



SKRIPSI – TK141581

**SINTESIS AEROGEL SILIKA DENGAN METODE
*FREEZE DRYING***

Oleh :

Winnie Margareta

2313 100 107

Vincent Winata Tedjorahardjo

2313 100 159

Dosen Pembimbing :

Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M.Eng.

NIP. 19670203 199102 1 001

Ni Made Intan Putri Suari, S.T., M.T.

NIP. 19890106 201504 2 002

**LABORATORIUM ELEKTROKIMIA DAN KOROSI
DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017**



FINAL PROJECT – TK141581

**SYNTHESIS OF SILICA AEROGEL USING FREEZE
DRYING METHOD**

By :

Windy Margareta

2313 100 107

Vincent Winata Tedjorahardjo

2313 100 159

Advisor :

Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M.Eng.

NIP. 19670203 199102 1 001

Ni Made Intan Putri Suari, S.T., M.T.

NIP. 19890106 201504 2 002

**LABORATORY OF ELECTROCHEMISTRY AND
CORROSION**

CHEMICAL ENGINEERING DEPARTMENT

FACULTY OF INDUSTRIAL TECHNOLOGY

INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER

SURABAYA

2017

LEMBAR PENGESAHAN

“SINTESIS AEROGEL SILIKA DENGAN METODE *FREEZE DRYING*”

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar Sarjana Teknik pada Program Studi S-1 Departemen Teknik Kimia Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya

Oleh :

Winy Margareta

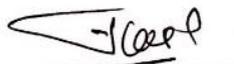
NRP. 2313 100 107

Vincent Winata Tedjorahardjo

NRP. 2313 100 159

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

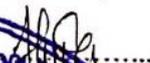
1. Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M. Eng
(Pembimbing)
2. Ni Made Intan Putri Suari, S.T, M.T
(Pembimbing)
3. Dr. Siti Machmudah, S.T, M.Eng
(Penguji I)
4. Dr. Widiyastuti, S.T, M.T
(Penguji II)
5. Prida Novarita T., S.T, M.T
(Penguji III)













SINTESIS AEROGEL SILIKA DENGAN METODE *FREEZE DRYING*

Nama : Winny Margareta
(2313100107)
Vincent Winata Tedjorahardjo
(2313100159)

Departemen : Teknik Kimia ITS

Pembimbing : Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M.Eng
Ni Made Intan Putri Suari, S.T,M.T

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pembuatan silika aerogel berbahan dasar *water glass* dengan metode *freeze drying*, serta mengetahui pengaruh pH, konsentrasi, serta jenis katalis organik terhadap karakteristik silika aerogel yang dihasilkan. Metode yang digunakan pada sintesa ini adalah metode fisika-kimia dengan pemanasan, pendinginan dan penambahan bahan kimia yaitu asam organik atau basa organik.

Pada penelitian terhadap pengaruh pH dan jenis katalis, *Water glass* komersial diencerkan kedalam aquades dengan perbandingan 1:10. Larutan sodium silikat dititrasi menggunakan katalis asam organik (Asam Sitrat, Asam Oksalat) dengan *range* pH 7-9, serta katalis basa organik (Resin Kationik + Ammonium Hidroksida) dengan *range* pH 4-5. Larutan kemudian di *aging* selama 18 jam sehingga terbentuk *hydrogel* silika. Sampel *hydrogel* dikeringkan dengan metode *freeze drying* hingga didapatkan aerogel silika. Sampel aerogel yang dihasilkan dicuci dengan aquades lalu dikeringkan untuk mendapatkan aerogel silika yang lebih murni.

Pada penelitian terhadap pengaruh konsentrasi *water glass*, *Water glass* komersial diencerkan kedalam aquades dengan variabel perbandingan 1:5, 1:7.5, dan 1:10. Larutan sodium silikat dititrasi menggunakan katalis basa organik (Resin Kationik +

Ammonium Hidroksida) dengan *range* pH 4. Larutan kemudian di *aging* selama 18 jam sehingga terbentuk *hydrogel* silika. Sampel *hydrogel* dikeringkan dengan metode *freeze drying* hingga didapatkan aerogel silika. Sampel aerogel yang dihasilkan dicuci dengan aquades lalu dikeringkan untuk mendapatkan aerogel silika yang lebih murni.

Sampel aerogel yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan alat BET (*Brunauer- Emmet-Teller*), dan SEM (*Scanning Electron Microscope*).

Dari hasil penelitian pengaruh karakteristik aerogel silika terhadap pengaruh pH dan jenis katalis, maka didapatkan bahwa *range* luas permukaan yang didapatkan berkisar pada 79~539 m²/g, dengan *range* volume pori sebesar 0,01~0,33 cm³/g, dan diameter pori sebesar 3,4~10,4 nm.

Dari hasil penelitian pengaruh karakteristik aerogel silika terhadap pengaruh konsentrasi *water glass*, maka didapatkan bahwa *range* luas permukaan yang didapatkan berkisar pada 294~539 m²/g, dengan *range* volume pori sebesar 0,15~0,25 cm³/g. dan diameter pori sebesar 3,4~4,3 nm.

Dari penelitian ini, dapat disimpulkan bahwa karakteristik silika aerogel terbaik didapatkan pada katalis Basa Organik (Resin Kationik + Amonium Hidroksida) pada pH 4 dengan luas permukaan 539 m²/g, volume pori 0,25 cm³/g, dan diameter pori 3,4 nm (mesopori).

Kata Kunci : *Water glass*, Aerogel Silika, *Freeze Drying*

SYNTHESIS OF SILICA AEROGEL USING FREEZE DRYING METHOD

Name : **Winy Margareta**
(2313100107)
Vincent Winata Tedjorahardjo
(2313100159)

Department : **Teknik Kimia ITS**

Advisor : **Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M.Eng**
Ni Made Intan Putri Suari, S.T,M.T

ABSTRACT

This research aims to study the synthesis of water glass-based aerogel silica using freeze drying method, and to know the effect of pH, concentration, and type of organic catalyst on the resulting silica aerogel characteristics. The method used in this synthesis is a physico-chemical method with heating, cooling and addition of chemicals, namely organic acids or organic bases.

The research of the effect of pH and catalyst type, commercial water glass was diluted into aquadest at a ratio of 1:10. The sodium silicate solution was titrated using an organic acid catalyst (Citric Acid, Oxalic Acid) with a pH range of 7-9, as well as an organic base catalyst (Cationic Resin + Ammonium Hydroxide) with a pH range of 4-5. The solution was then aged for 18 hours to form silica hydrogel. Hydrogel samples were dried by freeze drying method until silica aerogel was obtained. The resulting aerogel sample was washed with aquadest then dried to obtain more pure silica aerogel.

The research of the effect of water glass concentration, commercial water glass was diluted into aquadest with variables of 1: 5, 1: 7.5, and 1:10. The sodium silicate solution was titrated using an organic base catalyst (Cationic Resin + Ammonium Hydroxide) with a pH range of 4. The solution was then aged for 18 hours to form silica hydrogel. Hydrogel samples were dried by

freeze drying method until silica aerogel was obtained. The resulting aerogel sample was washed with aquadest then dried to obtain more pure silica aerogel.

The resulting aerogel samples were characterized using a BET (Brunauer-Emmet-Teller) tool, and SEM (Scanning Electron Microscope).

From the result of the research, the effect of silica aerogel characteristic to the effect of pH and catalyst type, it was found that the surface area obtained ranged from 79 ~ 539 m² / g, with pore volume ranged from 0.01 ~ 0.33 cm³ / g, and pore diameter of 3.4 ~ 10.4 nm.

From the result of the research, the effect of silica aerogel characteristic to the influence of water glass concentration, it is found that the surface area obtained ranged from 294 ~ 539 m² / g, with pore volume range 0,15 ~ 0,25 cm³ / g, and pore diameter of 3.4 ~ 4.3 nm.

From this research, it can be concluded that the best aerogel silica characteristics are obtained from organic base catalyst (Resin Cationic + Ammonium Hydroxide) at pH 4 with surface area 539 m² / g, pore volume 0.25 cm³ / g, and pore diameter of 3.4 nm (mesopore).

Keywords : Water glass, Silica Aerogel, Freeze Drying

KATA PENGANTAR

Hasil pendidikan yang bermutu menghasilkan pribadi yang sehat, mandiri, berbudaya, berakhlak mulia, beretos kerja, berpengetahuan, dan menguasai teknologi serta cinta tanah air. Oleh karena itu, melalui tugas ini, penulis berharap agar dapat menjadi pribadi yang unggul dalam iman maupun pengetahuan.

Tak lupa penulis menghaturkan puji syukur kepada Tuhan Yang Maha Esa karena atas penyertaan-Nyalah, penulis dapat menyelesaikan Proposal Skripsi yang berjudul “**Sintesis Aerogel Silika dengan Metode *Freeze Drying***” yang merupakan salah satu syarat kelulusan bagi mahasiswa Teknik Kimia FTI-ITS Surabaya. Keberhasilan penulisan Proposal Skripsi ini tidak lepas dari dorongan dan bimbingan dari berbagai pihak. Untuk itu dalam kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Bapak Juwari, S.T, M.Eng, Ph.D, selaku Kepala Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
2. Ibu Widiyastuti, S.T., M.T, selaku Kepala Laboratorium Elektrokimia dan Korosi.
3. Bapak Prof. Dr.Ir. Heru Setyawan, M.Eng dan Ibu Ni Made Intan Putri Suari, S.T,M.T, selaku Dosen Pembimbing Skripsi atas bimbingan dan saran yang telah diberikan.
4. Bapak Setyo Gunawan, ST, Ph.D, selaku Sekretaris Departemen Teknik Kimia ITS.
5. Bapak dan Ibu Dosen pengajar serta seluruh karyawan Departemen Teknik Kimia.
6. Orangtua serta saudara-saudara kami yang telah banyak memberikan dukungan baik moral maupun spiritual.
7. Teman-teman seperjuangan di Laboratorium Elkimkor (Ryan, Filla, Irsan, Arika, Abid, Tiara, Reko, Lila, Pras, Wenny, Denta, Fahmi, Oky, Risso, Ida, Giska, Mas Ucal, Mas Mas Ateb, Mas Puma, Mbak Puspita, Mbak Mar’a, Mbak Linda,

Mas Fahmi, Mbak Anggi) yang telah memberikan segala support, bantuan dan kerjasamanya.

8. Teman-teman K-53 yang telah memberikan banyak *support* dan bantuan.
9. Dave Hansel yang selalu memberikan nasihat, motivasi, dan kasih sayang yang tulus kepada salah satu penulis.
10. Semua pihak yang telah membantu penyelesaian Skripsi ini yang tidak dapat disebutkan satu persatu.

Penulis pun menyadari bahwa dalam tugas ini masih terdapat banyak kekurangan. Kekurangan tersebut dikarenakan berbagai kendala yang penulis temui. Tetapi, seiring dengan adanya berbagai kendala tersebut, penulis tetap berusaha untuk membuat tugas ini secara maksimal. Oleh karena itu, penulis mohon maaf kepada Bapak/Ibu sekalian jika masih terdapat kesalahan penulisan dalam laporan ini. Penulis juga mengharapkan kritik dan saran dari semua pihak demi kesempurnaan laporan ini. Semoga tugas ini dapat memberikan kontribusi yang bermanfaat bagi pembaca pada umumnya dan penulis pada khususnya.

Surabaya, 16 Juli 2017

Penyusun

DAFTAR ISI

COVER		
LEMBAR PENGESAHAN		
ABSTRAK	i	
ABSTRACT	iii	
KATA PENGANTAR	v	
DAFTAR ISI	vii	
DAFTAR GAMBAR	ix	
DAFTAR TABEL	xi	
BAB I	PENDAHULUAN	1
	I.1. Latar Belakang	1
	I.2. Rumusan Masalah	3
	I.3. Tujuan Penelitian	3
	I.4. Manfaat Penelitian	3
BAB II	TINJAUAN PUSTAKA	5
	II.1. Silika	5
	II.2. Silika Aerogel	6
	II.3. Sintesis Silika Aerogel	8
	II.3.1. Pembuatan Gel dari Sol (<i>Sol-Gel Process</i>)	8
	II.3.1.1. Prekursor untuk Proses Sol-Gel Silika.....	8
	II.3.1.2. Mekanisme Rreaksi pada Proses Sol-Gel.....	9
	II.3.2. <i>Aging</i>	10
	II.3.3. <i>Drying</i>	11
	II.3.3.1. <i>Supercritical Drying</i>	11
	II.3.3.2. <i>Ambient Pressure Drying</i>	13
	II.3.3.3. <i>Freeze Drying</i>	14
	II.4. Aplikasi / Kegunaan Silika Aerogel	15
	II.5. Karakteristik Silika Aerogel	16
	II.5.1. Struktur Pori.....	16
	II.5.2. Sifat Optik.....	18
	II.5.3. Konduktivitas Termal	18
	II.6. Penelitian Terhadulu	19

