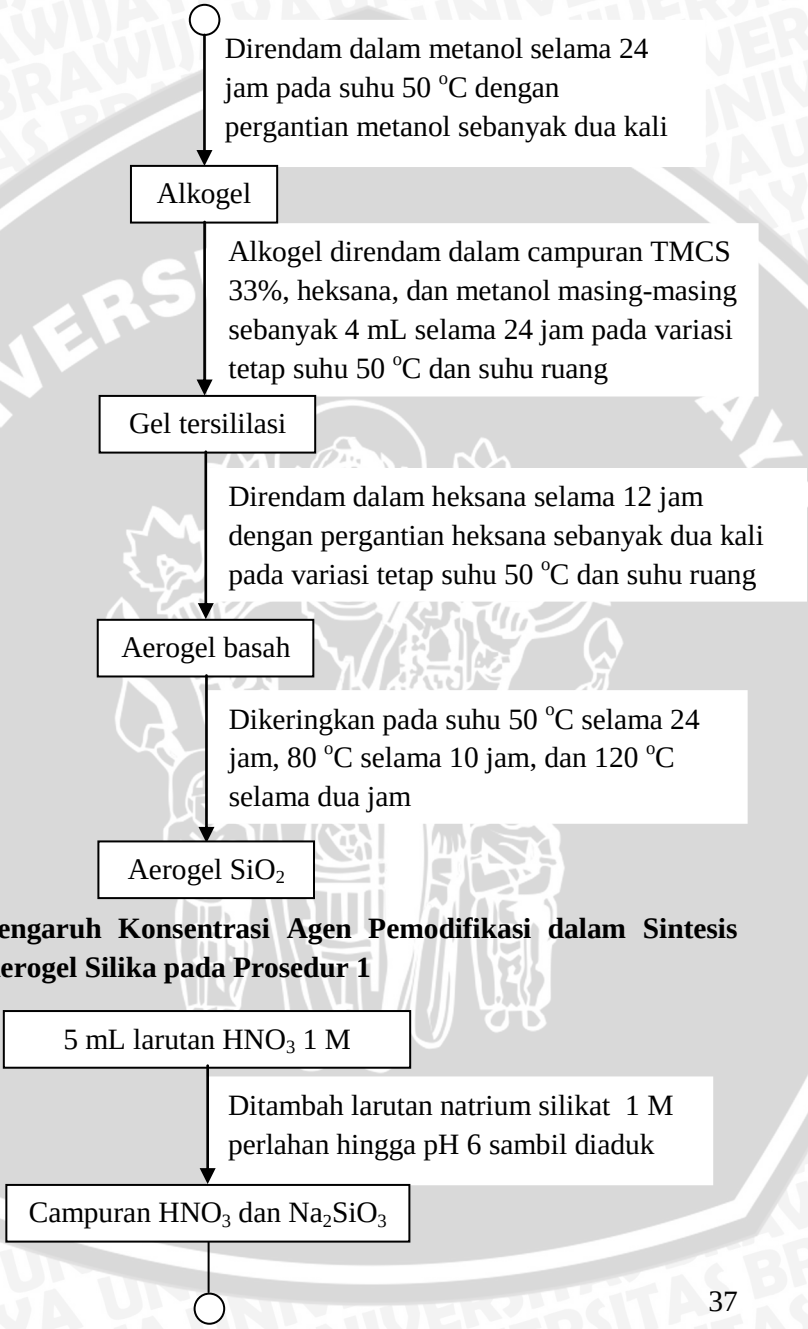
[29] Nuryono dan Narsito, 2005, **Pengaruh Konsentrasi Asam Terhadap Karakter Silika Gel Hasil Sintesis dari Natrium Silikat**, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta

