

## SINTESIS SILIKA AEROGEL BERBASIS ABU BAGASSE

**Nazriati\*, Heru Setyawan\*\*, Sugeng Winardi, Reza Arizanova dan Enggar Eka V.**

Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Kampus ITS Sukolilo, Surabaya, 60111, Telp/Fax: (031)5946240

\*)Penyaji, E-mail: [nazriati\\_99@yahoo.com](mailto:nazriati_99@yahoo.com)

\*\*\*) Corresponding Author, E-mail: [sheru@chem-eng.its.ac.id](mailto:sheru@chem-eng.its.ac.id)

### Abstrak

*Silika aerogel merupakan material porous dengan sifat yang menarik seperti densitas rendah, luas permukaan besar, dan konduktivitas termal rendah. Sehingga silika aerogel dapat digunakan sebagai insulator, adsorben, katalis, dll. Kami telah berhasil mengembangkan silika xerogel yang kemurniannya mencapai 99% berat dengan bahan dasar abu bagasse. Teknik ini bisa dikembangkan lebih lanjut untuk pembuatan silika aerogel dengan pengeringan ambient dengan modifikasi permukaan silika dengan gugs alkil.*

*Sintesis silika aerogel dilakukan dengan metode sol-gel. Sintesis diawali dengan pembuatan larutan natrium silikat dengan cara diekstraksi dari abu bagasse dengan larutan NaOH kemudian dilewatkan dalam resin penukar ion. Larutan asam silicic kemudian ditambahkan TMCS dan HMDS sebagai agen pemodifikasi permukaan. Untuk mengatur pH hingga mencapai 8-9 ditambahkan larutan NH<sub>4</sub>OH. Gel yang dihasilkan kemudian di-aging dan dikeringkan pada suhu dan waktu tertentu. Karakterisasi produk dilakukan dengan pengukuran volume pori, surface area, dan hidrofobitasnya (sudut kontak).*

*TMCS berfungsi untuk mengusir air dari pori dan selanjutnya permukaan silika dimodifikasi oleh HMDS dan juga oleh TMCS. Semakin besar kandungan HMDS semakin besar luas permukaan, volume pori, dan sudut kontak silika aerogel yang dihasilkan. Karakteristik silika aerogel yang dihasilkan dengan memvariasikan komposisi SA : TMCS : HMDS memiliki luas permukaan antara 50-468 m<sup>2</sup>/g, volume pori 0,2-0,9 m<sup>3</sup>/g, sudut kontak 48-119.*

**Kata Kunci:** abu bagasse, silika aerogel, modifikasi permukaan, pengeringan pada tekanan ambient.

### 1. Pendahuluan

Silika aerogel merupakan material padat berpori yang mempunyai sifat menarik seperti densitas rendah, luas permukaan yang tinggi, konduktivitas termal yang rendah. Oleh karena itu, silika aerogel dapat digunakan sebagai insulator termal, *catalytic support*, adsorben, *drug delivery*.

Silika aerogel telah disintesis pertama kali oleh Kistler pada tahun 1931 akan tetapi menjadi tidak menarik karena membutuhkan waktu beberapa minggu untuk menghilangkan sisa garam dari jaringan hidrogel dan pengeringannya superkritis. Untuk itu, para peneliti selalu mencari upaya untuk melakukan sintesis silika aerogel dengan bahan baku murah dan tidak beracun, serta pengeringan pada tekanan ambient. Pengeringan pada tekanan ambient dapat dilakukan dengan cara penambahan *solvent exchange* dan *modifying agent*. Untuk itu di sini kami melakukan penelitian dengan menggunakan abu bagasse sebagai bahan dasar dan pengeringan pada tekanan ambient.

Bagasse atau ampas tebu adalah zat padat dari tebu yang diperoleh sebagai sisa dari pengolahan tebu pada industri pengolahan gula pasir. Bagasse mengandung air 48 – 52%, gula 3,3% dan serat 47,7%. Dari hasil analisis XRF terhadap abu bagasse diketahui bahwa dalam abu bagasse mengandung mineral – mineral yang berupa Si, K, Ca, Ti, V, Mn, Fe, Cu, Zn dan P. Kandungan yang paling besar dari mineral – mineral tersebut adalah silikon (Si) sebesar 55,5%. Karena kandungan silika dalam abu bagasse besar maka abu bagasse berpotensi sebagai bahan baku pembuatan silika gel sehingga mempunyai nilai tambah yang lebih dengan memanfaatkan limbah padat yang dihasilkan oleh pabrik gula

