

VARIASI METODE PREPARASI GEL PADA SINTESIS AEROGEL SILIKA DARI LUMPUR LAPINDO

Angelina Rosmawati, Rachmat Triandi Tjahjanto*, Yuniar Ponco Prananto

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 dari lumpur Lapindo melalui metode sol gel dengan pengeringan pada tekanan ambien. Variasi metode preparasi gel dilakukan untuk memperoleh aerogel silika hidrofobik dengan bentuk optimal. Silika dari lumpur Lapindo yang telah diberi perlakuan awal diekstraksi menggunakan NaOH 3 M dan disaring. Filtrat dititrasi dengan HCl 1 M hingga pH 4. Dilakukan dua variasi metode, yakni metode pertama (A), larutan pH 4 dicetak dalam *syringe* 20 mL, filtrat didekantasi dan endapan dicuci air suling hingga diperoleh endapan putih dalam volume 5 mL kemudian didiamkan, sedangkan metode kedua (B), larutan pH 4 didiamkan hingga terbentuk endapan yang dipisahkan dari filtratnya melalui penyaringan. Endapan dicuci dengan air suling, dicetak dalam *syringe* volume 5 mL, dan didiamkan hingga terbentuk hidrogel. Hidrogel direndam dalam metanol, dilanjutkan dalam campuran metanol, trimetilklorosilan (TMCS), dan heksana, serta diakhiri dalam heksana. Gel yang telah tersilulasi kemudian dikeringkan pada suhu 50 °C dan suhu 200 °C. Aerogel silika berhasil disintesis dari metode B dan dikarakterisasi melalui pengamatan visual, gravimetri, spektrofotometri IR, dan uji hidrofobisitas secara kualitatif. Aerogel silika yang dihasilkan berbentuk silinder dengan massa 0,1914 gram dan densitas teoritis 0,223 g/cm³, berwarna putih, *opaque*, hidrofobik, dan lipofilik

Kata kunci: aerogel silika, hidrogel, lumpur Lapindo, silika, sol gel

ABSTRACT

Synthesis of silica aerogel from Lapindo's mud volcano via sol gel method by ambient pressure drying had been conducted. Variation methods of gel preparation were performed to obtain hydrophobic silica aerogel with optimal shape. Silica from pretreatment sample of Lapindo's mud volcano was extracted with NaOH 3 M and then filtered. The filtrate was then titrated with 1 M HCl until pH 4. There were two methods in this experiment: method A, a solution of pH 4 molted in a 20 mL syringe, filtrate was decanted and precipitate was washed with distilled water to obtain 5 mL of white precipitate, and then aged; while in method B, a solution of pH 4 was aged until a precipitate is formed which is separated from filtrate by filtration. The precipitate was washed with distilled water, molted in a volume of 5 mL syringe, and aged to form a hydrogel. Next, the hydrogel immersed in methanol, in the mixture of methanol-trimethylchlorosilane (TMCS)-hexane, hexane, respectively. Syllilated gel was then dried at 50 °C and 20 °C. Silica aerogel was successfully synthesized from method B and characterized through visual observation, gravimetry, IR spectroscopy, and qualitative hydrophobicity test. Silica aerogel resulted in this experiment possess the mass of 0.1914 gram and theoretical density of 0.223 g/cm³, white opaque, cylinder, hydrophobic, and lipophilic.

Keywords: silica aerogel, hydrogel, Lapindo's mud volcano, silica, sol gel

PENDAHULUAN

Aerogel silika merupakan bahan keramik yang sangat berpori, hidrofobik, dan bersifat inert. Karena karakteristiknya yang unik, yakni porositas tinggi (80–99%), densitas rendah (0,003–0,35 g/cm³), konduktivitas termal rendah (<0,005 W/mK), indeks bias rendah (~1.05),

dan luas permukaan tinggi (500–1600 m²/g), aerogel silika dapat diaplikasikan dalam beragam sektor industri, terutama sebagai isolator termal, katalis, dan adsorben [1].

Mayoritas penelitian terdahulu [1] menggunakan prekursor TMOS (tetrametoksisilan), TEOS (tetraetoksisilan), dan natrium silikat (Na₂SiO₃) untuk proses sol gel melalui kondisi pengeringan superkritis. Hingga akhir dasawarsa ini, sintesis aerogel silika terus dikembangkan, hingga diperoleh metode sintesis yang lebih aman dan efisien dari segi biaya, yakni penggunaan bahan dasar abu ampas tebu melalui metode sol gel dengan teknik pengeringan pada tekanan ambien [2].

