

PENGARUH pH DAN KONSENTRASI TMCS PADA SINTESIS AEROGEL SILIKA DARI WATER GLASS

Mochammad Abrianto Zulfikar, Rachmat Triandi Tjahjanto*, Darjito

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

*Alamat korespondensi, Tel : 0341-575838, Fax : 0341-575839

Email: rachmat_t@ub.ac.id

ABSTRAK

Telah dilakukan sintesis aerogel silika pada tekanan ambien menggunakan *water glass* melalui proses sol-gel. Gel disiapkan dengan menambahkan tetes demi tetes natrium silikat ke dalam 5 mL HNO₃ hingga pH 3 dan 6. Konsentrasi TMCS yang digunakan adalah 33% dan 6%. Hidrogel dicuci menggunakan air bebas ion kemudian dikeringkan untuk mengurangi kandungan H₂O. Alkogel didapatkan dengan merendam hidrogel dalam metanol selama 24 jam. Sililasi dilakukan pada alkogel menggunakan campuran heksana, TMCS, dan metanol selama 24 jam. Tahap sililasi diakhiri dengan merendam gel dalam heksana selama 12 jam kemudian dikeringkan pada suhu 50 °C selama 24 jam, 80 °C selama 10 jam, dan 120 °C selama dua jam. Tahap pertukaran pelarut dilakukan pada suhu 50 °C. Karakterisasi dilakukan melalui pengamatan secara visual, uji hidrofobisitas dan sudut kontak secara kualitatif, massa jenis, serta spektrofotometri FT-IR. Hasil aerogel silika pada pH 3 dan 6 menggunakan TMCS 33% memiliki massa jenis 0,164 g/mL dan 0,060 g/mL sedangkan menggunakan TMCS 6% aerogel masih bersifat hidrofilik.

Kata Kunci: Aerogel, sol-gel, *water glass*

ABSTRACT

Silica aerogel were synthesized at ambient pressure using water glass in sol-gel process. The gels were prepared by adding drops of sodium silicate into 5 mL HNO₃ until the pH increased to 3 or 6. Concentration of TMCS at 33% and 6% were used. The hydrogels were washed using de-ionized water then were dried to minimize the contents of H₂O. The hydrogels were then soaked into methanol for 24 hours to obtain an alkogel. Syllilation were done using mixed hexane, TMCS, and methanol for 24 hours. The syllilation step ended with soaking the gels into pure hexane for 12 hours and then dried at 50 °C for 24 hours, 80 °C for 10 hours, dan 120 °C for two hours. Characterization were done via visual observation, hydrophobicity test and contact angel qualitatively, density, and FT-IR spectrophotometry. Silica aerogel at pH 3 and 6 using TMCS 33% yields density of 0.164 g/mL dan 0.060 g/mL while using TMCS 6% yielded a hydrophilic aerogel.

Keywords: Aerogel, sol-gel, water glass

PENDAHULUAN

Aerogel silika adalah material yang memiliki ciri-ciri luas permukaannya tinggi (500-1200 m²/g), daya serapnya tinggi (80-99,8%), densitas rendah (0,003-0,35 g/mL), serta memiliki nilai isolator termal tinggi (0,005 W/m K) [1]. 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 absorpsi senyawa beracun [2].

Proses pembuatan aerogel terdiri dari dua tahapan yaitu pembuatan gel (hidrogel) dan pengeringan gel menjadi aerogel. Proses pengeringan gel menjadi aerogel silika terbagi

menjadi dua yaitu menggunakan autoklaf untuk proses pengeringan superkritis dan menggunakan alkoksida dalam sintesis sol-gel untuk proses pengeringan ambien. Alkoksida yang digunakan sangat mahal, sedangkan proses pengeringan superkritis melibatkan pemanasan dan pemindahan pelarut seperti alkohol yang cukup berbahaya pada temperatur dan tekanan tinggi [3].

Dibandingkan pengeringan superkritis, pengeringan pada tekanan ambien menggunakan konsumsi energi kecil serta parameter dan kondisi yang mudah dikontrol [4]. Metode pengeringan ambien untuk aerogel silika melingkupi modifikasi permukaan. Campuran air dan alkohol dalam pori-pori gel pertama-tama diganti dengan pelarut bebas air kemudian direaksikan dengan agen sililasi untuk memodifikasi permukaannya sehingga gugus Si-OH dapat tersililasi [1].

