

SINTESIS AEROGEL SILIKA DARI LUMPUR LAPINDO DENGAN PENAMBAHAN TRIMETILKLOSILAN (TMCS)

Haris Zaemi, Rachmat Triandi Tjahjanto*, Darjito

*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

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari bagaimana cara sintesis aerogel silika dari lumpur Lapindo dengan metode pengeringan pada tekanan ruang. Fokus penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh rasio volume penambahan trimetilchlorosilan (TMCS) sebagai agen pemodifikasi permukaan terhadap sifat fisik dan sifat kimia aerogel silika yang dihasilkan. Sintesis diawali dengan ekstraksi silika dari lumpur Lapindo yang sebelumnya telah dikalsinasi pada suhu 900 °C menggunakan NaOH 3 M. Hasil yang diperoleh berupa hidrogel silika, selanjutnya dicetak dan dikeringkan hingga didapat gel silika yang padat. Gel tersebut selanjutnya direndam dalam metanol dan campuran pelarut heksana:TMCS:metanol dengan rasio volume 1:1:1 masing-masing selama 24 jam. Kemudian gel dikeringkan pada suhu kamar selama 24 jam, suhu 50 °C selama dua jam, dan suhu 120 °C selama satu jam. Karakterisasi aerogel dilakukan dengan menganalisa morfologi aerogel, menganalisa gugus fungsi, menguji hidrofobitas, dan menguji sifat kelarutan. Semakin banyak penambahan TMCS maka volume pori semakin besar sehingga aerogel semakin rapuh. Analisa gugus fungsi menggunakan spektrofotometer IR menunjukkan bahwa permukaan aerogel silika berhasil dimodifikasi yaitu ditunjukkan adanya puncak pada bilangan gelombang 848,62; 1379,01; dan 2962,46 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya gugus Si-CH₃. Rasio mol H₂SiO₃:TMCS yang menghasilkan sifat hidrofobitas pada aerogel adalah 1:0,82 dan 1:1,65.

Kata kunci: aerogel silika, gel silika, lumpur Lapindo, pengeringan pada tekanan ruang, trimetilchlorosilan

ABSTRACT

The aim of this research is to learn how of silica aerogel synthesis from Lapindo mud by drying method at ambient pressure. The focus of this research is to determine the influence of adding volume ratio trimethylchlorosilane (TMCS) as a surface modifier agent to the physical and chemical characteristic of silica aerogel. The process of synthesis is began with extraction of silica from Lapindo mud which has been calcinated in 900 °C using NaOH 3 M. The results obtained in the form of extraction of silica hydrogel is shaped and dried until it forms a compact silica gel. Next, the gel is soaked with methanol and the mixture of solvent with the ratio of volume 1:1:1 at hexana:TMCS:methanol for 24 hours each. Then the gel is dried at room temperature for 24 hours, at 50 °C for 2 hours, and at 120 °C for an hour. Aerogel characterization is began by examining the morphology of aerogel, analyzing the functional group, testing the hidrophobicity, and testing the solubility of solution. The more addition of TCMS, the bigger volume of pore so it will make the aerogel become fragile. The analyze of functional group using IR spectrophotometer showed that the surface of silica aerogel has been modified well. It can be seen by the peak in number of wave 848,62; 1379,01; and 2962,46 cm⁻¹ of vibration Si-CH₃ group. The mole ratio of H₂SiO₃:TMCS that shows the hidrofobicity in aerogel is 1:0,82 and 1:1,65.

Keywords: silica aerogel, silica gel, Lapindo mud, ambient pressure drying, trimethylchlorosilane

PENDAHULUAN

Aerogel silika merupakan material padat berpori yang berstruktur nano, dihasilkan dari penghilangan cairan dari gel silika tanpa adanya penyusutan. Aerogel silika terdiri dari

jaringan ikatan silang antarpartikel silika. Material ini mempunyai sifat antara lain densitas yang rendah ($\sim 3 \text{ kgm}^{-3}$), konduktivitas termal yang rendah ($\sim 0.02 \text{ WmK}^{-1}$), kereaktifan rendah, transparan ($\sim 90\%$) dan luas permukaan yang besar ($\sim 1600 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$) [1]. Aerogel silika banyak digunakan dalam bidang fisika yaitu untuk isolasi panas, dan di bidang kimia sebagai penyangga katalis, adsorben, agen pengekstraksi atau penyangga untuk berbagai macam bahan fungsional untuk aplikasi kimia, elektronik dan optik [2,3].

