

**Pengaruh Variasi Temperatur Pengendapan Silika dan
Penggantian Pelarut terhadap Aerogel Silika**

SKRIPSI

**Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang kimia**

oleh:

FIFI NAFIKAH

0910920010



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2013**

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

**Pengaruh Variasi Temperatur Pengendapan Silika dan
Penggantian Pelarut terhadap Aerogel Silika**

oleh:
FIFI NAFIKAH
0910920010

Setelah dipertahankan di depan Majelis Penguji
pada tanggal
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

Pembimbing I

Pembimbing II

Rachmat Triandi T. Dr.rer.nat
NIP. 197207172000031002

Drs. Damar Purwonugroho, M.Si.
NIP. 196006101992031002

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

Dr. Sasangka Prasetyawan, MS
NIP. 19630404 198701 1 001

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : FIFI NAFIKAH

NIM : 0910920010

Jurusan : KIMIA

Penulis skripsi berjudul:

Pengaruh Variasi Temperatur Pengendapan Silika dan Penggantian Pelarut terhadap Aerogel Silika

Dengan ini menyatakan bahwa:

1. Isi dari skripsi yang saya buat 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 jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, 29 Januari 2013

Yang menyatakan,

(Fifi Nafikah)

NIM. 0910920010

Pengaruh Variasi Temperatur Pengendapan Silika dan Penggantian Pelarut terhadap Aerogel Silika

ABSTRAK

Aerogel silika telah disintesis dengan bahan dasar lumpur Sidoarjo. Tujuan dari sintesis ini adalah untuk mengetahui pengaruh temperatur pengendapan dan penggantian pelarut terhadap aerogel silika. Sintesis aerogel silika dilakukan melalui beberapa tahapan yaitu ekstraksi, pembentukan gel dan aerogel. Gel silika direndam metanol selama 24 jam untuk penggantian pelarut dan dilanjutkan dengan merendam gel silika dalam agen sililasi (metanol:heksana:TMCS 1:1:1) selama 24 jam. Selanjutnya gel dikeringkan pada temperatur 50 °C selama satu jam dan dilanjutkan dengan temperatur 200 °C selama satu jam. Pengendapan silika dilakukan pada temperatur yang berbeda yakni temperatur ruang dan 50 °C dan menghasilkan endapan yang transparan untuk pengendapan silika pada temperatur ruang dan endapan yang putih serta lembek untuk pengendapan pada temperatur 50 °C. Aerogel yang dihasilkan dari gel transparan terlihat lebih putih dan padat. Selain itu, perendaman gel dalam metanol pada temperatur yang berbeda yakni temperatur ruang dan 50 °C juga memberikan hasil yang berbeda terhadap sifat aerogel yang dihasilkan berdasarkan spektra IR-nya yakni aerogel yang direndam pada temperatur 50 °C lebih bersifat hidrofobik. Aerogel silika dikarakterisasi secara kualitatif menggunakan spektrofotometer infra merah dan uji hidrofobisitas. Secara umum, aerogel yang dihasilkan bersifat hidrofobik, buram, dan rapuh.

Kata kunci: Lumpur Sidoarjo, aerogel silika, tekanan ambien, penggantian pelarut, pengendapan silika

Influence of Temperature Variation in Silica Precipitation and Solvent Exchange to Silica Aerogel

ABSTRACT

Silica aerogel from Sidoarjo mud has been synthesized. This study was aimed to know the influence of temperature in precipitation and solvent exchange to silica aerogel. Aerogels were synthesized by extraction, gel and aerogel forming. Silica gels immersed in methanol for 24 hours due to solvent exchange and continued with immersion in silylation agent (methanol:hexane:TMCS 1:1:1) for 24 hours. Then, gels were dried in 50 °C for an hour and continued in 200 °C for an hour. Silica precipitation was done in two conditions that is in room temperature and in 50 °C and yielded transparent precipitate for room temperature precipitation and white and mushy precipitate for 50 °C. Silica aerogels which formed from transparent gels were more solid and white. Besides that, solvent exchange in different temperature given different characteristics too. Immersion in 50 °C methanol given more hydrophobic aerogel based on its infrared spectra. Qualitatively, silica aerogels were characterized by infrared spectrophotometer and hydrophobicity test. Generally, aerogels were hydrophobic, opaque, and brittle.

Keywords: Sidoarjo mud, silica aerogel, ambient pressure, solvent exchange, silica precipitation

KATA PENGANTAR

Segala puji syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa atas segala berkat dan karunia-Nya yang telah diberikan sehingga dapat menyelesaikan penulisan tugas akhir dengan judul **“Pengaruh Variasi Temperatur Pengendapan Silika dan Penggantian Pelarut terhadap Aerogel Silika”**. Penulisan tugas akhir ini merupakan salah satu syarat kelulusan dan memperoleh gelar Sarjana Sains dalam bidang kimia di Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Brawijaya.

Penulis mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu baik secara langsung maupun tidak langsung selama pelaksanaan penelitian. Ungkapan terima kasih tersebut penulis sampaikan kepada:

1. Rachmat Triandi Tjahjanto Dr.rer.nat dan Drs. Dinar Purwonugroho M.Si selaku Dosen Pembimbing I dan II atas bimbingan, kesabaran dan segala sesuatu yang telah diberikan selama penyusunan tugas akhir ini.
2. Dr. Sasangka Prasetyawan MS. selaku Ketua Jurusan Kimia Universitas Brawijaya.
3. Moh. Farid Rahman, S. Si., M. Si selaku penguji.
4. Orang tua dan keluarga yang selalu mengiringi penulis dengan doa serta dukungan hingga terselesainya tugas akhir ini.
5. Semua teman-teman di Jurusan Kimia atas doa dan dukungan yang diberikan.

Penulis menyadari bahwa tugas akhir ini masih jauh dari sempurna, oleh karena itu penulis mengharap kritik dan saran guna perbaikan dan penyempurnaannya sehingga dapat bermanfaat bagi kita semua.

Malang, Januari 2013

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR LAMPIRAN	xi
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Batasan Masalah	2
1.4 Tujuan Penelitian	2
1.5 Manfaat Penelitian	2
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 Lumpur.....	4
2.2 Silika	4
2.3 Aerogel.....	5
2.4 Sol gel.....	6
2.5 Aerogel silika	8
2.6 Agen pemodifikasi Permukaan	9
2.7 Karakterisasi	10
2.7.1 Spektrofotometer infra merah	10
2.7.2 Hidrofobitas.....	10
BAB III METODE PENELITIAN	11
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	11
3.2 Alat dan Bahan Penelitian	11
3.3 Tahapan penelitian	11
3.4 Metode kerja	11
3.4.1 Kalsinasi lumpur.....	11
3.4.2 Ekstraksi SiO ₂ dari lumpur Sidoarjo.....	12

3.4.3	Pembuatan gel silika.....	12
3.4.4	Pembuatan aerogel silika	12
3.4.5	Karakterisasi	12
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN		13
4.1	Alur Pekerjaan Pembuatan Aerogel Silika.....	13
4.2	Ekstraksi silika.....	14
4.3	Pembuatan gel silika	16
4.4	Sintesis aerogel silika.....	19
4.4.1	Variasi temperatur pengendapan silika	20
4.4.2	Variasi temperatur penggantian pelarut pada gel transparan.....	24
4.4.3	Pengaruh variasi temperatur penggantian pelarut pada gel putih yang disililasi pada temperatur ruang.....	27
4.5	Uji hidrofobisitas.....	30
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....		31
5.1	Kesimpulan	31
5.2	Saran	31
DAFTAR PUSTAKA		32
LAMPIRAN		36

DAFTAR GAMBAR

Gambar 4.1	Alur pekerjaan	13
Gambar 4.2	Foto preparasi lumpur Sidoarjo	14
Gambar 4.3	Spektrum IR endapan yang dikeringkan	17
Gambar 4.4	Alur ekstraksi silika.....	18
Gambar 4.5	Foto pencetakan endapan silika menjadi gel silika	18
Gambar 4.6	Foto gel silika kering tanpa modifikasi permukaan	19
Gambar 4.7	Foto pengukuran ukuran gel dan aerogel	20
Gambar 4.8	Foto endapan silika.....	21
Gambar 4.9	Spektra IR aerogel silika pada pengendapan silika temperatur ruang (gel transparan).....	22
Gambar 4.10	Spektra IR aerogel silika pada pengendapan temperatur 50 °C (gel putih)	22
Gambar 4.11	Foto aerogel.....	23
Gambar 4.12	Foto gel transparan setelah direndam metanol ...	24
Gambar 4.13	Skema reaksi TMCS dengan gugus silanol	25
Gambar 4.14	Spektra IR aerogel silika yang direndam metanol pada temperatur ruang	25
Gambar 4.15	Spektra IR aerogel silika dengan perendaman metanol pada temperatur 50 °C	26
Gambar 4.16	Foto gel silika setelah direndam metanol	27
Gambar 4.17	Foto gel silika setelah disililasi.....	27
Gambar 4.18	Spektra IR aerogel silika yang direndam metanol pada temperatur 50 °C	29
Gambar 4.19	Spektra IR aerogel silika yang direndam metanol pada temperatur ruang	29
Gambar 4.20	Foto uji hidrofobisitas aerogel silika	30
Gambar A4	Kurva standart logam Na.....	39

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Hasil uji toksikologi lumpur lapindo	4
Tabel 2.2	Kandungan mineral lumpur Sidoarjo	5
Tabel 2.3	Sifat, keistimewaan, dan aplikasi aerogel	6
Tabel 4.1	Hasil uji XRF lumpur Sidoarjo	15
Tabel 4.2	Daftar konsentrasi natrium dalam aerogel silika.....	23
Tabel A4	Daftar pengenceran larutan NaCl.....	38



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A. Perhitungan pembuatan larutan.....	36
A1. Pembuatan NaOH 3 M.....	36
A2. Pembuatan HCl 1 M.....	36
A3. Pembuatan TMCS (<i>Trimethylchlorosilane</i>) 33%	37
A4. Pembuatan kurva baku Na	37
Lampiran B. Skema kerja	40
B1. Preparasi lumpur Sidoarjo	40
B2. Ekstraksi SiO ₂ dari lumpur Sidoarjo.....	40
B3. Pembuatan aerogel silika.....	41
B4. Pembuatan kurva baku Na.....	41
B5. Pengukuran kadar Na	42



UNIVERSITAS BRAWIJAYA



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Lumpur Sidoarjo (dikenal sebagai LUSI) adalah jenis lumpur vulkanik yang mulai menyembur pada tanggal 29 Mei 2006 di Kecamatan Porong, Sidoarjo di Jawa Timur, Indonesia dengan aliran lumpur mencapai 100000 m³ per hari [1]. Jumlah aliran lumpur selalu meningkat tiap harinya mulai dari 5000 m³ per hari hingga 150000 m³ perhari pada Januari 2007 [2]. Berdasarkan penelitian, lumpur Sidoarjo ini mengandung silika sebanyak lebih kurang 54,92%, sehingga besar kemungkinan bagi lumpur ini untuk bisa dimanfaatkan sebagai aerogel silika [3]. Aerogel memiliki banyak sekali kegunaan seperti sebagai insulator, katalis, dan adsorben [4].

