

## STUDI PENGARUH KONSENTRASI NaOH DAN pH TERHADAP SINTESIS SILIKA XEROGEL BERBAHAN DASAR PASIR KUARSA

Annisa Mustikaning Ayu<sup>1</sup>, Sri Wardhani<sup>2\*</sup>, Darjito<sup>2</sup>

*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: wardhani@ub.ac.id

### ABSTRAK

Pada penelitian ini dilakukan pengaruh konsentrasi NaOH dan pH gelasi terhadap hasil sintesis silika xerogel dari bahan pasir kuarsa. Pasir kuarsa diekstraksi dengan menggunakan NaOH 1, 2, dan 3 M untuk mendapatkan larutan natrium silikat dan ditambahkan HCl 1 M hingga mendapatkan pH 7, 8, dan 9 untuk mendapatkan gel kemudian dilakukan waktu pematangan selama 18 jam dan dipanaskan pada temperatur 80°C untuk mendapatkan silika xerogel. Silika xerogel hasil sintesis dikarakterisasi dengan FT-IR dan XRD serta luas permukaan menggunakan metilen biru. Konsentrasi NaOH optimum didapat pada NaOH 1 M dengan rendemen silika xerogel 33%. Luas permukaan dengan variasi konsentrasi NaOH didapat pada kisaran 7 hingga 8 m<sup>2</sup>/gram. Luas permukaan silika xerogel tidak dipengaruhi oleh variasi pH dan NaOH. Karakteristik menggunakan FT-IR menunjukkan serapan khas dari Si - O yaitu pada serapan 400 hingga 3000cm<sup>-1</sup> dan hasil menggunakan XRD silika xerogel menghasilkan fasa amorf. Penentuan luas permukaan pada konsentrasi NaOH dan pH optimum dengan metilen biru menunjukkan luas permukaan 7,364m<sup>2</sup>/gram.

**Kata kunci:** Xerogel, Variasi NaOH, Variasi pH.

### ABSTRACT

In this research, the influence of NaOH concentration and gelation pH of the xerogel silica synthesized from quartz sand. It was extracted by NaOH 1, 2, and 3 M to obtain sodium silicate solution and was added by HCl 1M to reach pH value 7, 8, and 9 to become gel. After that it was heated at 80° C for 18 hours (aging process) to get xerogel silica. This result xerogel silica were characterized by FT-IR and XRD and its surface area was characterized by methylene blue. The optimum concentration of NaOH is 1 M with silica yield 33%. Surface area which was obtained by concentration variation of NaOH is 7 to 8 m<sup>2</sup> / g. Surface area was not influenced by pH variation and NaOH. Characteristics using FT-IR show typical absorption of Si - O at 400 to 3000cm<sup>-1</sup> and phase of silica xerogel by XRD is amorphous. Determination of surface area xerogel silica by methylene blue methode 7.364 m<sup>2</sup> / g.

**Keywords:** Xerogel, NaOH Variation, pH variation.

### PENDAHULUAN

Xerogel adalah hidrogel yang dihilangkan kandungan airnya secara konvensional untuk mendapatkan gel keringnya dengan menaikkan temperatur ataupun menaikkan tekanan sehingga air dapat keluar dan membentuk gel keringnya [1]. Xerogel memiliki banyak aplikasi antara lain yaitu sebagai adsorben, katalis, kromatografi kolom, pada kosmetik, dan

juga pada bidang farmasi [2]. Silika xerogel termasuk dalam jenis dari silika gel. Selain xerogel jenis lainnya yaitu *aerogel* dan *cyrogel*. Pada penelitian ini dipelajarinya silika gel dalam bentuk xerogel dikarenakan xerogel dalam pembuatannya lebih mudah, bahan-bahan dasar yang digunakan mudah diperoleh, tidak menggunakan bahan-bahan organik sehingga tidak akan menimbulkan limbah dari hasil samping pembuatan sintesis silika xerogel dan tidak memakan biaya cukup banyak.

Struktur, kepadatan, dan kekuatan mekanik pada silika xerogel sangat dipengaruhi oleh pH gelasi dan konsentrasi silika [2], dalam penelitian Affandi dalam pembuatan xerogel dengan berbahan dasar tebu dijelaskan bahwa pH gelatin mempengaruhi luas permukaan dari xerogel yang dihasilkan, semakin besar pH yang digunakan akan menghasilkan luas permukaan xerogel yang lebih kecil [3].