Aerogel silika biasanya disintesis dengan metode sol-gel, yang tahap akhirnya mengganti cairan dalam gel dengan udara, dengan cara mengekstraksi cairan dari gel pada temperatur dan tekanan yang sangat tinggi yang biasanya disebut dengan pengeringan superkritis [4]. Aerogel silika yang disintesis dengan metode ini bersifat higroskopis, sehingga dalam penggunaannya mudah menyerap air dari udara. Aerogel silika berbasis abu bagasse dapat disintesis dengan teknik *ambient pressure drying* (APD) [3]. Teknik APD lebih aman dan lebih mudah dikerjakan karena tidak menggunakan suhu tinggi dan berlangsung dalam tekanan ruang. Teknik APD membutuhkan proses modifikasi pada permukaan silika aerogel menggunakan agen pemodifikasi permukaan sehingga silika aerogel bersifat hidrofobik dan reaksi kondensasi tidak terjadi selama proses pengeringan [5]. Agen pemodifikasi permukaan yang dapat digunakan antara lain adalah trimetilklorosilan (TMCS) dan heksametildisilazan (HMDS). Pengaruh dari agen pemodifikasi permukaan terhadap aerogel yang disintesis adalah dapat meningkatkan luas permukaan dan hidrofobitas [3,5].

Lumpur Lapindo memiliki potensi yang besar jika dimanfaatkan untuk pembuatan aerogel silika karena kandungan silika dalam lumpur Lapindo cukup banyak. Kandungan lumpur Lapindo antara lain terdiri dari 53,08% SiO_2 , 18,27% Al_2O_3 , 5,60% Fe_2O_3 , dan 0,57% TiO_2 [6]. Silika dalam lumpur Lapindo ini dapat diekstrak dengan larutan NaOH 3 M menghasilkan larutan natrium silikat. Larutan ini selanjutnya ditambah HCl sehingga didapat endapan silika yang selanjutnya dijadikan sebagai bahan dasar pembuatan aerogel silika [7].

Penelitian ini difokuskan untuk mempelajari pengaruh kadar TMCS yang digunakan untuk mensintesis aerogel silika dari lumpur Lapindo dengan metode pengeringan pada tekanan ruang.

METODE PENELITIAN

Bahan dan alat

Bahan yang digunakan pada penelitian ini terdiri dari sampel penelitian yang berasal dari lumpur Lapindo di Desa Siring, Kecamatan Porong, Kabupaten Sidoarjo. Bahan kimia HCl p.a, NaOH p.a, metanol p.a, TMCS 33%, heksana p.a semua dari Merck.

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas, ayakan 100 mesh, mortar, kertas saring Whatman no.42, kertas saring halus, *syringe* 20 mL, pH indikator universal Macherey Nagel, oven, tanur dan kamera *handphone* Sony Ericsson tipe W8. Sedangkan untuk analisis digunakan seperangkat alat FT-IR Shimadzu 8400.

Prosedur preparasi sampel

Sampel lumpur Lapindo dikeringkan dalam oven dengan temperatur 110 °C selama 24 jam kemudian ditumbuk dan dikalsinasi di dalam tanur pada suhu 900 °C selama satu jam. Selanjutnya sampel ditumbuk di dalam mortar. Hasil tumbukan diayak menggunakan ayakan berukuran 100 mesh sehingga diperoleh sampel terkalsinasi berupa lumpur halus.