Aerogel silika merupakan material padatan berpori dengan luas permukaan yang besar sehingga banyak diaplikasikan untuk berbagai macam keperluan seperti untuk deteksi dan penghitung partikel, target untuk percobaan laser, tabung geiger, aerokapasitor, dan pemisahan fasa 3He-4He serta insulator panas [4].

Proses sol gel biasa digunakan untuk mensintesis suatu produk silika sehingga sifat-sifat struktur dan tekstur dari silika dapat dikontrol. Proses sol gel yang umum digunakan untuk membuat aerogel silika biasanya berasal dari prekursor yang sangat reaktif dengan reaksi yang kompleks yaitu natrium silikat, TEOS (tetraetoksisilana), MTMS (metiltrimetoksisilana), TMOS (tetrametoksisilana), PEDS (polietoksidisilosan), MTES (metiltrietsoksisilana), EDAS (3-(2-aminoetilamino) propiltrimetoksisilana), noktiltrietsoksisilana, dimetildietoksisilana, dan PFAS (perfluoroalkisilana) [5].

Proses sol gel dilakukan untuk mendapatkan gel silika dengan berbagai macam variasi teknik maupun katalis yang digunakan. Gel silika yang terbentuk untuk selanjutnya diberi berbagai perlakuan sehingga terbentuk aerogel. Pada aerogel silika berbahan dasar natrium silikat, proses pembentukan aerogel dilakukan dengan penggantian pelarut dan modifikasi permukaan gel. Pada proses pembentukan aerogel silika ini dapat dilakukan variasi terhadap perlakuan yang diberikan.

Ekstraksi silika dapat dilakukan dengan berbagai metode diantaranya adalah penambahan aqua regia, asam fluorida, dan pengasaman. Metode pengasaman dapat dilakukan dengan berbagai variasi, mulai dari variasi konsentrasi, temperatur, dan waktu ekstraksi.

Berangkat dari permasalahan di atas maka dapat dilakukan pemanfaatan lumpur Sidoarjo menjadi aerogel silika yang memiliki banyak kegunaan seperti yang telah dijelaskan sebelumnya melalui ekstraksi silika dari lumpur Sidoarjo dan pembuatan aerogel silika melalui metode sol gel dengan prekursor natrium silikat pada tekanan ambien.

1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana pengaruh temperatur pada proses penambahan HCl 1 M saat pembentukan endapan silika sampai pH 4 terhadap sifat fisik aerogel yang dihasilkan?
2. Bagaimana pengaruh temperatur perendaman metanol pada gel silika terhadap aerogel silika yang dihasilkan?

1.3 Batasan Masalah

1. Lumpur Sidoarjo yang digunakan diperoleh dari daerah desa Siring, Porong, Sidoarjo.
2. Metode ekstraksi silika dari lumpur Sidoarjo berdasarkan literatur yang sudah ada [6].
3. Agen pemodifikasi permukaan/silylating agent yang digunakan adalah TMCS (trimetilklorosilan).

1.4 Tujuan Penelitian

1. Mempelajari pengaruh temperatur pada proses penambahan HCl 1 M saat pembentukan endapan silika sampai pH 4 terhadap aerogel yang dihasilkan.
2. Mempelajari pengaruh temperatur perendaman metanol pada gel silika terhadap aerogel silika yang dihasilkan.

1.5 Manfaat Penelitian

1. Mengetahui pengaruh temperatur pada proses penambahan HCl 1 M saat pembentukan endapan silika sampai pH 4 terhadap aerogel yang dihasilkan.

2. Mengetahui pengaruh temperatur perendaman metanol pada gel silika terhadap aerogel silika yang dihasilkan.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Lumpur

Lumpur Sidoarjo adalah lumpur panas yang mulai menyembur pada tahun 2006 di sekitar lokasi pengeboran PT. Lapindo Brantas di Sidoarjo, Jawa Timur. Berdasarkan hasil penelitian, lumpur ini banyak mengandung mineral, salah satunya adalah silika. Silika adalah mineral yang memiliki prosentase paling besar yang ada dalam lumpur Sidoarjo sehingga lumpur ini dapat dimanfaatkan untuk berbagai kepentingan, utamanya untuk pembuatan material yang berbahan dasar silika seperti kaca dan genteng keramik. Selain itu, lumpur Sidoarjo berdasarkan hasil penelitian buakan termasuk limbah B3 dan tidak berbahaya sehingga bisa dimanfaatkan. Tabel 2.1 merupakan data hasil uji toksikologis lumpur Sidoarjo dan 2.2 adalah daftar kandungan mineral yang ada di dalam lumpur Sidoarjo berdasarkan analisa dengan metode SEM-EDX. Tabel 3 [3].

Tabel 2.1 Hasil uji toksikologis lumpur Sidoarjo [3].

Parameter	Hasil Uji Maksimum	Baku Mutu (PP Nomor 18/1999)
Arsen	0,045 mg/L	5 mg/L
Barium	1,066 mg/L	100 mg/L
Boron	5,097 mg/L	500 mg/L
Timbal	0,05 mg/L	5 mg/L
Raksa	0,004 mg/L	0,2 mg/L
Sianida Bebas	0,02 mg/L	20 mg/L
Trichlorophenol	0,017 mg/L	2 mg/L (2,4,6 Trichlorophenol) 400 mg/L (2,4,4 Trichlorophenol)

2.2 Silika

Silika (SiO_2) adalah mineral alam yang melimpah dengan kelimpahan di kerak bumi 60% berat baik dalam bentuk silika ataupun bersenyawaan dengan logam lain dalam bentuk silikat. Sumber silika yang mudh dijumpai adalah pasir pantai, tanah dan batuan [7].

Silika berdasarkan strukturnya dibagi menjadi empat yakni silika kristalin polimorf, kristal kuarts sintetik, silika amorf dan silika

vitreous. Dalam bentuk kristalin, silika memiliki tiga bentuk polimorf yaitu kuarts, tridimit dan kristobalit. Ketiga bentuk polimorf ini dikelompokkan berdasarkan temperatur kestabilannya. Bentuk kuarts stabil di bawah temperatur 870⁰C, tridimit stabil di bawah temperatur 1470⁰C dan pada temperatur ini silika mulai berubah menjadi kristobalit. Kuarts merupakan bentuk silika yang bersifat insulator dan memiliki koefisien ekspansi yang rendah. Kuarts dibagi lagi menjadi dua berdasarkan susunan atomnya yaitu alfa kuarts dan beta kuarts. Alfa kuarts adalah bentuk silika yang umum ditemui. Tridimit juga memiliki enam bentuk modifikasi dengan sel unit heksagonalnya yang tersusun atas unit-unit SiO₂. Kristobalit adalah bentuk silika kristalin yang mempunyai tiga lapis SiO₄ dan dapat ditemui pada beberapa batuan vulkanik [7].

Tabel 2.2 Kandungan mineral lumpur Sidoarjo [3].

Unsur	Massa (%)	Error(%)	Senyawa	Massa(%)	Error(%)
O	45,88				
Na K	1,17	1,10	Na ₂ O	1,57	0,43
Mg K	1,75	1,00	MgO	2,90	0,60
Al K	13,27	1,09	Al ₂ O ₃	25,07	4,12
Si K	25,67	1,18	SiO ₂	54,92	7,65
Cl K	0,91	0,65	Cl	0,91	0,00
K K	1,93	0,98	K ₂ O	2,32	0,41
Ca K	1,54	1,31	CaO	2,16	0,32
Fe K	7,89	2,54	FeO	10,15	1,18
Total	100,00			100,00	14,71

2.3 Aerogel

Aerogel silika adalah aerogel yang pertama kali disintesis oleh Samuel Kistler pada tahun 1931 dengan bahan dasar natrium silikat dan pengeringan superkritis [8]. Aerogel memiliki pori-pori yang memiliki volume besar sehingga mengakibatkan densitas aerogel menjadi rendah [9,10]. Aerogel merupakan material padatan yang dapat disintesis melalui proses sol gel yang mana gel yang telah dimodifikasi tidak mengalami penyusutan saat pengeringan. Tabel 2.3 merupakan data mengenai sifat, keistimewaan dan aplikasi aerogel [4].

Pengeringan gel dapat dilakukan dengan metode superkritis, subkritis dan metode pengeringan pada tekanan ambien. Hal utama yang perlu dijaga saat mengeringkan gel yang akan dibuat menjadi aerogel adalah sedikitnya penyusutan gel dan struktur pori-pori gel yang tidak mengalami perubahan [10].

Tabel 2.3 Sifat, keistimewaan, dan aplikasi aerogel [4].

Sifat	Keistimewaan	Aplikasi
Konduktivitas termal	- Insulator padatan terbaik - Transparan - Tahan temperatur tinggi - Ringan	- Arsitektur dan insulator, pendingin portabel, pipa, cryogenic, jendela
Densitas atau Porositas	- Padatan sintesis paling ringan - Homogen - Luas permukaan spesifik yang besar	- Katalis, penyerap, sensor, penyimpanan energi, penukar ion - Target untuk ICF dan laser sinar-X
Optik	- Padatan dengan indeks bias rendah - Transparan	- Detektor Cerenkov, optik yang ringan, optik dengan efek tertentu
Akustik	- Kecepatan suara yang rendah	- Penyelaras impedansi untuk transduser, speaker
Mekanik	- Elastis - Ringan	- Penyerap energi, penjera partikel yang memiliki kecepatan tinggi
Elektrik	- Konstanta dielektrikum yang rendah - Kekuatan dielektrikum yang besar - Luas permukaan besar	- Dielektrikum untuk IC, sekat pada elektroda vakum, kapasitor

Aerogel dapat dibuat dari berbagai unsur atau senyawa seperti silika, alumina, titania, zirkonia, tungsten oksida, tembaga, kromium, besi, kobalt, nikel, ruthenium, perak, palladium dan platina [11].

2.4 Sol Gel

Sol gel merupakan prosedur sintesis material padatan pada temperatur rendah melalui cairan sehingga terbentuk padatan karena

adanya polimerisasi [10]. Proses sol gel secara umum dapat dibagi menjadi lima tahapan, yakni [12]:

1. Hidrolisis prekursor (pembentukan sol)
2. Polikondensasi (gelasi)
3. Aging
4. Pengerinan
5. Kalsinasi

Prekursor yang digunakan pada pembuatan sol untuk gel anorganik biasanya berupa oksida dan sol yang stabil dapat diketahui melalui adanya dispersi pada larutan. Selanjutnya partikel koloid ini akan membentuk ikatan satu sama lain sehingga terbentuk struktur tiga dimensi yang disebut dengan gel. Perubahan sol menjadi gel disebut gelasi yang secara mikroskopis disebut polikondensasi [10,12].

Dalam aging terdapat beberapa tahapan yaitu polimerisasi gugus MOH atau MOR dan kemudian gugus ini berkondensasi yang menyebabkan meningkatkan kekuatan dan ikatan kerangka gel [12].

Pengerinan aerogel biasa dilakukan dengan menggunakan pengering superkritis sehingga tidak merusak kerangka padatan dan tidak menyebabkan penyusutan. Tetapi sekarang ini, pengerinan dapat dilakukan pada tekanan ambien dan titik beku [12].

