

## SINTESIS SILIKA AEROGEL DENGAN BAHAN DASAR ABU BAGASSE

Nazriati<sup>\*)</sup>, 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

<sup>\*)</sup>Penulis korespondensi: nazriati\_99@yahoo.com

### Abstract

**SYNTHESIS OF SILICA AEROGEL FROM BAGASSE ASH.** *Synthesis of silica aerogel from bagasse ash was done by alkaline extraction followed by sol-gel. Bagasse ash was extracted with NaOH at its boiling temperature for one hour with continue stirring, to produce sodium silicate. Subsequently, sodium silicate was pass through ionic exchanger resin, to produces silicic acid (SA). Silicic acid solution was then added with TMCS and HMDS as surface modifier agent. In order to form gel pH must be adjusted to final pH of 8-9 by addition of NH<sub>4</sub>OH solution. The resulting gel then was aged and dried at ambient pressure and at a certain time and temperature. Characterization of products was done by measuring its pore volume, surface area, and hydrophobisity (contact angle). TMCS serves as water expeller from the pores and subsequently surface was modified by HMDS and TMCS. HMDS content will linearly increase surface area, pore volume, and the contact angle of the resulting silica aerogel. Characteristics of silica aerogel was generated by varying the composition of the SA:TMCS:HMDS resulting has a surface area of 50-488 m<sup>2</sup>/g, pore volume from 0.2 to 0.9 m<sup>3</sup>/g, the contact angle of 48-119 and pore diameter ranging from 5.7-22.56 nm. Based on the resulting pore diameter, the synthesized of silica aerogel categorized as mesoporous.*

**Keywords:** *ambient pressure drying; bagasse ash; silica aerogel; surface modification*

### Abstrak

*Sintesis silika aerogel dari bahan dasar abu bagasse dilakukan dengan ekstraksi basa dan diikuti dengan sol-gel. Abu bagasse diekstrak dengan NaOH pada suhu didihnya sambil diaduk selama satu jam, menghasilkan sodium silikat. Selanjutnya, sodium silikat dilewatkan resin penukar ion, menghasilkan asam silicic (SA). Larutan asam silicic kemudian ditambahkan trimethylchlorosilane (TMCS) dan hexamethyldisilazane (HMDS) sebagai agen pemodifikasi permukaan. Untuk terjadinya gel pH diatur hingga mencapai 8-9 dengan penambahan larutan NH<sub>4</sub>OH. Gel yang dihasilkan kemudian di-aging dan dikeringkan pada tekanan ambien 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 50-488 m<sup>2</sup>/g, volume pori 0,2-0,9 m<sup>3</sup>/g, sudut kontak 48-119 dan diameter pori berkisar antara 5,7-22,56 nm. Berdasarkan diameter pori yang dihasilkan, silika aerogel hasil sintesis termasuk mesopori.*

**Kata kunci:** *pengeringan pada tekanan ambien; abu bagasse; silika aerogel; modifikasi permukaan*

### 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 memiliki potensi aplikasi yang luas seperti insulator termal,

penyangga katalis, adsorben, dan penghantar obat (Gurav dkk., 2009).

Silika aerogel telah disintesis pertama kali oleh Kistler pada tahun 1931, akan tetapi pada saat itu bahan ini menjadi tidak menarik karena membutuhkan waktu beberapa minggu untuk menghilangkan sisa garam dari jaringan hidrogel dan pengeringannya

superkritis (Bhagat dkk., 2008). Pengerinan superkritis membutuhkan peralatan khusus dan penanganan yang sulit. Dardel dkk. (1983) menggunakan TEOS/TMOS sebagai sumber silika untuk menghasilkan silika aerogel. TEOS/TMOS merupakan bahan beracun dan mahal. Untuk itu, para peneliti selalu mencari upaya untuk melakukan sintesis silika aerogel dengan bahan baku murah dan tidak beracun, serta 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. Di pabrik gula bagasse merupakan sumber energi utama untuk menghasilkan uap air. Pembakaran bagasse menghasilkan limbah padat yang berupa abu. Hasil analisis menunjukkan bahwa abu bagasse mengandung silika  $\pm 51\%$  dimana silika ini memiliki fasa amorf (Affandi dkk., 2009). Karena kandungan silika dalam abu bagasse besar maka abu bagasse berpotensi sebagai bahan baku pembuatan silika gel yang mempunyai nilai tambah secara ekonomi.