Affandi dkk. (2009) melaporkan silika xerogel yang dibuat dari abu bagasse memiliki kemurnian mencapai 99% berat, luas permukaan 69-152 m<sup>2</sup>/g (pH 10-7), volume pori 0,059-0,137 cm<sup>3</sup>/g, diameter pori 3,2-3,4 nm yang mengindikasikan silika mesopori. Kapasitas adsorpsi silika gel yang diuji dengan uap air menunjukkan silika xerogel dengan kemurnian tinggi lebih baik daripada silika xerogel dengan kemurnian

rendah. Silika xerogel tersebut bisa ditingkatkan luas permukaan dan volume pori dengan agen pemodifikasi permukaan membentuk silika aerogel. Dalam hal ini digunakan TMCS (*trimethylchlorosilane*) dan HMDS (*hexamethyldisilazane*) yang kemudian dilakukan pengeringan pada tekanan ambien (Pramudityo dan Pertiwi, 2009).

Rao dkk. (2007), Baghat dkk. (2007), Purwanto (2007) serta Bahrak dan Riaswati (2008) melaporkan silika aerogel yang bersifat hidrofobik dari *water glass* (larutan natrium silikat) yang disintesis dengan modifikasi permukaan hidrogel sehingga dapat dikeringkan pada tekanan ambien tanpa terjadi pengkerutan. Aerogel ini memiliki volume pori yang besar ( $\sim 3 \text{ cm}^3/\text{g}$ ) dan luas permukaan yang besar ( $\sim 900 \text{ m}^2/\text{g}$ ).

Sehingga penelitian ini difokuskan pada pembuatan silika aerogel yang bersifat hidrofob berbasis abu bagasse dengan metode sol-gel dan dikeringkan pada tekanan ambien.

## 2. Bahan dan Metode Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: abu bagasse, NaOH, TMCS, HMDS,  $\text{NH}_4\text{OH}$ , aquades, resin. Peralatan yang digunakan: alat gelas, magnetic stirrer, oven, indicator universal.

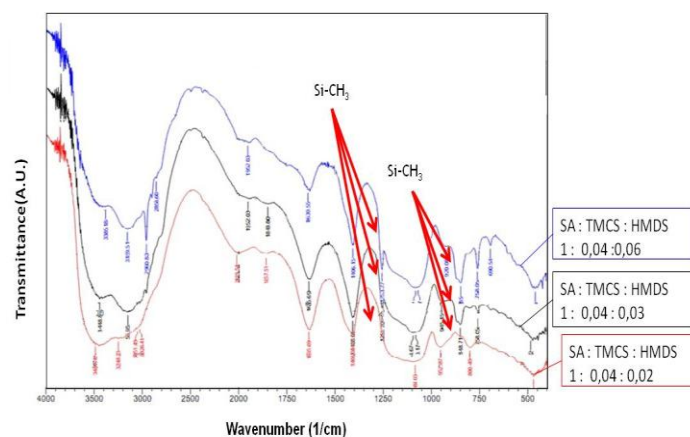
Silika aerogel disintesis dengan metode sol-gel. Sintesis dilakukan dengan mengekstrak 10 gram abu bagasse dengan 60 ml NaOH 2N pada suhu didihnya selama 1 jam, kemudian didinginkan hingga mencapai suhu ruang dan disaring. Larutan natrium silikat hasil ekstraksi tersebut dilewatkan resin penukar ion untuk mempertukarkan ion  $\text{Na}^+$  dengan ion  $\text{H}^+$  sehingga terbentuk asam silicic dengan pH 2. Selanjutnya ke dalam asam silicic tersebut ditambahkan *surface modifying agent* yaitu *chlorotrimethylsilane* (TMCS) dan *hexamethyldisilazane* (HMDS) dengan komposisi tertentu. Penambahan dilakukan tetes demi tetes, dengan interval waktu 15 menit untuk tiap jenis *modifying agent*, dan diaduk secara konstan. Untuk membentuk *gel* dibutuhkan pH 8-9 maka ditambahkan  $\text{NH}_4\text{OH}$  1N tetes demi tetes. Hidrogel yang terbentuk kemudian di-*aging* pada suhu  $40^\circ\text{C}$  selama 18 jam dan  $60^\circ\text{C}$  selama 1 jam untuk penguatan jaringan. Pengeringan dilakukan pada suhu  $80^\circ\text{C}$  selama 24 jam untuk mendapatkan silika aerogel kering.

Karakterisasi silika aerogel yang dihasilkan meliputi uji hidrofobitas yang dilakukan melalui pengukuran sudut kontak ( $\theta$ ) satu tetes air pada permukaan aerogel, uji dengan metode BET untuk mengetahui *specific surface area*, volume pori dan ukuran pori, morfologi partikel dengan *Scanning Electron Microscopy*, dan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi senyawa.