BAB III	METODOLOGI PENELITIAN	21
	III.1. Garis Besar Penelitian	21
	III.2. Bahan Penelitian.....	21
	III.3. Variabel Penelitian	22
	III.4. Prosedur Penelitian.....	22
	III.4.1. Tahap Aktivasi Resin Kationik	22
	III.4.2. Tahap Pembentukan Sol-Gel Silika ...	23
	a. Pengaruh Konsentrasi terhadap Karakteristik Silika Aerogel.....	23
	b. Pengaruh Reagen Basa Organik dan pH Asam terhadap Karakteristik Silika Aerogel	23
	c. Pengaruh Reagen Asam Organik dan pH Basa terhadap Karakteristik Silika Aerogel	24
	III.4.3. Tahap Pembentukan Silika Aerogel ...	25
	III.4.4. Tahap Karakterisasi Produk.....	25
	III.5. Karakterisasi Produk	25
	III.5.1. Karakterisasi Luas Permukaan.....	26
	III.5.2. Karakterisasi Morfologi Silika Aerogel.....	26
BAB IV	HASIL DAN PEMBAHASAN.....	27
	IV.1. Pengaruh pH terhadap Karakteristik Silika Aerogel	27
	IV.2. Pengaruh Konsentrasi Larutan Natrium Silika (Water glass) terhadap Karakteristik Silika Aerogel	32
	IV.3. Pengaruh Jenis Katalis (Asam/Basa Organik) terhadap Karakteristik Silika Aerogel	35
	IV.4. Analisa Morfologi Silika Aerogel	37
BAB V	KESIMPULAN.....	39
	V.1. Kesimpulan	39
	V.2. Saran	39
	DAFTAR PUSTAKA	xii
	LAMPIRAN	

DAFTAR GAMBAR

Gambar II.1.	Skema Replikasi Struktur Kristal Koloidalke dalam Material	5
Gambar II.2.	Mekanisme Pembuatan Aerogel.....	8
Gambar II.3.	Pengeringan Superkritis dengan Temperatur Tinggi.....	12
Gambar II.4.	Pengeringan Superkritis dengan Temperatur Rendah	12
Gambar II.5.	Proses <i>Sylation</i> pada Silika Aerogel	13
Gambar II.6.	Klasifikasi Isotherm Adsorpsi menurut IUPAC	16
Gambar II.7.	Klasifikasi <i>Hysteresis Loop</i>	17
Gambar III.1.	Alat Uji Adsorpsi Desorpsi Nitrogen dengan Metode BET	26
Gambar III.2.	Alat Uji Morfologi Silika Aerogel	26
Gambar IV.1.	Silika Aerogel Berbasis <i>Water glass</i> dengan Metode <i>Freeze Drying</i> (a) Asam Sitrat (b) Asam Oksalat (c) Resin Kationik dan Amonium Hidroksida	27
Gambar IV.2.	Pengaruh pH terhadap <i>Surface Area</i> Silika Aerogel.....	28
Gambar IV.3.	Pengaruh pH terhadap Volume Pori Silika Aerogel.....	29
Gambar IV.4.	Pengaruh pH terhadap Diameter Pori Silika Aerogel.....	30
Gambar IV.5.	Kurva Adsorpsi – Desorpsi Isothermis Partikel Silika Aerogel dengan Asam Sitrat pH 9	30
Gambar IV.6.	Kurva Distribusi Ukuran Pori Partikel Silika Aerogel.....	31
Gambar IV.7.	Silika Aerogel Berbasis <i>Water glass</i> dengan Metode <i>Freeze Drying</i> (a) Konsentrasi 4,7%wt <i>Water glass</i> (b) Konsentrasi 3,3%wt <i>Water glass</i> (c) Konsentrasi 2,5%wt <i>Water glass</i>	32

Gambar IV.8.	Pengaruh Konsentrasi Silika terhadap <i>Surface Area</i> Silika Aerogel	33
Gambar IV.9.	Pengaruh Konsentrasi Silika terhadap Volume Pori Silika Aerogel	34
Gambar IV.10.	Pengaruh Konsentrasi Silika terhadap Diameter Pori Silika Aerogel	34
Gambar IV.11.	Pengaruh Jenis Katalis terhadap <i>Surface Area</i> Silika Aerogel.....	35
Gambar IV.12.	Pengaruh Jenis Katalis terhadap Volume Pori Silika Aerogel.....	36
Gambar IV.13.	Pengaruh Jenis Katalis terhadap Diameter Pori Silika Aerogel.....	37
Gambar IV.14.	Morfologi Silika Aerogel dengan perbesaran 10.000x (a) Asam Sitrat pH 7 (b) Asam Oksalat pH 7 (c) Resin Kationik + Amonium Hidroksida pH 4 (Rasio Pengenceran 1:10).....	38

DAFTAR TABEL

Tabel II.1.	Properti dari Silika Aerogel.....	7
--------------------	-----------------------------------	---

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB I

PENDAHULUAN

I.1 Latar Belakang

Aerogel berbahan dasar silika sedang menarik perhatian dunia sains dan teknologi dalam 2 dekade terakhir dikarenakan *bulk density* nya yang rendah (hingga 95% volume aerogel adalah udara), hidrofobik, konduktivitas termal yang rendah ($\sim 0,01$ W/m.K), porositas tinggi ($\sim 99\%$), transmisi optik tinggi (99%) di daerah tampak, luas permukaan spesifik yang tinggi (500-1200 m²/g), konstanta dielektrik yang rendah ($\sim 1,0$ -2,0) dan indeks bias yang rendah ($\sim 1,05$) (Gurav, Jung, Park, Kang, & Nadargi, 2010). Silika aerogel memiliki berbagai fungsi, diantaranya dapat digunakan sebagai adsorben (Liu, Sha, Cooper, & Fan, 2009), penyangga katalis (Ma et al., 2007), *molecular sieve*, insulator termal (Hrubesh, 1998), dan penghantar obat (Alnaief et al., 2012).

Terdapat dua bahan umum yang sering digunakan dalam pembuatan silika aerogel ini, yaitu *Alkoxide* dan *Silicate*. Golongan *alkoxide* ini antara lain terdiri dari *Tetraethyl Orthosilicate* (TEOS) dan *Tetramethyl Orthosilicate* (TMOS). Namun dari segi ekonomis penggunaan TEOS dan TMOS sangat tidak efektif pada industri skala besar karena harganya tinggi, sulit didapatkan, mempunyai sifat beracun dan dapat menyebabkan kebutaan.

Untuk mengatasi hal tersebut sebagai bahan alternatif untuk sintesis silika digunakan *water glass*. *Water glass (sodium silicate)* adalah salah satu senyawa yang mengandung natrium oksida (Na₂O) dan silika (SiO₂), atau campuran dari natrium silikat dengan perbandingan Na₂O dan SiO₂ yang bervariasi. Senyawa ini dapat digunakan sebagai bahan alternatif pengganti aerogel sebagai bahan dasar silika, yang apabila dikontrol dapat memberikan sifat silika aerogel dengan porositas besar. Selain itu, *water glass* juga lebih murah, mudah didapat, ramah lingkungan, menghasilkan aerogel dengan pori yang besar, serta mempunyai tingkat stabilitas yang hampir sama dengan TEOS (Soleimani Dorcheh & Abbasi, 2008).

Teknik dasar pembuatan aerogel ini diawali dengan pembuatan sol-gel dari *water glass* yang ditambahkan dengan katalis asam / basa. Sol-gel yang terbentuk kemudian di-*aging* dan dikeringkan dengan metode *freeze drying* untuk mendapatkan aerogel. Aerogel kemudian dicuci untuk menghilangkan kontaminan yang masih terdapat dalam aerogel tersebut. Terdapat beberapa metode umum yang sering digunakan dalam proses pengeringan silika aerogel ini, diantaranya *Supercritical Drying* dan *Ambient Pressure Drying*.

Metode *Supercritical Drying* dilakukan dengan mengeringkan cairan sol-gel tersebut hingga di atas fase kritis *solvent* nya, sehingga dapat dihasilkan aerogel kering. Namun metode ini memiliki banyak keterbatasan diantaranya faktor efisiensi biaya, kontinuitas proses, dan keamanan dikarenakan proses yang dijalankan yaitu pada suhu dan tekanan tinggi, serta menggunakan peralatan khusus sehingga tidak praktis dan sulit diterapkan secara komersial.

Metode *Ambient Pressure Drying* merupakan jawaban atas metode *Supercritical Drying* yang menggunakan suhu dan tekanan tinggi. Pada metode ini, sol-gel dimodifikasi secara kimiawi dengan cara mensubstitusi gugus fungsi hidrofobik dan hidrogen dari gugus hidroksil, lalu dilanjutkan dengan pengeringan pada tekanan *ambient*. Terdapat beberapa reagen hidrofobik yang dapat mensubstitusi gugus hidroksil, diantaranya *Methyl Trimethoxy Silane* (MTMS), *Hexamethyl Disilazane* (HMDZ), *Dimethyl Chlorosilane* (DMCS), *Dimethyl Dichlorosilane* (DMDC), *Trimethyl Chlorosilane* (TMCS), *Trimethyl Ethoxysilane* (TMES), dan *Hexadecyl Trimethoxy Silane* (HDTMS). Penambahan reagen (*solvent*) selalu dilakukan jika menggunakan pengeringan pada tekanan *ambient* agar tidak terbentuk xerogel (silika aerogel yang mengerut) yang memiliki porositas rendah. Reagen dibutuhkan dalam jumlah banyak dan memiliki harga yang cukup tinggi sehingga tidak ekonomis bila diaplikasikan dalam skala besar. Selain itu, pengeringan dengan metode *Ambient Pressure Drying* membutuhkan waktu yang cukup lama sehingga tidak efektif.

Oleh karena itu, dari berbagai alasan yang telah dijabarkan di atas, penelitian difokuskan untuk memilih suatu metode pengeringan yang tidak menggunakan proses pada suhu dan tekanan tinggi, ataupun reagen yang mahal, seperti metode *Freeze Drying*.

I.2 Rumusan Masalah

Penelitian ini difokuskan pada pengaruh pH sol-gel, konsentrasi larutan natrium silikat, dan jenis katalis (asam organik / basa organik) terhadap karaktersitik silika aerogel berbahan dasar *water glass* dengan metode pengeringan *Freeze Drying*.

I.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk :

1. Mengetahui pengaruh pH dalam pembuatan silika aerogel berbahan dasar *water glass* dengan metode *freeze drying*.
2. Mempelajari pengaruh konsentrasi larutan natrium silikat dalam pembuatan silika aerogel berbahan dasar *water glass* dengan metode *freeze drying*.
3. Mempelajari pengaruh jenis katalis (asam organik atau basa organik) dalam pembuatan silika aerogel berbahan dasar *water glass* dengan metode *freeze drying*.

I.4. Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini diantaranya :

1. Menemukan nilai pH, konsentrasi larutan natrium silikat, dan jenis katalis (dari senyawa organik) yang paling baik dalam pembuatan silika aerogel sehingga lebih ekonomis.
2. Memberikan kontribusi berupa data-data teknis untuk diterapkan pada industri dan dapat digunakan untuk penelitian lanjut.

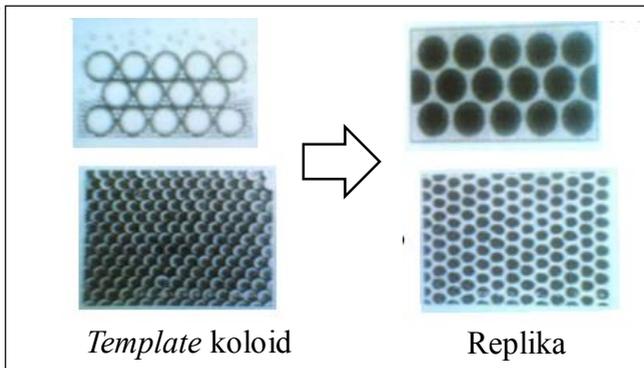
(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

II.1. Silika

Senyawa kimia “*silicon dioxide*” atau juga disebut sebagai “silika” mempunyai susunan kimia SiO_2 atau $\text{SiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$. Silika merupakan senyawa yang banyak terdapat di alam, namun keberadaannya di alam tidak dalam kondisi bebas melainkan terikat dengan senyawa lain baik secara fisik maupun kimia seperti pada tanaman, bambu, gandum dan lain sebagainya (Bases & Pairs, 1996).



Gambar II.1. Skema replikasi struktur kristal koloidal ke dalam material

Struktur pori pada partikel silika ada dua jenis: *irregular ordered* dan *regular ordered*. Pembuatan partikel silika berpori dengan tipe *regular ordered* bisa dilakukan dengan cara penambahan *template*. *Template* dipakai sebagai cetakan (pembantu dan pengarah) dalam pembentukan pori, dimana partikel koloidal primer akan mengisi celah-celah diantara susunan *template* sehingga ketika *template* dikeluarkan dari kristal akan terbentuk partikel silika yang berongga dengan struktur yang teratur (Gambar II.1.) (Okuyama, Abdullah, Lenggoro, & Iskandar, 2006). Untuk memperoleh *regular ordered pores* atau pori dengan

susunan teratur biasanya dipakai *template* berupa surfaktan dan polimer (Jia, Zhou, Caruso, & Antonietti, 2004).

Silika komersil tersedia dalam bentuk sol, gel dan *powder*. Silika banyak digunakan di industri karena sifat dan morfologinya yang unik, antara lain : luas permukaan dan volume porinya yang besar, serta kemampuannya menyerap berbagai zat seperti air, oli, dan bahan radioaktif. Sol silika berupa dispersi stabil partikel solid dalam fluida. Bila fluida yang digunakan berupa air, maka sol silika dikenal sebagai hidrosol atau aquasol. Bila fluida yang digunakan berupa pelarut organik, sol silika dikenal sebagai organosol. Bila fluida yang digunakan berupa gas, sol silika dikenal sebagai aerosol.

Gel silika berupa dispersi stabil partikel fluida dalam solid. Bila fluida yang digunakan berupa cairan maka disebut hidrogel, sedangkan bila fluida yang digunakan berupa gas maka disebut aerogel / xerogel. Xerogel adalah gel kering yang dihasilkan dari pengeringan gel dengan evaporasi pada kondisi normal sehingga struktur gel berubah (mengkerut). Aerogel adalah jenis xerogel dimana kandungan cairan dihilangkan tanpa mengubah struktur gel saat cairan dihilangkan. Silika aerogel yang dibuat menggunakan proses pengeringan *freeze drying* biasa disebut *cyrogel*.