Affandi dkk. (2009) melaporkan bahwa silika amorf dalam abu bagasse dapat diambil dengan ekstraksi basa membentuk larutan sodium silicate. Silika gel murni dapat diperoleh dengan merubah silika dalam larutan sodium silicate dengan penambahan asam. Teknik ini mungkin bisa dikembangkan lebih lanjut untuk pembuatan silika aerogel. Pramudityo dan Pertiwi (2009) menggunakan TMCS (*trimethylchlorosilane*) dan HMDS (*hexamethyldisilazane*) untuk memodifikasi permukaan aerogel sehingga dapat dikeringkan pada tekanan ambient (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 ambient tanpa terjadi pengerutan. Aerogel ini memiliki volume pori yang besar ( $\sim 3 \text{ cm}^3/\text{g}$ ) dan luas permukaan yang besar ( $\sim 900 \text{ m}^2/\text{g}$ ).

Berdasarkan uraian di atas maka penelitian ini difokuskan pada pembuatan silika aerogel dengan bahan dasar abu bagasse dan dengan penambahan agen pemodifikasi permukaan sehingga dapat dikeringkan pada tekanan ambient.

## METODE PENELITIAN

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: abu bagasse (Pabrik Gula Candi Sidoarjo), NaOH p.a (Merck), Chlorotrimethylsilane (TMCS),  $\text{C}_3\text{H}_9\text{ClSi}$  (Merck), 1,1,1,3,3,3-Hexamethyldisilazane (HMDS),  $\text{C}_6\text{H}_{19}\text{NSi}_2$  (Merck) berfungsi sebagai pemodifikasi permukaan,  $\text{NH}_4\text{OH}$  25% (Merck), HCl, *fuming* 37% (Merck) aquades, resin kation. Peralatan yang digunakan: alat gelas, magnetic stirrer, oven, hot plate, *Scanning Electron Microscopy* (SEM FEI tipe

Inspect S 40), FTIR 8400s (Shimadzu), dan BET (Nova 1200, Quantachrome).

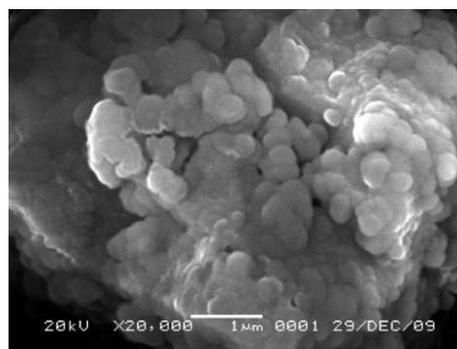
Silika aerogel disintesis dengan metode ekstraksi basa yang diikuti dengan proses sol-gel. Sintesis dilakukan dengan mengekstrak 10 gram abu bagasse dengan 60 ml NaOH 2N pada suhu didihnya selama 1 jam, kemudian didinginkan hingga mencapai suhu ruang dan disaring. Larutan natrium silikat hasil ekstraksi tersebut dilewatkan resin penukar kation untuk mempertukarkan ion  $\text{Na}^+$  dengan ion  $\text{H}^+$  sehingga terbentuk asam *silicic* dengan pH 2. Selanjutnya ke dalam asam *silicic* tersebut ditambahkan agen pemodifikasi permukaan dengan komposisi tertentu. Penambahan dilakukan tetes demi tetes, dengan selang waktu 15 menit untuk tiap jenis agen pemodifikasi sambil diaduk secara konstan. Gel akan terbentuk pada pH 8-9. Untuk mencapai pH tersebut 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 yang berfungsi untuk penguatan jaringan. Pengerinan 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.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