Proses ekstraksi silika

Sebanyak 10 gram lumpur halus dimasukkan kedalam gelas kimia 250 mL kemudian ditambahkan 100 mL larutan NaOH 3 M. Campuran tersebut kemudian dipanaskan pada temperatur 98 °C selama satu jam sambil diaduk dengan pengaduk magnet. Setelah itu filtrat dipisahkan dari endapan dengan menyaring campuran menggunakan kertas saring Whatman no. 42. Filtrat hasil penyaringan kemudian ditambah dengan HCl 1 M secara perlahan-lahan hingga pH 4 dan terbentuk endapan putih. Selanjutnya endapan dipisahkan dari larutannya melalui proses penyaringan dengan kertas saring. Endapan yang diperoleh pada kertas saring tersebut dicuci dengan 300 mL aquades sehingga akhirnya diperoleh hidrogel silika.

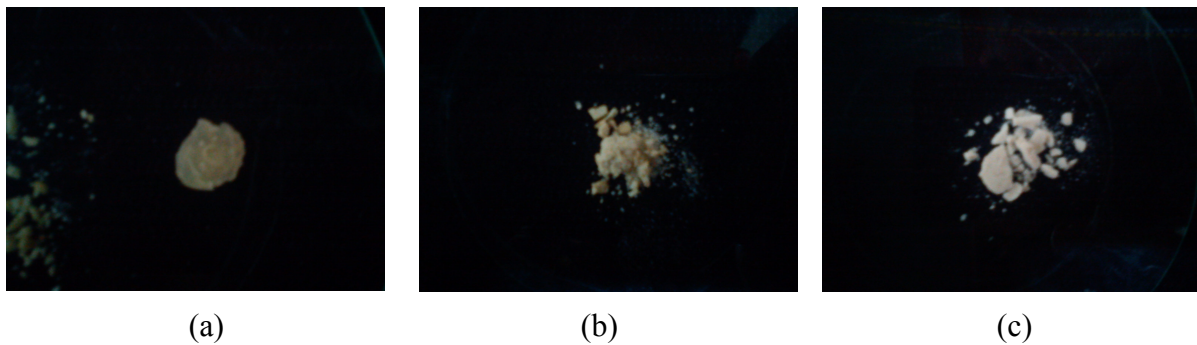
Pembuatan gel silika

Hidrogel silika selanjutnya dimasukkan dalam gelas kimia 100 mL dan ditambahkan 25 mL aquades, lalu diaduk dengan pengaduk stirrer hingga larutan homogen. Kemudian dimasukkan dalam 3 tabung *syringe* yang ujungnya telah dipotong sebanyak masing-masing 8 mL. Selanjutnya larutan dioven pada suhu 80 °C hingga volume gel 5 mL lalu didiamkan selama tiga hari hingga didapat gel silika yang padat. Gel silika kemudian ditimbang dan dihitung besarnya densitas.

Selama pengeringan, larutan yang ada dalam gel keluar sehingga gel silika mengalami penyusutan, akan tetapi karena adanya gugus CH_3 , gel tersebut mengalami efek *spring back* yang mengakibatkan gel terisi udara sehingga terbentuk aerogel silika.

KARAKTERISASI AEROGEL

Aerogel yang diperoleh berwarna putih memiliki morfologi berupa bongkahan. Untuk aerogel dengan penambahan TMCS 2 mL, bongkahan yang dihasilkan lebih keras daripada aerogel dengan penambahan TMCS 4 dan 8 mL. Aerogel dengan penambahan TMCS 8 mL mudah hancur menjadi serbuk halus. Hal ini menunjukkan bahwa semakin tinggi volume TMCS yang ditambahkan maka semakin banyak gugus ($-\text{OH}$) yang mengalami proses sililasi menjadi gugus $\text{O-Si}(\text{CH}_3)_3$ yang terjadi pada pori silika sehingga efek *spring back* yang terjadi lebih besar dan aerogel lebih banyak terisi udara. Hasil aerogel silika dengan penambahan volume TMCS 2, 4 dan 8 mL ditunjukkan pada Gambar 1.