II.2. Silika Aerogel

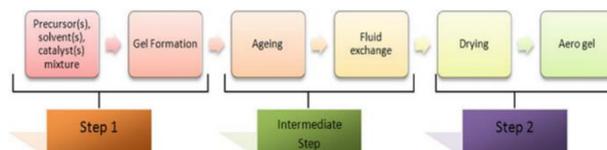
Silika aerogel adalah material solid berpori yang memiliki karakteristik : luas permukaan yang besar, porositas besar, densitas rendah, konstanta dielektrik yang rendah, konduktivitas panas yang rendah, transmisi optik di daerah tampak yang tinggi, harga indeks refraksi yang rendah, dan kecepatan bunyi yang rendah, seperti yang terlihat pada Tabel II.1 (Bond, 1987; Fricke & Emmerling, 1992; Hrubesh, n.d.; Mulder & VanLierop, 1986).

Tabel II.1. Properti dari Silika Aerogel (Gurav et al., 2010)

Properti	Nilai	Keterangan
<i>Apparent density</i>	0,03 g/cm ³	Umumnya, ~ 0,1 g/cm ³
Luas permukaan internal	600-1000 m ² /g	-
% padatan	0,13-15%	Umumnya 5% (95% ruang kosong)
Diameter pori rata-rata	~20 nm	Dianalisa dengan metode BET
Diameter partikel primer	2-5 nm	Dianalisa dengan mikroskop elektron
Indeks refraksi	1,00-1,08	-
Koefisien <i>thermal expansion</i>	2,0-4,0 * 10 ⁻⁶	Dianalisa dengan metode ultrasonik
Konstanta dielektrik	~1,1	Massa jenis 0,1 g/cm ³
Kecepatan bunyi	100 m/s	Massa jenis 0,07 g/cm ³
Porositas	80-99,8 %	-
Konduktivitas panas	0,01 W/m.k	-
Transmisi optik di daerah tampak	99 %	-

Sejarah perkembangan silika aerogel adalah sebagai berikut : istilah aerogel pertama kali diperkenalkan oleh Kistler (1932) yang menunjukkan bahwa cairan dalam gel digantikan oleh gas tanpa kerusakan jaringan pada gel padatnya dimana ukuran dan bentuk jaringan tidak berubah saat gel berisi cairan maupun gas (Pierre & Rigacci, 2011). Kistler melakukan berbagai penelitian mengenai aerogel dari berbagai material seperti alumina, tungsten oksida, besi oksida, timah oksida, nikel tartrat, selulosa, gelatin, dan agar-agar yang tidak termasuk dalam lingkup penelitian ini. Metode Kistler terkesan membosankan dan memakan banyak waktu sehingga berbagai peneliti kurang tertarik pada bidang aerogel selama hampir 3 dekade lebih. Pada tahun 1968, seorang peneliti bernama Professor S.J.Teichner bersama timnya menemukan metode baru penghilangan cairan dari dalam sol-gel yang lebih sederhana yaitu dengan pengeringan superkritis. Dari penelitian itulah, silika aerogel akhirnya berkembang pesat dan digunakan dalam dunia industri sebagai sensor, insulator panas, penanganan limbah, erangkat elektronik, kapasitor, katalis, pestisida, dan lain sebagainya (Gurav et al., 2010).

II.3. Sintesis Silika Aerogel



Gambar II.2. Mekanisme Pembuatan Aerogel

Dari Gambar II.2., dapat dilihat bahwa secara umum, sintesis silika aerogel dibagi menjadi 3 langkah, diantaranya (i) pembuatan gel, (ii) *aging*, dan (iii) *drying*.

II.3.1. Pembuatan Gel dari Sol (*Sol-Gel Process*)

Silika gel dihasilkan dari proses sol-gel. Sol adalah sistem koloid dimana sejumlah partikel berukuran 1-1000 nm terdispersi dalam liquids, sedangkan gel adalah *semisolid* yang masih banyak mengandung cairan. Proses sol-gel berarti transisi larutan koloidal (cairan) menjadi gel (padatan) melalui kondensasi dan hidrolisis. Proses kondensasi dan hidrolisis pada sol-gel dipengaruhi oleh viskositas, aktivitas besi alkoksida, rasio air/alkoksida, pH larutan, suhu, dan penambahan aditif. Partikel sol mengalami reaksi kondensasi secara terus-menerus melalui reaksi antar gugus silanol (Si-OH) membentuk jaringan tiga dimensi dan akhirnya mengembang ke seluruh medium cair dan mengental membentuk gel. Karakteristik dari gel adalah kemampuannya untuk berbentuk seperti wadah atau cetakan dimana gel tersebut dipersiapkan (Pajonk, 1998).

II.3.1.1. Prekursor untuk Proses Sol-Gel Silika

Prekursor adalah suatu bahan awal dalam proses sol-gel. Larutan prekursor dalam proses sol-gel dapat diperoleh dari berbagai sumber silika. Prekursor untuk proses sol-gel silika yang biasa digunakan diantaranya :

- **Alkoksida**

Senyawa alkoksi *tetraethoxysilane* (TEOS) dan *tetramethoxysilane* (TMOS) adalah sumber silika yang biasa digunakan karena kemurniannya yang tinggi. Karena mahal dan

senyawa alkoksi bersifat racun, maka diperlukan suatu alternatif sumber silika yang lebih murah, dan ramah lingkungan, yaitu *water glass* / natrium silikat (Na_2SiO_3).

- **Natrium Silikat**

Natrium silikat atau biasa disebut *water glass*, adalah senyawa yang mengandung campuran natrium oksida (Na_2O) dan silika (Si_2O) dengan komposisi yang bervariasi. Senyawa ini tidak berwarna (transparan), tersedia dalam bentuk bubuk / larutan kental, dan larut dalam air. Biasanya, natrium silikat digunakan sebagai bahan baku pembuatan silika gel, deterjen, semen, kaca, tembikar, bahan pewarna dalam cat, dan cetakan pada baju.

Natrium silikat yang dihasilkan melalui proses peleburan dapat menghasilkan silika berpori dengan luas permukaan spesifik yang besar dan kapasitas adsorpsi yang baik. Untuk sintesis silika aerogel dari *waterglass*, parameter yang penting adalah kandungan silika dalam larutan dan mol rasio antara $\text{NaSiO}_2/\text{H}_2\text{O}$ yang berpengaruh terhadap hidrofobisitas dan properti fisik. Penelitian menunjukkan bahwa aerogel struktur monolitik dengan tingkat kekakuan dan ukuran pori yang besar didapatkan saat mol rasio $\text{Na}_2/\text{SiO}_2 = 1 : 3,3$ dengan kandungan silika dalam larutan sebesar 4-8% (Soleimani Dorcheh & Abbasi, 2008).

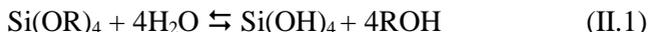
II.3.1.2. Mekanisme Reaksi pada Proses Sol-Gel

Untuk membentuk gel yang baik, dibutuhkan tambahan pelarut (*solvent*) sebagai bagian yang terintegrasi dalam gel untuk mempertahankan jaringan dan katalis untuk mengontrol laju *gelation*. Beberapa pelarut yang biasa digunakan seperti etanol, metanol, aseton, etil asetat, dan lain sebagainya. Jenis katalis yang digunakan terdiri dari katalis asam, katalis basa, dan katalis asam basa (Bhagat, Kim, Ahn, & Yeo, 2007; Lee, Kim, & Hyun, 2002). pH dan durasi proses sol-gel perlu diperhatikan sehingga didapatkan hasil yang maksimal. Secara teoritis, katalis basa / asam-basa menghasilkan karakteristik silika aerogel yang lebih baik dibandingkan katalis asam dalam hal keseragaman distribusi,

volume penyusutan, dan kemampuan *cross-linking* (Bhagat et al., 2007).

Mekanisme reaksi yang terjadi bila digunakan prekursor alkoksida diantaranya sebagai berikut :

(1) Hidrolisis



dimana R= gugus *vinil* / *alkil* / *aryl*

(2) Kondensasi Air



(3) Kondensasi Alkohol



Mekanisme reaksi yang terjadi bila digunakan prekursor natrium silikat diantaranya sebagai berikut :



Dalam suasana asam, akan terbentuk rantai cabang yang tidak teratur dalam sol silika. Namun, dalam suasana basa, akan terbentuk jaringan yang uniform dan volume pori yang besar. Pembentukan gel membutuhkan waktu yang lama apabila pH sol rendah (Soleimani Dorcheh & Abbasi, 2008). Natrium silikat stabil dalam larutan basa dan netral. Dalam larutan asam, ion silikat akan bereaksi dengan ion hidrogen membentuk *silicic acid*, dimana bila dipanaskan dalam oven akan membentuk silika berpori (silika gel) (Gurav et al., 2010).

II.3.2. Aging

Saat gel sudah terbentuk, maka tahapan selanjutnya adalah *aging*, yaitu proses penguatan struktur jaringan gel. Kekuatan dan kekakuan *wet gel* merupakan fungsi dari waktu *aging*. Selama proses *aging*, evaporasi pelarut dan distribusi ukuran partikel, peningkatan pada volume dan diameter pori, namun proses *aging* tidak berpengaruh pada luas permukaan aerogel sehingga hanya terjadi sedikit pengerutan saat proses pengeringan. Lamanya proses *aging* memberikan pengaruh pada properti silika aerogel berbasis *waterglass*. Waktu *aging* yang terlalu lama akan

meningkatkan densitas partikel dan menyebabkan *shrinking*. Dengan demikian, penentuan waktu *aging* yang tepat sangat diperlukan untuk menghasilkan silika aerogel dengan densitas yang rendah (Soleimani Dorcheh & Abbasi, 2008).

II.3.3. Drying

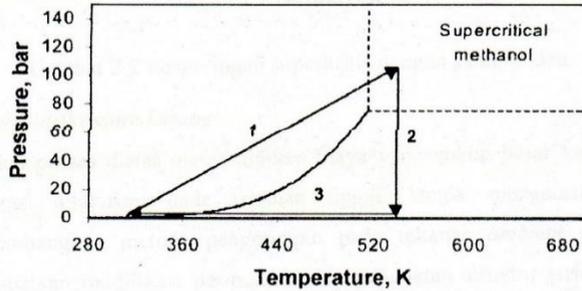
Evaporasi liquidida dari gel merupakan proses yang sangat kompleks. Pada tahap awal pengeringan, gel akan mengerut karena liquidida meninggalkan volume pori yang ditempatinya menuju permukaan gel. Tahap selanjutnya, jaringan menjadi lebih kaku dan tegangan permukaan liquidida meningkat. Hal ini akibat pori-pori mengalami pengecilan ukuran. Bila tegangan permukaan sudah tidak mampu mengubah struktur jaringan, maka gel akan menjadi sangat keras dan mudah patah. Beberapa strategi pengeringan gel untuk menghindari adanya pengerutan dan *cracking*, diantaranya :

II.3.3.1. Supercritical Drying

Penghilangan *solvent* dilakukan di atas titik kritisnya karena pada keadaan kritis, batas antara fase cair dan uap tidak tampak, densitas keduanya menjadi sama sehingga tidak terjadi tekanan kapiler penyebab pengerutan. Pengeringan superkritis dibagi menjadi 2 macam, diantaranya :

- ***High Temperature Supercritical Drying***

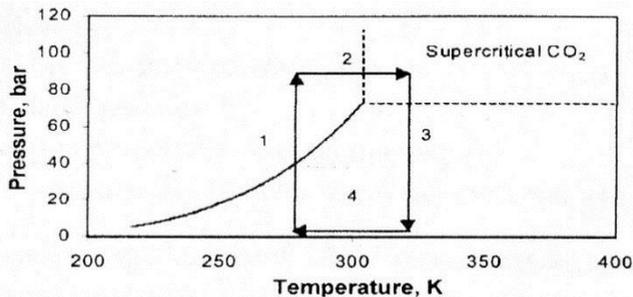
Metode ini dikembangkan oleh Kistler, dimana gel dan sejumlah *solvent* (misal metanol) ditempatkan ke dalam *autoclave* dan menaikkan temperturnya. Temperatur dan tekanan akan terus naik sampai titik kritis *solvent* dan dipertahankan sesuai waktu yang ditetapkan (tahap 1). Kemudian fluida perlahan dialirkan keluar pada temperatur konstan hingga tekanan dalam *autoclave* mencapai tekanan normal (tahap 2) dan didinginkan sampai temperatur kamar (tahap 3). Kelemahan metode ini adalah pada tekanan dan temperatur tinggi, *flammability solvent* meningkat sehingga berisiko terjadi kebakaran.



Gambar II.3. Pengeringan superkritis dengan temperatur tinggi

- **Low Temperature Supercritical Drying**

Pada metode ini, *solvent* yang ada pada gel digantikan oleh fluida superkritis, namun temperaturnya mendekati temperatur kamar. Karbondioksida cair banyak digunakan karena harganya yang murah. Selain itu, karena tekanan dan temperatur kritisnya yang tidak terlalu tinggi ($P_c < 80$ bar dan $T_c < 40^\circ\text{C}$). Gel berisi *solvent* ditempatkan dalam *autoclave*, kemudian CO_2 cair pada suhu $4\text{--}10^\circ\text{C}$ dipompakan hingga tekanan 100 bar (tahap 1). *Valve* aliran keluar dibuka sehingga *solvent* mengalir keluar dan digantikan oleh karbondioksida. Setelah seluruh *solvent* tergantikan, temperatur dinaikkan hingga 40°C dan tekanan dijaga konstan 100 bar (tahap 2). Secara perlahan, tekanan diturunkan dengan mengeluarkan karbondioksida hingga tekanan normal tercapai (tahap 3). Silik aerogel yang terbentuk dari pengeringan ini bersifat hidrofilik.