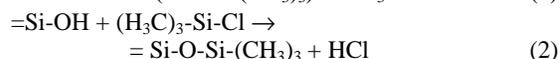
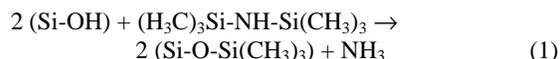
Silika aerogel yang dihasilkan memiliki morfologi yang bisa berupa bongkahan, serbuk kasar, atau serbuk halus. Semakin besar kadar HMDS yang ditambahkan, silika aerogel memiliki kecenderungan berbentuk serbuk. Hal ini dikarenakan makin besar kadar HMDS maka makin banyak gugus silanol yang dimodifikasi sehingga kondensasi lebih lanjut dapat dihentikan. Molekul yang terjadi menjadi kecil sehingga cenderung berbentuk bubuk.

Analisis mikrostruktur pada silika aerogel yang dikeringkan pada tekanan ambient merupakan partikel yang tersusun atas agregat partikel primer seperti terlihat pada Gambar 1.

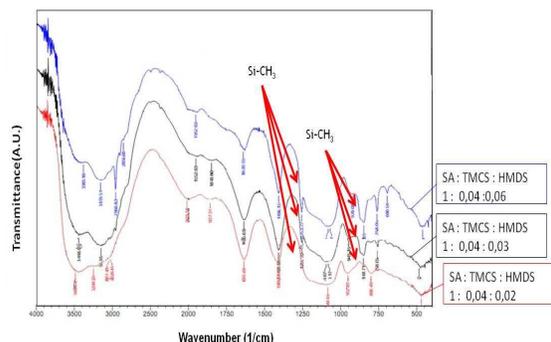


Gambar 1. Pencitraan SEM silika aerogel

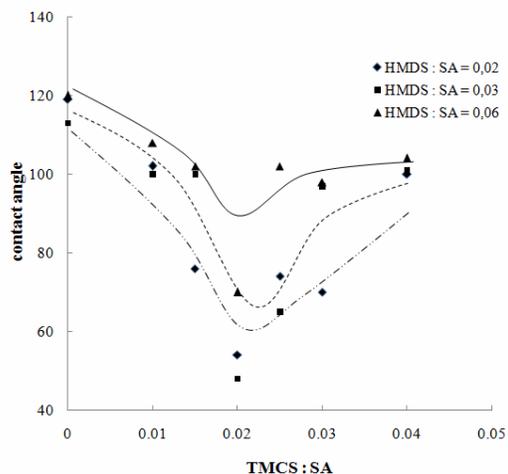
Spektra FTIR silica aerogel hasil sintesis (Gambar 2) menunjukkan puncak pada bilangan gelombang 850 dan 1260  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan serapan gugus Si-CH<sub>3</sub>. Hal ini membuktikan bahwa telah terjadinya modifikasi permukaan dimana atom H pada gugus silanol (-Si-OH) digantikan oleh gugus Si-CH<sub>3</sub> yang dapat dijelaskan oleh reaksi berikut:



Pada gambar tersebut juga terlihat bahwa makin besar kadar HMDS yang ditambahkan puncak serapan gugus Si-CH<sub>3</sub> semakin tinggi. Hal ini menunjukkan bahwa makin banyak gugus silanol yang telah digantikan oleh gugus alkil. Hal ini juga didukung oleh tingkat hidrofobisitas silica aerogel seperti yang akan diuraikan berikut ini.