Selanjutnya adalah kalsinasi yang bertujuan untuk menghilangkan seluruh senyawa organik. Adanya proses kalsinasi ini dapat menghasilkan material padatan yang stabil secara mekanis, tetapi densitas material padatan menjadi meningkat sehingga volume pori-pori dan luas permukaan menurun. Tahap kalsinasi ini tidak selalu dibutuhkan dan dapat diganti dengan pencucian atau ekstraksi senyawa organik [12].

Metode sol gel digunakan untuk sintesis aerogel karena melalui metode ini dapat dilakukan pengontrolan mikrostruktur aerogel. Proses sol gel pada pembuatan aerogel terbagi menjadi dua tahapan yaitu tahap pertama adalah prepolimerisasi prekursor silika dengan katalis asam dan tahap selanjutnya adalah reaksi kondensasi pada suasana basa. Katalis yang digunakan pada tahap polikondensasi bisa asam ataupun basa [9]. Adapun keuntungan dari metode sol gel adalah homogenitas larutan dan kemurnian produk

yang baik, dan preparasi dilakukan pada temperatur rendah sehingga dapat menghemat energi serta meminimalisasi polusi udara. Namun, kekurangan dari metode sol gel adalah diperolehnya produk yang mengalami banyak penyusutan, limbah larutan organik yang berbahaya bagi kesehatan, serta waktu proses yang lama [13].

2.5 Aerogel Silika

Aerogel silika adalah aerogel yang struktur penyusunnya berupa silika dan dapat dibuat melalui berbagai jenis prekursor seperti natrium silikat, TEOS (tetraetoksisilana), MTMS (metiltrimetoksisilana), TMOS (tetrametoksisilana), PEDS (polietoksidisilolan), MTES (metiltrietoksisilana), EDAS (3-(2-aminoetilamino) propiltrimetoksisilana), N-oktiltrietoksisilana, dimetildietoksisilana, dan PFAS (perfluoroalkisilana). Kerangka padatan yang terbentuk pada silika aerogel merupakan hasil dari proses polimerisasi yang membentuk jembatan siloksan ($\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$) [5].

Struktur silika aerogel dapat dicirikan dengan adanya luas permukaan yang besar $\sim 1.000 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$, transmisi optik yang tinggi $\sim 90\%$, porositas tinggi $\sim 99\%$, konduktivitas termal yang rendah $\sim 0,05 \text{ W/mK}$, konstanta dielektrikum yang rendah ~ 2 , luas permukaan spesifik yang mencapai $1.400 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$ [9].

Metode preparasi aerogel silika pada tekanan ambien dapat dilakukan melalui derivatisasi dan co-prekursor. Metode co-prekursor dilakukan dengan menambahkan agen sililasi sebelum gelasi sedangkan metode derivatisasi, agen sililasi ditambahkan bersamaan dengan pelarut (protik dan aprotik) setelah gelasi [14]. Aerogel silika biasanya disintesis melalui metode sol gel karena metode sol gel ini memungkinkan untuk mengontrol mikrostruktur [9].

Reaksi yang terjadi selama proses sol gel adalah hidrolisis dan kondensasi untuk pembentukan gel [14].

Hidrolisis

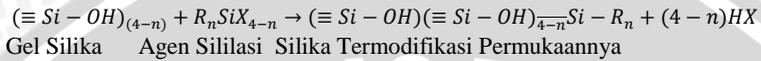


Kondensasi



Pada proses aging gel ditempatkan pada temperatur 50 °C sehingga menyebabkan terjadinya pertumbuhan partikel [14].

Modifikasi permukaan dilakukan dengan menambahkan agen sililasi atau agen pemodifikasi permukaan yang terjadi sesuai reaksi berikut [14]:



Metode pengeringan pembuatan aerogel silika dapat dilakukan melalui tiga jalur yakni pengeringan superkritis, pengeringan beku dan pengeringan pada tekanan ambien. Pengeringan superkritis ini memungkinkan untuk menghilangkan tekanan kapiler yang ada pada pori-pori gel sehingga gel tidak mengalami penyusutan. Pengeringan beku dilakukan dengan membekukan cairan yang ada dalam pori-pori, kemudian disublimasi pada tekanan tinggi [15]. Pengeringan pada tekanan ambien dilakukan dengan memanaskan gel pada temperatur tertentu dimana gel telah dimodifikasi permukaannya sehingga tekanan kapiler pori-pori gel menurun, akibatnya gel tidak mengalami penyusutan meskipun telah dikeringkan [10].

2.6 Agen Pemodifikasi Permukaan

Agen pemodifikasi permukaan yang digunakan adalah surfaktan dimana surfaktan ini dapat memperkecil tekanan kapiler sehingga gel yang dikeringkan pada tekanan ambien tidak mengalami penyusutan dan keretakan. Macam – macam surfaktan yang digunakan pada proses sol gel adalah trimetilklorosilana (TMCS), heksametildisiloksan (HMDS), heksametildisilazan (HMDZ), pluronic-P123, etilene oksida, propilen oksida, hidroksipropil selulosa (HCP), setiltrimetilamonium bromida (CTAB), polioksietilen sorbitan trioleat (Tween 85), dan surfaktan nonionik. Surfaktan yang seringkali digunakan untuk pembuatan silika aerogel adalah TMCS. TMCS dapat menghilangkan tekanan kapiler gel dengan diawali proses penggantian pelarut. TMCS dapat juga dicampur dengan agen pemodifikasi lainnya agar diperoleh hasil sesuai yang diinginkan [9].

2.7 Karakterisasi

2.7.1 Spektroskopi Infra Merah

Spektroskopi infra merah merupakan alat yang dapat digunakan untuk mengetahui gugus fungsi suatu sampel. Prinsip kerja alat ini adalah dengan mengukur vibrasi molekul-molekul pada frekuensi tertentu. Molekul-molekul ini akan menyerap pada panjang gelombang tertentu sehingga dihasilkan spektra [14].

2.7.2 Hidrofobisitas

Pengukuran hidrofobisitas aerogel dilakukan secara kualitatif yakni dengan cara meletakkan aerogel silika diatas permukaan air. Aerogel silika dikatakan bersifat hidrofobik jika tidak tetap mengapung diatas air atau tidak tenggelam dalam air.



BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilakukan pada bulan Oktober hingga Desember 2012 dan bertempat di Laboratorium Anorganik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Brawijaya Malang.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah alat-alat gelas, yaitu gelas kimia 50 mL, gelas kimia 250 mL, gelas kimia 500 mL, labu takar 100 mL, labu takar 1000 mL, pipet ukur 10 mL, pipet volume 25 mL, pipet volume 10 mL, gelas arloji, corong gelas. Selain itu digunakan neraca analitik (Mettler PE 300), kertas pH universal (Macherey-Nagel), corong Buchner, kertas saring Whatman no. 42, botol semprot, suntikan 20 mL (Unzen Syringe), pemanas, oven (Fisher Scientific), tanur (Barnstead, Thermolyne 600, Nabertherm) dan spektrofotometer IR Shimadzu 8400S, spektroskopi serapan atom AA 6200, XRF (Minipal 4).

Bahan-bahan yang dibutuhkan dalam penelitian ini adalah lumpur Sidoarjo, NaOH, HCl 37% w/w, aquades, aquademin, metanol, TMCS (Trimetilklorosilan), heksana, NaCl, $\text{LaCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (seluruh bahan kimia berasal dari Merck Company).

3.3 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian yang dilakukan adalah sebagai berikut:

1. Kalsinasi lumpur Sidoarjo
2. Ekstraksi SiO_2 dari lumpur Sidoarjo yang telah dikalsinasi
3. Pembuatan gel silika
4. Pembuatan aerogel silika
5. Karakterisasi

3.4 Metoda Kerja

3.4.1 Kalsinasi lumpur

Kalsinasi lumpur dilakukan mulai dari pengeringan lumpur pada temperatur 110 °C dalam oven. Kemudian lumpur kering

dipanaskan dalam tanur pada 900 °C selama satu jam dan Selanjutnya lumpur kering ditumbuk halus dan diayak dengan ayakan 100 mesh .

3.4.2 Ekstraksi SiO₂ dari lumpur Sidoarjo

Sebanyak 10 g lumpur yang telah dikalsinasi diambil dan dilarutkan dalam 100 mL NaOH 3 M. Selanjutnya larutan ini diaduk dengan pengaduk magnet sambil dipanaskan pada temperatur 100 °C selama satu jam. Setelah itu disaring dan filtratnya ditambah dengan HCl 1 M tetes demi tetes hingga pH 4 dan terbentuk endapan. Kemudian endapan disaring dan dicuci dengan ±300 mL aquades.

3.4.3 Pembuatan Gel Silika

Gel silika dibuat dengan cara mencetak endapan silika yang telah dicuci dengan akuades ke dalam suntikan 20 mL (*syringe*). Endapan yang dicetak selanjutnya di-*aging* pada temperatur 50 °C dan dimasukkan dalam desikator hingga terbentuk gel silika yang kaku (*rigid*).

3.4.4 Pembuatan Aerogel Silika

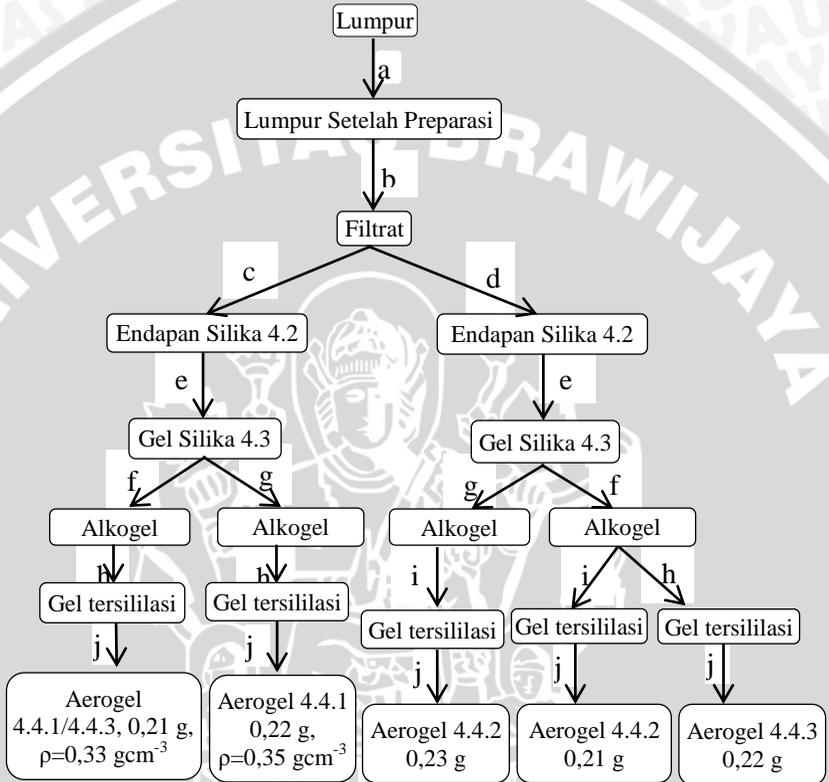
Aerogel silika disintesis dengan memberikan perlakuan pada gel silika. Gel silika direndam dalam metanol selama 24 jam dengan variasi temperatur perendaman yaitu direndam pada temperatur 50 °C dan temperatur ruang. Kemudian gel direndam dalam larutan pemodifikasi permukaan yaitu campuran metanol, heksana dan TMCS (*trimethylchlorosilane*) dengan perbandingan volume masing-masing larutan 1:1:1 dimana volume tiap larutan adalah 4 mL. Perendaman dengan agen pemodifikasi ini dilakukan pada temperatur 50 °C selama 24 jam. Setelah perendaman, gel yang telah dimodifikasi dikeringkan pada temperatur 50 °C selama satu jam dan dilanjutkan dengan temperatur 200 °C selama satu jam.