## 3. Hasil dan Pembahasan

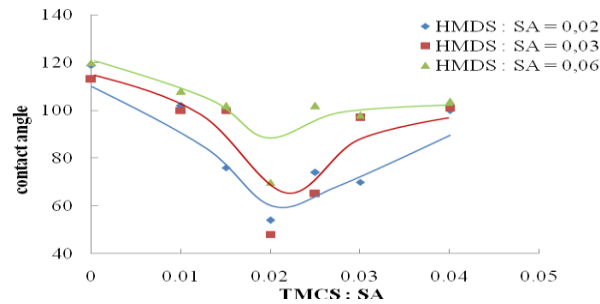
Silika aerogel yang dihasilkan memiliki morfologi berupa bongkahan, serbuk kasar, dan serbuk halus. Semakin besar kadar HMDS yang ditambahkan, silika aerogel memiliki kecenderungan berbentuk serbuk.

Analisis FTIR menghasilkan spektrum yang ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1 Spektrum FTIR silika aerogel hasil sintesis

Gambar tersebut menunjukkan puncak yang muncul pada bilangan gelombang  $850$  dan  $1260 \text{ cm}^{-1}$ , yang mengindikasikan terdapatnya gugus  $\text{Si-CH}_3$ . Hal ini membuktikan bahwa modifikasi permukaan telah terjadi di mana gugus silanol digantikan oleh gugus alkil. Hal ini juga diperkuat dengan data hidrofobitas yang ditunjukkan pada Gambar 2. Pengukuran hidrofobitas dilakukan melalui pengukuran sudut kontak.



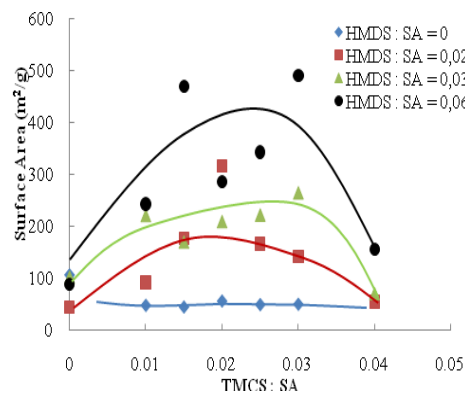
Gambar 2 Hidrofobisitas Silika Aerogel pada berbagai kadar HMDS dan TMCS

Gambar 2 tersebut menunjukkan bahwa makin besar kandungan HMDS, makin besar sudut kontak yang dihasilkan yang berarti makin hidrofobik silika aerogel yang dihasilkan. Naiknya kadar HMDS menyebabkan makin banyak gugus silanol yang digantikan oleh gugus alkil sehingga hidrofobisitas makin meningkat. Berdasarkan gambar 2 tersebut, sudut kontak dari silika aerogel hasil sintesis berkisar antara 48-119.

### Karakteristik Adsorpsi/Desorpsi Nitrogen

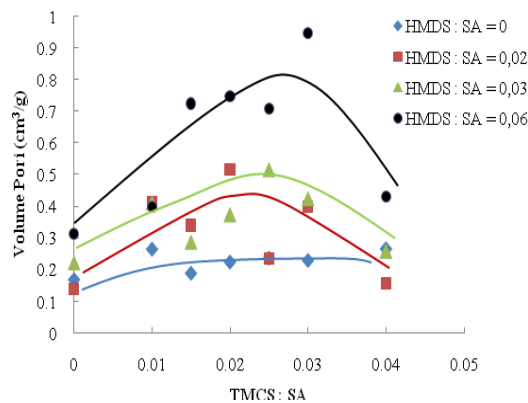
Analisis *surface area* menggunakan metode BET dengan cara adsorpsi nitrogen menggunakan alat Quantachrome 1200.

Gambar 3 menunjukkan bahwa adanya peningkatan *surface area* dengan semakin bertambahnya kadar HMDS serta terdapat perbedaan *surface area* antara sintesis partikel silika aerogel dengan dan tanpa penambahan HMDS. Penambahan *surface modification* akan menghentikan proses kondensasi lebih lanjut sehingga partikel yang dihasilkan tidak terlalu besar maka luas permukaan dari silika aerogel yang dihasilkan menjadi besar dengan naiknya kadar HMDS. Luas permukaan silika aerogel gel hasil sintesis diperoleh antara 50-468 m<sup>2</sup>/g.



