

PENGARUH TEMPERATUR PENGGANTIAN PELARUT TERHADAP HIDROFOBISITAS AEROGEL SILIKA

Fifi Nafikah, Rachmat Triandi Tjahjanto*, Danar Purwonugroho

*Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya,
Jl. Veteran Malang 65145*

*Alamat korespondensi, Tel : +62-341-575838, Fax : +62-341-575835
Email: rachmat_t@ub.ac.id

ABSTRAK

Aerogel silika telah disintesis dengan bahan dasar lumpur Lapindo. Sintesis aerogel silika dilakukan melalui beberapa tahapan yang diawali dengan mengekstrak silika yang ada dalam lumpur Lapindo kemudian endapan silika yang masih basah dicetak sehingga terbentuk gel silika. Gel silika selanjutnya direndam dalam metanol dan sebagai variasi adalah temperatur perendaman yakni pada temperatur ruang dan 50 °C, selanjutnya masing-masing gel dimodifikasi permukaannya dengan TMCS (*trimethylchlorosilane*) sebagai agen sililasi, kemudian dikeringkan pada tekanan ambien dengan temperatur 50 °C selama satu jam dan dilanjutkan pemanasan pada temperatur 200 °C selama satu jam. Aerogel silika yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer infra merah dan uji hidrofobitas. Penggantian pelarut pada temperatur 50 °C menghasilkan aerogel yang lebih hidrofobik daripada aerogel yang diperoleh dari penggantian pelarut pada temperatur ruang berdasarkan spektra infra merah. Aerogel yang dihasilkan bersifat hidrofobik dan buram.

Kata kunci: aerogel silika, lumpur Lapindo, tekanan ambien, penggantian pelarut

ABSTRACT

Silica aerogel from Lapindo mud has been synthesized. It was synthesized by multiple steps which started by extracting silica from Lapindo mud. Silicas were molded in syringe so that silica gel formed. Silica hydrogels were immersed in methanol at room temperature and 50 °C as variation and modified by TMCS (trimethylchlorosilane) as silylating agent. Then, gels dried in ambient pressure at 50 °C for an hour and continued in 200 °C for an hour. Silica aerogel characterized by spectrophotometer infrared and hydrophobicity test. Solvent exchange at 50 °C yielded more hydrophobic aerogel than room temperature. Aerogels are hydrophobic and opaque.

Keywords: silica aerogel, Lapindo mud, ambient pressure, solvent exchange

PENDAHULUAN

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 (polietoksidisilosan), MTES (metiltrietoksisilana), EDAS (3-(2-aminoetilamino)propiltrimetoksisilana), N-oktiltrietoksisilana, dimetildietoksisilana dan PFAS (perfluoroalkisilana) [1]. Lumpur Lapindo merupakan jenis lumpur vulkanik yang mengandung silika sebanyak lebih kurang 54,92%, sehingga besar kemungkinan lumpur ini bisa dimanfaatkan sebagai bahan baku aerogel silika [2]. Kerangka padatan yang terbentuk pada aerogel silika merupakan hasil dari

proses polimerisasi yang membentuk jembatan siloksan ($\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$). Struktur aerogel silika 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 dan luas permukaan spesifik yang mencapai $1.400 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$ [3].

Pembuatan aerogel silika dapat dilakukan baik pada tekanan superkritis maupun tekanan ambien, hanya saja pengeringan superkritis membutuhkan biaya lebih besar daripada pengeringan pada tekanan ambien. Aerogel silika akan terbentuk bila tidak ada penyusutan saat pengeringan gel. Pengeringan pada kondisi superkritis akan mampu mencegah terjadinya penyusutan karena rendahnya tekanan kapiler dalam rongga gel. Namun, pengeringan pada tekanan ambien pun juga dapat dilakukan dengan melakukan modifikasi permukaan gel dengan agen sililasi untuk memperkecil tekanan kapiler sehingga tidak terjadi penyusutan selama proses pengeringan [4]. Pada penelitian sebelumnya telah disintesis aerogel silika pada tekanan superkritis dan menghasilkan aerogel silika yang buram dengan sudut kontak terhadap air sebesar 164° [5]. Sedangkan pada penelitian yang lain telah dihasilkan aerogel silika pada tekanan ambien dengan karakteristik buram dengan sudut kontak 150° [4].

Aerogel silika dengan n-heksana sebagai pelarut agen sililasi, dalam hal ini TMCS, mempunyai ciri-ciri spektra infra merah dengan adanya serapan di daerah 3500 , 3400 dan 1600 cm^{-1} sebagai tanda adanya serapan OH, di daerah 1050 , 1200 , 1100 dan 700 cm^{-1} sebagai indikasi adanya Si-O-Si, serapan di daerah 840 dan 1260 cm^{-1} sebagai tanda adanya ikatan Si-C [6,7].

Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis aerogel silika dari bahan dasar lumpur Lapindo dengan variasi temperatur penggantian pelarut dan modifikasi permukaan menggunakan TMCS serta pengeringan pada tekanan ambien.

METODA PENELITIAN

Bahan dan alat

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah lumpur Lapindo (Desa Siring, Porong, Sidoarjo), NaOH, HCl 37% w/w, metanol, n-heksana, trimetilklorosilan (keseluruhan bahan dari Merck Company). Peralatan yang digunakan pada penelitian ini adalah oven (Fisher Scientific Model 655F), tanur (Barnstead, Thermolyne Seri 600), spektrofotometer IR (Shimadzu 8400S).

Prosedur

Ekstraksi lumpur Lapindo dilakukan sesuai dengan penelitian yang sudah ada [8]. Kalsinasi lumpur dilakukan dengan mengeringkan lumpur pada temperatur 110 °C dalam oven kemudian dalam tanur pada 900 °C selama satu jam. Selanjutnya lumpur kering ditumbuk halus dan diayak dengan ayakan 100 mesh.

Sebanyak 10 g lumpur halus dilarutkan dalam 100 mL NaOH 3 M sambil diaduk dengan pengaduk magnet dan dipanaskan pada temperatur 100 °C selama satu jam. Setelah disaring filtratnya ditambah HCl 1 M tetes demi tetes hingga pH 4 dan terbentuk endapan. Endapan disaring dan dicuci dengan 300 mL akuades.

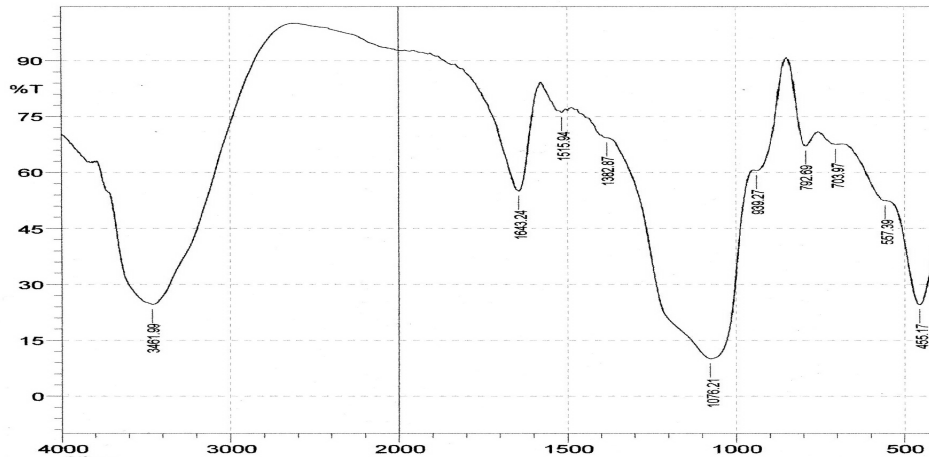
Endapan dicetak ke dalam suntikan 20 mL (*syringe*) dan didiamkan pada temperatur 50 °C hingga terbentuk gel silika yang kaku (*rigid*). Kemudian gel silika direndam dalam metanol selama 24 jam dengan variasi temperatur perendaman yaitu direndam pada temperatur 50 °C dan pada temperatur ruang. Kemudian metanol ditiriskan dan gel direndam dalam 12 mL larutan pemodifikasi permukaan yaitu campuran metanol, heksana dan TMCS (*trimethylchlorosilane*) dengan perbandingan volume masing-masing larutan 1:1:1 selama 24 jam pada temperatur 50 °C. Selanjutnya dikeringkan pada temperatur 50 °C selama satu jam dan dilanjutkan dengan pemanasan pada temperatur 200 °C selama satu jam.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Lumpur abu-abu setelah dipanaskan dalam oven dan dikalsinasi pada temperatur 900 °C berubah menjadi berwarna merah kecoklatan. Ketika lumpur diekstraksi dengan NaOH 3 M dihasilkan filtrat yang bening dan residu yang berwarna merah kecoklatan. Filtrat bening kemudian ditambah HCl 1 M sambil diaduk dengan pengaduk magnet sampai pH 4. Pada pH tersebut akan terbentuk endapan berwarna putih tembus cahaya yang kembali homogen saat diaduk tetapi akan memisah jika didiamkan beberapa saat. Endapan ini diidentifikasi sebagai gel silika berdasarkan data spektrum infra merah pada Gambar 1.