Mengeksplorasi potensi dari dampak negatif bencana lumpur Lapindo di Jawa Timur, menurut Setyowati [3] 54,92% kandungan lumpur Lapindo ialah silika. Volume lumpur yang kian melimpah menjadi pendukung potensi lumpur Lapindo sebagai bahan dasar sintesis aerogel silika. Ekstraksi SiO₂ dari lumpur Lapindo menggunakan NaOH akan menghasilkan larutan Na₂SiO₃ [4] yang dapat dijadikan sebagai prekursor aerogel silika. Sintesis aerogel silika menggunakan Na₂SiO₃ melalui metode sol gel dengan pengeringan pada tekanan ambien melibatkan tiga langkah utama [1], yaitu pembentukan gel, modifikasi permukaan yang didahului pertukaran pelarut, dan pengeringan pada tekanan ambien.

Melalui penelitian ini, dilakukan modifikasi ekstraksi silika berbasis lumpur Lapindo dari penelitian sebelumnya [4]. Gel yang diperoleh selama proses ekstraksi silika dikeringkan pada tekanan ambien untuk menghasilkan aerogel silika. Dilakukan variasi preparasi gel silika, yakni penuangan larutan pH 4 dalam *syringe* sebagai metode A dan pencetakan endapan dalam *syringe* sebagai metode B. Variasi dilakukan guna memperoleh aerogel silika dengan bentuk optimal sehingga densitas aerogel silika dapat diketahui melalui perhitungan teoritis. Diharapkan melalui metode yang lebih sederhana serta efisien dalam segi biaya dan waktu, limbah lumpur Lapindo dapat tereksplorasi secara positif sebagai bahan dasar aerogel silika.

METODA PENELITIAN

Bahan dan alat

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: sampel lumpur Lapindo permukaan dengan jarak 500 meter dari pusat semburan, air suling, HCl 37%, NaOH pellet, TMCS (trimetilklorosilan) 99%, n-heksana, dan metanol. Semua bahan kimia dari Merck berderajat proanalisis (pa). Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: kertas saring Whatman no. 41, lumpang porselen, ayakan 100 mesh, desikator, *hot plate* Thermo Scientific Cimarec, pengaduk magnet 2,5 cm, Unzen *syringe* 20 mL, pH indikator universal

Macherey Nagel, oven Fisher Scientific, tanur Nabertherm, spektrofotometer IR Shimadzu 8400S, XRF Minipal-4 dari PAN-Analytical, kamera Sony Ericsson J10i2 Elm.

Prosedur preparasi sampel dan ekstraksi SiO₂ dari lumpur Lapindo

Sampel lumpur Lapindo dikeringkan pada suhu 110 °C selama 24 jam, dilanjutkan kalsinasi satu jam pada suhu 900 °C. Sampel terkalsinasi ditumbuk dan diayak hingga diperoleh butiran halus berukuran 100 mesh. Sepuluh gram butiran halus diekstraksi dalam 100 mL NaOH 3 M selama satu jam sambil dipanaskan suhu 98 °C. Filtrat disaring menggunakan kertas Whatman no. 41 dan dititrasi dengan HCl 1 M secara perlahan hingga pH 4.

Variasi metode preparasi gel silika

Pada metode pertama (A), larutan pH 4 yang masih homogen dituang dalam cetakan *syringe* 20 mL dan didiamkan 24 jam. Filtrat dikeluarkan hingga diperoleh 10 mL endapan yang kemudian dicuci dengan air suling bebas CO₂. Setelah didiamkan dua jam pada suhu 50 °C, air dikeluarkan dari *syringe*, 10 mL endapan didiamkan pada suhu 50 °C dalam oven kemudian dalam desikator. Pada metode kedua (B), larutan pH 4 didiamkan selama dua jam. Endapan yang terbentuk disaring menggunakan kertas Whatman no. 41 dan dicuci 300 mL air suling bebas CO₂. Endapan didiamkan hingga terbentuk hidrogel yang kemudian dicetak pada *syringe* volume 5 mL serta disimpan dalam oven suhu 50 °C dan desikator hingga hidrogel memadat. Pendiaman (*aging*) hidrogel pada kedua metode dibatasi dalam waktu 15 hari.