Natrium silikat (*water glass*) adalah bahan awal (prekursor) asam silikat termurah yang relatif murni dimana gel silika dapat dibuat [5]. Penggunaan prekursor hidrofilik natrium silikat 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 [6], cara lain adalah pencucian gel dilakukan secara lebih sederhana yakni dengan merendam gel dalam air suling bebas CO₂ [7]. Pencucian gel menggunakan air bebas ion dapat menghilangkan hasil samping natrium nitrat [8].

Penggunaan air suling bebas CO₂ maupun air bebas ion diterapkan untuk pembuatan aerogel berbahan dasar lumpur lapindo dan sekam padi [7, 8]. 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 pada pembuatan aerogel silika dari *water glass* dengan mempelajari pengaruh pH dan konsentrasi TMCS terhadap karakter aerogel yang diperoleh.

METODA PENELITIAN

Bahan dan Alat

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah HNO₃, TMCS 99%, metanol, heksana, air demineral. Semua bahan kimia tersebut berderajat pro analisis dari Merck. Sedangkan natrium silikat atau *water glass* berderajat teknis. Untuk peralatan yang digunakan dalam penelitian diantaranya adalah pH indikator universal Macherey Nagel, neraca analitik Ohaus, oven Fisher Scientific, spektrofotometer FT-IR Shimadzu 8400S.

Prosedur pembuatan Gel

Pembuatan gel silika dari larutan natrium silikat dilakukan dengan menuang sebanyak 5 mL larutan HNO_3 1 M ke dalam gelas kimia 50 mL. Kemudian ke dalam gelas kimia tersebut ditambahkan larutan natrium silikat 1 M tetes demi tetes sambil diaduk untuk menaikkan pH hingga menjadi 3 atau 6 lalu diperam hingga terbentuk suatu gel. Pemeraman dalam gelas kimia tersebut adalah selama 12 hari untuk yang pH 3 dan dua hari untuk yang pH 6. Setelah pemeraman selesai, gel tersebut dicuci dengan air bebas ion untuk menghilangkan kandungan natrium nitrat. Pencucian dilakukan dengan cara menuang air bebas ion ke dalam gelas kimia yang berisi gel hingga gelas kimia terisi penuh. Proses pencucian berlangsung selama 12 jam dengan penggantian air bebas ion tiap tiga jam. Gel yang telah dicuci kemudian diperam selama tiga hari dalam desikator serta dipanaskan dalam oven pada suhu $50\text{ }^\circ\text{C}$ selama 10 jam untuk mengurangi kandungan H_2O sehingga didapatkan hidrogel silika bebas NaNO_3 yang berbentuk silinder padat dalam gelas kimia.

Tahap pertukaran pelarut

Pada tahap ini, hidrogel yang disintesis pada pH 3 atau 6 diubah menjadi alkogel dengan cara merendamnya dalam 10 mL metanol selama 24 jam. Alkogel yang didapat disililasi dengan merendam gel dalam campuran heksana, TMCS, dan metanol masing-masing sebanyak 4 mL 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 $50\text{ }^\circ\text{C}$, $80\text{ }^\circ\text{C}$ selama 10 jam, dan $120\text{ }^\circ\text{C}$ selama dua jam. Semua perlakuan pergantian pelarut ini, pada masing-masing pH dikondisikan pada variasi suhu ruang dan suhu $50\text{ }^\circ\text{C}$. Karakterisasi terhadap aerogel dilakukan melalui pengamatan secara visual, uji hidrofobisitas, pengukuran massa jenis, pengukuran sudut kontak, dan untuk aerogel hidrofilik menggunakan spektrofotometer FT-IR.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengaruh pH pada gel