Proses pembentukan gel silika dari endapan silika yang dicetak membutuhkan waktu dua hari. Gel silika secara visual memiliki warna yang sama dengan endapan silika saat pertama kali dimasukkan ke dalam cetakan serta memiliki bentuk yang sesuai dengan cetakan. Setelah didiamkan dalam ruang terbuka atau temperatur ambien selama dua hari, gel silika yang telah kaku ini memiliki ukuran lebih kecil karena mengalami penyusutan akibat adanya kondensasi. Gel silika selanjutnya direndam dalam metanol selama 24 jam pada temperatur ruang dan pada temperatur 50 °C. Gel yang telah mengalami penggantian pelarut ini terlihat

lebih transparan dari hidrogel 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.

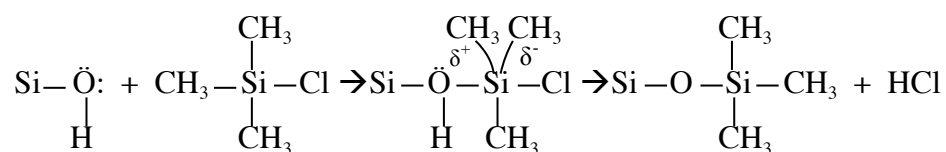


Gambar 1. Spektrum IR endapan gel yang dikeringkan

Berdasarkan spektrum pada Gambar 1, 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.

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 [9]. 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 [10].

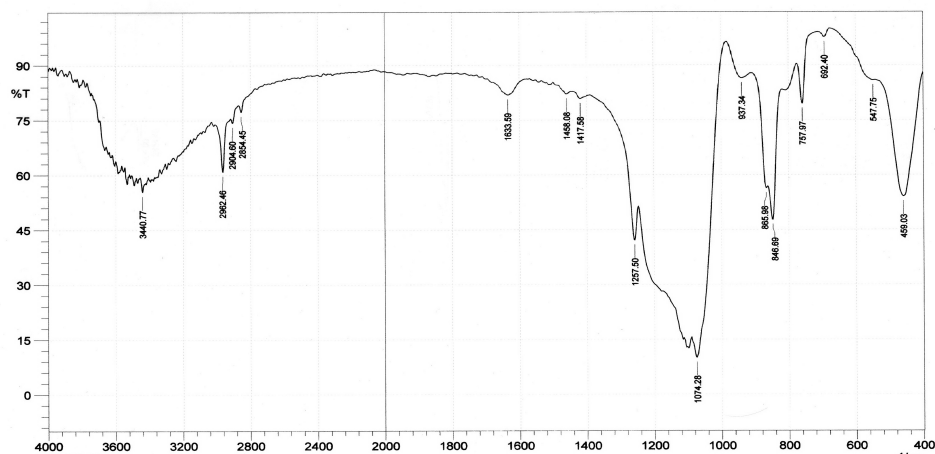
Setelah proses penggantian pelarut, dilanjutkan dengan sililasi. Sililasi ini merupakan reaksi dari TMCS (trimetilklorosilan) dengan gugus hidroksil silika sehingga menghasilkan jembatan siloksan [9].