Pembuatan dan karakterisasi aerogel silika

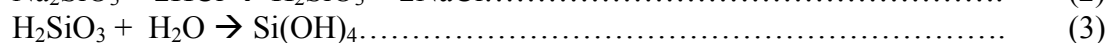
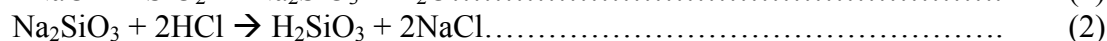
Gel yang telah memadat direndam 24 jam dalam metanol pada suhu 50 °C, dilanjutkan perendaman dalam campuran pelarut metanol : TMCS 33% : heksana dengan rasio volume 1:1:1 pada suhu 50 °C selama 24 jam, kemudian direndam satu jam dalam heksana pada suhu 50 °C. Gel tersilalasi selanjutnya dikeringkan pada suhu 50 °C dan suhu 200 °C masing-masing selama satu jam. Karakterisasi terhadap aerogel silika yang dihasilkan dilakukan melalui pengamatan visual, gravimetri, uji hidrofobisitas, serta spektrofotometri FT-IR.

HASIL DAN PEMBAHASAN

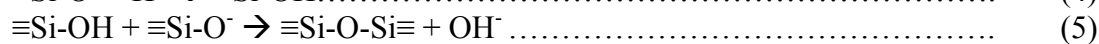
Ekstraksi SiO₂ dari lumpur Lapindo

Berdasarkan hasil analisa XRF terhadap sampel lumpur Lapindo diperoleh hasil bahwa kandungan utama lumpur Lapindo ialah senyawa SiO₂, Fe₂O₃, Al₂O₃, CaO, K₂O, TiO₂, dan senyawa-senyawa oksida logam lainnya dalam kadar rendah. Kandungan senyawa tertinggi dalam lumpur Lapindo ialah SiO₂ (49,9%) yang dapat diekstraksi menggunakan

NaOH 3 M sesuai Reaksi 1. Dalam kondisi basa, senyawa pengotor Fe₂O₃ dan TiO₂ dapat dipisahkan dari SiO₂ melalui pengendapan. Penambahan HCl hingga pH 4 bertujuan untuk melarutkan pengotor oksida logam seperti Al₂O₃, CaO, dan K₂O serta menginisiasi pembentukan H₂SiO₃ dari Na₂SiO₃ sesuai Reaksi 2, diikuti reaksi H₂SiO₃ membentuk sol asam ortosilikat Si(OH)₄ menurut Reaksi 3. Melalui mekanisme *aging*, Si(OH)₄ terpolimerisasi dengan membentuk ikatan silang ≡Si-O-Si≡ hingga terbentuk gel silika sesuai Reaksi 5.



Proses kondensasi menggunakan katalis asam terjadi melalui mekanisme nukleofil yang tersaji dalam Reaksi 4 [5].



Variasi metode preparasi gel silika

Sesuai ringkasan hasil pada Tabel 1, hidrogel pada metode A mengalami penyusutan tinggi sebesar 0,5 cm setelah *diaging* selama 15 hari, namun gel yang dihasilkan lebih lunak dibandingkan hidrogel metode B, seperti tampak pada Gambar 1. Hal tersebut dapat dipengaruhi oleh faktor teknis maupun kimiawi. Ditinjau secara teknis, pemisahan filtrat dan pencucian dilakukan melalui dekantasi, sehingga diduga pemisahan pengotor seperti Al₂O₃ masih belum sempurna serta kadar air dalam endapan masih tinggi. Luas permukaan cetakan *syringe* yang relatif kecil dapat memperlambat proses kondensasi pelarut air yang masih terkandung tinggi dalam endapan SiO₂.

Ditinjau secara kimiawi, pada pH 4 kadar H⁺ dalam larutan cukup tinggi, sehingga banyak gugus siloksi yang terprotonasi, akibatnya jumlah Si-OH yang terbentuk juga semakin tinggi, sementara jumlah Si-O⁻ berkurang sesuai reaksi 4. Hal tersebut mengakibatkan laju reaksi pembentukan ≡Si-O-Si≡ menjadi lambat sehingga belum dapat dihasilkan gel yang kaku. Ketika endapan dilarutkan dalam air, hanya 12% bagian endapan yang tidak larut. Hal tersebut mengindikasikan konsentrasi SiO₂ dalam endapan masih rendah. Oleh karena itu, gel pada metode A masih bersifat lunak dan belum dapat mengeras secara keseluruhan meskipun telah didiamkan dalam kurun waktu 15 hari.