LAMPIRAN

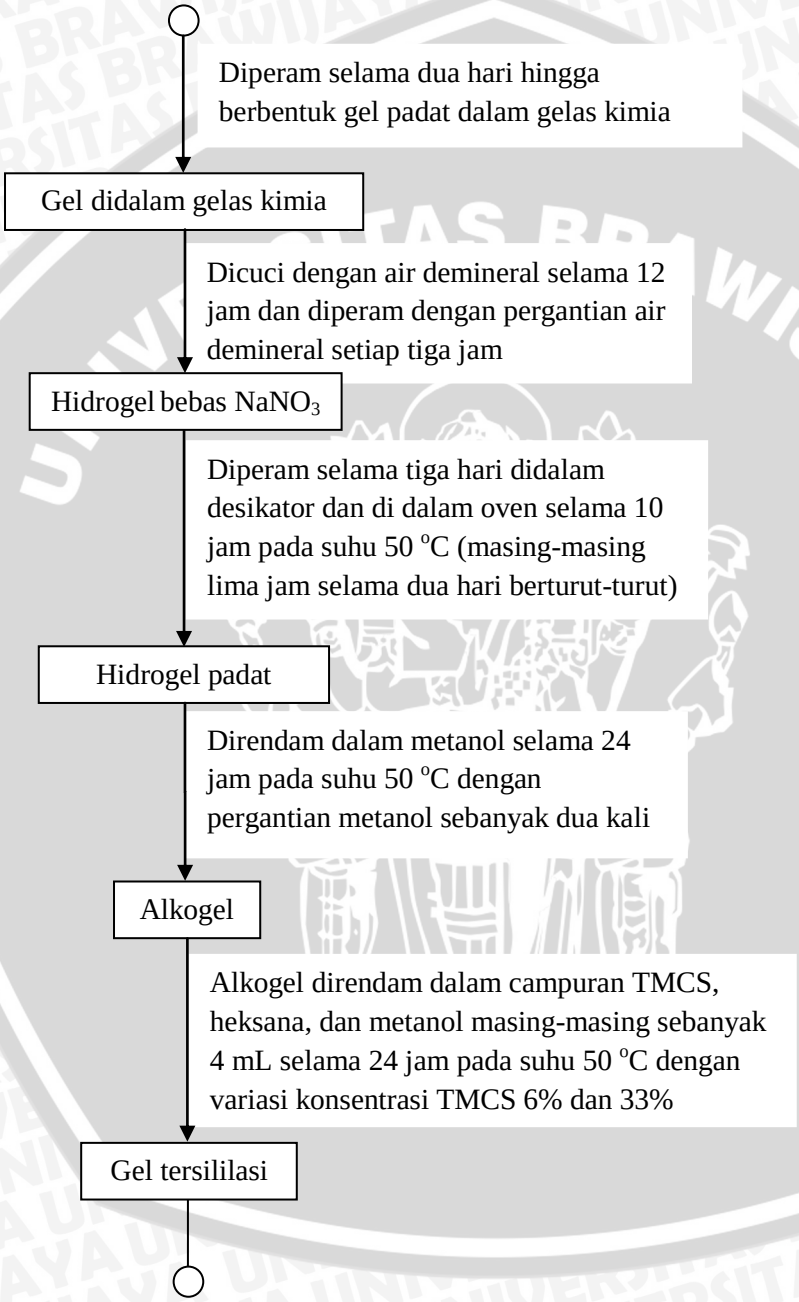
Lampiran A. Diagram Alir Penelitian

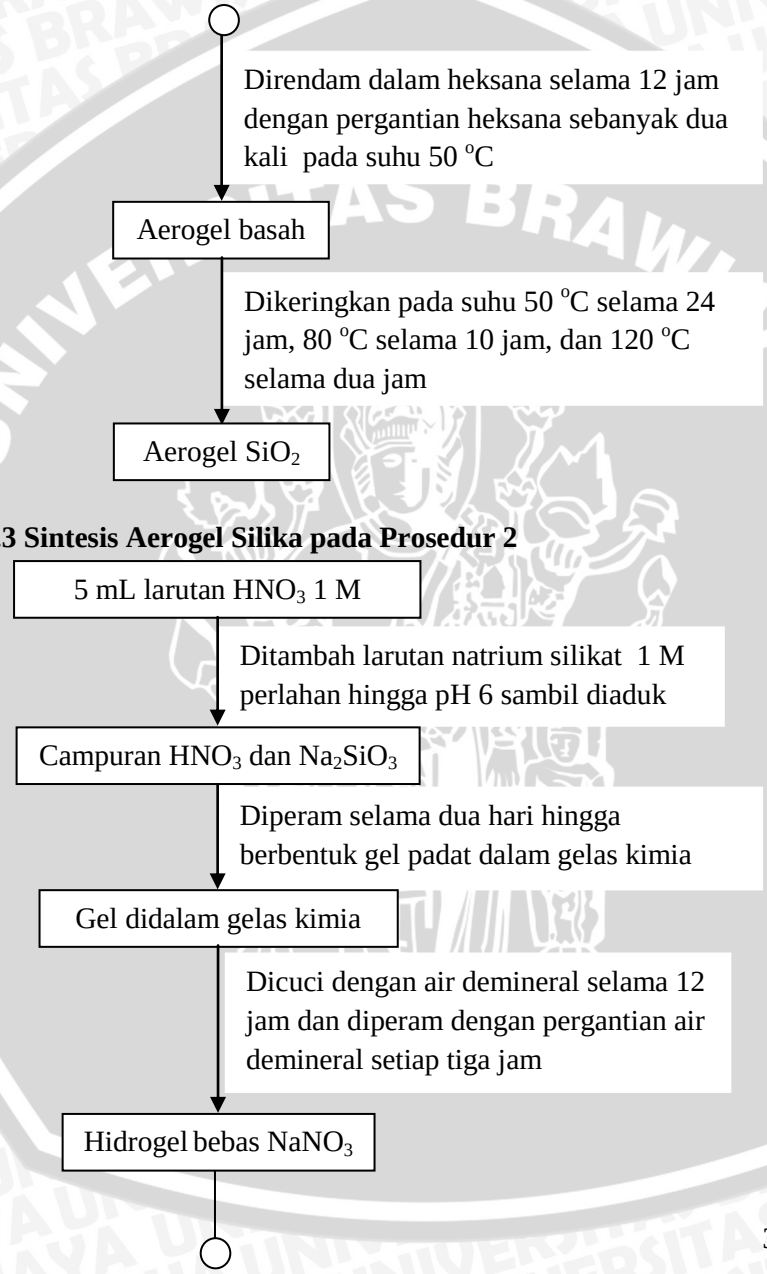
A.1 Pengaruh pH dan Suhu dalam Sintesis