3.4.5 Karakterisasi

Karakterisasi dilakukan dengan spektrofotometer IR Shimadzu 8400S untuk mengetahui gugus fungsi yang ada dalam sampel aerogel silika menggunakan pelet KBr dan meletakkan aerogel silika diatas air untuk mengetahui hidrofobisitas aerogel. Aerogel bersifat hidrofobik jika tidak tenggelam dalam air melainkan mengapung di atas air.

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Alur Pekerjaan Pembuatan Aerogel Silika



Gambar 4.1 Alur pekerjaan.

Keterangan gambar alur pekerjaan

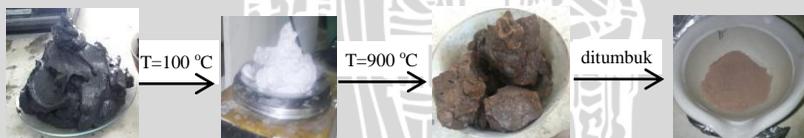
- a. Preparasi lumpur
- b. Ekstraksi lumpur dengan NaOH 3 M
- c. Ditambah HCl 1 M hingga pH 4
- d. Ditambah HCl 1 M hingga pH 4 pada temperatur 50 °C
- e. Dicuci akuades dan dicetak
- f. Direndam metanol 24 jam dengan temperatur 50 °C
- g. Direndam metanol 24 jam pada temperatur ruang

- h. Direndam metanol:heksana:TMCS 1:1:1 pada temperatur 50 °C selama 24 jam
- i. Direndam metanol:heksana:TMCS 1:1:1 pada temperatur ruang selama 24 jam
- j. Dikeringkan pada temperatur 50 °C selama satu jam dan dilanjutkan dengan pengeringan pada temperatur 200 °C selama satu jam

4.2 Ekstraksi Silika

Sintesis aerogel silika dari bahan Lumpur Sidoarjo (LUSI) dilakukan melalui berbagai tahapan yakni, preparasi lumpur, ekstraksi silika dari lumpur, pembuatan gel silika dan aerogel silika.

Preparasi lumpur dilakukan dengan cara mengoven lumpur yang berwarna abu-abu pada temperatur 110 °C selama 24 jam dan diperoleh lumpur kering berwarna abu-abu pucat. Lumpur kering selanjutnya dipanaskan pada temperatur 900 °C dalam tanur selama satu jam dan diperoleh lumpur berwarna merah kecoklatan. Tujuan pemanasan pada temperatur tinggi agar diperoleh bentuk silika yang metastabil [6,16]. Pada temperatur 900 °C diharapkan ikatan Si-O-Al menjadi lemah sehingga memudahkan pada proses ekstraksi SiO₂ [16]. Setelah lumpur ditanur selanjutnya ditumbuk hingga diperoleh lumpur kering berukuran 100 mesh atau lebih kecil. Penumbukan ini ditujukan untuk memperluas bidang kontak antara lumpur dengan NaOH sebagai basa yang dapat melarutkan silika sehingga ekstraksi silika menjadi optimal.



Gambar 4.2 Foto preparasi lumpur Sidoarjo.

Setelah lumpur dipreparasi, lumpur dianalisa kandungan unsur-unsur yang ada di dalamnya menggunakan spektroskopi fluoresens sinar-X dan diperoleh hasil seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Proses ekstraksi silika dilakukan dengan menambahkan 100 mL NaOH 3 M ke dalam 10 g lumpur dan dipanaskan pada temperatur 100 °C sambil diaduk dengan pengaduk magnet selama satu jam. Pada proses ini tidak hanya silika yang terekstrak melainkan ada unsur lain yang ikut terekstrak yakni Al, Ca dan Mg. Kemudian larutan disaring sehingga diperoleh endapan berwarna merah bata yang mengindikasikan banyaknya kandungan Fe³⁺ dalam residu lumpur serta filtrat bening yang mengandung silika [6].



Tabel 4.1. Hasil uji XRF lumpur Sidoarjo.

Senyawa	Satuan konsentrasi
Al ₂ O ₃	15 ±0,3%
SiO₂	49,9 ±0,04%
SO ₃	0,96 ±0,02%
K ₂ O	2,51 ±0,03%
CaO	6,14 ±0,04%
TiO ₂	1,74 ±0,02%
V ₂ O ₅	0,075 ±0,007%
Cr ₂ O ₃	0,067 ±0,001%
MnO	0,31 ±0,003%
Fe ₂ O ₃	21,7 ±0,2%
NiO	0,02 ±0,0009%
CuO	0,067 ±0,003%
ZnO	0,03 ±0,005%
SrO	0,34 ±0,01%
Eu ₂ O ₃	0,28 ±0,007%
Re ₂ O ₇	0,1 ±0,02%

Filtrat selanjutnya ditambah HCl 1 M tetes demi tetes hingga pH 4 dan terbentuk endapan sesuai dengan literatur [6]. Silika yang terkandung dalam filtrat terdapat dalam bentuk Na₂SiO₃ yang bersifat basa dengan pH 14. Natrium silikat selanjutnya diaktivasi dengan jalan protonasi pada Si-O sampai pH larutan berubah menjadi 4. Proses ini dapat disebut sebagai netralisasi parsial. Pada pH < 7 molekul yang dominan adalah H₂SiO₃. Asam silikat ini bersifat netral pada pH antara 2-4 dengan acuan titik isoelektrik silika berkisar pada

pH tersebut, yang berarti bahwa pada pH 2-4 tolakan elektrostatisnya lebih kecil dibandingkan saat keadaan basa sehingga cenderung mengalami pengendapan. Pengendapan ini diawali dengan pembentukan oligomer asam silikat dan dimer-dimer asam silikat yang lain [17]. Selain itu, alasan pengendapan silika dilakukan pada pH 4 adalah untuk memisahkan silika dengan Al yang larut pada pH 4 dan mengendap pada pH 5. Seperti yang telah dijelaskan sebelumnya, Al merupakan salah satu unsur yang ikut terlarut saat proses ekstraksi silika menggunakan NaOH 3 M sehingga agar diperoleh silika yang murni maka pemisahan antara Al dan silika sangat diperlukan.

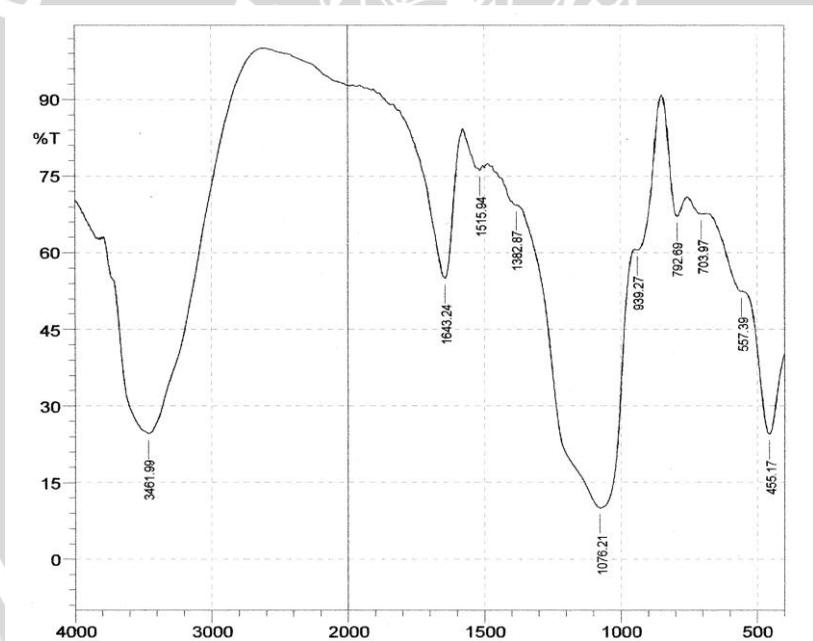
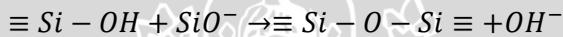
Endapan yang terbentuk dibiarkan sebentar hingga terpisah antara endapan dan filtrat, kemudian didekantasi dan endapan disaring menggunakan kertas saring. Dekantasi ini ditujukan agar proses pemisahan endapan silika dan filtratnya lebih mudah dan efisien. Selanjutnya dicuci dengan akuades untuk melarutkan NaCl yang terbentuk. Namun, proses pencucian ini tidak banyak merubah keberadaan ion Na dalam endapan silika karena ion Na tersebut berada di dalam agregat molekul-molekul silika yang tidak larut air. Hal ini secara visual dapat diamati dengan tidak adanya perubahan pada warna endapan setelah pencucian. Namun, pencucian berpengaruh pada pH endapan dimana sebelum pencucian pH endapan adalah 4 dan setelah pencucian dengan akuades 300 mL pH endapan berubah menjadi 7. Endapan ini diidentifikasi sebagai silika berdasarkan data spektrum infra merah yang ditunjukkan pada Gambar 4.3. Proses ini merupakan salah satu dari proses sol gel dimana tahapan ini sudah memasuki proses sintesis aerogel silika. Pada Gambar 4.4 menjelaskan mengenai alur ekstraksi silika.

Berdasarkan spektrum pada Gambar 4.3, diketahui adanya puncak serapan OH pada daerah 3460 dan 1640 cm^{-1} serta serapan Si-O-Si di daerah 1080 dan 450 cm^{-1} . Maka dari hal ini diketahui bahwa endapan yang diperoleh adalah endapan silika.

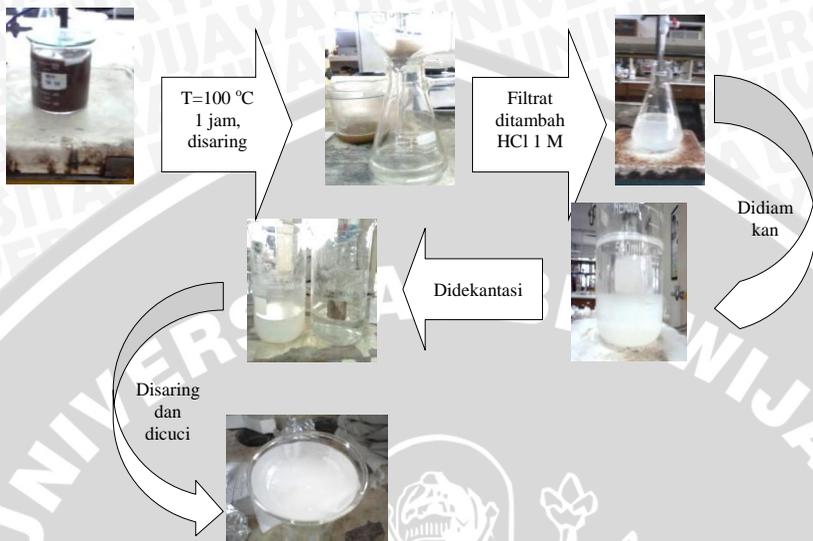
4.3 Pembuatan Gel Silika

Pembuatan hidrogel silika atau yang lebih umum disebut dengan gel silika dilakukan dengan memasukkan endapan silika ke dalam wadah cetakan. Cetakan yang digunakan adalah suntikan 20 mL. Endapan silika dicetak dengan volume sebanyak 5 mL.

selanjutnya didiamkan pada udara terbuka selama dua hari untuk proses pembentukan gel silika. Proses ini dapat disebut dengan *aging*. *Aging* dilakukan dengan pemanasan gel silika pada temperatur 50 °C selama tujuh jam untuk mempercepat reaksi pembentukan gel dan dilanjutkan dengan meletakkan gel dalam desikator hingga 41 jam. Dalam *aging* terjadi tiga tahapan yakni polikondensasi gugus silanol (Si-OH) membentuk ikatan siloksan ($\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$) sehingga terbentuk kerangka gel silika, sineresis yang mengakibatkan terjadinya penyusutan karena keluarnya molekul air sebagai hasil samping reaksi kondensasi dari dalam pori-pori gel serta *coarsening* atau *Ostwald ripening* yang menyebabkan terjadinya pengendapan kembali partikel yang berukuran besar [18]. Reaksi kondensasi yang terjadi adalah sebagai berikut [19].