Alternatif bahan dasar dalam isolasi silika sebagai bahan sintesis xerogel yaitu dapat digunakan pasir kuarsa, pasir kuarsa telah banyak digunakan sebagai bahan dasar dalam berbagai aplikasi, contohnya *waterglass*, adsorben, keramik, cetakan pasir, dan aplikasi industri lainnya [4,5]. Pada jenis kristalin pasir kuarsa terdapat 3 fasa yaitu kuarsa, kristobalin, dan tridimit, untuk pengubahan fasa tersebut diperlukan temperatur yang berbeda-beda [6,7].

## **METODA PENELITIAN**

### **Bahan dan Alat**

Alat yang digunakan pada penelitian ini yaitu seperangkat alat gelas, kertas pH universal, ayakan mesh dengan ukuran 200mesh, neraca analitis (METTLER PE 300), oven (HERAEUS KR 170 E), FT-IR (FT-IR-860IPC), XRF (PAN-Analytical ), XRD (PAN-Analytical ), dan spektrofotometer UV-Vis ( Shimadzu Model 160A double beam ).

Sampel penelitian berupa pasir kuarsa yang didapat dari Bangka. Bahan kimia yang digunakan yaitu HCl 37 % w/w, NaOH (p.a), AgNO<sub>3</sub>, metilen biru (p.a), dan aquades.

### **Prosedur**

#### **Sintesis Silika Xerogel**

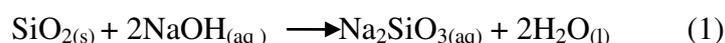
Pasir kuarsa hasil ayakan ditimbang sebanyak sebanyak 1 gram dimasukkan dalam wadah *stainless stell* kemudian ditambahkan NaOH dengan konsentrasi masing-masing NaOH 1, 2, dan 3 M sebanyak 32mL, campuran kemudian dipanaskan pada temperatur 210°C selama 3 jam dan diaduk setiap 15 menit, aquades ditambahkan sebanyak 20 mL bila pelarut habis, lalu disaring. Filtrat yang diperoleh ditambahkan HCl 1M hingga pH 1 didiamkan

selama 30 menit, ditambahkan NaOH 1 M hingga pH 7, dan dilakukan waktu pematangan selama 18 jam hingga terbentuk gel. Setelah gel terbentuk dicuci dengan larutan aquades hingga bebas Cl<sup>-</sup>, setelah bebas Cl<sup>-</sup> gel dicetak dengan menggunakan *stringe* ukuran 20mL, dan dikeringkan dalam oven pada temperatur 80°C selama 18 jam hingga terbentuk xerogel. Kemudian silika xerogel yang dihasilkan dikarakteristik luas permukaan dengan menggunakan metilen biru. Proses yang sama juga dilakukan pada sampel pasir kuarsa kalsinasi dengan variasi pH 8 dan 9. Silika xerogel pada kondisi sintesis optimum dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer FT-IR dan XRD.

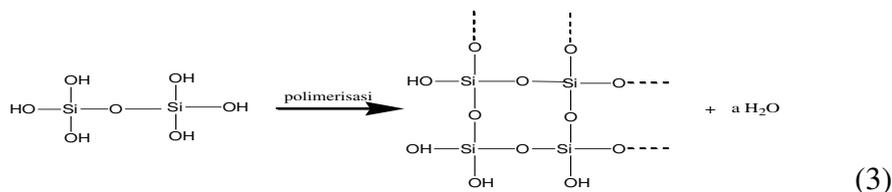
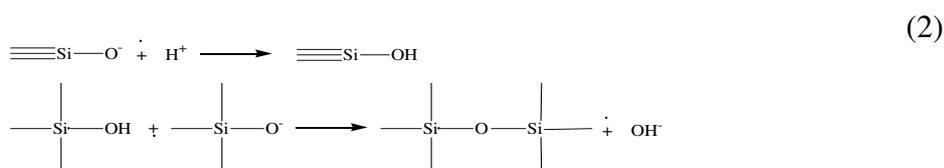
## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Pengaruh Konsentrasi NaOH Terhadap Hasil Sintesis Silika Xerogel

Konsentrasi NaOH mempengaruhi ekstraksi silika, menjadi larutan natrium silikat. Hal ini dikarenakan atom O dari ion OH<sup>-</sup> gugus silanol, akan menarik ion positif. Dan terjadi pertukaran ion H<sup>+</sup> dengan Na<sup>+</sup>, kemudian ion hidroksil akan menyerang jembatan siloksan sehingga muatan negatif O semakin bertambah, dan membuat ikatan Na mengendur kemudian strukturnya menjadi larutan natrium silikat, seperti pada persamaan 1 :