Aerogel Silika pada Prosedur 1



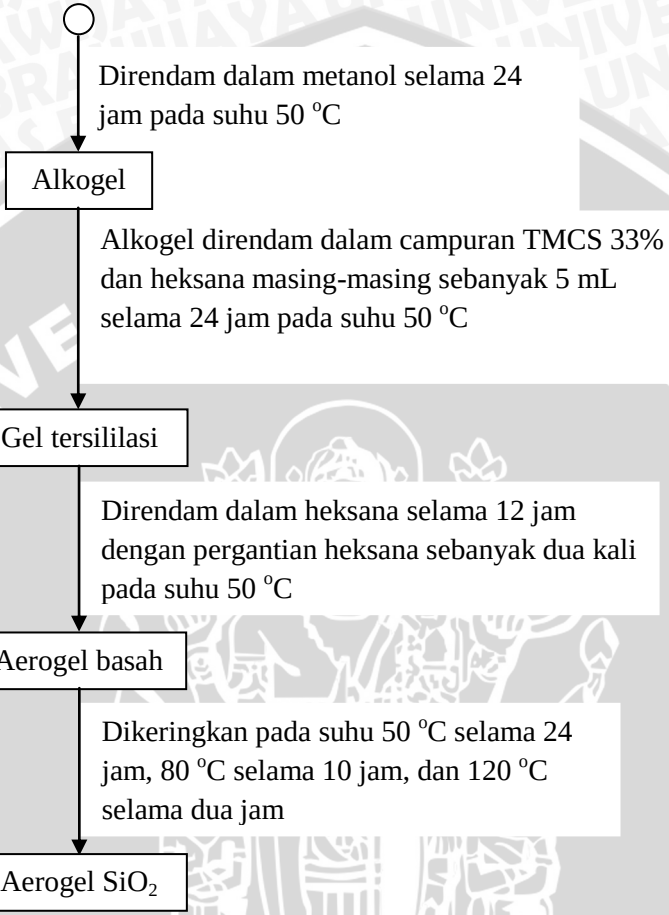


A.2 Pengaruh Konsentrasi Agen Pemodifikasi dalam Sintesis Aerogel Silika pada Prosedur 1