Gambar 4.3 Spektrum IR endapan yang dikeringkan.



Gambar 4.4 Foto alur ekstraksi silika.

Reaksi kondensasi terjadi antara gugus silanol sebagai hasil dari protonasi gugus siloksi (SiO^-) dengan gugus siloksi itu sendiri. Hal ini terjadi sebagai akibat dari penambahan asam (H^+) yang dapat mengganggu delokalisasi elektron di sekitar atom Si dari gugus siloksi dan membentuk gugus silanol sehingga atom Si tersebut dapat diserang oleh SiO^- lainnya. Reaksi kondensasi berjalan lambat jika semua gugus siloksi diubah menjadi gugus silanol karena tidak ada atom O yang secara efektif mampu menyerang Si [19].

Selanjutnya gel silika akan dibedakan menjadi gel transparan untuk gel hasil pengendapan silika tanpa pemanasan dan gel putih untuk gel hasil pengendapan silika dengan pemanasan.



Gambar 4.5 Foto pencetakan endapan silika menjadi gel silika.

4.4 Sintesis Aerogel Silika

Aerogel silika disintesis dengan cara merendam gel silika dalam metanol dan agen sililasi. Gel silika pertama direndam dalam metanol selama 24 jam untuk penggantian pelarut, dilanjutkan dengan sililasi yang dilakukan dengan mencampur metanol:heksana:TMCS dengan perbandingan volume 1:1:1 dimana masing-masing larutan yang diberikan sebanyak 4 mL. Penggantian pelarut dimaksudkan untuk mengubah sifat kepolaran gugus-gugus penyusun kerangka gel silika yang pori-porinya berisi molekul-molekul air agar proses selanjutnya, yakni sililasi yang bahannya bersifat nonpolar dapat berjalan secara efektif. Pada penggantian pelarut ini digunakan metanol karena metanol dapat larut dalam air sehingga metanol dapat mengikat air yang ada di pori-pori. Metanol dipilih karena metanol memiliki tegangan permukaan dan tekanan uap yang rendah dibanding dengan jenis alkohol lain sehingga perendaman gel dengan metanol menyebabkan berkurangnya penyusutan gel saat dikeringkan [17]. Sililasi adalah proses pembentukan ikatan siloksan ($\equiv\text{Si-O-Si}(\text{CH}_3)_3$) dari gugus silanol (Si-O-H) sehingga permukaan dari gel silika mengalami modifikasi. Modifikasi ini mampu menurunkan tekanan kapiler gel sehingga setelah gel dikeringkan hanya terjadi sedikit penyusutan dan gel menjadi bersifat hidrofobik. Adapun variasi perlakuan yang diberikan di sini adalah perbedaan temperatur saat proses penggantian pelarut.

Secara umum aerogel silika yang terbentuk mengalami sedikit penyusutan karena adanya agen pemodifikasi permukaan yang dapat memperkecil tekanan kapiler dibandingkan dengan gel silika yang dikeringkan tanpa modifikasi permukaan. Selain itu aerogel silika juga bersifat rapuh tetapi tidak pecah ketika dijatuhkan.



Gambar 4.6 Foto gel silika kering tanpa modifikasi permukaan.



Gambar 4.7 Foto pengukuran ukuran gel dan aerogel.

4.4.1 Variasi Temperatur Pengendapan Silika

Penambahan HCl 1 M dilakukan dengan adanya variasi terhadap temperatur yakni temperatur ruang dan temperatur 50 °C. Pada temperatur 50 °C diharapkan dapat mempercepat reaksi pembentukan endapan silika. Pemanasan yang diberikan saat proses penambahan asam secara kasat mata memberikan pengaruh pada tekstur, warna, dan volume endapan. Endapan silika yang terbentuk pada temperatur ruang secara visual terlihat lebih transparan, sedangkan untuk penambahan HCl 1 M pada temperatur 50 °C dihasilkan endapan yang lebih banyak, berwarna putih, dan lembek. Warna putih pada endapan ini dapat dikaitkan dengan semakin banyaknya endapan yang terbentuk. Pada temperatur 50 °C NaCl mengendap bersamaan dengan berkurangnya jumlah H₂O. Dengan kata lain, kelarutan NaCl berkurang dengan berkurangnya volume H₂O yang dapat disebabkan oleh adanya penguapan H₂O karena pemanasan. Sehingga, dengan banyaknya NaCl yang mengendap maka semakin banyak pula NaCl yang terjebak dalam agregat silika. Pada endapan yang diendapkan pada temperatur ruang juga masih memungkinkan adanya NaCl yang terjebak dalam agregat silika hanya konsentrasinya yang lebih kecil. Hal ini dapat diamati melalui warna endapan. Selain itu, penelitian sebelumnya menunjukkan pengaruh temperatur terhadap endapan silika dimana semakin tinggi temperatur pengendapan maka semakin kecil partikel silika yang

dihasilkan yang berarti pula porositas endapan silika yang semakin besar [20]. Ukuran partikel yang kecil ini dapat disebabkan oleh semakin banyaknya silika yang mengendap akibat adanya tambahan energi dengan bertambahnya temperatur. Peningkatan temperatur ini menyebabkan laju nukleasi lebih besar dibandingkan laju pertumbuhan partikel, sehingga partikel yang dihasilkan banyak dan berukuran kecil [21]. Oleh sebab itu, endapan silika yang dihasilkan pada temperatur 50 °C memiliki tekstur lebih lembek karena ukuran partikel yang lebih kecil. Perbedaan warna endapan ini dapat dilihat pada Gambar 4.8.

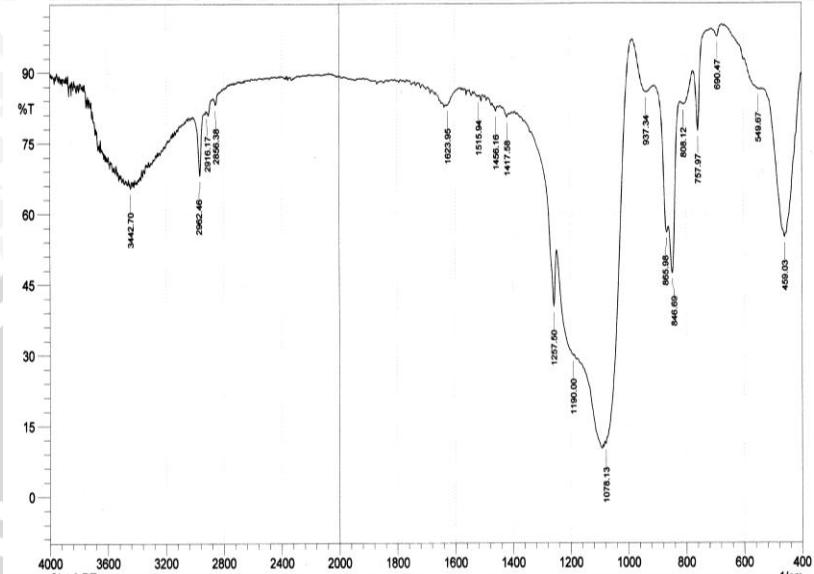


Gambar 4.8 Foto endapan silika, (kiri) pada $T = 50\text{ }^{\circ}\text{C}$, (kanan) temperatur ruang.

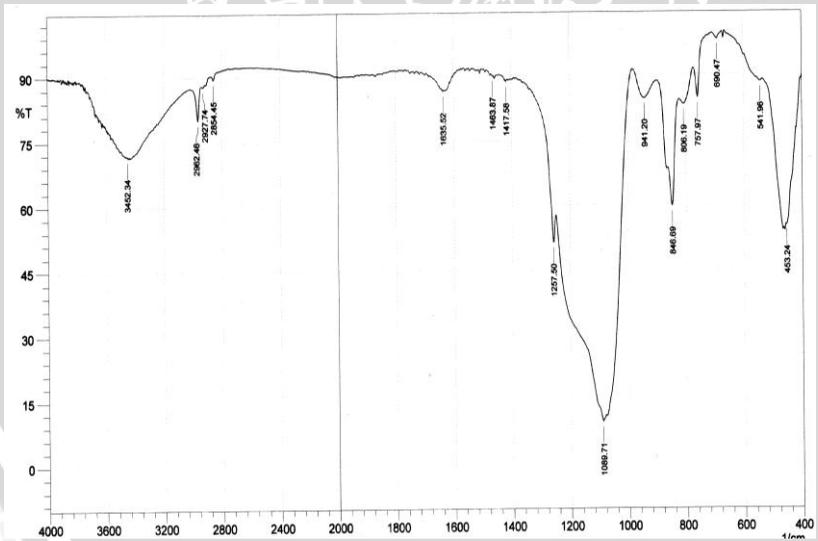
Pada variasi temperatur pengendapan silika ini, untuk temperatur perendaman metanol dan sililasi disamakan yakni 50 °C. Spektra infra merah untuk variasi ini ditunjukkan pada Gambar 4.9 dan 4.10 .

Kedua spektra pada Gambar 4.9 dan 4.10 menunjukkan serapan OH pada daerah 3440 dan 1600 cm^{-1} untuk gel transparan lebih besar dari gel putih. Sedangkan untuk serapan yang mengindikasikan adanya sililasi yang tampak pada panjang gelombang 2960, 1250 dan 840 cm^{-1} menunjukkan hasil yang sama dengan serapan OH yakni serapan-serapan ini tampak lebih besar pada aerogel silika dari gel transparan. Dari hal ini dapat diketahui bahwa sililasi telah terjadi pada kedua gel.

Secara visual kedua aerogel ini memberikan hasil yang berbeda. Aerogel yang terbentuk dari gel transparan terlihat lebih padat dibandingkan dengan aerogel dari gel putih. Selain itu warna aerogel dari gel putih juga lebih kuning seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.11.



Gambar 4.9 Spektra IR aerogel silika pada pengendapan silika temperatur ruang (gel transparan).



Gambar 4.10 Spektra IR aerogel silika pada pengendapan temperatur 50 °C (gel putih).



a



b

Gambar 4.11 Foto aerogel, a) aerogel dari gel transparan, b) aerogel dari gel putih.