Gambar II.4. Pengeringan superkritis dengan temperatur rendah

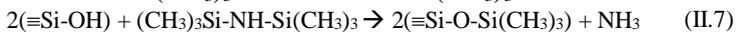
II.3.3.2. Ambient Pressure Drying

Proses *supercritical drying* membutuhkan biaya yang cukup besar karena operasi dilakukan pada tekanan tinggi. Untuk mengatasinya, dikembangkan metode pengeringan pada tekanan *ambient* yang melibatkan modifikasi permukaan dan penguatan struktur jaringan oleh *silylating agent* seperti TMCS dan HMDS. Penambahan *surface modifying agent* dapat dilakukan sebelum proses pembentukan gel (metode *co-precursor*) atau mencampurkan bersama dengan pelarut sesudah gel terbentuk (metode *surface derivatization*). Pada pengeringan dengan metode tekana *ambient*, terjadi penggantian atom H dari gugus Si-OH oleh gugus Si-R yang tidak mudah terhidrolisis, dapat mencegah terjadinya adsorpsi air, sehingga menghasilkan silika aerogel yang bersifat hidrofobik. Karena momen dipole gugus hidroksil lebih tinggi dibanding dengan gugus alkil (-R) dan alkoksi (-OR), maka diduga konstanta dielektrik silika aerogel menjadi berkurang. Proses *silylation* silik aerogel dapat dilihat pada Gambar II.5 (Soleimani Dorcheh & Abbasi, 2008).



Gambar II.5. Proses *Sylation* pada Silika Aerogel

Penggunaan TMCS dan HMDS sebagai *surface modifying agent* dapat menggantikan proses pertukaran *solvent* untuk menggantikan air yang terkandung dalam gel. Substitusi gugus silanol oleh gugus trimethylsilyl dapat mengurangi gaya permukaan antara fase *solid* dengan pelarut sehingga menyebabkan gel mampu mempertahankan bentuk ketika terjadi *shrinking* akibat adanya air yang hilang dari pori. Reaksi yang terjadi setelah dilakukan modifikasi permukaan adalah sebagai berikut :



II.3.3.3. *Freeze Drying*

Freeze Drying merupakan suatu alat pengeringan yang bersifat *Conduction Dryer* (konduksi) / *Indirect Dryer* karena proses perpindahan massa / panas terjadi secara tidak langsung, dimana terdapat dinding pembatas antara bahan yang akan dikeringkan (bahan basah) dan media pemanas. Hal ini menyebabkan air dalam bahan basah yang menguap tidak terbawa bersama media pemanas (Liapis & Bruttini, 1994).

Pengeringan dengan metode *freeze drying* relatif lama, dimana untuk mengeringkan ekstrak cair sebanyak 500 ml dibutuhkan waktu sekitar 20 jam. Hal ini menyebabkan bahan baku yang ingin dikeringkan sebaiknya berupa ekstrak kental agar waktu pengeringan lebih cepat dan biaya yang dikeluarkan lebih sedikit. Kapasitas *freeze drying* mencapai 6 liter dan dapat mengeringkan bahan hingga kandungan airnya 1%.

Freeze Drying mempunyai keunggulan dalam mempertahankan mutu hasil pengeringan, khususnya untuk produk-produk yang sensitif terhadap panas. Beberapa keunggulan *freeze drying* dibandingkan metode *drying* lain diantaranya :

- mempertahankan stabilitas produk seperti menghindari perubahan aroma, warna, dan unsur organoleptik lain
- mempertahankan stabilitas struktur bahan dimana tidak terjadi pengkerutan dan perubahan bentuk setelah pengeringan
- meningkatkan daya rehidrasi yang berarti hasil pengeringan sangat berongga dan *lyophile* sehingga daya rehidrasi sangat tinggi dan dapat kembali ke sifat fisiologis, organoleptik dan bentuk fisik yang hampir sama dengan sebelum pengeringan

Pada prinsipnya, proses dalam *freeze drying* meliputi pembekuan dan pengeringan. Proses pengeringan berlangsung saat bahan dalam keadaan beku, sehingga proses perubahan fase yang terjadi adalah sublimasi. Sublimasi dapat terjadi jika temperatur dan tekanan ruang sangat rendah, yaitu dibawah titik *triple* air. Tahapan-tahapan pada metode *freeze drying* diantaranya:

- (i) **Tahap pembekuan** : bahan baku / larutan didinginkan pada temperatur tertentu hingga seluruh bagiannya menjadi beku
- (ii) **Tahap pengeringan utama** : air dan pelarut yang membeku dikeluarkan dengan cara sublimasi dengan mengatur tekanannya kurang atau mendekati tekanan uap kesetimbangan air di dalam bahan baku. Karena bahan baku / larutan yang digunakan bukan air murni melainkan merupakan campuran berbagai komponen, maka pembekuan harus dilakukan pada temperatur di bawah 0°C (atau lebih rendah) untuk tekanan sekitar 2 mmHg (atau lebih kecil). Tahap pengeringan berakhir ketika semua air telah tersublim.
- (iii) **Tahap pengeringan sekunder** : pengeluaran air hasil sublimasi yang terikat ada di lapisan kering. Tahap pengeringan sekunder dilakukan setelah tahap pengeringan utama berakhir.

Saat menggunakan *freeze drying*, terdapat kecenderungan kristalisasi pelarut di dalam pori yang dapat menghancurkan jaringan struktur dari aerogel yang dihasilkan sehingga dibutuhkan waktu *aging* dan pelarut yang tepat untuk dapat mempertahankan struktur (Daoussi, Vessot, Andrieu, & Monnier, 2009).

II.4. Aplikasi / Kegunaan Silika Aerogel

Dengan karakteristik yang telah dijelaskan di atas, silika berpotensi besar untuk diaplikasikan sebagai :

- Komposit
- Adsorbent
- Sensor
- Material dengan Konstanta Dielektrik Rendah
- Katalis
- Media Penyimpanan
- *Template*
- *Thermal Insulator*
- Peralatan Perumahan (Kulkas dan Jendela)
- Industri Tekstil (Gurav et al., 2010)

II.5. Karakteristik Silika Aerogel

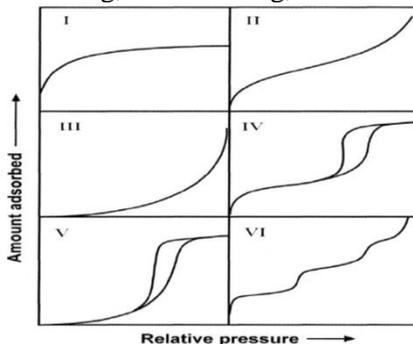
II.5.1. Struktur Pori

Berdasarkan ukuran pori – pori yang utama, IUPAC mengklasifikasikan material berpori menjadi 3 kelas, yakni:

- (1) *microporous*, dengan ukuran pori < 2.0 nm
- (2) *mesoporous*, dengan ukuran pori 2 - 50 nm,
- (3) *macroporous*, dengan ukuran pori > 50 nm (Dong, 2002).

Silika aerogel mencakup ketiganya, dengan mayoritas berada pada kelas mesopori. Salah satu aspek penting dari pori aerogel adalah struktur *open pore* dan interkonektivitasnya. Pada struktur *open pore*, suatu fluida dapat mengalir dari satu pori ke pori yang lain, bahkan dapat ke seluruh bagian material. Aerogel memiliki kombinasi porositas tinggi dengan ukuran porinya yang kecil. Metode yang dapat digunakan untuk menentukan besarnya porositas aerogel adalah teknik adsorpsi/desorpsi nitrogen atau metode BET.

Pengklasifikasian partikel dapat juga dilakukan berdasarkan isotherm adsorpsinya. IUPAC mengklasifikasikan isotherm adsorpsi menjadi 6 tipe yang merupakan pengembangan dari klasifikasi S.Brunauer, L.S.Deming, W.E.Deming, dan Teller tahun 1940.



Gambar II.6. Klasifikasi Isotherm Adsorpsi menurut IUPAC

Sesuai Gambar II.6., tipe-tipe adsorpsi diantaranya sebagai berikut :

(a) Tipe isoterm I

Tipe I mengindikasikan bahwa pori yang terbentuk termasuk mikropori dimana permukaan mikropori diisi oleh adsorbat sampai adsorpsi tidak terjadi kembali.

(b) Tipe isoterm II

Adsorpsi pada tipe ini terjadi pada serbuk *nonporous* atau pada serbuk dengan diameter yang lebih besar daripada mikropori. Titik pembengkokan isotermal biasanya terjadi pada saat monolayer pertama teradsorpsi sempurna sehingga meningkatkan tekanan relatif, sedangkan lapisan kedua dan seterusnya akan sempurna sampai mencapai kejenuhan dari sejumlah lapisan yang diadsorpsi tak terbatas.

(c) Tipe isoterm III

Tipe ini dikarakteristikan dengan panas adsorpsi yang kurang dari panas pencairan adsorbat. Adsorpsi lanjutan terjadi karena interaksi adsorbat dengan lapisan yang teradsorpsi lebih besar daripada interaksi dengan permukaan adsorben.

(d) Tipe isoterm IV

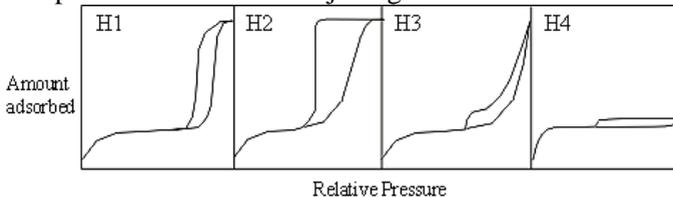
Tipe isoterm ini terjadi pada adsorben berpori yang memiliki pori dengan *range* radius sekitar 15-1000 Å (mesopori). *Slope* meningkat pada tekanan yang tinggi menandakan bahwa terjadi peningkatan kecepatan pengisian pori dengan adsorbat.

(e) Tipe isoterm V

Tipe V dihasilkan dari hubungan potensial yang kecil antara adsorbat-adsorben. Tipe ini mempunyai *range* jari-jari pori yang sama serta karakteristik yang hampir sama dengan tipe III.

(f) Tipe isoterm VI

Tipe ini baru dan saat ini jarang ditemukan.



Gambar II.7. Klasifikasi *Hysteresis Loop*

Dari Gambar II.6., dapat dilihat bahwa tipe IV dan V menunjukkan terjadinya histeresis. Klasifikasi histeresis terdiri dari (Gambar II.7.) :

(i) Tipe H-1

Pada tipe H-1, histeresis memiliki *loop* yang sempit, cabang adsorpsi dan desorpsi hampir vertikal dan paralel. Tipe H-1 dikaitkan dengan bahan berpori yang terbuat dari aglomerat dan memiliki distribusi ukuran pori yang sempit.

(ii) Tipe H-2

Pada tipe H-2, *loop* memiliki cabang desorpsi yang luas dan jauh lebih curam daripada cabang adsorpsi. Tipe H-2 bisa ditemukan pada adsorben berpori banyak, dalam sistem distribusi ukuran pori dan bentuk pori yang luas. Hal ini terjadi pada pori-pori leher sempit dan badan lebar, atau bahan berpori memiliki jaringan interkoneksi pori.

(iii) Tipe H-3

Pada tipe H-3, *loop* tidak menunjukkan apapun yang membatasi adsorpsi pada P/Po tinggi. Hal ini diyakini bahwa jenis isotherm terjadi dengan agregat partikel seperti piring sehingga menimbulkan celah berbentuk pori-pori.

(iv) Tipe H-4

Pada tipe H-4, *loop* hampir horisontal dan paralel pada berbagai P/Po. Tipe H-4 sering dikaitkan dengan celah sempit seperti pori-pori.

(Sangwichien, Aranovich, & Donohue, 2002)

II.5.2. Sifat Optik

Pada umumnya, silika aerogel adalah transparan secara visual. Hal ini tidak dimiliki material berpori pada umumnya. Transparansi aerogel ini disebabkan karena sedikitnya jumlah partikel pembias cahaya.

II.5.3. Konduktivitas Termal

Karena sifat porositas dan ukuran porinya yang mencapai nanometer, silika aerogel merupakan bahan isolator yang baik

dengan nilai konduktivitas termalnya lebih rendah daripada air murni. Silika aerogel memiliki fraksi padatan yang sangat kecil (~1-10%). Hal ini menyebabkan silika aerogel memiliki nilai konduktivitas padatan yang rendah sehingga kemampuan untuk menghantarkan energi termalnya juga rendah. Pori-pori pada silika aerogel merupakan pori yang terbuka dan dapat membuat gas-gas masuk ke dalam materi.