Gambar 2. Spektra FTIR silica aerogel hasil sintesis

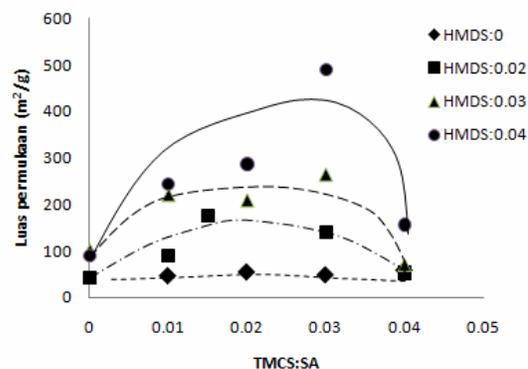


Gambar 3. Hidrofobisitas silica aerogel pada berbagai kadar HMDS dan TMCS

Adanya TMCS dan HMDS yang berfungsi untuk modifikasi permukaan dimana atom H pada gugus Si-OH digantikan oleh alkil menjadi gugus Si-R

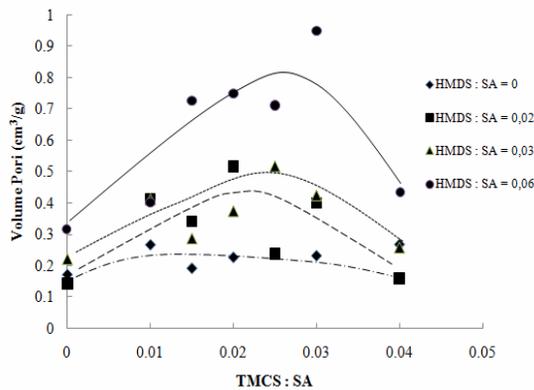
yang mencegah adsorpsi air, sehingga menghasilkan materi yang hidrofob. Hidrofobisitas silica aerogel hasil sintesis dapat dilihat pada Gambar 3 yang menunjukkan bahwa semakin besar kandungan HMDS, makin besar sudut kontak yang dihasilkan yang berarti makin hidrofobik silika aerogel yang dihasilkan. Naiknya kadar HMDS menyebabkan makin banyak gugus silanol yang bersifat hidrofil digantikan oleh gugus alkil sehingga hidrofobisitas makin meningkat. Berdasarkan Gambar 3 tersebut, sudut kontak dari silica aerogel hasil sintesis berkisar antara 48-119.

Gambar 4 menunjukkan pengaruh TMCS dan HMDS terhadap luas permukaan silica aerogel. Tanpa adanya penambahan HMDS luas permukaan silica aerogel sangat kecil, kira-kira 50  $\text{m}^2/\text{g}$ . Hal ini berbeda dengan kasus dimana HMDS ditambahkan. Dari situ terlihat bahwa peran TMCS sebagai agen pemodifikasi permukaan tidak terlihat. Hal ini karena TMCS juga bereaksi terlebih dulu dengan air di dalam pori sebelum mencapai permukaan silika. Jadi TMCS dapat mengusir air pori sehingga pengerutan saat pengeringan dapat direduksi. Penambahan pemodifikasi permukaan juga dapat menghentikan proses kondensasi lebih lanjut sehingga partikel yang dihasilkan tidak terlalu besar maka luas permukaan dari silica aerogel yang dihasilkan menjadi besar dengan naiknya kadar HMDS. Luas permukaan silica aerogel hasil sintesis berkisar antara 50-488  $\text{m}^2/\text{g}$ .