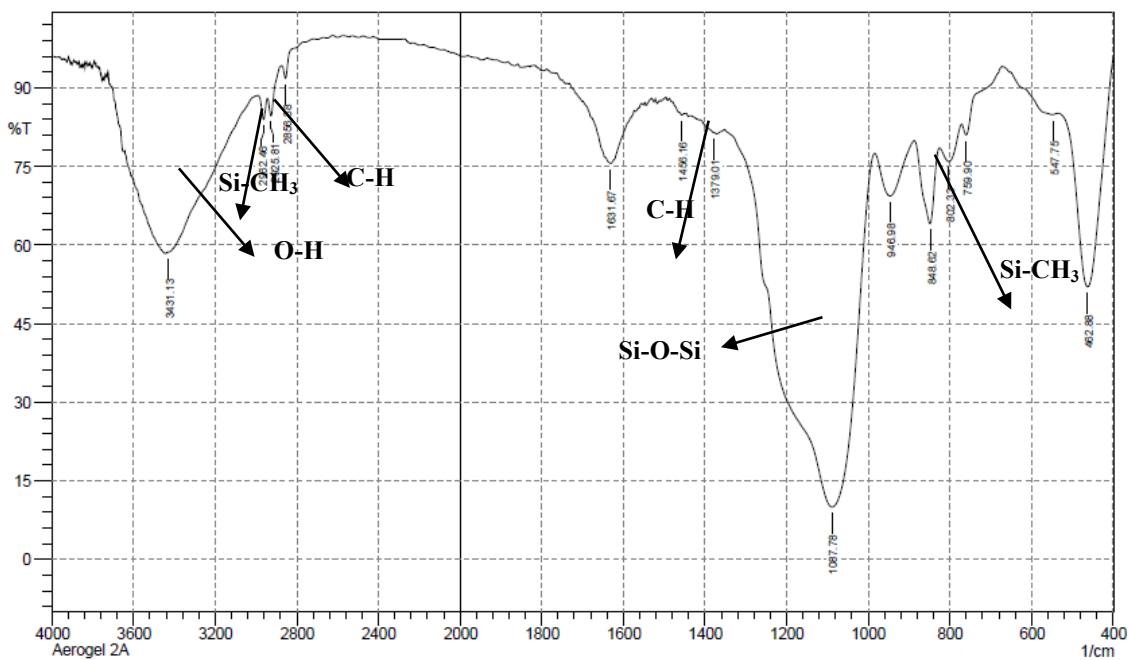
Gambar 1. Aerogel silika dengan penambahan TMCS: (a) 2 mL (b) 4 mL dan (c) 8 mL

Pada uji hidrofobitas, bongkahan aerogel diletakkan di atas air. Untuk aerogel dengan penambahan TMCS 4 mL dan 8 mL, bongkahan mengapung di atas air dan tetap kering. Hal ini dimungkinkan karena permukaan aerogel silika telah termodifikasi atau tersililasi sehingga aerogel bersifat hidrofobik. Akan tetapi untuk aerogel dengan TMCS 2 mL tenggelam yang berarti gugus $-\text{Si}(\text{CH}_3)_3$ yang diperlukan tidak cukup untuk menggantikan gugus $-\text{OH}$ sampai aerogel silika bersifat hidrofobik. Semakin banyak TMCS yang digunakan maka semakin banyak atom H pada gugus silanol (Si-OH) yang tergantikan oleh gugus $-\text{Si}(\text{CH}_3)_3$ sehingga menjadi gugus $-\text{O-Si}(\text{CH}_3)_3$. Gugus alkil merupakan gugus yang bersifat hidrofobik. Dengan mengurangi gugus silanol, maka silika aerogel tidak mudah mengadsorpsi air.

Pada uji kelarutan, aerogel silika dilarutkan dalam NaOH 12 M, HCl 37%, metanol, heksana, amonia, dan TMCS. Hasil uji kelarutan diperoleh bahwa aerogel silika tidak reaktif terhadap HCl 37%, NaOH 3 M, metanol, dan heksana. Hal ini diakibatkan karena adanya proses sililasi yang menyebabkan aerogel silika berkurang kereaktifannya. Adanya gugus $-\text{O}$

Si-(CH₃)₃ menyebabkan halangan sterik dari pori aerogel menjadi besar sehingga gugus lain menjadi sulit masuk dan bereaksi. Akan tetapi pada uji kelarutan dengan TMCS, aerogel tersebut bereaksi membentuk gelembung-gelembung yang keluar dari aerogel seperti tablet *effervescent* yang dimasukkan dalam air. Hal ini diakibatkan karena TMCS merupakan pelarut organik yang baik bagi aerogel silika sedangkan aerogel silika mempunyai sisi-sisi gugus alkil yang akan bereaksi pada pelarut organik.