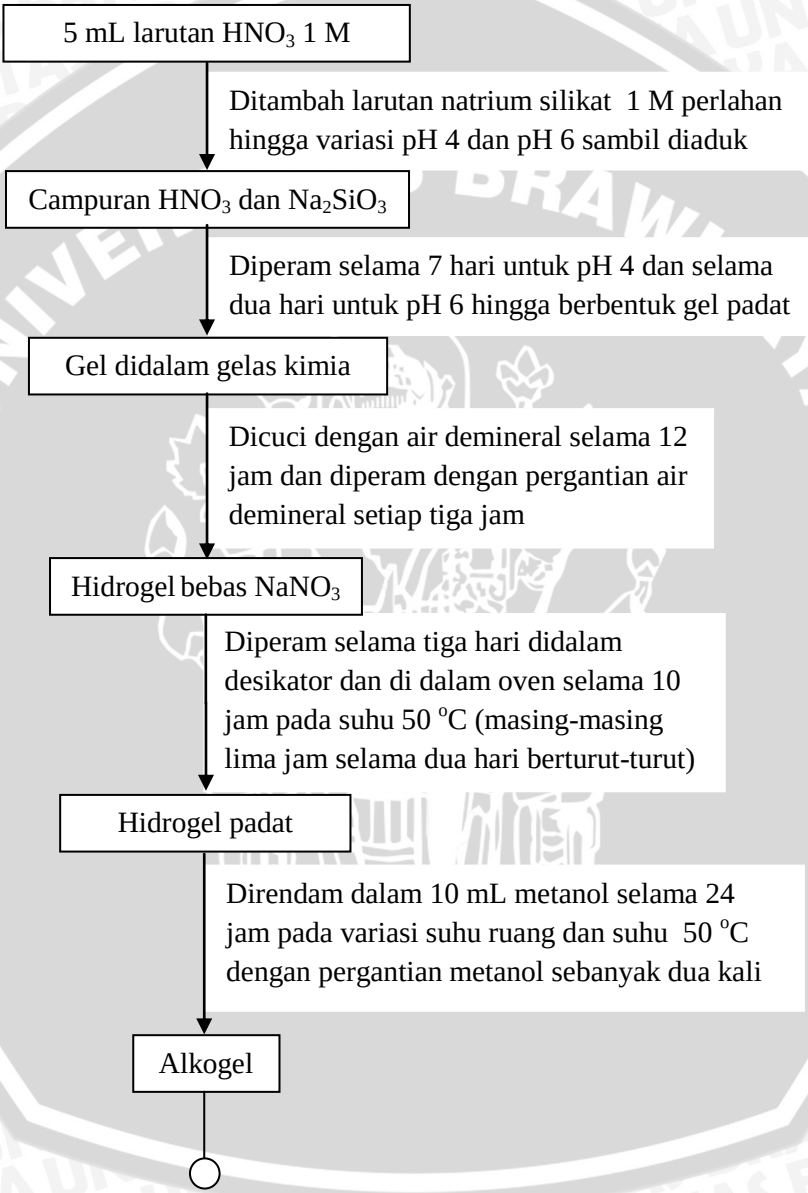

Diperam selama dua hari hingga berbentuk gel padat dalam gelas kimia
Gel didalam gelas kimia
Dicuci dengan air demineral selama 12 jam dan diperam dengan pergantian air demineral setiap tiga jam
Hidrogel bebas $NaNO_3$
Diperam selama tiga hari didalam desikator dan di dalam oven selama 10 jam pada suhu 50 ^oC (masing-masing lima jam selama dua hari berturut-turut)
Hidrogel padat
Direndam dalam metanol selama 24 jam pada suhu 50 ^oC dengan pergantian metanol sebanyak dua kali
Alkogel
Alkogel direndam dalam campuran TMCS, heksana, dan metanol masing-masing sebanyak 4 mL selama 24 jam pada suhu 50 ^oC dengan variasi konsentrasi TMCS 6% dan 33%
Gel tersililasi