Setelah proses pemanasan pada temperatur $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ aerogel silika yang dihasilkan mengalami keretakan. Hal ini dikarenakan pada proses pemanasan temperatur $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ tanur yang digunakan sulit dikontrol sehingga temperatur naik hingga $100\text{ }^{\circ}\text{C}$. Perubahan temperatur yang drastis ini dapat menjadi sebab terjadinya keretakan.

Kadar natrium yang ada di dalam aerogel silika diidentifikasi menggunakan spektroskopi serapan atom. Sebanyak $0,2\text{ g}$ aerogel silika dimasukkan ke dalam 5 mL akuades dan didiamkan beberapa saat kemudian disaring. Air hasil saringan diuji kadar logam natriumnya. Keluaran yang diharapkan dari sini adalah natrium yang ada dalam aerogel silika dapat terlarut dalam air. Namun, hasil yang diberikan oleh kedua aerogel tersebut tidak memiliki banyak perbedaan seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2. Daftar konsentrasi natrium dalam aerogel silika.

Material	Absorbansi	Konsentrasi (ppm)
Aerogel dari gel transparan	0,244	1,047
Aerogel dari gel putih	0,262	1,124

Kadar natrium yang teridentifikasi dalam air hasil saringan tidak menunjukkan banyak perbedaan. Hal ini dapat dikarenakan logam natrium masih terjebak dalam silika yang telah memadat sedangkan aerogel silika itu sendiri tidak larut dalam air. Sehingga berdasarkan hal ini dapat diketahui bahwa mengukur kadar natrium yang terjebak dalam silika pada aerogel silika dengan cara

memasukkannya dalam air menggunakan metode spektroskopi serapan atom tidaklah efektif.

4.4.2 Variasi Temperatur Penggantian Pelarut pada Gel Transparan

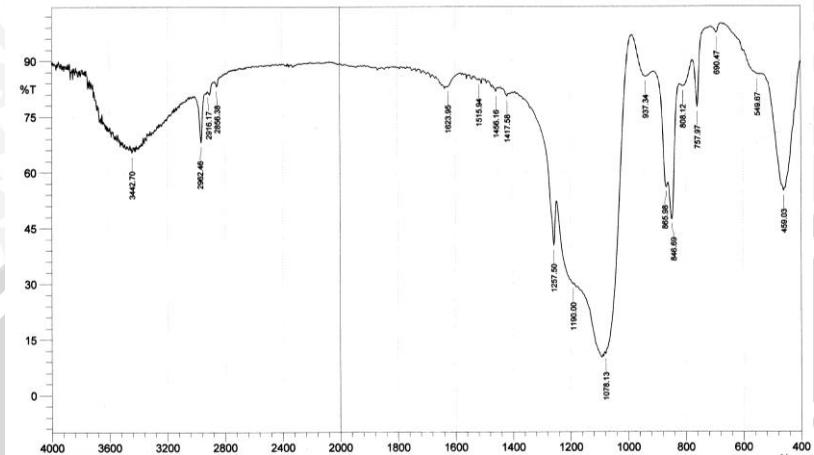
Gel silika direndam dalam metanol selama 24 jam pada temperatur ruang dan pada temperatur 50 °C sebagai variasi. Gel yang telah mengalami penggantian pelarut ini terlihat lebih transparan dari gel silika sebelumnya dan mengalami sedikit pembengkakan. Namun, tidak ada perbedaan secara visual antara gel silika yang direndam pada temperatur ruang dan yang dengan temperatur 50 °C.



Gambar 4.12 Foto gel transparan setelah direndam metanol.

Penggantian pelarut dilakukan agar proses sililasi gel berlangsung dengan baik. Sililasi tidak dapat dilakukan pada kondisi gel masih mengandung air karena sifat polar antara air dan agen sililasi yang berbeda. Adanya air akan mampu mendekomposisi agen sililasi dalam hal ini TMCS. TMCS yang bersifat nonpolar sangat sensitif dengan adanya atom hidrogen aktif sehingga jika dalam gel masih mengandung air maka TMCS akan bereaksi dengan air, membuat proses sililasi tidak efisien [22]. Pada kasus ini, tidak keseluruhan air dapat diganti oleh metanol karena pada kenyataannya tidak ada metanol yang bebas air. Selain itu, ada pula batasan-batasan tertentu yang mencegah metanol dapat menggantikan air seperti pada daerah gel yang memiliki pori-pori kecil dimana ikatan hidrogen pada daerah tersebut adalah yang paling kuat [23].

Setelah proses penggantian pelarut, dilanjutkan dengan sililasi. Sililasi ini merupakan reaksi dari TMCS (trimetilklorosilan) dengan gugus hidroksil silika sehingga menghasilkan jembatan siloksan [22].



Gambar 4.15 Spektra IR aerogel silika dengan perendaman metanol pada temperatur 50 °C.

Pada kedua spektra di atas vibrasi OH ditunjukkan oleh serapan pada 3440 cm^{-1} adalah pita serapan O-H, 2900 cm^{-1} adalah pita serapan dari ikatan C-H, daerah 1600 cm^{-1} adalah pita serapan dari vibrasi rentangan Si-OH, 1250 cm^{-1} merupakan serapan dari ikatan Si-C, 1200 cm^{-1} adalah serapan dari vibrasi rentangan simetri Si-O-Si, 1070 cm^{-1} adalah serapan dari vibrasi rentangan asimetri Si-O-Si, 846 cm^{-1} adalah serapan dari ikatan Si-C, 750 cm^{-1} adalah serapan dari vibrasi tekuk Si-O-Si dan pada daerah 450 cm^{-1} adalah pita serapan dari vibrasi rentangan simetri Si-O-Si. Serapan yang ditunjukkan oleh kedua spektra IR ini sesuai dengan ciri-ciri spektra aerogel silika pada literatur [14,23].

Pengaruh penggantian pelarut pada spektra di atas terlihat adanya pita serapan di daerah 3440 cm^{-1} dan 1600 cm^{-1} yang menandakan adanya serapan OH. Pada gambar di atas dapat diperhatikan bahwa intensitas serapan pada daerah 3440 cm^{-1} dan 1600 cm^{-1} berkurang dengan naiknya temperatur perendaman metanol. Hal ini berarti bahwa perendaman metanol pada temperatur $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ dapat menggantikan air lebih baik dibanding perendaman pada temperatur ruang. Selain itu, intensitas dari serapan Si-C juga lebih tinggi pada spektra IR untuk perendaman metanol pada temperatur $50\text{ }^{\circ}\text{C}$.

4.4.3 Pengaruh Variasi Temperatur Penggantian Pelarut pada Gel Putih yang Disililasi pada Temperatur Ruang

Pada gel putih dilakukan variasi temperatur penggantian pelarut sama seperti gel transparan. Gel putih direndam dalam metanol pada temperatur ruang dan 50 °C masing-masing selama 24 jam. Pengamatan secara visual setelah proses penggantian pelarut tidak terlihat adanya perbedaan. Gel terlihat sedikit bengkak dan sedikit lebih buram dari gel transparan yang telah mengalami penggantian pelarut seperti yang terlihat pada Gambar 4.16.



Gambar 4.16 Foto gel silika setelah direndam metanol, a) gel transparan, b) gel putih.

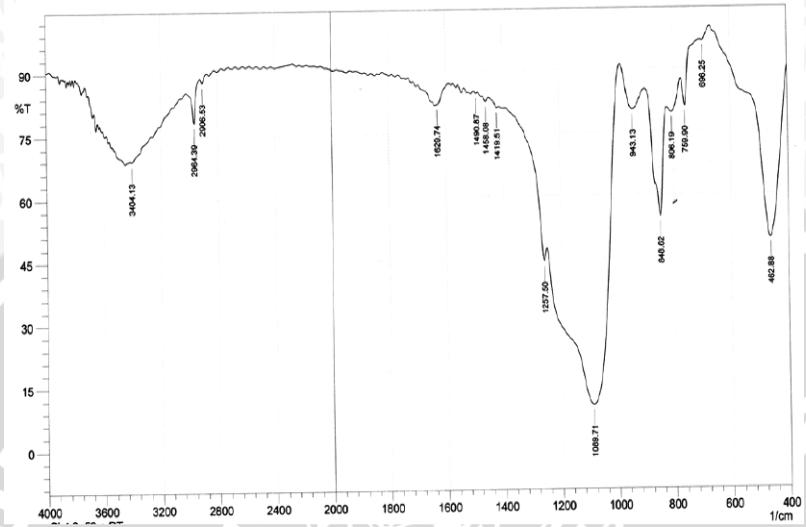
Setelah gel mengalami penggantian pelarut, metanol ditiriskan dan gel disililasi pada temperatur ruang selama 24 jam. Pada tahap ini terlihat perbedaan yang jelas antara gel yang direndam metanol pada temperatur ruang dan 50 °C. Gel yang direndam metanol pada 50 °C memiliki bentuk yang sama seperti sebelumnya, tetapi untuk gel yang direndam metanol pada temperatur ruang tidak dapat mempertahankan bentuknya seperti semula atau memiliki kecenderungan berbentuk serbuk, seperti yang ditampilkan pada Gambar 4.17.



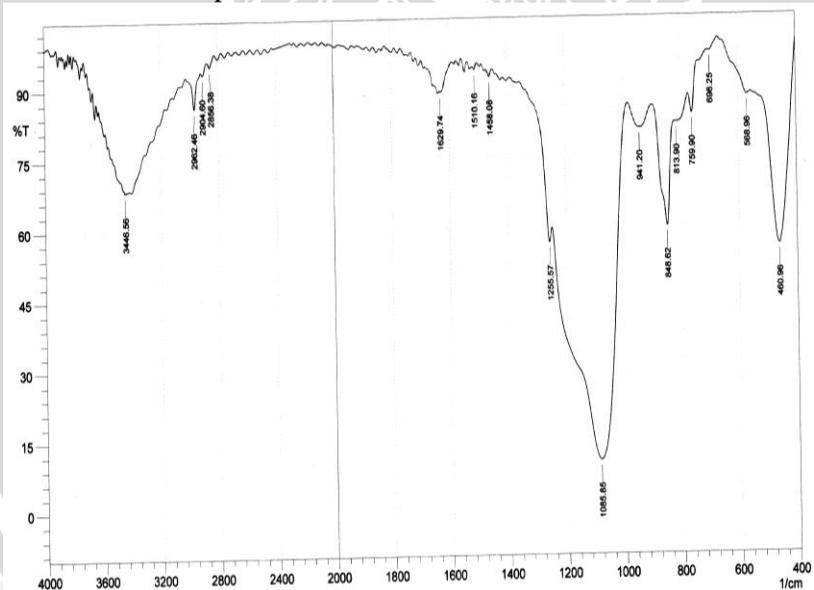
Gambar 4.17 Foto gel silika setelah disililasi, a) perendaman metanol pada 50 °C, b) temperatur ruang.