Gambar 4. Luas permukaan silica aerogel untuk variasi TMCS dan HMDS

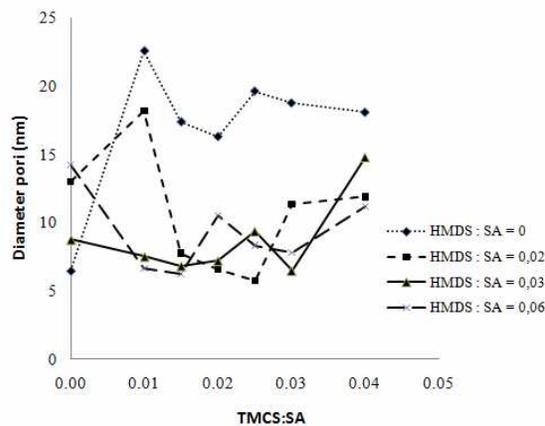
Gambar 5 menunjukkan bahwa seiring meningkatnya kadar HMDS yang ditambahkan ke dalam asam silicic, volume pori silika aerogel yang dihasilkan semakin bertambah. Peningkatan kadar HMDS terhadap SA dari 0 ke 0,06 menambah besar volume pori hingga menjadi 78,15%. Pada proses mekanisme modifikasi permukaan 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*.



Gambar 5. Volume pori silika aerogel untuk variasi TMCS dan HMDS

Dengan demikian, meningkatnya kadar HMDS akan mengurangi *shrinkage* sehingga volume pori makin besar. Volume pori yang dihasilkan berkisar antara 0,2-0,9 m<sup>3</sup>/g.

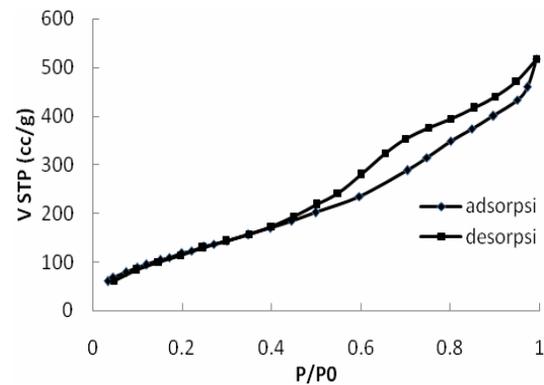
Dan dari Gambar 6 tampak bahwa diameter pori berkisar antara 5,7-22,56 nm. Berdasarkan klasifikasi IUPAC, maka partikel silika aerogel yang dihasilkan dalam penelitian ini termasuk mesopori. Karakteristik silika aerogel hasil sintesis tidak jauh berbeda dengan silika aerogel yang disintesis oleh Bhagat dkk. (2008) dengan bahan baku sodium silikat. Karakteristik silika aerogel yang disintesis oleh Bhagat adalah luas permukaan 173-778 m<sup>2</sup>/g, diameter pori 5,4-10,1 nm, dan volume pori 0,25-2,34 cm<sup>3</sup>/g.



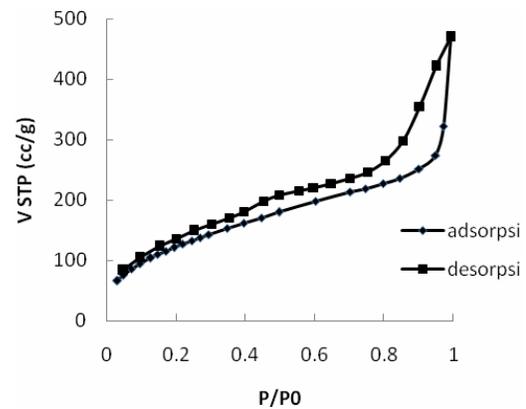
Gambar 6. Diameter pori silika aerogel untuk variasi TMCS dan HMDS