Tabel 1. Perbandingan produk akhir metode A dan B

Metode	Produk Akhir		
	Hidrogel SiO ₂		Aerogel SiO ₂
	mula-mula	Akhir	
A	d=1,85 cm, t=1,81 cm	d=1,85 cm, t=1,30 cm	tidak diperoleh aerogel
B	d=1,85 cm, t=1,80 cm	d=1,40 cm, t=1,15 cm	d=1,13 cm, t=0,90 cm

Keterangan Tabel 1: d = diameter, t = tinggi

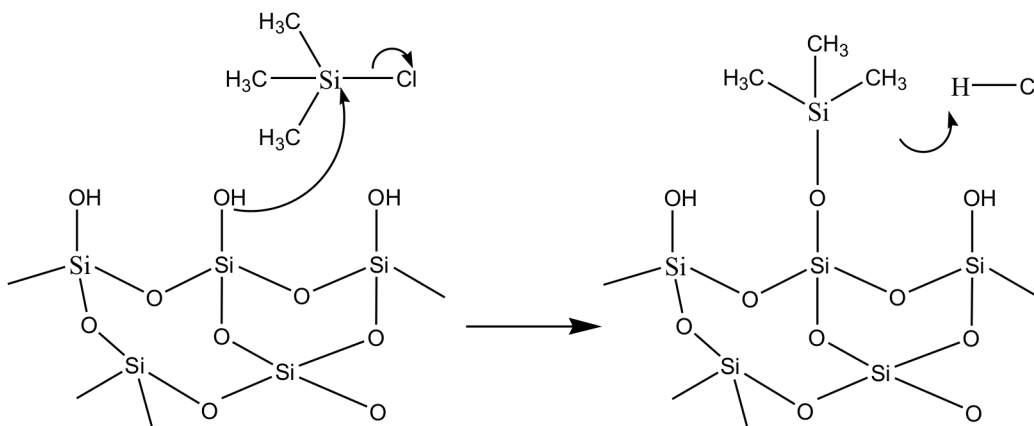
Teknik pencetakan hidrogel pada metode B dilakukan setelah endapan SiO₂ dipisahkan dari filtrat yang mengandung pengotor melalui penyaringan dengan kertas saring Whatman. Endapan SiO₂ yang diperoleh lebih murni karena pengotor dapat terpisah secara lebih baik melalui penyaringan. Di samping itu, pencucian endapan menggunakan air suling yang dilakukan setelah penyaringan menyebabkan pH akhir endapan cenderung meningkat. Karena kadar H⁺ dalam endapan metode B lebih sedikit, laju reaksi pembentukan ≡Si-O-Si≡ relatif lebih cepat sehingga gel yang padat dan kaku dapat terbentuk.



Gambar 1. Hidrogel yang dihasilkan dari metode A (a) dan metode B (b)

Pembuatan dan karakterisasi aerogel silika

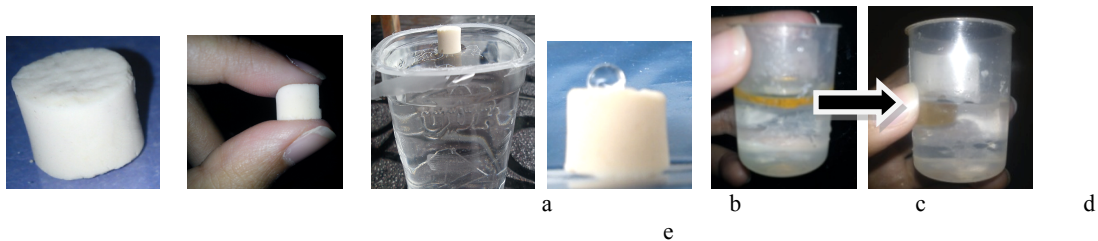
Pada metode A tidak dihasilkan gel yang padat, sehingga prosedur pembuatan aerogel silika tidak dapat dilakukan. Hidrogel kaku berbentuk silinder dapat diperoleh dari metode B melalui penyimpanan dalam desikator selama 3 hari dan dalam oven 50 °C selama 10 jam. Pertukaran pelarut menggunakan metanol mengubah hidrogel menjadi alkogel. Hidrofobisasi