Setelah mendapatkan larutan natrium silikat maka dilanjutkan dengan pembuatan xerogel, larutan natrium silikat ditambahkan HCl 1 M hingga pH 1, ini bertujuan untuk membuat intermediet asam metasilikat (H<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>), dan akan terhidrolisis menghasilkan sol asam ortosilikat Si(OH)<sub>4</sub>. Kemudian akan terkondensasi membentuk endapan pada persamaan 2 dan berpolimerisasi membentuk gel melalui ikatan silang siloksan pada persamaan 3[8].



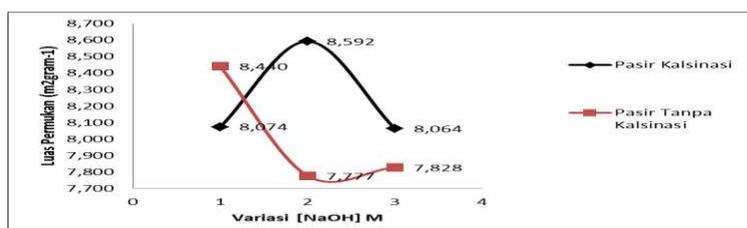
Berdasarkan (**Tabel 1**) untuk pasir kalsinasi, dengan perhitungan menggunakan F tabel didapat Fhitung > F tabel yaitu sebesar 127,615. Ini menandakan konsentrasi NaOH mempengaruhi massa silika xerogel yang terbentuk. Konsentrasi NaOH optimum terjadi pada

konsentrasi 1M. Ini dikarenakan bila konsentrasi hidroksilnya semakin bertambah maka jembatan siloksan akan semakin rusak, sehingga membuat hidrogel menjadi lebih lunak, dan bila dikeringkan massanya menjadi lebih sedikit [9]. Sedangkan untuk pasir tanpa kalsinasi didapat nilai F hitung < F tabel, yaitu sebesar 4,306 sehingga konsentrasi NaOH tidak mempengaruhi massa xerogel yang terbentuk. Ini dikarenakan sulitnya fasa kuarts untuk diekstraksi.

**Tabel 1.** Massa xerogel pasir kalsinasi dan tanpa kalsinasi

Bahan	Rendemen massa Silika Xerogel (%)			
	NaOH	1	2	3
Kalsinasi		31,50%	8%	20%
Tanpa Kalsinasi		11%	8%	14%

Dalam penentuan luas permukaan xerogel, digunakan metode adsorpsi menggunakan metilen biru. Pada perlakuan konsentrasi NaOH 1, 2, dan 3 M setelah dilakukan adsorpsi diperoleh kisaran luas permukaan antara 7 hingga 8,6 m<sup>2</sup>/gram pada pasir kalsinasi, sedangkan untuk pasir tanpa kalsinasi diperoleh luas permukaan 7,7 hingga 8,4 m<sup>2</sup>/gram (**Gambar 1**). Pada pasir kalsinasi dan tanpa kalsinasi didapat nilai F hitung < F tabel sehingga konsentrasi NaOH tidak mempengaruhi luas permukaan silika xerogel yang terbentuk.



**Gambar 1 .** Kurva hubungan konsentrasi NaOH dengan Luas Permukaan

### Penentuan pH optimum

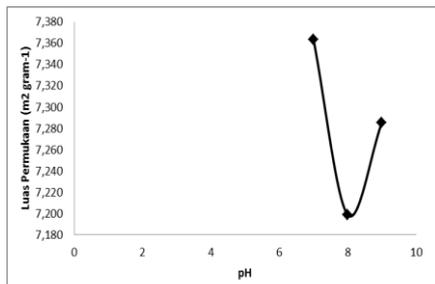
Pada penentuan pH optimum, sampel yang digunakan adalah pasir kalsinasi dengan konsentrasi NaOH 1 M. Hasil rendemen dan luas permukaan silika xerogel pada pH 7, 8, dan 9 terdapat pada Tabel 2.