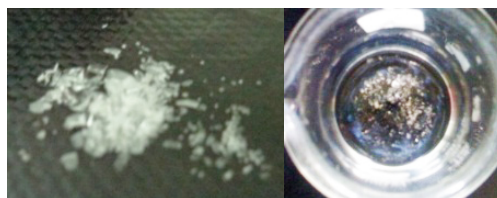
Pembentukan gel pada pH yang rendah membentuk gel yang lebih lunak bila dibandingkan dengan pH yang lebih tinggi. Dalam kondisi yang lebih asam ini kadar proton dalam larutan cukup tinggi sehingga jumlah Si-OH yang terbentuk juga semakin tinggi. Hal ini menyebabkan kadar air dalam gel pada pH rendah 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-O^- berkurang dikarenakan banyak gugus siloksi yang terprotonasi. Sehingga jumlah gugus Si-O^- yang menyerang atom Si juga ikut berkurang. Oleh sebab itu laju reaksi pembentukan $\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$ menjadi lambat pada pH yang rendah.

Pada pH yang lebih tinggi yaitu penambahan Na_2SiO_3 yang lebih banyak 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-O^- lebih dominan sehingga reaksi lebih mengarah pada kondensasi yang menghasilkan pembentukan ikatan siloksan $\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$ lebih cepat.

Pengaruh konsentrasi TMCS pada hasil aerogel silika

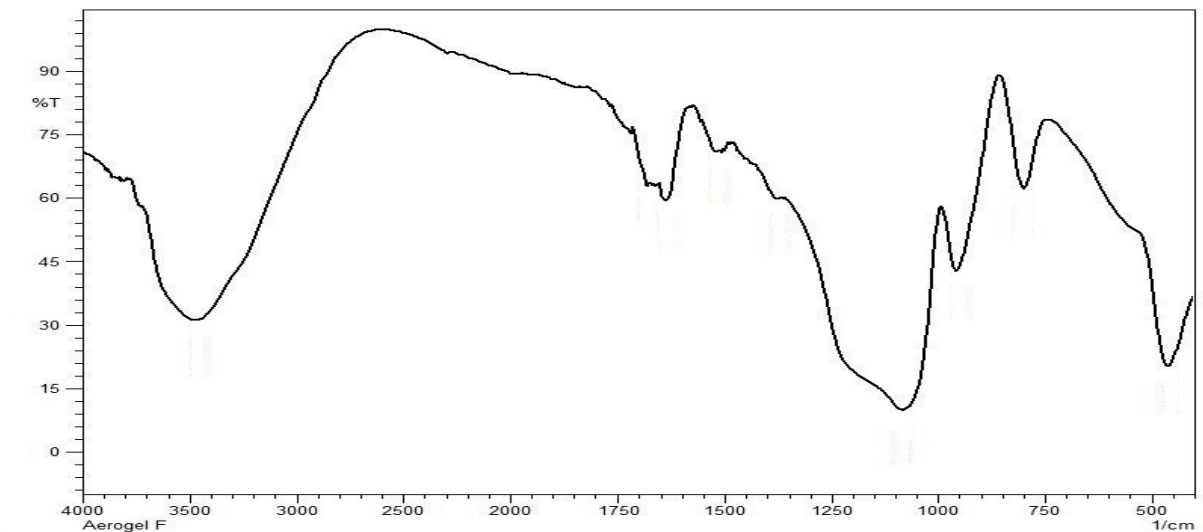
Prosedur yang dilakukan pada penelitian ini memberikan hasil aerogel hidrofobik untuk pH 3 maupun 6 dengan konsentrasi TMCS 33%, sedangkan untuk perlakuan menggunakan konsentrasi TMCS 6% masih didapatkan aerogel bersifat hidrofilik. Aerogel yang bersifat hidrofilik ini dapat terjadi karena melalui prosedur sintesis yang dilakukan dengan konsentrasi TMCS yang kecil tidak memungkinkan terjadinya pergantian atom H dengan trimetilsilil. Aerogel silika hidrofilik bila dimasukkan ke dalam air, pori-pori akan terisi air dan saat itu juga air akan mendesak dengan gaya kapiler yang cukup kuat dan menghancurkan kerangka aerogel silika. Pada penelitian ini teramati kerangka aerogel silika mulai hancur (Gambar 1).