Rusaknya bentuk gel putih yang direndam metanol dan disililasi pada temperatur ruang dapat disebabkan oleh kurang kuatnya bangun struktur yang menyusun gel tersebut. Gel putih seperti yang telah dibahas sebelumnya memiliki ukuran partikel yang lebih kecil dibandingkan gel transparan, sehingga gel putih memiliki lebih banyak pori-pori. Disamping itu, penggantian pelarut metanol juga memiliki peran untuk memperkuat ikatan gel dimana penggantian pelarut pada gel ini dilakukan pada temperatur ruang sehingga dapat dimungkinkan ikatan-ikatan yang ada dalam gel belum terlalu kuat untuk melanjutkan tahap berikutnya yakni sililasi. TMCS memiliki ukuran molekul yang cukup besar dengan adanya tiga gugus metil yang terikat pada atom Si sehingga ketika molekul ini memasuki pori-pori gel sedangkan kerangka gel belum terlalu kuat maka dimungkinkan ikatan pada partikel gel terputus. Oleh sebab itu gel menjadi hancur. Gambar 4.18 dan 4.19 adalah spektra infra merah aerogel silika yang diperoleh dari variasi temperatur perendaman metanol dengan sililasi pada temperatur ruang.

Dari Gambar 4.18 dan 4.19 dapat diketahui bahwa intensitas serapan OH pada daerah 3440 cm^{-1} sedikit lebih besar pada gel yang direndam pada temperatur ruang. Tetapi pada daerah 1600 cm^{-1} yang mengindikasikan adanya ikatan Si-OH, intensitas serapan OH terlihat berbeda antara kedua gel dimana gel yang direndam pada temperatur $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ memiliki intensitas serapan yang lebih besar. Besarnya intensitas serapan OH ini mengindikasikan bahwa gel yang direndam metanol pada temperatur $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ memiliki lebih banyak gugus Si-OH. Sililasi ditunjukkan oleh adanya serapan pada daerah 2960 cm^{-1} untuk ikatan C-H, 1250 dan 840 cm^{-1} untuk ikatan Si-C dimana intensitas serapan gel dengan perendaman metanol pada temperatur $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ lebih besar dibandingkan dengan gel yang direndam pada temperatur ruang. Dari data spektra ini dapat diketahui bahwa perendaman metanol pada temperatur $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ menunjukkan hasil sililasi yang lebih baik walaupun ada serapan Si-OH yang lebih besar dari gel yang direndam pada temperatur ruang. Dihasilkannya data yang kurang sesuai dengan teori ini dapat dikarenakan oleh kesalahan pada saat proses identifikasi material yakni kurang akuratnya berat sampel yang digunakan untuk identifikasi.



Gambar 4.18 Spektra IR aerogel silika yang drendam matanol pada temperatur 50 °C.



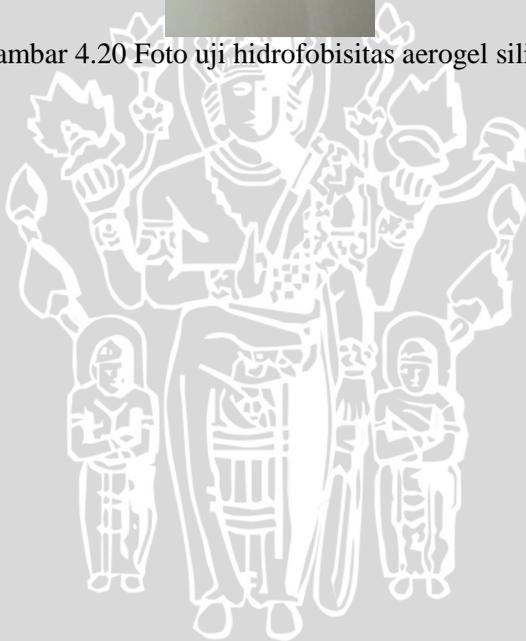
Gambar 4.19 Spektra IR aerogel silika yang drendam metanol pada temperatur ruang.

4.5 Uji Hidrofobitas

Uji hidrofobitas dilakukan dengan meletakkan aerogel silika di atas air. Secara kualitatif, seluruh aerogel mengapung di atas air sehingga dapat dikatakan bahwa aerogel silika yang dihasilkan bersifat hidrofobik. Sifat hidrofobik ini dikarenakan adanya gugus-gugus metil yang berasal dari agen pemodifikasi permukaan yakni TMCS yang terikat pada atom Si.



Gambar 4.20 Foto uji hidrofobitas aerogel silika.



BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

4.6 Kesimpulan

Berdasarkan percobaan dapat ditarik kesimpulan bahwa sintesis aerogel silika dapat dilakukan dengan menggunakan bahan baku lumpur Sidoarjo dengan mengekstrak silika terlebih dahulu. Agar diperoleh endapan silika yang murni, pada saat proses pengendapan dilakukan pada temperatur ruang.

Sintesis aerogel silika dapat dilakukan pada temperatur ruang untuk proses penggantian pelarut atau sililasi, tetapi tidak dapat dilakukan pada kondisi temperatur ruang pada kedua proses yakni penggantian pelarut dan sililasi. Aerogel silika yang diperoleh dengan penggantian pelarut dan sililasi pada temperatur ruang memiliki kecenderungan berbentuk serbuk setelah proses sililasi.

4.7 Saran

Hasil penelitian yang ada sekarang ini belum begitu akurat. Semoga penelitian ini dapat dikembangkan pada penelitian berikutnya dengan hasil yang lebih akurat dan bagus.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Jalil, A. A., Triwahyono S., Adam S. H., Rahim N. D., Aziz M. A., Hairom N. H., Razali . A., Abidin M. A., Mohamadiah M. K., 2010, **Adsorption of Methyl Orange from Aqueous Solution onto Calcined Lapindo Volcanic Mud**, *Journal of Hazardous Materials*, No. 1-3, Vol. 181, Hal. 755-762, NCBI, Bethesda.
- [2] Pohl, Christine, 2007, **Lapindo Brantas and the Mud Volcano – Sidoarjo Indonesia**, Friends of the Earth International and Friends of the Earth Europe,
http://www.google.co.id/url?sa=t&rct=j&q=silicon%20extraction%20in%20lapindo&source=web&cd=1&ved=0CCUQFjAA&url=http%3A%2F%2Fwww.profundo.nl%2Ffiles%2Fdownload%2FoEI0706a.pdf&ei=XAOZT7ufAYzxrQerkNCqAQ&usg=AFQjCNHrJGxEaUcOY4zIVyyMbtL3_2-HIA&cad=rja, Online, diakses 23 April 2012.
- [3] Setyowati, Edhi Wahjuni, 2009, **Penggunaan Campuran Lumpur Lapindo Terhadap Peningkatan Kualitas Genteng Keramik**, *Dinamika Teknik Sipil*, No. 1, Vol. 9, Hal. 67-75, Fakultas Teknik Universitas Brawijaya, Malang.
- [4] Hrubesh, Lawrence W., 1998, **Aerogel Applications**, *Journal of Non-Crystalline Solids*, No. 1998, Vol. 225, Hal. 335-342, Elsevier, New York.
- [5] Pierre Alain C. and Arnaud R., 2011, **SiO₂ Aerogels**, Michel A. A., Nicholas L., Mathias M. K., *Aerogels Handbook*, Springer, New York, Hal. 21-45.

- [6] Shodiq, Muhammad Ja'far, 2012, **Studi Sintesis Nanopartikel SiO₂ dari Lumpur Lapindo**, *Skripsi*, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya, Malang.
- [7] Patnaik Pradyot, 2003, **Handbook of Inorganic Chemicals**, McGraw-Hill Company, New York, Hal. 822-826.
- [8] Hunt Arlon and Michael A., 2012, **Silica aerogel**, Lawrence Berkeley Laboratories : Microstructured Materials Groups, California, Hal. 1-12.
- [9] Sinko Katalin, 2010, **Influence of Chemical Conditions on the Nanoporous Structure of Silicate Aerogels**, *Materials*, Vol. 3, Hal. 704-740.
- [10] Pierre, Alain C. and Gerard M. P., 2002, **Chemistry of Aerogels and Their Applications**, *American Chemical Society*, No. 11, Vol. 102, Hal. 4243-4265.
- [11] Valdes, James J. and Erica R. V., 2010, **Bio-Inspired Materials and Devices for Chemical and Biological Defense**, Center for Technology and National Security Policy: National Defense University, Washington D.C, Hal. 16-17.
- [12] Gawel, Bartłomiej, K. Gawel and G. Oye, 2010, **Sol-Gel Synthesis of Non-Silica Monolithic Materials**, *Materials*, Vol. 3, Hal. 2815-2833.

- [13] Vasant E. F., Voort P. V. D., Vrancken K. C., 1995, **Characterization and Chemical Modification of the Silica Surface**, Elsevier, Tokyo, Hal. 15-26.
- [14] Bangi Uzma K. H., 2010, **Preparation and Characterization of Hydrophobic Aerogels using Inorganic Precursor by Ambient Pressure Drying**, *Disertasi*, Faculty of Science, Shivaji University, Kolhapur.
- [15] Shajesh P., 2009, **Organically Modified Sol-Gel Derived Siloxane Networks: Mesoporous, Hybrid Aerogels through Ambient Pressure Drying**, *Disertasi*, Faculty of Science, Cochin University of Science and Technology, Kerala.
- [16] Bakri Ridla, Tresye U. dan Indra P. S., 2008, **Kaolin sebagai Sumber SiO₂ untuk Pembuatan Katalis Ni/SiO₂: Karakterisasi dan Uji Katalis pada Hidrogenasi Benzena menjadi Sikloheksana**, *Makara Sains*, No. 1, Vol. 12, Hal. 37-43, Universitas Indonesia, Jakarta.
- [17] Rao A. V., Pajonk G. M., Bangi U. K. H., Rao A. P. dan Koebel M. M., 2011, **Sodium Silicate Based Aerogels via Ambient Pressure Drying**, Aergarter M. A., Leventis N. dan Koebel M. M., *Aerogels Handbook*, Springer, New York, Hal. 103-124.
- [18] Nuryono dan Narsito, 2005, **Pengaruh Konsentrasi Asam terhadap Karakter Silika Gel Hasil Sintesis dari Natrium Silikat**, *Indo. J. Chem.*, No. 1, Vol. 5, Hal. 23-30.

- [19] Mujkanovic Adnan, Petar P., Ljubica V. dan Gordana O., **The Influence of Precipitation Temperature on Silica Morfology**, *Trends in the Development of Machinery and Associated Technology*, Mediterranean Cruise, 11-18 September 2010.
- [20] Supelco, 1997, **TMCS:Product Spesification**, Sigma-Aldrich Co., <http://www.sigmaaldrich.com/catalog/search?interface=All&term=tmc&price&lang=en®ion=ID&focus=documents&N=0+220003049+219853144+219853286&mode=match%20partialmax>, Online, diakses tanggal 12 September 2012.
- [21] Harvey David, 2000, **Modern Analytical Chemistry**, McGraw-Hill Company, Boston, Hal. 233-242.
- [22] Sommers R. A., 1963, **A Surface Study of Cotton Dried from Liquid Carbon Dioxide at Zero Surface Tension**, *Disertasi*, Institute of Paper Chemistry, Lawrence College, Wisconsin.
- [23] Sarawade P. B., Kim J. K., Park J. K., dan Kim H, K, 2006, **Influence of Solvent Exchange in the Physical Properties of Sodium Silicate Based Aerogel Prepared at Ambient Pressure**, *Aerosol and Air Quality Research*, Vol. 6, Hal. 93-105.