Analisa gugus fungsi permukaan aerogel digunakan spektrofotometri FT-IR. Pada spektra yang tersaji pada Gambar 2 ditampilkan spektra IR dari aerogel silika dengan penambahan TMCS 4 mL. Pada spektra tersebut terdapat puncak pada bilangan gelombang 848,62; 1379,01; dan 2962,46 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya gugus Si-CH₃, hal ini membuktikan bahwa permukaan aerogel silika berhasil dimodifikasi dari gugus silanol menjadi gugus metilsiloksan.



Gambar 2. Spektra Infrared aerogel silika yang dibuat dengan penambahan 4 mL TMCS

KESIMPULAN

Aerogel silika dari lumpur Lapindo dapat disintesis dengan metode pengeringan pada tekanan ruang. Analisa gugus fungsi menggunakan spektrofotometer IR menunjukkan bahwa permukaan aerogel silika berhasil dimodifikasi yaitu ditunjukkan adanya puncak pada bilangan gelombang 848,62; 1379,01; dan 2962,46 cm⁻¹. Aerogel silika yang diperoleh berbentuk bongkahan. Semakin banyak TMCS yang ditambahkan maka aerogel silika cenderung rapuh karena pori yang terisi udara semakin banyak. Semakin banyak TMCS maka

tingkat hidrofobitas semakin besar. Aerogel silika tidak larut dalam HCl, NaOH, heksana, dan metanol tetapi larut dalam TMCS.

Rasio mol H_2SiO_3 :TMCS yang menghasilkan sifat hidrofobitas pada aerogel adalah 1:0,82 dan 1:1,65. Volume penambahan TMCS terhadap gel silika dengan densitas 0,981 yang menghasilkan morfologi dan hidrofobitas terbaik adalah sebesar 4 mL.

UCAPAN TERIMAKASIH

Sebagian dana dari penelitian ini diperoleh dari Laboratorium Kimia Anorganik, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya dan terimakasih kepada Hadi Kurniawan selaku laboran Laboratorium UPT Instrumentasi atas bantuannya dalam analisa dengan spektrofotometer inframerah.

DAFTAR PUSTAKA

1. Bangi, U.K.H., Rao, A.P., dan Rao, A.V., 2008, A new route for preparation of sodium-silicate-based hydrophobic silica aerogels via ambient-pressure drying, Iop Publishing, Maharashtra.
2. Bhagat, S. D., Kim, Y.H., Ahn, Y.S., dan Yeo, J.G., 2007, *Textural Properties of Ambient Pressure Dried Water Glass Based Aerogel silika Beads: One Day Synthesis, Microporous and Mesoporous Materials*, No. 96, Hal. 237-244, Korea Institute of Energy Research, Taejon.
3. Nazriati, Heru S., Sugeng W., Reza A dan Enggar E.V., 2010, *Sintesis Aerogel silika Berbasis Abu Bagasse, Seminar Rekayasa Kimia Dan Proses*, ITS, Surabaya.
4. Kistler, S, S., 1932, Coherent Expanded Aerogels, *Journal of Physical Chemistry*, No. 36, Hal. 52-64, London.
5. Hutabarat, E. B., dan Arini N., 2010, *Sintesis Aerogel silika Berbasis Abu Bagasse Dengan Metode Pengeringan Pada Tekanan Ambient Menggunakan Teknik Co-Precursor*, ITS, Surabaya.
6. Aristianto, 2006, *Pemeriksaan Pendahuluan Lumpur Panas Lapindo Sidoarjo*, Balai Besar Keramik Dapartemen Perindustrian, Bandung.
7. Sodiq, M. J., Rachmat, T.T., dan Yuniar P.P., 2012, *Studi Sintesis Nanopartikel SiO_2 dari Lumpur Lapindo*, Skripsi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya, Malang.