(a) (b)

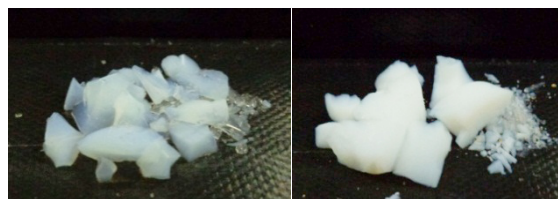
Gambar 1. (a) aerogel hasil sintesis menggunakan TMCS 6% dan (b) aerogel pecah ketika dimasukkan ke dalam air

Aerogel silika hidrofilik memiliki vibrasi karakteristik pada spektra IR. Pada Gambar 2 vibrasi $-\text{OH}$ sangat terlihat pada $3467,77\text{ cm}^{-1}$ dan $1637,45\text{ cm}^{-1}$. Vibrasi tajam terlihat pada $1081,99\text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi ulur asimetris Si-O-Si . Vibrasi ikatan C-H dan Si-C yang menandakan sililasi terjadi sama sekali tidak terlihat pada aerogel hidrofilik.



Gambar 2. Spektra IR aerogel hidrofilik hasil sintesis

Aerogel silika hidrofobik yang berasal dari hidrogel dengan pH 3 berwarna lebih transparan dibandingkan dengan yang berasal dari pH 6 (Gambar 3). Uji hidrofobitas dilakukan dengan mencelupkan aerogel pada wadah berisi air (Gambar 4). Pengukuran sudut kontak dilakukan sederhana menggunakan aplikasi *Autocad*.



(a)

(b)

Gambar 3.(a) aerogel pH 3 dan (b) aerogel pH 6



Gambar 4. Uji hidrofobitas tampak aerogel mengapung diatas air

Pengukuran massa jenis dilakukan dengan menimbang pecahan aerogel kemudian mengukur volumenya dengan memasukkan pecahan tersebut ke dalam buret yang berisi air lalu dihitung volume air yang bertambah. Hasil karakterisasi aerogel silika dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil karakterisasi aerogel silika

Aerogel	pH	% TMCS	Sudut Kontak	Massa Jenis
A	6	6%	-	-
B	6	33%	145°	0,060g/mL
C	3	33%	143°	0,164 g/mL

KESIMPULAN

Penelitian ini menghasilkan prosedur sederhana dalam sintesis aerogel silika berbahan dasar *water glass*. Aerogel silika pada pH 3 menghasilkan warna yang lebih transparan dibandingkan aerogel pada pH 6. Metode sintesis ini tidak dapat digunakan pada konsentrasi TMCS yang kecil untuk menghasilkan sifat aerogel yang hidrofobik. Aerogel silika hidrofobik pada pH 3 memiliki massa jenis 0,060g/mL sedangkan pada pH 6 massa jenisnya 0,164 g/mL.

UCAPAN TERIMA KASIH

Sebagian penelitian ini didanai oleh Laboratorium Anorganik Jurusan Kimia FMIPA Universitas Brawijaya.

DAFTAR PUSTAKA

1. Dorcheh, A. S., and Abbasi, M.H., 2007, Review: Silica Aerogel; Synthesis, Properties and Characterization, *Journal of Materials Processing Technology*, 199, pp. 10-26.
2. 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, *J. Sol-Gel Sci Technol*, DOI 10.1007/s10971-012-2788-5.
3. 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, *Aerosol and Air Quality Research*, Vol. 6, No. 1, pp. 93-105.
4. Huang, L., 2012, *Feasibility Study of Using Silica Aerogel as Insulation for Buildings*, Thesis, KTH School of Industrial Engineering and Management, Stockholm.
5. Gurav, J. L., Jung, I.K., Park, H.H., Kang, E.S., and Nadargi, D.Y., 2010, Review Article: Silica Aerogel: Synthesis and Applications, *Journal of nanomaterials*, Vol. 2010, pp. 1-11.

6. 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.
7. Rosmawati, A., Tjahjanto, R. T., dan Prananto, Y. P., 2013, Variasi Metode Preparasi Gel Pada Sintesis Aerogel Silika dari Lumpur Lapindo,*Kimia Student Journal*, Vol. 1, No. 2, pp. 161-167.
8. Nayak, J. P. and Bera, J. 2009, Preparation of Silica Aerogel by Ambient Pressure Drying Process using Rice Husk Ash as Raw Material,*Trans, Ind, Ceram*, 68 (2), pp. 1-4.