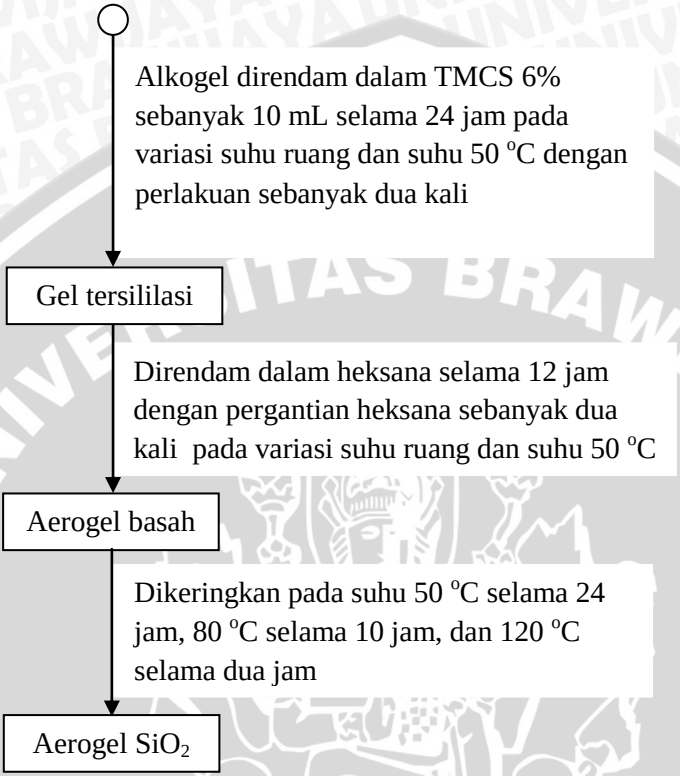


A.3 Sintesis Aerogel Silika pada Prosedur 2


Direndam dalam metanol selama 24 jam pada suhu 50 °C
Alkogel
Alkogel direndam dalam campuran TMCS 33% dan heksana masing-masing sebanyak 5 mL selama 24 jam pada suhu 50 °C
Gel tersililasi
Direndam dalam heksana selama 12 jam dengan pergantian heksana sebanyak dua kali pada suhu 50 °C
Aerogel basah
Dikeringkan pada suhu 50 °C selama 24 jam, 80 °C selama 10 jam, dan 120 °C selama dua jam
Aerogel SiO2

A.4 Pengaruh pH dan Suhu dalam Sintesis Aerogel Silika pada Prosedur 3





Lampiran B. Perhitungan

B.1 Pembuatan Larutan HNO_3 1 M

Larutan HNO_3 1 M (BM = 63,005 g/mol) dibuat dengan cara pengenceran larutan HNO_3 65% (BJ 1,42 g/mL) dalam labu ukur 500 mL. Perhitungan pengenceransebagai berikut:

mol HNO_3 = M x V
= 1 mol/L x 0,5 L
= 0,5 mol

massa HNO_3 = mol x BM
= 0,5 mol x 63,005 g/mol
= 31,5 gram

volume HNO_3 = $\frac{\text{massa asam nitrat}}{\% \text{ x BJ}} = \frac{31{,}5 \text{ gram}}{0{,}65 \text{ x } 1{,}42 \text{ g/mL}}$

= 34,13 mL

Sehingga untuk pembuatan larutan HNO_3 1 M sebanyak 500 mL dibutuhkan HNO_3 65% adalah sebanyak 34,13 mL.