**Tabel 2** Rendemen dan luas permukaan silika xerogel dengan perlakuan pH

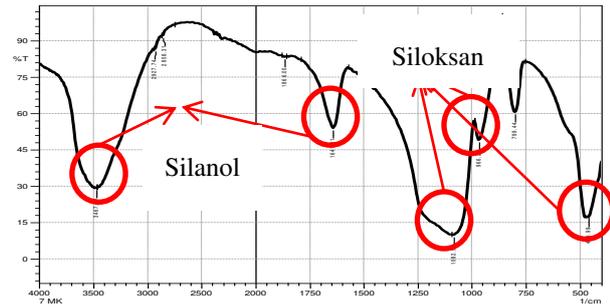
pH gelasi	Rendemen Silika Xerogel (%)	Luas Permukaan (m <sup>2</sup> /gram)
7	35,5 %	7,364
8	7,5 %	7,199
9	17 %	7,285

Berdasarkan Tabel 2 didapatkan rendemen silika xerogel terbanyak terjadi pada pH 7, hal ini dikarenakan gel pada pH mendekati pH asam maka silanol akan terprotonasi, sedangkan pada pH mendekati basa, gugus silanol akan mengalami deprotonasi, sehingga reaksi kondensasi akan terus terjadi. Untuk variasi pH pada 7, 8, dan 9 pada pasir kalsinasi 1000°C setelah dilakukan adsorpsi dengan menggunakan metilen biru didapatkan luas permukaan pada kisaran 7m<sup>2</sup>/gram (**Gambar 2**). Dengan luas permukaan paling besar yaitu pada pH 7 yaitu sebesar 7,364m<sup>2</sup>/gram dan hasil uji statistika  $F_{hitung} < F_{tabel}$  sehingga konsentrasi NaOH tidak mempengaruhi luas permukaan dari silika xerogel yang terbentuk. Hal ini dikarenakan semakin tinggi pH maka jumlah garam akan semakin sedikit, sehingga pada pH 7, pH yang mendekati asam atau pH rendah jumlah garam dalam gel masih banyak. Banyaknya garam (Na<sup>+</sup>) akan mempercepat reaksi kondensasi, karena ion Na<sup>+</sup> akan bereaksi dengan muatan negatif dari silikat, hal ini menyebabkan terjadi koagulasi, dan terjadi pembentukan gel, serta sol secara bergantian, sehingga menyebabkan area luas permukaan yang lebih besar [3].

Hasil silika xerogel dikarakterisasi menggunakan FT-IR dan didapat spektra pada (**Gambar 3**). Berdasarkan hasil karakterisasi diperoleh data yang sama dengan karakterisasi silika xerogel hasil penelitian Mujianti pada tahun 2010. Silika xerogel menunjukkan serapan dengan pita lebar pada daerah bilangan gelombang 3467,77cm<sup>-1</sup> merupakan pita serapan dari vibrasi gugus hidroksi (-OH) pada gugus silanol(Si-OH), pita serapan yang kuat, dan tajam di daerah 1082,96cm<sup>-1</sup> merupakan pita serapan dari vibrasi ulur asimetri dari gugus Si-O pada gugus siloksan (Si-O-Si). Serapan di sekitar 966,27cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya vibrasi ulur dari gugus Si-O pada silanol (Si-OH). Vibrasi tekuk gugus -OH pada silanol ditunjukkan pada bilangan gelombang 1641,31 cm<sup>-1</sup> dan vibrasi tekuk dari gugus siloksan ditunjukkan pada pita serapan pada bilangan gelombang 459,99cm<sup>-1</sup>, pita serapan pada 1641,31 cm<sup>-1</sup> menunjukkan vibrasi tekuk gugus -OH dari Si- OH [10].