LAMPIRAN

A. Perhitungan Pembuatan Larutan

A1. Pembuatan NaOH 3 M

Larutan NaOH 3 M dibuat dari NaOH padatan dengan cara melarutkan terlebih dahulu dalam gelas beaker kemudian mengencerkannya menggunakan labu takar 100 mL. Perhitungan NaOH yang dibutuhkan untuk mengencerkan NaOH padatan menjadi NaOH 3 M adalah sebagai berikut

$$M = \frac{n}{V}$$

$$n = M \times V$$

$$m = M \times V \times Mr$$

$$m_{NaOH} = 3 \frac{\text{mol}}{\text{L}} \times 0,1 \text{ L} \times 40 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$$

$$m_{NaOH} = 12 \text{ g}$$

A2. Pembuatan HCl 1 M

HCl 1 M dibuat dengan cara mengencerkan HCl 37% yang memiliki massa jenis $1,19 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$ dalam labu takar 500 mL.

$$M = \frac{10 \times \text{kadar} \times \rho}{Mr}$$

Berdasarkan rumus di atas maka diperoleh konsentrasi HCl 37% adalah 12,2 M. Selanjutnya untuk mengetahui berapa banyak HCl 37% yang dibutuhkan untuk membuat HCl 1 M maka digunakan rumus berikut.

$$M_{HCl\ 37\%} \times V_{HCl\ 37\%} = M_{HCl\ 1\ M} \times V_{HCl\ 1\ M}$$

Maka diperoleh banyaknya HCl 37% yang dibutuhkan untuk membuat HCl 1 M adalah 41 mL.

A3. Pembuatan TMCS (*Trimethylchlorosilane*) 33%

TMCS 33% dibuat dengan cara mengencerkan TMCS 99% hingga 100 mL dengan pelarut n-heksana. Rumus yang digunakan untuk pengenceran adalah.

$$Kadar_1 \times V_{TMCS\ 99\%} = Kadar_2 \times V_{TMCS\ 33\%}$$

Berdasarkan perhitungan ini maka diperoleh volume TMCS 99% yang dibutuhkan untuk membuat TMCS 33% adalah 33,3 mL

A4. Pembuatan Kurva Baku Na

Kurva baku logam natrium dibuat dengan cara melarutkan padatan NaCl dalam akuademin untuk pembuatan larutan induk 1000 ppm dalam labu takar 100 mL. Kemudian larutan induk 1000 ppm diencerkan sampai konsentrasi 10 ppm menggunakan labu takar 100 mL Selanjutnya dari larutan 10 ppm ini dilakukan pengenceran sampai konsentrasi 0,2, 0,4, 0,8, 1, dan 2 ppm menggunakan labu takar 25 mL. Kemudian masing-masing larutan yang telah diencerkan ini (2, 0,8, 0,4, 0,2 ppm) diambil dan dimasukkan ke dalam botol sampel. Selanjutnya masing-masing botol sampel diberi setetes larutan lanthan. Perhitungan pembuatan larutan untuk kurva baku Na adalah sebagai berikut.

- Pembuatan larutan Na 1000 ppm sebanyak 100 mL

$$Massa\ Na = 1000\ \frac{mg}{L} \times 100\ mL \times \frac{1}{1000}\ \frac{g}{mg} \times \frac{1}{1000}\ L/mL$$

$$Massa\ Na = 0,1\ g$$

$$Mol\ Na = Mol\ NaCl$$

$$\frac{Massa\ Na}{Mr\ Na} = \frac{Massa\ NaCl}{Mr\ NaCl}$$

$$\frac{Massa\ NaCl}{58,44\ \frac{g}{mol}} = \frac{0,1\ g}{22,99\ \frac{g}{mol}}$$

$$Massa\ NaCl = 0,254\ g$$

- Pembuatan Larutan HCl 25% sebanyak 10 mL
Larutan HCl 25% dibuat dengan cara mengencerkan larutan HCl 37% dengan menggunakan rumus

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$37\% \times V_1 = 25\% \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 6,75 \text{ mL}$$

- Pembuatan Larutan Lanthan sebanyak 25 mL
Larutan lanthan dibuat dengan melarutkan padatan $\text{LaCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ke dalam 5 mL akuades dan diaduk. Kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 25 mL dan ditambah larutan HCl 25% hingga tanda batas. Adapun perhitungan massa $\text{LaCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang diburuhkan adalah aebagai berikut:

$$\text{Mol La} = \text{Mol LaCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$$

$$\frac{\text{Massa La}}{\text{Mr La}} = \frac{\text{Massa LaCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{\text{Mr LaCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}$$

$$\frac{\text{Massa LaCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{353,3578 \text{ g/mol}} = \frac{0,625 \text{ g}}{138,92 \text{ g/mol}}$$

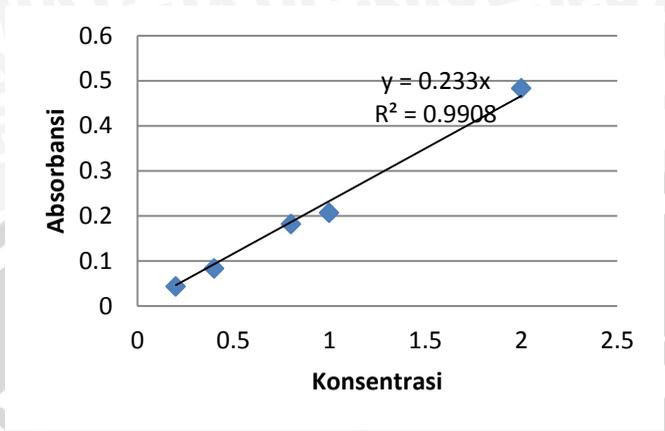
$$\text{Massa LaCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 1,5899 \text{ g}$$

Kurva baku Na yang diperoleh seperti Perhitungan volume larutan induk yang dibutuhkan untuk pengenceran menggunakan rumus berikut ini.

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

Tabel A4. Daftar pengenceran larutan NaCl.

Konsentrasi awal (ppm)	Volume yang diambil (mL)	Konsentrasi akhir (ppm)	Volume akhir (mL)
1000	1	10	100
10	5	2	25
10	2	0,8	25
10	1	0,4	25
10	0,5	0,2	25

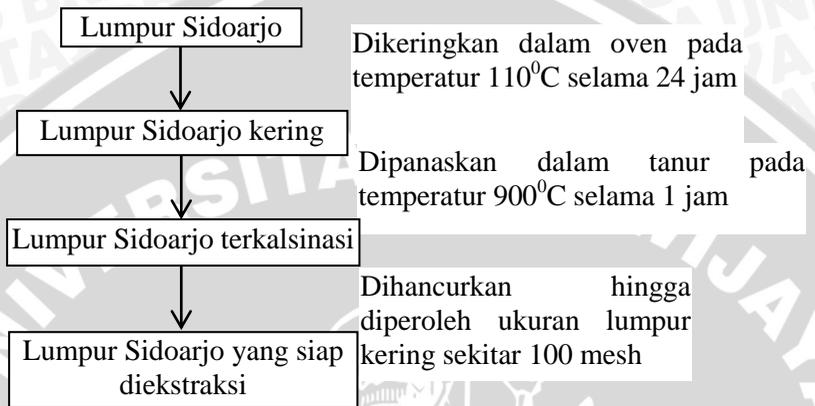


Gambar A4. Kurva baku Na

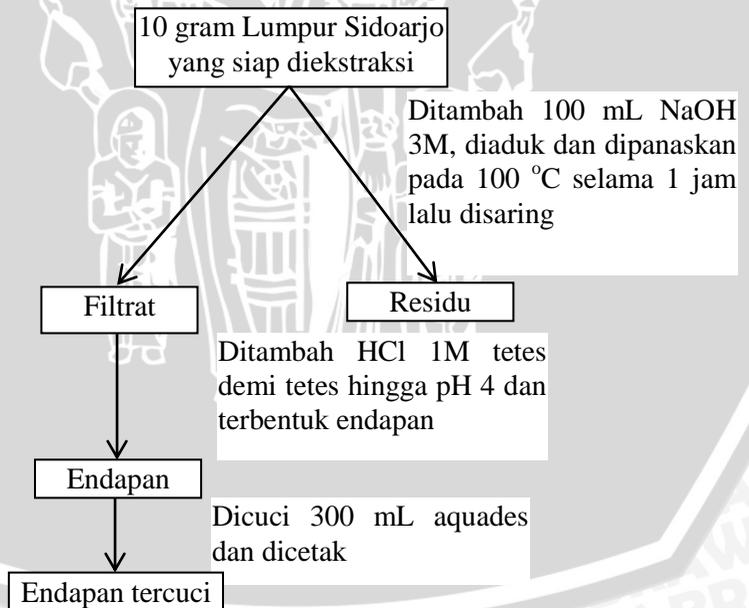


B. Skema Kerja

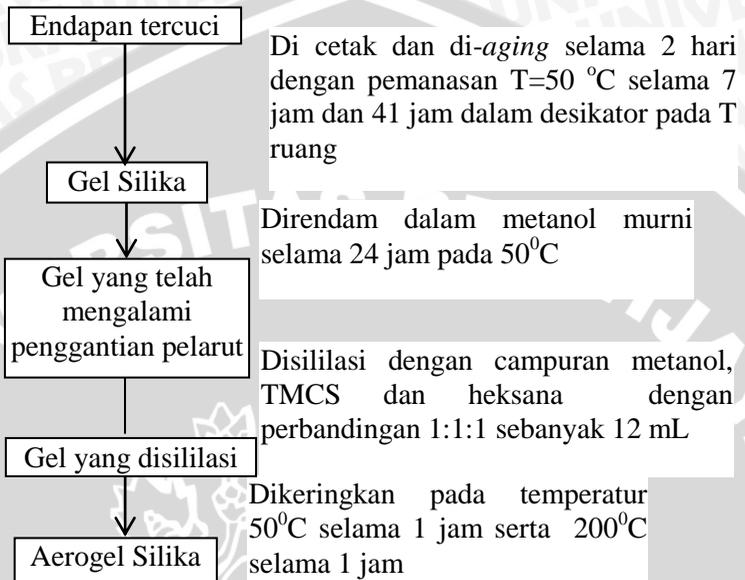
B1. Preparasi Lumpur Sidoarjo



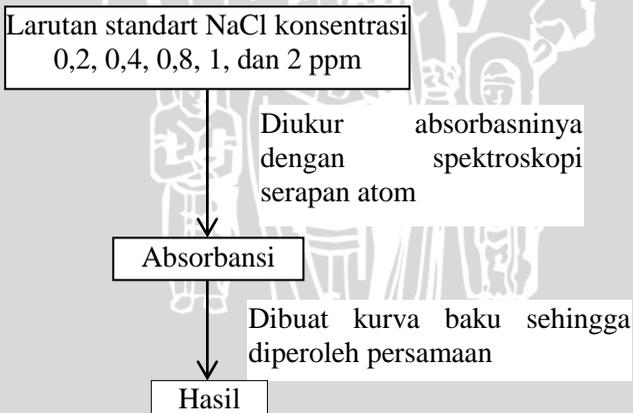
B2. Ekstraksi SiO_2 dari Lumpur Sidoarjo



B3. Pembuatan aerogel silika



B4. Pembuatan Kurva Baku Na



B5. Pengukuran Kadar Na

Aerogel silika 0,2 g

Diletakkan di atas 5 mL akuades,
didiamkan beberapa menit,
disaring dan diukur absorbansi
filtrat menggunakan SSA

Data