Gambar 2. Mekanisme reaksi gugus silikat dengan TMCS

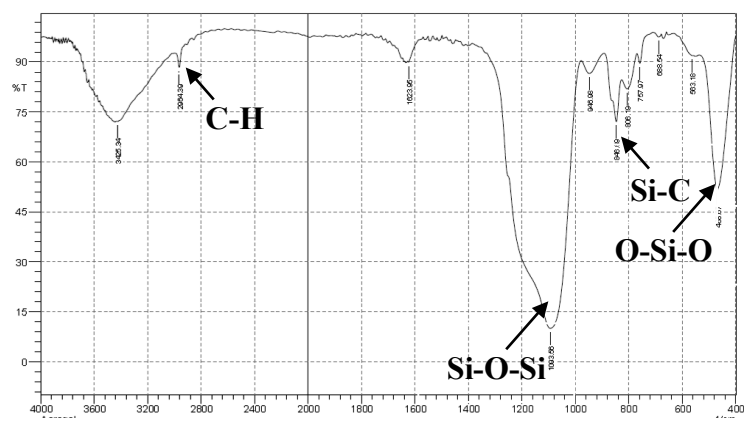
alkogel dilakukan dengan menambahkan agen sililasi TMCS yang mensubstitusi atom -H dari gugus -OH yang bersifat polar dengan gugus -Si-CH₃ (nonpolar) sehingga terbentuk aerogel yang bersifat hidrofobik. Mekanisme reaksi modifikasi permukaan menggunakan TMCS (trimetilklorosilan) dapat dijabarkan pada Gambar 2 [1].

Berdasarkan penelitian, melalui metode B dihasilkan aerogel silika putih berbentuk silinder (Gambar 3a), dengan densitas berdasar perhitungan (teoritis) sebesar 0,223 g/cm³. Aerogel yang dihasilkan berupa padatan yang cukup kuat jika sedikit ditekan (Gambar 3b), ringan seperti sterofom, namun mudah rapuh. Sifat hidrofobitas aerogel ditunjukkan melalui kemampuannya terapung di atas permukaan air (Gambar 3c) dan pembentukan *liquid marble* ketika air diteteskan di atas aerogel (Gambar 3d). Sifat lipofilik aerogel silika ditunjukkan oleh kemampuannya dalam menyerap minyak pelumas (Gambar 3e).



Gambar 3. Karakter aerogel silika dari lumpur Lapindo: a.silinder putih, b.kuat namun mudah rapuh, c.terapung di atas air, d.membentuk *liquid marble*, e.lipofilik

Spektra IR aerogel silika dari lumpur Lapindo pada Gambar 4 telah sesuai dengan hasil penelitian yang dilakukan oleh Bangi [2], yaitu terdapat puncak intensitas tinggi pada 1093 cm⁻¹ yang merupakan vibrasi ulur asimetri Si-O dari Si-O-Si dan 468,67 cm⁻¹ merupakan vibrasi tekuk Si-O-Si, serapan gugus -C-H pada 2964,39 cm⁻¹, serta ikatan Si-C pada 846,69 cm⁻¹.



Gambar 4. Spektra IR aerogel silika dari lumpur Lapindo

KESIMPULAN

Metode yang lebih baik untuk sintesis aerogel silika ialah metode B. Melalui ini telah dihasilkan aerogel silika dari lumpur Lapindo berwarna putih berbentuk silinder dengan massa 0,1914 gram dan densitas teoritis adalah $0,223 \text{ g/cm}^3$, bersifat hidrofobik dan lipofilik. Melalui metode A, hidrogel yang dihasilkan dalam kurun waktu pendiaman sekitar 15 hari masih sangat lunak, sehingga prosedur preparasi gel melalui metode A belum dapat direkomendasikan untuk sintesis aerogel silika.

UCAPAN TERIMAKASIH

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

DAFTAR PUSTAKA

1. Aergerter, M.A, Leventis, N., and Koebel, M.M., 2011, *Aerogels Handbook*, New York, Springer Science and Business Media, pp.21-34.
2. Bangi, U.K.H., Rao, A. V., and Rao, A. P., 2008, A New Routes for Preparation of Sodium Silicate Based Hydrophobic Silica Aerogels via Ambient Pressure Drying, *J. Sci. Tech. Adv. Mater* 9, pp. 122-135.
3. Setyowati, E.W, 2009, Penggunaan Campuran Lumpur Lapindo terhadap Peningkatan Kualitas Genteng Keramik, *Jurnal Dinamika Teknik Sipil* ,9, pp. 67-75.
4. Sodiq, M. J., 2012, *Studi Sintesis Nanopartikel SiO₂ dari Lumpur Lapindo*, Skripsi, Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Brawijaya, Malang.
5. Nuryono dan Narsito, 2004, Pengaruh Konsentrasi Asam Terhadap Karakter Silika Gel Hasil Sintesis dari Natrium Silikat, *Indo. J. Chem.* 5 (1), pp. 23-30.