B.2 Pembuatan Larutan TMCS 6% dan 33%

Larutan TMCS 6% dan 33% didapatkan dengan cara mengencerkan TMCS 99% menggunakan pelarutnya yaitu heksana didalam labu ukur berukuran 100 mL dan 25 mL. Volume dari TMCS 99% yang dibutuhkan dapat dihitung sebagai berikut:

Volume TMCS 99% untuk TMCS 6% $= \frac{6\%}{99\%}$ x 100 mL = 6,06 mL

Volume TMCS 99% untuk TMCS 33% $= \frac{33\%}{99\%}$ x 25 mL = 8,33 mL

Sehingga untuk membuat larutan TMCS 6% dan 33% sebanyak 100 mL dan 25 mL, maka diperlukan larutan TMCS 99 % sebanyak 6,06 mL dalam labu ukur 100 mL dan 8,33 mL dalam labu ukur 25 mL.

B.3 Perhitungan Persentase Penyusutan Massa Gel

Menurut Persamaan 3.2 persentase susut massa dari aerogel didapatkan sebagai berikut:

Aerogel A = $\frac{10,5873-0,4969}{10,5873}$ x 100% = 95,31%

Aerogel B = $\frac{9,0966-0,4626}{9,0966}$ x 100% = 94,91%

Aerogel C = $\frac{11,5918-0,4868}{11,5918}$ x 100% = 95,80%

Aerogel D = $\frac{11,5270-0,4410}{11,5270}$ x 100% = 96,17%

Aerogel F = $\frac{11,4794-0,4638}{11,4794}$ x 100% = 95,96%

Aerogel G = $\frac{10,2771-0,4995}{10,2771}$ x 100% = 95,14%

Aerogel H = $\frac{10,3713-0,5032}{10,3713}$ x 100% = 95,15%

Aerogel I = $\frac{11,3436-0,5468}{11,3436}$ x 100% = 95,18%

Aerogel J = $\frac{11,3845-0,4562}{11,3845}$ x 100% = 95,99%

B.4 Perhitungan Massa Jenis Aerogel

Massa jenis aerogel dihitung secara kualitatif menurut Persamaan 3.1.

Aerogel A = $\frac{0,0448\ \text{gram}}{0,2\ mL}$ = 0,2240 g/mL

Aerogel B = $\frac{0,0164\ \text{gram}}{0,1\ mL}$ = 0,1640 g/mL

Aerogel C = $\frac{0,0103\ \text{gram}}{0,1\ mL}$ = 0,1030 g/mL

Aerogel D = $\frac{0,0060\ \text{gram}}{0,1\ mL}$ = 0,0600 g/mL

Aerogel F = $\frac{0,0178\ \text{gram}}{0,15\ mL}$ = 0,1187 g/mL

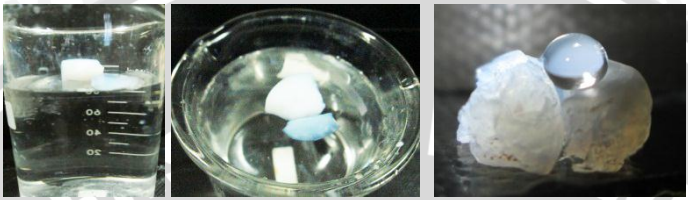
Aerogel G = $\frac{0,0548\ \text{gram}}{0,3\ mL}$ = 0,1827 g/mL

Aerogel H = $\frac{0,0061\ \text{gram}}{0,05\ mL}$ = 0,1220 g/mL

Aerogel I = $\frac{0,0236\ \text{gram}}{0,2\ mL}$ = 0,1180 g/mL

Aerogel J = $\frac{0,0093\ \text{gram}}{0,1\ mL}$ = 0,0930 g/mL

Lampiran C. Dokumentasi Hasil Penelitian



(a) (b) (c)

Gambar C.1: Uji hidrofobisitas tampak aerogel melayang diatas air (a) dari samping dan (b) dari atas serta (c) tetesan air berada diantara pecahan aerogel

Gambar C.2: Warna dari aerogel yang telah menyerap minyak pada uji lipofilisitas