II.6. Penelitian Terdahulu

No.	Peneliti	Judul	Hasil Penelitian
1.	Pramudito dan Pertiwi (2009)	Sintesis Silika Aerogel berbasis <i>Waterglass</i> untuk penyimpanan Hidrogen	Silika aerogel dapat disintesis dari <i>waterglass</i> melalui pengeringan pada tekanan <i>ambient</i> disertai penambahan <i>surface modifying agent</i> berupa HMDS dan TMCS. Silika aerogel yang terbentuk berpotensi dikembangkan sebagai media penyimpanan hidrogen karena memiliki porositas dan volume pori yang besar, hidrofob, dan memiliki kemampuan untuk mengadsorpsi hidrogen. Kapasitas adsorpsi silika aerogel terhadap hidrogen yang terbesar dimiliki oleh sampel dengan SA (<i>silicid acid</i>) : TMCS : HMDS = 1 : 0,015 : 0,06 yaitu sebesar 5,29%.
2.	Affandi et.al (2009)	<i>A facile method for production of high purity silica xerogel from bagasse ash</i>	<i>Washing treatment</i> dengan menggunakan air demin setelah <i>drying process</i> merupakan cara yang paling efektif untuk mendapatkan silika dengan kemurnian 99%.
3.	Asy'hari dan Amrulloh (2011)	Sintesis Silika Gel dari <i>Geothermal Sludge</i> dengan Metode <i>Caustic Digestion</i>	<i>Rate</i> titrasi yang menghasilkan <i>surface area</i> paling besar 480 m ² /g adalah 0,5 ml/menit (<i>range</i> penelitian 0,5-2 ml/menit). Waktu <i>aging</i> paling efektif dalam pembuatan silika gel adalah 18 jam.

4.	Blaszczynskig et al. (2013)	<i>Synthesis of Silica Aerogel by Supercritical Drying Method</i>	Silika aerogel dapat disintesis dari senyawa alkoksi melalui pengeringan superkritis CO ₂ pada temperatur rendah dan tekanan tinggi. Silika aerogel yang dihasilkan memiliki bentuk monolitik, berwarna biru transparan, dan <i>specific surface</i> sebesar 870,5 m ² /g (Błaszczynski, Ślosarczyk, & Morawski, 2013).
5.	Bass et. al (2016)	<i>Freeze Drying Silica Based Aerogels Using Cyroprotectants and Eutectic Solvent Mixtures</i>	Silika aerogel dapat disintesis dari senyawa alkoksi disertai pelarut <i>cyroprotectants / eutectic / polimer / kombinasi</i> antara ketiganya dengan metode <i>freeze drying</i> . Penambahan pelarut <i>cyroprotet-tants / eutectic / polimer</i> membantu mencegah kerusakan struktur jaringan selama <i>gelling</i> sehingga dapat silika <i>monolith</i> dengan struktur yang stabil. <i>Range specific surface area</i> sebesar 56,841 – 637,969 m ² /g dan diameter pori sebesar 3,687-8,247 nm (Bass, Peng, & Youngblood, 2010).
6.	Pan,Y. et. al (2017)	<i>Low Thermal-Conductivity and High Thermal Stable Silica Aerogel based on MTMS/Water-glass Co-precursor Prepared by Freeze Drying</i>	Silika aerogel dapat disintesis dari senyawa natrium silikat disertai pelarut MTMS dengan metode <i>freeze drying</i> . Perbandingan molar rasio antara MTMS/Water glass 0 (penelitian dilakukan pada <i>range</i> 0 hingga 5,1) menghasilkan <i>specific surface area</i> terbesar 867,3 m ² /g dan diameter mesopori sebesar 7,5 nm (Pan et al., 2017).

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

III.1. Garis Besar Penelitian

Secara garis besar penelitian ini terdiri dari tiga tahap yaitu:

1. Tahap pembentukan silika sol-gel
Larutan sol-gel dibuat menggunakan *water glass* yang diencerkan dalam aquades, lalu dititrasi dengan katalis asam organik atau basa organik. Lalu dilakukan proses *aging* untuk mendapatkan larutan *hydrogel* silika.
2. Tahap pembentukan silika aerogel
Hydrogel silika yang didapat kemudian dikeringkan dengan metode *freeze drying* hingga didapatkan silika aerogel. Kemudian aerogel dicuci menggunakan aquades, kemudian dikeringkan lagi hingga didapatkan silika aerogel yang murni.
3. Tahap karakterisasi produk
Uji luas permukaan, diameter pori, volume pori, dan morfologi silika aerogel yang dihasilkan.

III.2. Bahan Penelitian

Bahan – bahan yang digunakan pada penelitian aerogel silika ini antara lain :

1. *Sodium Silicate* (Na_2O . 3,3 SiO_2)
 - Produsen = PT. PQ Silicas Indonesia
 - Konsentrasi = 28% massa
 - Densitas pada 20°C = 1,296 – 1,396 kg/L
 - Na_2O : SiO_2 = 7,5-8,5% : 25,5-28,5%
 - pH = 11,5
 - Fungsi = larutan prekursor proses sol-gel
2. *Aquades*
 - Produsen = PT Jayamas Medica Industri
 - Fungsi = pengencer
3. *Citric Acid* ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$)

- Produsen = MERCK
 - Kandungan molekul air = 1 hidrat
 - Fungsi = sebagai katalis asam organik pada proses sol-gel
4. *Oxalic Acid Dyhydrate* ($C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$)
 - Produsen = MERCK
 - Fungsi = sebagai katalis asam organik pada proses sol-gel
 5. *Cationic Resin*
 - Produsen = BRATACO
 - Fungsi = sebagai resin penukar ion dalam proses sol-gel
 6. *Ammonium Hydroxide* (NH_4OH)
 - Produsen = MERCK
 - Fungsi = sebagai katalis basa organik pada proses sol-gel

III.3. Variabel Penelitian

Variabel yang digunakan dalam penelitian diantaranya :

1. Waterglass dengan konsentrasi 2.5%, 3.3%, dan 4.7% massa yang kemudian direaksikan dengan resin kationik dan basa organik, yaitu amonia.
2. Waterglass dengan konsentrasi 4.7% massa yang kemudian direaksikan dengan asam organik, yaitu asam sitrat dan asam oksalat.
3. Waterglass dengan konsentrasi 4.7% massa yang kemudian direaksikan dengan resin kationik dan basa organik, yaitu amonia.

III.4. Prosedur Penelitian

III.4.1. Tahap Aktivasi Resin Kationik

Resin kationik diaktivasi dengan 2 tahap, yang pertama perendaman dengan aquades, diikuti dengan perendaman menggunakan HCl. Pertama resin direndam dalam aquades dengan perbandingan massa resin:aquades = 1:1 selama 24 jam. Kemudian resin dipisahkan dari aquades kemudian

direndam didalam HCl 37% dengan perbandingan massa resin:HCl = 1:1 selama 24 jam bila aktivasi resin kation baru dan 72 jam bila regenerasi resin kation. Kemudian resin dipisahkan dari larutan HCl dan resin dapat dinyatakan teraktivasi dan siap digunakan.

III.4.2. Tahap pembentukan Sol-Gel Silika

a. Variabel Katalis Asam Organik dan pH 7, 8, 9 terhadap Karakteristik Silika Aerogel

Aquades dipanaskan dalam *beaker glass* hingga mencapai suhu $\pm 60^{\circ}\text{C}$, kemudian *water glass* (natrium silikat) dimasukkan ke dalamnya disertai dengan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* hingga terbentuk larutan yang homogen dengan perbandingan 1:10 (1 ml natrium silikat : 10 ml aquades). Setelah campuran antara aquades dan *water glass* tercampur secara homogen, larutan tersebut didinginkan hingga mencapai suhu ruangan.

Kemudian larutan natrium silika (campuran Na_2SiO_3 dan H_2O) diinjeksikan dengan larutan asam oksalat / asam sitrat 0,5 M secara perlahan (0,5 ml/menit) hingga terbentuk koloid silika yang stabil pada pH 7, 8, 9 disertai dengan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer*.

Kemudian larutan natrium silika dituangkan ke dalam *beaker glass* berukuran 50 ml dan dilakukan proses *aging* pada suhu ruang dengan rentang waktu 18 jam sehingga mendapatkan hidrogel yang solid.

b. Variabel Katalis Basa Organik dan pH 4, 5 terhadap Karakteristik Silika Aerogel

Aquades dipanaskan dalam *beaker glass* hingga mencapai suhu $\pm 60^{\circ}\text{C}$, kemudian *water glass* (natrium silikat) dimasukkan ke dalamnya disertai dengan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* hingga terbentuk larutan yang homogen dengan perbandingan 1:10 (1 ml natrium silikat : 10 ml aquades). Setelah campuran antara aquades dan *water*

glass tercampur secara homogen, larutan tersebut didinginkan hingga mencapai suhu ruangan.

Kemudian larutan natrium silika (campuran Na_2SiO_3 dan H_2O) direaksikan dengan resin kationik yang telah diaktivasi sebelumnya dengan perbandingan 1:1 (1 ml natrium silika : 1 ml resin) selama 1 jam disertai pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* untuk dilakukan proses *ion exchange*. Ion H^+ dari resin kationik yang telah teraktivasi menggantikan ion Na^+ sehingga pH larutan menjadi 2. Langkah selanjutnya adalah menginjeksikan dengan larutan amonium hidroksida 0,5 M secara perlahan (0,5 ml/menit) hingga terbentuk koloid silika yang stabil pada pH 4,5 disertai dengan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer*.

Kemudian larutan natrium silika dituangkan ke dalam *beaker glass* berukuran 50 ml dan dilakukan proses *aging* pada suhu ruang dengan rentang waktu 18 jam sehingga mendapatkan hidrogel yang solid.

c. Variabel Konsentrasi Natrium Silikat terhadap karakteristik Silika Aerogel

Aquades dipanaskan dalam *beaker glass* hingga mencapai suhu $\pm 60^\circ\text{C}$, kemudian *water glass* (natrium silikat) dimasukkan ke dalamnya disertai dengan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* hingga terbentuk larutan yang homogen dengan perbandingan 1:0, 1:1, 1:2,5, 1:5, 1:7,5, dan 1:10 (1 ml natrium silikat : 0/1/2.5/5/7.5/10 ml aquades). Setelah campuran antara aquades dan *water glass* tercampur secara homogen, larutan tersebut didinginkan hingga mencapai suhu ruangan.

Kemudian larutan natrium silika (campuran Na_2SiO_3 dan H_2O) direaksikan dengan resin kationik yang telah diaktivasi sebelumnya dengan perbandingan 1:1 (1 ml natrium silika : 1 ml resin) selama 1 jam disertai pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* untuk dilakukan proses *ion exchange*. Ion H^+ dari resin kationik yang telah teraktivasi menggantikan ion

Na⁺ sehingga pH larutan menjadi 2. Langkah selanjutnya adalah menginjektikan dengan larutan amonium hidroksida 0,5 M secara perlahan (0,5 ml/menit) hingga terbentuk koloid silika yang stabil pada pH 4 disertai dengan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer*.

Kemudian larutan natrium silika dituangkan ke dalam *beaker glass* berukuran 50 ml dan dilakukan proses *aging* pada suhu ruang dengan rentang waktu 18 jam sehingga mendapatkan hidrogel yang solid.

III.4.3. Tahap Pembentukan Silika Aerogel

Larutan hidrogel yang terbentuk dimasukkan kedalam *freeze dryer* (-50°C, 5mTorr) untuk dilakukan proses sublimasi selama ± 24 jam. Hidrogel yang awalnya banyak mengandung air akan berubah menjadi aerogel. Aerogel yang terbentuk masih mengandung kontaminan sehingga perlu dicuci dengan menggunakan aquades. Setelah tahap pencucian, aerogel dikeringkan kembali dengan menggunakan oven pada suhu 80°C.

III.4.4. Tahap Karakterisasi Produk

Aerogel yang telah dikeringkan diamati properti-propertinya dengan menggunakan alat uji karakterisasi seperti BET dan SEM. Aerogel yang dihasilkan diharapkan memiliki struktur *monolith*.

III.5. Karakterisasi Produk

Pengujian karakterisasi produk yang dilakukan untuk mengamati properti-properti yang terkait antara lain :

III.5.1. Karakterisasi Luas Permukaan



Gambar III.1. Alat uji adsorpsi-desorpsi nitrogen dengan metode BET (Quantachrome NOVA 1200e *Surface Area and Pore Size Analyzer*)

Karakteristik fisik silika aerogel meliputi luas permukaan, volume pori, diameter pori, kurva adsorpsi-desorpsi isothermis, dan distribusi ukuran pori dapat diketahui melalui analisa adsorpsi-desorpsi isothermis nitrogen (adsorbat) sebagai lapisan tunggal (*monolayer*) menggunakan alat BET (*Brunauer- Emmet-Teller*) *Quantachrom type NOVA 1200e*.

III.5.2. Karakterisasi Morfologi Silika Aerogel



Gambar III.2. Alat Uji Morfologi Silika Aerogel (Zeiss Evo MA 10)

Ukuran dan morfologi partikel silika aerogel yang dihasilkan dianalisa dengan SEM (*Scanning Electron Microscopy*) Zeiss tipe Evo MA 10. Alat untuk analisa SEM bekerja dengan memfokuskan sinar elektron berenergi tinggi untuk menghasilkan difraksi sinar pada permukaan sampel. Difraksi ini menghasilkan sinyal yang berasal dari interaksi elektron dengan sampel sehingga dapat terlihat morfologi eksternal (tekstur), komposisi kimia, struktur kristal serta orientasi bahan penyusunnya.