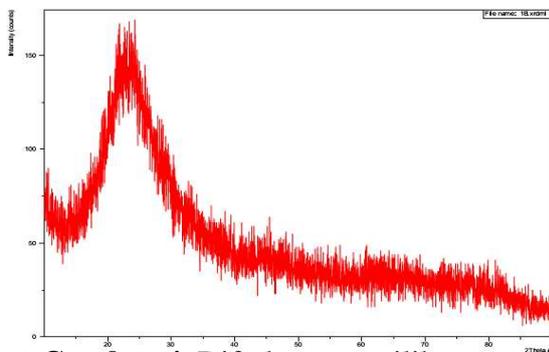


**Gambar 2.** Kurva hubungan pH dengan Luas Permukaan pada pasir kalsinasi

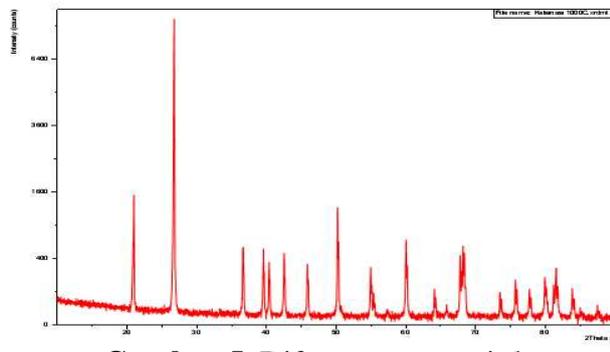


**Gambar 3.** Spektra FT-IR Silika

Hasil Karakteristik menggunakan XRD didapatkan silika xerogel berfasa amorf pada  $2\theta = 18,69^\circ$  (**Gambar 4**) berbeda dibandingkan dengan pasir kuarsa (**Gambar 5**) [2]. Hasil penelitian yang didapatkan sama dengan penelitian Guajardo [11].



**Gambar 4.** Difraktogram silika xerogel



**Gambar 5.** Difraktogram pasir kuarsa

## KESIMPULAN

Berdasarkan hasil dari penelitian silika xerogel yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa perlakuan kalsinasi pada pasir kuarsa berpengaruh terhadap hasil sintesis silika xerogel. Konsentrasi NaOH dan pH gelas berpengaruh terhadap rendemen dan tidak berpengaruh pada luas permukaan silika xerogel. Keadaan optimum sintesis silika xerogel diperoleh pada konsentrasi NaOH 1M dan pH 7. Pada karakterisasi menggunakan FT-IR menunjukkan serapan khas dari silika xerogel yaitu pada serapan 400 hingga 3000  $\text{cm}^{-1}$  dan hasil karakterisasi dengan menggunakan XRD menunjukkan hasil silika xerogel memiliki fasa amorf.

## UCAPAN TERIMAKASIH

Labolatorium Kimia Anorganik Universitas Brawijaya Malang yang telah membiayai sebagian penelitian ini.

## DAFTAR PUSTAKA

1. Maity, G. C., 2007, Low Molecular Mass Gelators of Organic Liquids, *Journal of Physical Sciences*, Vol. 11, pp. 156-171, Department of Chemistry Abhedananda, India.
2. Kalapathy, U., Proctor, A., and Shultz, J., 2000, A simple method for production of pure silika from rice hull ash, *Bioresour. Technology*, Vol. 73 pp. 257–262, University of Arkansas, USA.
3. Affandi,S., Setyawan, H., Winardi, S., Purwanto, A., dan Balgis, R., 2009, A facile method for production of high-purity silika xerogels from bagasse ash, *Advanced Powder Technology*, Vol. 20, pp. 468–472, Sebelas Maret University, Surakarta.
4. Fairus, S., Haryono, Sugita, M. H., dan Sudrajat, A., 2009, Proses Pembuatan Waterglass dari Pasir Silika Dengan Pelebur Natrium Hidroksida, *Jurnal Teknik Kimia Indonesia*, Vol. 8, pp. 56-62, Institut Teknologi Nasional, Bandung.
5. Lesbani, A., 2011, Studi Interaksi Vanadium dan Nikel dengan Pasir Kuarsa, *Jurnal Penelitian Sains*, Vol. 14, Universitas Sriwijaya, Sumatera Selatan.
6. IARC ,1997, *Silica some silicates, coal dust and para-aramid fibrils*, IARC Monogr Eval Carcinog Risks Hum, pp. 1–475.
7. NIOSH, 2002, *NIOSH Hazard Review: Health Effects of Occupational Exposure to Respirable Crystalline Silica*, Departement of Health and Human Service, Columbia.
8. Willey, J., and Sons, 1979, *The Occurance, Dissolution and Deposition of Silica*, www. Knovel.com, diakses pada tanggal 30 April 2013.
9. Helmuth, R., and Stark, D., 1993, *Alkali – Silica Reactivity:An Overview of Research*, *National Academy of Sciences*, Washington, DC.
10. Mujiyanti, D. R., 2010, Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Abu Sekam Padi yang Diimobilisasi dengan 3 – (Trimetiltoksisilil) -1- Propantiol, *Sains dan Terapan Kimia*, Vol.4 No. 2, pp. 150-167, Universitas Gajah Mada, Yogyakarta.
11. Guajardo, J., Ortega, G., and Martinez, J, R., 2008, Fluorescents effects of silica xerogel induced by incorporation of chard leaves extracts and ZnO nanoparticles, *Superficies y Vacío*, Vol.1, pp. 16-19, Mexico.