**Kurva Adsorpsi-Desorpsi Nitrogen**

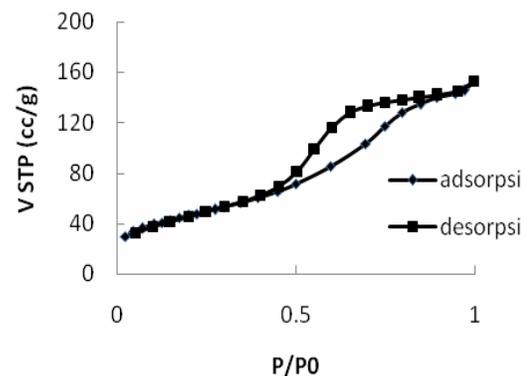
Dari data yang diperoleh dari analisis adsorpsi-desorpsi nitrogen telah dapat ditentukan BET *surface area*. Plot data-data adsorpsi-desorpsi menghasilkan kurva adsorpsi-desorpsi nitrogen seperti pada Gambar 7. Kurva adsorpsi isotherm merupakan salah satu karakteristik partikel berpori. Dari Gambar 7 tersebut, semua menghasilkan kurva isotherm adsorpsi yang hampir sama yaitu mirip tipe IV.



(a)



(b)



(c)

Gambar 7. Kurva adsorpsi-desorpsi partikel silika aerogel: (a) serbuk halus; (b) serbuk kasar; (c) bongkahan

Pada tipe IV, penyerapan gas pada awalnya lambat karena interaksi antarmolekul adsorbat lebih kuat dibanding interaksi molekul adsorbat dengan adsorben dan terjadi pembengkokan kurva pada tekanan yang tinggi yang menandakan bahwa terjadi peningkatan kecepatan pengisian pori dengan adsorbat. Tipe IV ini berlaku untuk material porous dan berdasarkan *surface area* yang didapat, partikel silika aerogel yang dihasilkan dalam penelitian

termasuk material berpori yang memiliki diameter pori berukuran mesopori.

#### **KESIMPULAN**

Abu bagasse dapat dimanfaatkan sebagai bahan dasar untuk mensintesis silika aerogel. TMCS disamping sebagai agen pemodifikasi permukaan juga dapat mengusir air pori sehingga saat pengeringan tidak terjadi pengerutan pori. TMCS dan HMDS berperan memodifikasi permukaan sehingga pengeringan dapat dilakukan pada tekanan ambient. Karakteristik silika aerogel yang dihasilkan dengan memvariasikan komposisi SA:TMCS:HMDS memiliki luas permukaan antara 50-488 m<sup>2</sup>/g, volume pori 0,2-0,9 m<sup>3</sup>/g, sudut kontak 48-119, dan silika aerogel yang dihasilkan termasuk mesopori. Silika aerogel ini berpotensi sebagai penyangga katalis, adsorben senyawa organik, dan *hydrogen storage*.

#### **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., dan Balgis, R., (2009), A Facile Method for Production of High Purity Silica Xerogel from Bagasse Ash, *Advanced Powder Technology*.

Bahrak, D. dan 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., and Yeo, J.G., (2007), Textural Properties of Ambient Pressure Dried Water Glass Based Silika Aerogel Beads: One Day Synthesis, *Microporous and Mesoporous Materials*, 96, pp. 237-244

Bhagat, S.D., Kim, Y.H., Suh, K.H., Ahn, Y.S., Yeo, J.G., and Han, J.H., (2008), Superhydrophobic silica Aerogel Powders with Simultaneous Surface Modification, Solvent Exchange and Sodium Ion Removal From Hydrogels, *Microporous and Mesoporous Materials*, 112, pp. 504-509

Dardel, G.v, Henning, S.A., and Svensson, L.O.G. (1983), Silica Aerogel, *U.S. Patent 4,402,927*.

Gurav, J.L, Rao, A.V., Rao, A.P., Nadargi, D.Y., and Bhagat, S.D., (2009), Physical Properties of Sodium Silicate Based Silica Aerogel Prepared by Single Step Sol-Gel Process Dried at Ambient Pressure, *Alloys and Compounds*, 476, pp. 397-402.

Pramudityo, E. dan 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., and Pajonk, G.M., (2007), Hydrophobic and Physical Properties of the Ambient Pressure Dried Silika Aerogels with Sodium Silicate Precursor Using Various Surface Modification Agents, *Applied Surface Science*, 253, pp. 6032-6040.