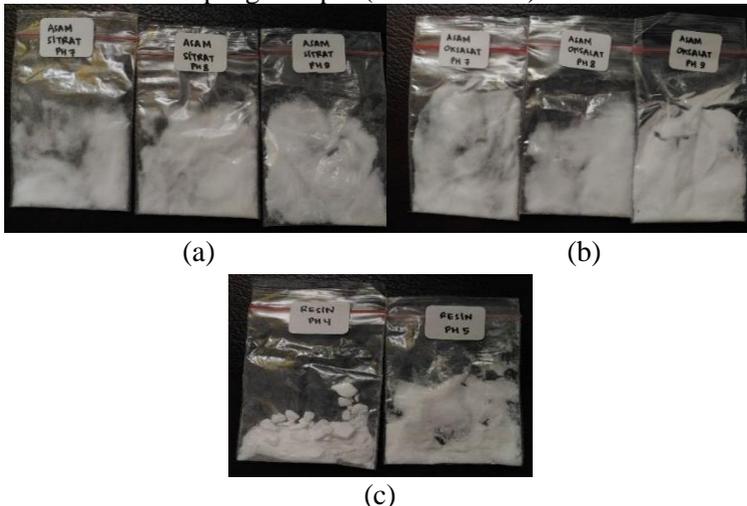
BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini dipelajari pengaruh pH hidrogel, konsentrasi larutan natrium silikat, dan jenis katalis (asam organik / basa organik) dalam pembuatan silika aerogel dengan metode *freeze drying*. Silika aerogel yang dihasilkan dikarakterisasi untuk mengetahui luas permukaan, volume pori, dan diameter pori dengan metode BET, (adsorpsi/desorpsi nitrogen), serta mengetahui morfologi produk dengan SEM. Dari percobaan yang telah dilakukan, didapatkan produk silika aerogel adalah padatan berupa *powder* berwarna putih.

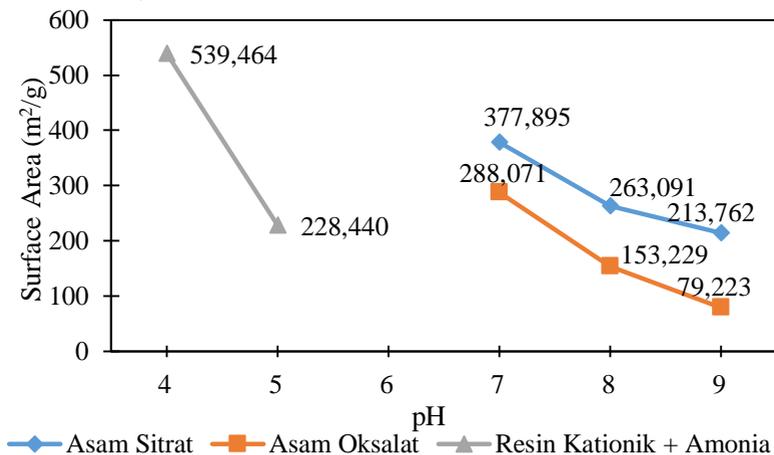
IV.1. Pengaruh pH terhadap Karakteristik Silika Aerogel

Berikut ini merupakan bentuk fisik silika aerogel yang dihasilkan karena pengaruh pH (Gambar IV.1).



Gambar IV.1. Silika Aerogel Berbasis *Waterglass* dengan Metode *Freeze Drying* (a) Asam Sitrat pH 7,8,9 (b) Asam Oksalat pH 7,8,9 (c) Resin Kationik + Amonium Hidroksida pH 4,5

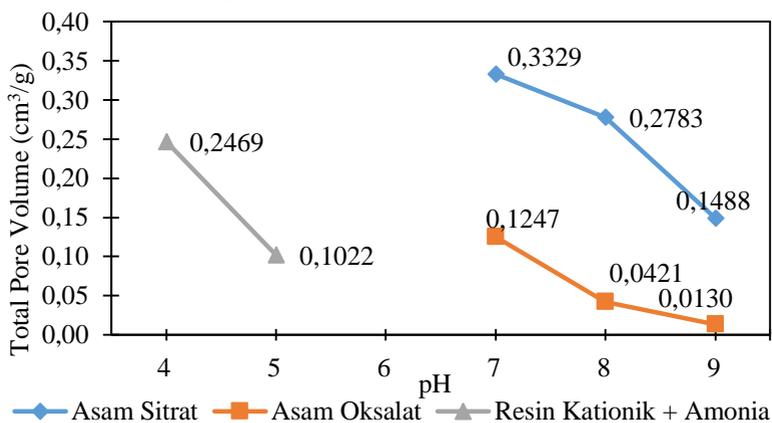
Telah dijelaskan pada subbab II.3. bahwa tahap pertama dari sintesis silika aerogel adalah proses sol-gel yang dipengaruhi oleh pH. Proses *gelation* dapat terbentuk dengan mengubah kondisi larutan *waterglass* menjadi lewat jenuh. Pada $\text{pH} < 9$, *solubility* silika aerogel cenderung konstan dan rendah, tetapi meningkat tajam pada $\text{pH} > 9$ (Bhagat et al., 2007). Oleh karena itu, percobaan dilakukan pada *range* pH 4-9 saat proses *gelation* terjadi. pH 4,5 dibuat dengan bantuan resin kationik serta amonium hidroksida, sedangkan pH 7,8,9 dibuat dengan bantuan asam sitrat dan asam oksalat. Berikut ini merupakan grafik *surface area*, diameter pori rata-rata, dan volume pori dari silika aerogel yang dihasilkan karena pengaruh pH (Kirkbir, Murata, Meyers, Chaudhuri, & Sarkar, 1996).



Gambar IV.2. Pengaruh pH terhadap *Surface Area* Silika Aerogel

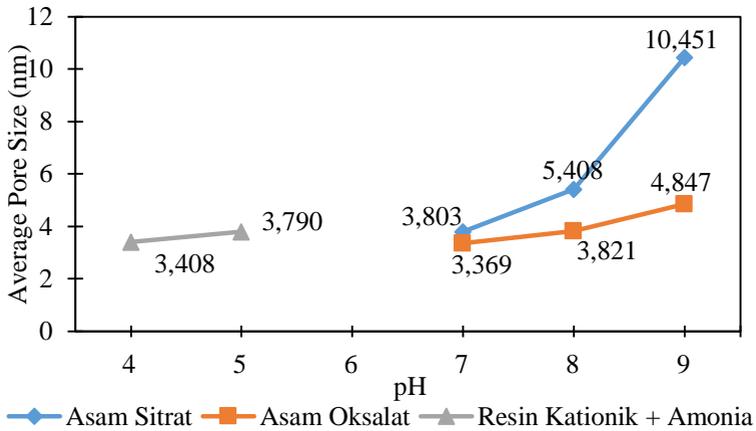
Dari Gambar IV.2., dapat dilihat bahwa *surface area* cenderung mengalami penurunan seiring dengan meningkatnya pH. Pada pH tinggi, partikel silika bermuatan negatif sehingga mengalami tolak menolak antar partikelnya. Dalam hal ini, partikel yang terbentuk sebelum *gelling* memiliki ukuran yang besar sehingga menghasilkan *surface area* yang lebih kecil. (Iler, 1979)

Bila dibandingkan dengan penelitian sebelumnya mengenai sintesis aerogel silika dengan metode *freeze drying*, nilai *surface area* terbesar dalam penelitian ini lebih kecil daripada penelitian sebelumnya (Pan et al., 2017) yang berhasil mendapatkan *surface area* sebesar 867,3 m²/g. Hal ini dikarenakan terdapatnya penambahan *solvent tert-butyl alcohol* dan penggunaan jenis katalis asam-basa (asam klorida dan amonium hidroksida) yang dapat membuat ukuran partikel menjadi lebih kecil sehingga menghasilkan luas permukaan yang lebih besar.



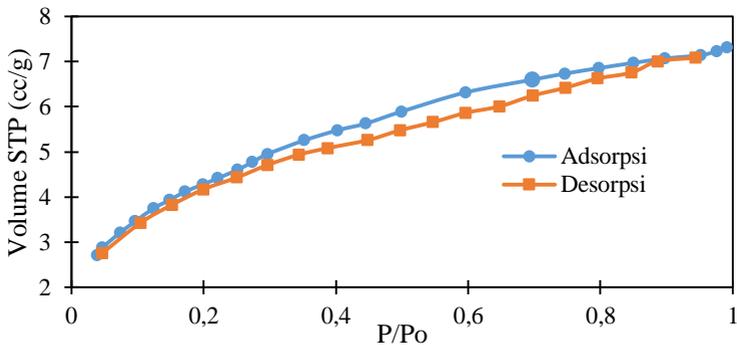
Gambar IV.3. Pengaruh pH terhadap Volume Pori Silika Aerogel

Dari Gambar IV.3., dapat dilihat bahwa volume pori cenderung mengalami penurunan dengan meningkatnya pH. Ketika pH tinggi, ukuran partikel yang terbentuk menjadi lebih besar, sehingga kekuatan silika aerogel menurun karena derajat pengabungan berkurang. Hal ini mengakibatkan aerogel menjadi lemah dan tidak tahan terhadap penyusutan ketika dikeringkan, sehingga volume pori menjadi kecil (Smits, 1979). Sebaliknya, ketika pH diturunkan, ukuran partikel menjadi lebih kecil dimana dengan semakin kecilnya ukuran partikel ini, gel secara mekanis lebih kuat dan lebih tahan terhadap penyusutan ketika dikeringkan (Smits, 1979).



Gambar IV.4. Pengaruh pH terhadap Diameter Pori Silika Aerogel

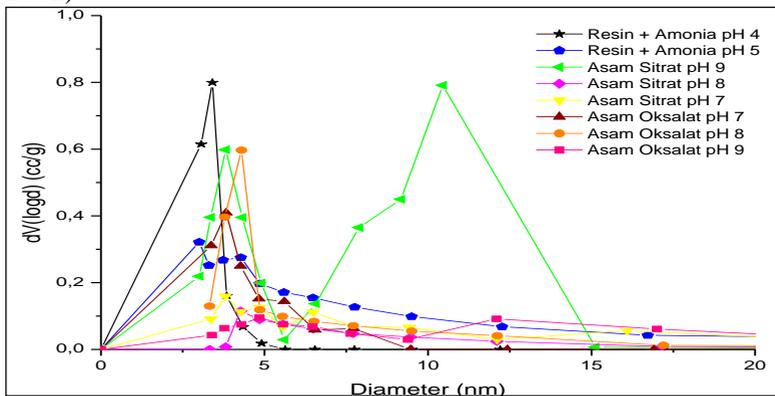
Produk silika aerogel berbasis *waterglass* dengan metode *freeze drying* yang dihasilkan termasuk dalam kategori mesopori (2-50 nm). Dari Gambar IV.4., dapat dilihat bahwa diameter pori cenderung mengalami kenaikan seiring dengan meningkatnya pH. Pada pH tinggi, ukuran partikel menjadi lebih besar, sehingga diameter pori yang dihasilkan antar partikel menjadi semakin besar.



Gambar IV.5. Kurva Adsorpsi – Desorpsi Isothermis Partikel Silika Aerogel dengan penambahan Asam Sitrat pH 9

Karena ukuran diameter pori dari semua sampel yang dihasilkan termasuk dalam tipe mesopori seluruhnya, maka kurva adsorpsi-desorpsi isothermis hanya dipilih satu jenis sample yaitu silika aerogel dengan penambahan asam sitrat pH 9 yang memiliki diameter pori paling besar.

Berdasarkan klasifikasi IUPAC, Gambar IV.5. menunjukkan bahwa kurva adsorpsi *isotherm* pada silika aerogel yang dihasilkan mirip dengan kurva *isotherm* tipe 4. Pada tipe 4, penyerapan gas pada awalnya lambat karena interaksi antar molekul adsorbat lebih kuat dibanding interaksi molekul adsorbat dengan adsorben dan terjadi pembengkokan kurva pada tekanan yang tinggi yang menandakan bahwa terjadi kecepatan pengisian pori dengan adsorbat. Selain itu, tipe 4 juga ditandai dengan adanya histeresis yang terjadi cenderung sempit dan mendekati sejajar, sesuai dengan tipe H4. Tipe histeresis tersebut menunjukkan bahwa sampel tersusun atas agregat-agregat dalam bentuk yang mendekati seragam dan memiliki distribusi ukuran pori yang sempit. Histeresis terjadi pada wilayah tekanan tinggi yang umumnya dikaitkan dengan kondensasi kapiler pada bagian mesopori. Tipe 4 ini berlaku untuk material porous dan memiliki diameter pori berukuran mesopori (2-50 nm) (Sangwichien et al., 2002).

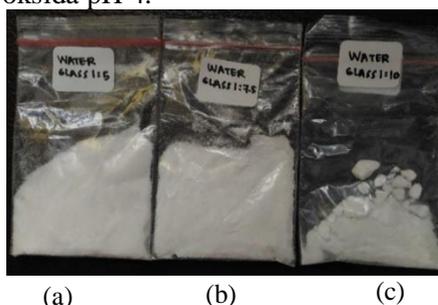


Gambar IV.6. Kurva Distribusi Ukuran Pori Partikel Silika Aerogel

Metode *Barret-Jonner-Halenda* (BJH) digunakan untuk menghitung distribusi ukuran pori pada *range* 1-170 nm yang didasarkan pada sebuah model adsorben sebagai pori berbentuk silinder. Dari Gambar IV.6., didapatkan korelasi antara sumbu x dan y yang menunjukkan ukuran volume pori pada diameter tertentu dalam suatu sampel. Volume pori terbesar dilihat dari puncak tertinggi masing-masing grafik. Dari Gambar IV.6., dapat dilihat bahwa volume pori maksimum pada penambahan asam sitrat pH 7,8,9; asam oksalat pH 7,8,9; dan amonium hidroksida pH 4,5 berada pada rentang diameter 3-10 nm. Hasil tersebut menyatakan bahwa diameter pori silika aerogel berukuran mesopori (2-50 nm) (Halenda & V, 1951).