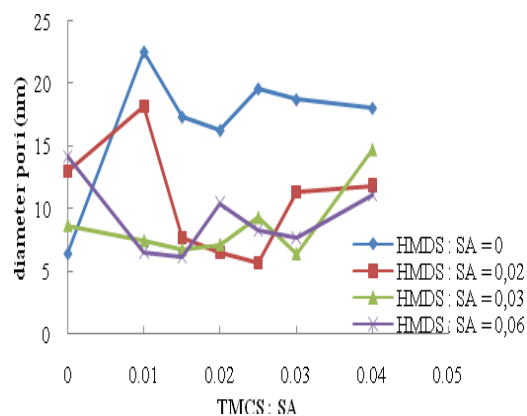
Gambar 3 Surface area silika aerogel untuk variasi TMCS dan HMDS

Gambar 4 menunjukkan bahwa seiring meningkatnya kadar HMDS yang ditambahkan ke dalam asam *silicic*, volume pori silika aerogel yang dihasilkan semakin bertambah. Peningkatan kadar HMDS terhadap SA dari 0 ke 0,06 menambah besar volume pori hingga menjadi 78,15 %. Pada proses mekanisme modifikasi permukaan semakin tinggi kadar HMDS terhadap SA, makin banyak H dari gugus (-OH) pada pori silika yang dimodifikasi menjadi gugus O-Si-(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub> sehingga efek *spring back* akan semakin besar dan mencegah terlalu besarnya *shrinkage*. Dengan demikian, meningkatnya kadar HMDS akan makin dapat mengurangi *shrinkage* sehingga volume pori makin besar. Volume pori yang dihasilkan berkisar antara 0,2-0,9 m<sup>3</sup>/g.



Gambar 4 Volume Pori Silika Aerogel untuk variasi TMCS dan HMDS

Dan dari gambar 5 tampak bahwa diameter pori berkisar antara 5,7 – 22,56 nm. Berdasarkan tipe pori yang didefinisikan oleh IUPAC, maka dapat disimpulkan bahwa partikel silika aerogel yang dihasilkan dalam penelitian ini termasuk mesopori.



Gambar 5 Diameter pori Silika Aerogel untuk variasi TMCS dan HMDS

#### 4. Kesimpulan

Abu bagasse dapat dimanfaatkan sebagai bahan dasar untuk mensintesis silika aerogel. Karakteristik silika aerogel yang dihasilkan dengan memvariasikan komposisi SA : TMCS : HMDS memiliki luas permukaan antara 50-468 m<sup>2</sup>/g, volume pori 0,2-0,9 m<sup>3</sup>/g, sudut kontak 48-119.

#### 5. Ucapan Terima Kasih

Terima kasih pada Ditjen DIKTI Depdiknas dengan proyek penelitian Strategis Nasional yang telah mendanai penelitian ini.

#### Daftar Pustaka

- Affandi, S., Setyawan, H., Winardi, S., Purwanto, A., Balgis, R. 2009. "A Facile Method for Production of High Purity Silica Xerogel from Bagasse Ash", *Advanced Powder Technology*
- Armandi, M., Bonelli, B., Areat, C.O., Garrone, E. 2008. "Role of Microporosity in Hydrogen Adsorption on Templated Nanoporous Carbons", *Microporous and Mesoporous Materials*, **112**: 411-418
- Bahrak, D., Riaswati, Y. 2008. "Sintesa Silika Komposit yang Selektif Terhadap Air untuk Solid Sorption Refrigeration", *Skripsi*, Jurusan Teknik Kimia, Institut Teknologi Sepuluh Nopember



- Bhagat, Sharad D., Kim, Y.H., Ahn, Y.S., Yeo, J.G. 2007. "Textural Properties of Ambient Pressure Dried Water Glass Based Silika Aerogel Beads: One Day Synthesis", *Microporous and Mesoporous Materials*, **96**: 237-244
- Guan, C., Wanga, K., Yang, C., Zhao, X.S. 2009. "Characterization of A Zeolite-Templated Carbon for H<sub>2</sub> Storage Application", *Microporous and Mesoporous Materials*, **118**: 503-507
- Holladay, J.D., Hu, J., King, D.L., Wa, Y., 2009. "An Overview of Hydrogen Production Technologies", *Catalysis Today*, **139**: 244-260
- Pramudityo, E., Pertiwi, M. 2009. "Sintesis Silika Aerogel Berbasis Water Glass untuk Penyimpan Hidrogen", *Skripsi*, Jurusan Teknik Kimia, Institut Teknologi Sepuluh Nopember
- Rao, A.P., Rao, A.V., Pajonk, G.M. 2007. "Hydrophobic and Physical Properties of the Ambient Pressure Dried Silika Aerogels with Sodium Silikate Precursor Using Various Surface Modification Agents", *Applied Surface Science*, **253**: 6032-6040
- Thomas, K.M. 2007. "Hydrogen Adsorption and Storage on Porous Material", *Catalysis Today*, **120**: 389-398
- Wu, C.D., Gao, Q.M., Hu, J., Chen, Z., Shi, W. 2009. "Rapid Preparation, Characterization and Hydrogen Storage Properties of Pure and Metal Ions Doped Mesoporous MCM-41", *Microporous and Mesoporous Materials*, **117**: 165-169