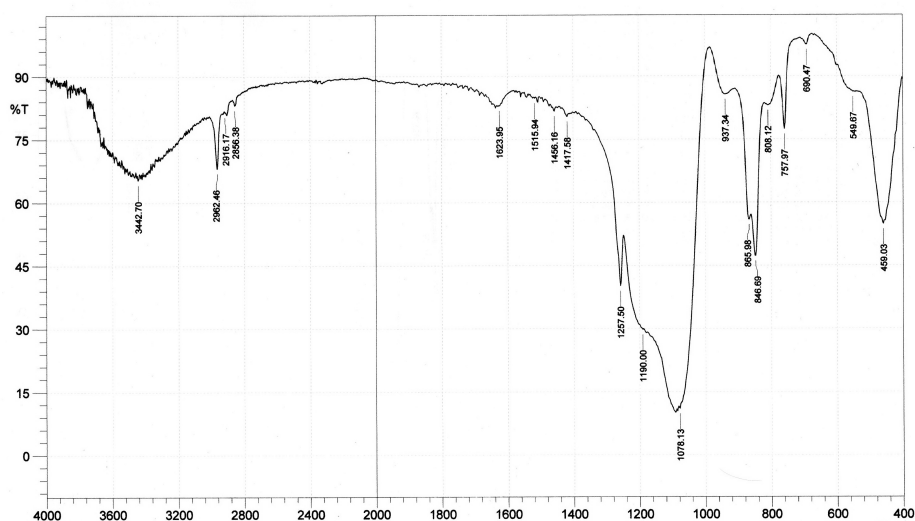
Skema 1. Reaksi sililasi

Proses sililasi ini berlangsung pada temperatur 50 °C selama 24 jam dengan hasil yang secara visual tidak terdapat perbedaan dengan gel silika yang mengalami penggantian pelarut. Gel terlihat sedikit membengkak dan transparan, sama dengan gel yang telah direndam metanol. Gel yang telah dimodifikasi permukaannya ini selanjutnya dikeringkan pada temperatur 50 °C selama satu jam dan dilanjutkan dengan pemanasan pada temperatur 200 °C selama satu jam. Setelah dipanaskan, gel menjadi tidak transparan melainkan berwarna putih dan mengalami keretakan. Dalam hal ini penyusutan tidak dapat dihitung secara kuantitatif, tetapi secara kualitatif gel mengalami sedikit sekali penyusutan sesuai dengan definisi aerogel [4]. Gambar 2 dan 3 menunjukkan spektra IR dari kedua aerogel silika.

Spektra pada Gambar 2 dan 3 menunjukkan adanya vibrasi OH di daerah 3440 cm^{-1} , 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 literatur [6,7].



Gambar 2. Spektra IR dari aerogel silika yang direndam metanol pada suhu ruang



Gambar 3. Spektra aerogel silika dengan perendaman metanol pada temperatur 50 °C

Pengaruh penggantian pelarut pada Gambar 2 dan 3 terlihat dengan adanya pita serapan di daerah 3440 cm^{-1} dan 1600 cm^{-1} yang menandakan adanya serapan OH. Pada gambar 2 dan 3 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 °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 °C.

Uji hidrofobisitas dilakukan secara kualitatif dengan cara meletakkan aerogel ke dalam air. Hasilnya adalah semua aerogel yang diletakkan di atas air mengapung. Hal ini dikarenakan adanya gugus-gugus metil yang bersifat non polar yang terikat pada atom Si sehingga aerogel silika yang dihasilkan bersifat hidrofobik.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil yang diperoleh maka dapat disimpulkan bahwa temperatur saat proses penggantian pelarut memiliki pengaruh terhadap aerogel silika yang dihasilkan. Pada temperatur 50 °C dihasilkan aerogel yang lebih baik daripada aerogel yang diperoleh dari hasil penggantian pelarut pada temperatur ruang berdasarkan spektra infra merah. Aerogel yang dihasilkan bersifat hidrofobik.

UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terima kasih ditujukan kepada laboratorium Anorganik yang telah mendanai sebagian dari biaya penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

1. Pierre Alain C. dan Arnaud R., 2011, *Aerogels Handbook*, New York, Springer, pp. 21-45.
2. Setyowati E. W., 2009, Penggunaan Campuran Lumpur Lapindo terhadap Peningkatan Kualitas Genteng Keramik, *Dinamika Teknik Sipil*, 9, pp. 67-75.
3. Sinko K., 2010, Influence of Chemical Conditions on the Nanoporous Structure of Silicate Aerogels, *Materials*, 3, pp. 704-740.
4. Bangi U. K. H., Sunetra L. D. dan Venkateswara A. R., 2010, Influence of Various Processing Parameters on Water-Glass-Based Atmospheric Pressure Dried Aerogels for Liquid Marble Purpose, *J. Matter Sci.*, 5, pp. 2944-2951.
5. Rao A. V., Sharad D. B., Hiroshi H. dan Pajonk G. M., 2006, Synthesis of Flexible Silica Aerogels Using Methyltrimethoxysilane (MTMS) Precursor, *J. Coll. Int. Sci*, 300, pp. 279-285.
6. 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 Air Qual. Res.*, 6, pp. 93-105.
7. Bangi U. K. H., Venkateswara A. R dan Parvathy A. R., 2008, A New Route for Preparation of Sodium-Silicate-Based Hydrophobic Aerogels via Ambient-Pressure Drying, *Sci. Technol. Adv. Mater.*, 9, pp. 1-11.
8. Shodiq M. J., 2012, *Studi Sintesis Nanopartikel SiO₂ dari Lumpur Lapindo*, Skripsi, Universitas Brawijaya, Malang.
9. Supelco, 1997, *TMCS: Product Spesification*, USA, Sigma Aldrich Co., pp. 1-2. <http://www.sigmaaldrich.com/catalog/search?interface=All&term=tmcs+price&lang=en®ion=ID&focus=documents&N=0+220003049+219853144+219853286&mode=match%20partialmax>.
10. Sommers R. A., 1963, *A Surface Study of Cotton Dried from Liquid Carbon Dioxide at Zero Surface Tension*, Desertasi, Lawrence College, Wisconsin.