IV.2 Pengaruh Konsentrasi Larutan Natrium Silikat (*Waterglass*) terhadap Karakteristik Silika Aerogel

Dalam penelitian ini, jenis katalis dan pH yang dipilih untuk mengetahui pengaruh *waterglass* terhadap karakteristik silika aerogel didasarkan pada data Subbab IV.1. dengan *surface area* terbesar yaitu silika aerogel dengan penambahan resin kationik + amonium hidroksida pH 4.

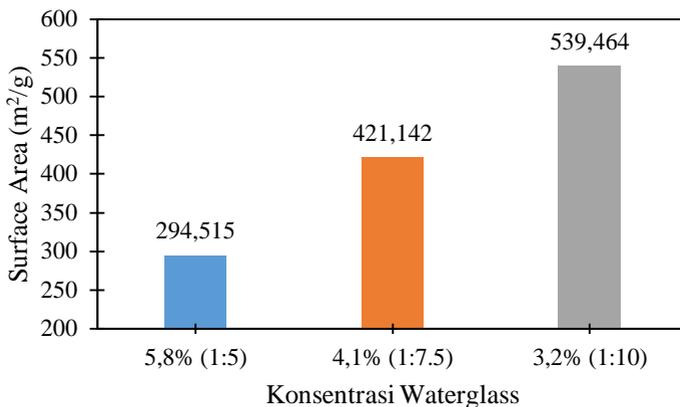


Gambar IV.7. Silika Aerogel Berbasis *Waterglass* dengan Metode *Freeze Drying* (a) Konsentrasi 4,7% massa *Waterglass* (Rasio Pengenceran 1:5) (b) Konsentrasi 3,3% massa *Waterglass* (Rasio Pengenceran 1:7,5) (c) Konsentrasi 2,5% massa *Waterglass* (Rasio Pengenceran 1:10)

Konsentrasi bahan baku sodium silika merupakan parameter penting dalam pembuatan silika aerogel. Konsentrasi silika yang

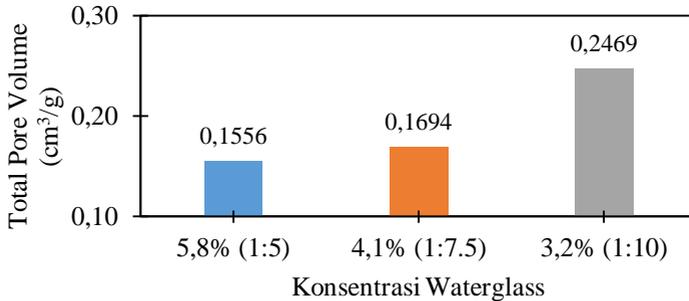
terlalu besar menyebabkan terjadinya *gelling* yang terlalu cepat sehingga sulit untuk mengontrol pembentukan gel pada kondisi pH tertentu. Hasil percobaan sesuai dengan teoritis dimana konsentrasi *waterglass* 28% massa (tidak dilakukan proses pengenceran bahan baku) *waterglass* 14% massa (rasio pengenceran 1:1), dan *waterglass* 8% massa (rasio pengenceran 1:2,5) menyebabkan proses *gelling* yang sangat cepat sehingga menghasilkan silika hidrogel yang sangat keras (kaku). Pengenceran perlu dilakukan untuk mempermudah pengontrolan pembentukan gel pada berbagai kondisi pH akhir yang ditentukan.

Berikut ini merupakan grafik *surface area*, diameter pori rata-rata, dan volume pori dari silika aerogel yang dihasilkan karena pengaruh konsentrasi *waterglass*.



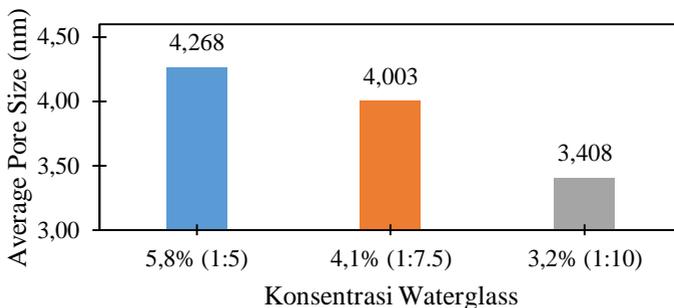
Gambar IV.8. Pengaruh Konsentrasi *Waterglass* terhadap *Surface Area* Silika Aerogel

Dari Gambar IV.8., dapat dilihat bahwa *surface area* cenderung mengalami penurunan seiring dengan meningkatnya konsentrasi. Semakin besar pengenceran, maka konsentrasi silika dalam larutan semakin kecil sehingga jarak antar partikel semakin jauh. Hal ini menyebabkan reaksi pembentukan inti semakin lambat dan partikel primer yang terbentuk semakin kecil sehingga *surface area* yang dihasilkan semakin besar. (Iler, 1979)



Gambar IV.9. Pengaruh Konsentrasi *Waterglass* terhadap Volume Pori Silika Aerogel.

Dari Gambar IV.9., dapat dilihat bahwa volume pori cenderung mengalami penurunan seiring dengan meningkatnya konsentrasi. Pada molekul dengan diameter pori besar, ikatan antar pori menjadi sangat lemah untuk menahan ikatan molekulnya, sehingga kemampuan adsorbsinya pun menurun (volume pori menurun pada diameter pori yang besar). Namun pada molekul dengan diameter pori kecil, ikatan antara pori menjadi sangat kuat untuk menahan ikatan molekulnya, sehingga kemampuan adsorbsinya menjadi lebih baik (volume pori meningkat pada diameter pori yang kecil) (Mangun, Daley, Braatz, & Economy, 1998).



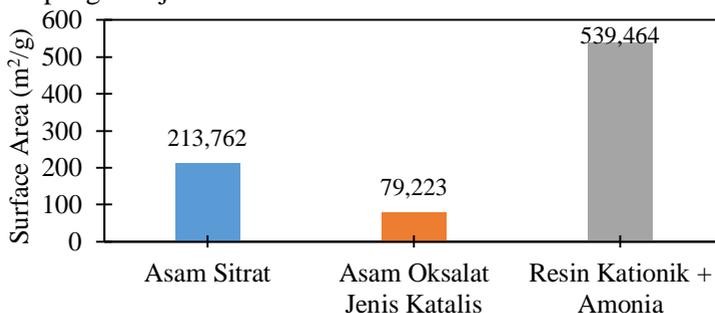
Gambar IV.10. Pengaruh Konsentrasi *Waterglass* terhadap Diameter Pori Silika Aerogel

Produk silika aerogel yang dihasilkan cenderung termasuk dalam kategori mesopori (2-50 nm). Dari Gambar IV.10., dapat dilihat bahwa diameter pori cenderung mengalami kenaikan seiring dengan meningkatnya konsentrasi. Sama seperti volume pori, pada konsentrasi tinggi, ukuran partikel primer menjadi lebih besar, sedangkan ukuran partikel sekunder menjadi lebih kecil sehingga diameter pori yang dihasilkan antar partikel menjadi semakin besar.

IV.3. Pengaruh Jenis Katalis (Asam / Basa Organik) terhadap Karakteristik Silika Aerogel

Dalam penelitian ini, acuan pemilihan sampel yang digunakan untuk mengetahui pengaruh jenis katalis terhadap karakteristik silika aerogel adalah kondisi pH saat pertama kali membentuk hidrogel (*gelling*), diantaranya asam sitrat pH 9, asam oksalat pH 9, dan resin kationik + amonium hidroksida pH 4.

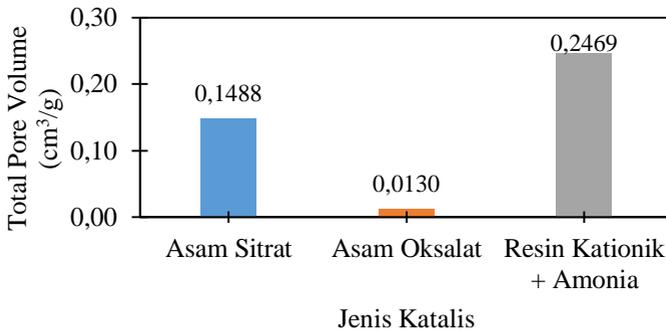
Berikut ini merupakan grafik *surface area*, diameter pori rata-rata, dan volume pori dari silika aerogel yang dihasilkan karena pengaruh jenis katalis.



Gambar IV.11. Pengaruh Jenis Katalis terhadap *Surface Area* Silika Aerogel

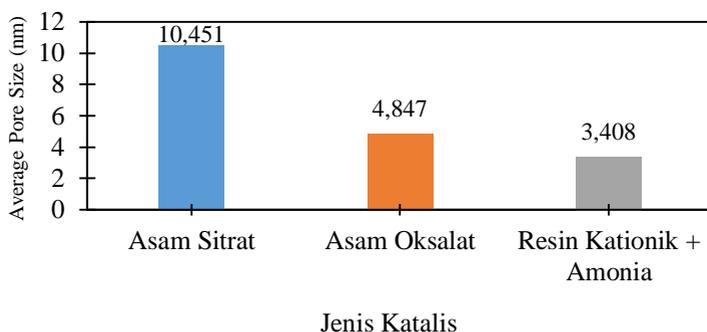
Dari Gambar IV.11., dapat terlihat bahwa penambahan katalis basa organik (resin kationik + amonium hidroksida) menghasilkan *surface area* yang lebih besar dibandingkan penambahan asam organik (asam sitrat dan asam oksalat). Hal ini dikarenakan penambahan resin kationik membantu dalam proses

pemurnian *waterglass* dari pengotor-pengotor seperti ion Na^+ , dimana ion Na^+ tersebut dapat berikatan dengan ion sitrat ataupun ion oksalat lalu membentuk garam sitrat ataupun garam oksalat yang berpengaruh pada luas permukaan silika aerogel yang dihasilkan. Penambahan katalis basa menyebabkan reaksi kondensasi lebih besar dibandingkan reaksi hidrolisis sehingga proses *gelling* menjadi lebih lambat (reaksi berjalan lambat). Hal ini menyebabkan ukuran partikel yang terbentuk lebih kecil sehingga luas permukaan yang dihasilkan lebih besar (Soleimani Dorcheh & Abbasi, 2008).



Gambar IV.12. Pengaruh Jenis Katalis terhadap Volume Pori Silika Aerogel

Dari Gambar IV.12., dapat terlihat bahwa penambahan katalis basa organik (resin kationik + amonium hidroksida) menghasilkan volume pori yang lebih besar dibandingkan penambahan asam organik (asam sitrat dan asam oksalat). Pada penambahan katalis basa, partikel yang terbentuk cenderung seragam (*uniform*) dalam sol, sedangkan pada penambahan katalis asam, partikel yang terbentuk cenderung tidak beraturan berupa rantai lurus atau bercabang. Jaringan *uniform* dari penambahan basa organik dapat memperkuat struktur / ikatan antar pori pada hidrogel sehingga menghasilkan volume pori yang lebih besar (Soleimani Dorcheh & Abbasi, 2008).



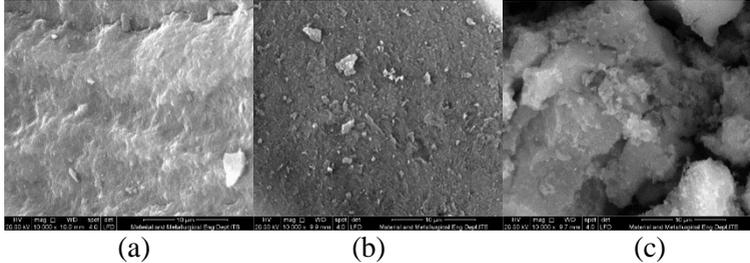
Gambar IV.13. Pengaruh Jenis Katalis terhadap Diameter Pori Silika Aerogel

Dari Gambar IV.13., dapat terlihat bahwa produk silika aerogel yang dihasilkan cenderung termasuk dalam kategori mesopori (2-50 nm). Pada jenis katalis asam organik, penambahan katalis asam sitrat lebih baik dibandingkan asam oksalat karena menghasilkan *average pore size*, *surface area*, dan volume pori yang lebih besar. Katalis asam sitrat ($C_6H_8O_7$) memiliki pH 4,5 seangkan katalis asam oksalat ($C_2H_2O_4$) memiliki pH 2. Hal ini menunjukkan asam oksalat lebih kuat dibandingkan asam sitrat karena asam oksalat memiliki konsentrasi H^+ lebih besar. Katalis asam yang lebih kuat (asam oksalat) menyebabkan ukuran partikel yang terbentuk lebih besar sehingga luas permukaan dan volume pori yang dihasilkan akan lebih kecil (Kirkbir et al., 1996). Akan tetapi bila dibandingkan dengan katalis basa organik, asam sitrat tidak lebih baik daripada resin kationik + amonium hidroksida karena resin kationik + amonium hidroksida memiliki *surface area* dan volume pori yang lebih besar, sedangkan *average pore size* yang dihasilkan sama-sama tergolong mesopori.

IV.4. Analisa Morfologi Silika Aerogel

Morfologi silika aerogel berupa *powder* yang dihasilkan dianalisa dengan menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) Zeiss Evo MA 10. Sampel yang dipilih untuk dianalisa adalah sampel dengan *surface area* terbesar untuk masing-masing

jenis katalis diantaranya asam sitrat pH 7, asam oksalat pH 7, dan resin kationik + amonium hidroksida pH 4 (rasio pengenceran 1:10).



Gambar IV.14. Morfologi Silika Aerogel dengan perbesaran 10.000x (a) Asam Sitrat pH 7 (b) Asam Oksalat pH 7 (c) Resin Kationik + Amonium Hidroksida pH 4 (Rasio Pengenceran 1:10)

Dari Gambar IV.14, dapat dilihat bahwa morfologi silika aerogel berbasis *wateglass* dengan metode *freeze drying* adalah padatan berupa *powder* (non-monolitik) berwarna putih. Hal ini mengindikasikan bahwa penggunaan katalis asam / basa organik seperti asam sitrat, asam oksalat, dan amonium hidroksida 1 M tidak dapat mempertahankan struktur silika pada saat proses *freeze drying*. Morfologi silika aerogel yang dihasilkan belum memperlihatkan struktur jaringan berpori yang terdiri dari partikel primer dan masih terlihat seperti partikel tidak beraturan.

BAB V

KESIMPULAN

V.1. Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa :

1. pH dalam proses sol-gel berpengaruh terhadap karakteristik silika aerogel yang dihasilkan. Peningkatan pH menyebabkan penurunan *surface area*, kenaikan diameter pori rata-rata, dan penurunan volume pori silika aerogel.
2. Konsentrasi larutan natrium silikat berpengaruh terhadap karakteristik silika aerogel yang dihasilkan. Penurunan konsentrasi larutan natrium silikat (pengenceran yang semakin besar) menyebabkan peningkatan *surface area*, penurunan diameter pori rata-rata, dan peningkatan volume pori silika aerogel.
3. Jenis katalis (asam organik atau basa organik) berpengaruh terhadap karakteristik silika aerogel yang dihasilkan. Katalis basa organik (amonium hidroksida) menghasilkan karakteristik silika aerogel yang lebih baik dibandingkan katalis asam organik (asam sitrat dan asam oksalat). *Surface area* dan volume pori yang dihasilkan dari katalis basa organik lebih besar, sedangkan diameter pori termasuk dalam golongan mesopori.
4. Silika aerogel berhasil dibuat dengan penambahan asam organik maupun basa organik. Namun, berdasarkan parameter silika aerogel pada umumnya, silika aerogel hasil penelitian ini masih *off-spec*.

V.2. Saran

1. Dalam penelitian ini, didapatkan hasil silika aerogel melalui penambahan asam organik maupun basa organik, namun hasil yang didapat melalui metode ini belum sesuai dengan spesifikasi di pasaran dan belum menghasilkan bentuk monolitik sehingga untuk penelitian selanjutnya, dapat

dilakukan penambahan *eutectics / cyroprotectans solvent /* polimer untuk mempertahankan struktur silika aerogel selama pengeringan.

2. Range pH pada silika aerogel dengan penambahan resin kationik + amonium hidroksida dapat ditambahkan hingga pH 9 sehingga pengaruhnya akan terlihat lebih jelas saat dibandingkan dengan penambahan asam sitrat / asam oksalat.
3. Katalis yang digunakan bisa berupa asam organik / basa organik lainnya ataupun campuran dari keduanya.
4. Perbesaran analisa SEM (*Scanning Electron Microscopy*) bisa ditambahkan atau bisa dilakukan analisa TEM (*Transmission Electron Microscopy*) supaya morfologi silika aerogel terlihat lebih jelas

DAFTAR PUSTAKA

- Aerogels, S., Pierre, A. C., & Rigacci, A. (2011). Aerogels Handbook, 21–46. <https://doi.org/10.1007/978-1-4419-7589-8>
- Alnaief, M., Antonyuk, S., Hentschel, C. M., Leopold, C. S., Heinrich, S., & Smirnova, I. (2012). A novel process for coating of silica aerogel microspheres for controlled drug release applications. *Microporous and Mesoporous Materials*, 160, 167–173. <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2012.02.009>
- Bases, N., & Pairs, B. (1996). Book Reviews, 118(12), 3071–3072.
- Bass, A., Peng, S., & Youngblood, J. (2010). Freeze-drying Silica Based Aerogels Using Cryoprotectants and Eutectic Solvent Mixtures, 1–6.
- Bhagat, S. D., Kim, Y. H., Ahn, Y. S., & Yeo, J. G. (2007). Rapid synthesis of water-glass based aerogels by in situ surface modification of the hydrogels. *Applied Surface Science*, 253(6), 3231–3236. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2006.07.016>
- Błaszczczyński, T., Ślosarczyk, A., & Morawski, M. (2013). Synthesis of silica aerogel by supercritical drying method. *Procedia Engineering*, 57, 200–206. <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2013.04.028>
- Bond, G. C. and S. F. (1987). Structure and Reactivity of Titania-supported Oxides. Part 3: Reaction of Isopropanol over Vanadia-titania Catalysts. *Applied Surface Science*, 33, 219–230.
- Daoussi, R., Vessot, S., Andrieu, J., & Monnier, O. (2009). Sublimation kinetics and sublimation end-point times during freeze-drying of pharmaceutical active principle with organic co-solvent formulations. *Chemical Engineering Research and Design*, 87(7), 899–907. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2008.09.007>
- Dong, H. (2002). Organic-Inorganic hybrid mesoporous silica

- materials and their application as host matrix for protein molecules, (March).
- Fricke, J., & Emmerling, A. (1992). Aerogels Preparation , Properties , Applications. *Structure and Bonding*, 77, 37–87.
- Gurav, J. L., Jung, I.-K., Park, H.-H., Kang, E. S., & Nadargi, D. Y. (2010). Silica Aerogel: Synthesis and Applications. *Journal of Nanomaterials*, 2010, 1–11. <https://doi.org/10.1155/2010/409310>
- Halenda, P., & V, V. (1951). “ K, 1896(1948). <https://doi.org/10.1021/ja01145a126>
- Hrubesh, L. W. (n.d.). Aerogels : The World’s Lightest Solid. Retrieved from <http://www.oalib.com/references/13150825>
- Jia, J., Zhou, X., Caruso, R. A., & Antonietti, M. (2004). Synthesis of Microporous Silica Templated by Gelatin. *Chemistry Letters*, 33(2), 202–203. <https://doi.org/10.1246/cl.2004.202>
- Kirkbir, F., Murata, H., Meyers, D., Chaudhuri, S. R., & Sarkar, A. (1996). Drying and sintering of sol-gel derived large SiO₂ monoliths. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 6(3), 203–217. <https://doi.org/10.1007/BF00402691>
- Lee, C. J., Kim, G. S., & Hyun, S. H. (2002). Synthesis of silica aerogels from waterglass via new modified ambient drying. *Journal of Materials Science*, 37(11), 2237–2241. <https://doi.org/10.1023/A:1015309014546>
- Liapis, A. I., & Bruttini, R. (1994). A theory for the primary and secondary drying stages of the freeze-drying of pharmaceutical crystalline and amorphous solutes: comparison between experimental data and theory. *Separations Technology*, 4(3), 144–155. [https://doi.org/10.1016/0956-9618\(94\)80017-0](https://doi.org/10.1016/0956-9618(94)80017-0)
- Liu, H., Sha, W., Cooper, A. T., & Fan, M. (2009). Preparation and characterization of a novel silica aerogel as adsorbent for toxic organic compounds. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 347(1–3), 38–44. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2008.11.033>
- Ma, Z., Dunn, B. C., Turpin, G. C., Eyring, E. M., Ernst, R. D., &

- Pugmire, R. J. (2007). Solid state NMR investigation of silica aerogel supported Fischer-Tropsch catalysts. *Fuel Processing Technology*, 88(1), 29–33. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2006.06.008>
- Mangun, C. L., Daley, M. A., Braatz, R. D., & Economy, J. (1998). Effect of pore size on adsorption of hydrocarbons in phenolic-based activated carbon fibers. *Carbon*, 36(1–2), 123–131. [https://doi.org/10.1016/S0008-6223\(97\)00169-3](https://doi.org/10.1016/S0008-6223(97)00169-3)
- Mulder, C., & VanLierop, J. (1986). Preparation, Densification and Characterization of Autoclave Dried SiO₂ Gels. *Springer Proceedings in Physics*, 6, 68–75. https://doi.org/10.1007/978-3-642-93313-4_8
- Okuyama, K., Abdullah, M., Lenggoro, I. W., & Iskandar, F. (2006). Preparation of functional nanostructured particles by spray drying. *Advanced Powder Technology*, 17(6), 587–611. <https://doi.org/10.1163/156855206778917733>
- Pajonk, G. M. (1998). Transparent silica aerogels. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 225, 307–314. [https://doi.org/10.1016/S0022-3093\(98\)00131-8](https://doi.org/10.1016/S0022-3093(98)00131-8)
- Pan, Y., He, S., Gong, L., Cheng, X., Li, C., Li, Z., ... Zhang, H. (2017). Low thermal-conductivity and high thermal stable silica aerogel based on MTMS/Water-glass co-precursor prepared by freeze drying. *Materials and Design*, 113, 246–253. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.09.083>
- Sangwichien, C., Aranovich, G. L., & Donohue, M. D. (2002). Density functional theory predictions of adsorption isotherms with hysteresis loops. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 206(1–3), 313–320. [https://doi.org/10.1016/S0927-7757\(02\)00048-1](https://doi.org/10.1016/S0927-7757(02)00048-1)
- Smits, G. (1979). Book Reviews. *Philosophy East & West*, 49(3), 384-. <https://doi.org/10.1177/0010414007303093>
- Soleimani Dorcheh, A., & Abbasi, M. H. (2008). Silica aerogel; synthesis, properties and characterization. *Journal of Materials Processing Technology*, 199(1), 10–26. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2007.10.060>

LAMPIRAN

DATA DISTRIBUSI PORI PARTIKEL AEROGEL SILIKA

1. Data Distribusi Pori Partikel Silika Aerogel dengan Penambahan Resin Kationik + Amonium Hidroksida

pH 4	
Diameter (nm)	d[V/logd] (cm³/g)
0	0
3,0662	0,61469
3,4077	0,79961
3,8426	0,16112
4,3439	0,06791
4,9145	0,01815
5,6341	0
6,5419	0
7,7502	0
9,5070	0
12,2074	0
17,1674	0
30,2922	0

pH 5	
Diameter (nm)	d[V/logd] (cm³/g)
0	0
3,0026	0,32167
3,3014	0,25211
3,7317	0,26781
4,2778	0,27533
4,8548	0,19689
5,5921	0,17125
6,4797	0,15483
7,7578	0,12684

pH 5	
Diameter (nm)	d[V/logd] (cm ³ /g)
9,4985	0,09865
12,2641	0,06819
16,7189	0,04249
28,0072	0,02897

2. Data Distribusi Pori Partikel Silika Aerogel dengan Penambahan Asam Sitrat

pH 7	
Diameter (nm)	d[V/logd] (cm ³ /g)
0	0
3,3615	0,09131
3,8025	0,15958
4,2763	0,11339
4,8487	0,12549
5,5678	0,06755
6,4916	0,11191
7,7124	0,06853
9,4180	0,0662
12,1138	0,02958
16,0895	0,05600
27,1664	0,00391
36,2525	0,00418

pH 8	
Diameter (nm)	d[V/logd] (cm ³ /g)
0	0
3,3242	0
3,8113	0,00790
4,2680	0,11523
4,8497	0,08912
5,5633	0,07559
6,4897	0,06124

pH 8	
Diameter (nm)	d[V/logd] (cm³/g)
7,7086	0,04781
9,4672	0,03697
12,1024	0,02419
17,1656	0,00891
28,8892	0,00526
38,0907	0

pH 9	
Diameter (nm)	d[V/logd] (cm³/g)
0	0
3,0091	0,21923
3,3556	0,39589
3,8158	0,59830
4,3214	0,39560
4,8988	0,19894
5,6103	0,02906
6,5675	0,13690
7,8939	0,36520
9,1726	0,44990
10,4510	0,79110
15,1161	0,00701
26,2455	0,00177

3. Data Distribusi Pori Partikel Silika Aerogel dengan Penambahan Asam Oksalat

pH 7	
Diameter (nm)	d[V/logd] (cm³/g)
0	0
3,3692	0,31089
3,8280	0,40936
4,2699	0,24977
4,8310	0,15139

5,6057	0,14363
6,5470	0,05834
7,7234	0,06255
9,4691	0
12,4303	0
16,9104	0
28,2582	0
0	0

pH 8	
Diameter (nm)	d[V/logd] (cm³/g)
0	0
3,3208	0,12965
3,7844	0,39654
4,2968	0,59683
4,8576	0,11882
5,5499	0,099
6,5133	0,084
7,7123	0,071
9,5024	0,0549
12,1206	0,04126
17,2014	0,0123
28,6904	0,00876
53,3142	0

pH 9	
Diameter (nm)	d[V/logd] (cm³/g)
0	0
3,3931	0,04282
3,7771	0,06365
4,287	0,07524
4,8473	0,09523
5,5668	0,07554
6,4677	0,06881
7,6344	0,04745

pH 9	
Diameter (nm)	d[V/logd] (cm³/g)
9,3885	0,02967
12,0939	0,09162
16,9993	0,06123
28,7652	0,00381
56,4848	0

BIOGRAFI PENULIS



Penulis bernama lengkap **Winni Margareta**, dilahirkan di Surabaya pada tanggal 15 Juni 1995 oleh pasangan Frans S. Hadiwarsito dan Sih Suwanti. Penulis merupakan anak kedua dari dua bersaudara, dengan hobi *travelling*, fotografi, dan memasak. Penulis menempuh pendidikan formal di SDK Karitas III Surabaya, SMPK Angelus Custos 1 Surabaya, dan SMAK St. Louis 1 Surabaya. Penulis kemudian melanjutkan pendidikan di Departemen Teknik Kimia Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya.

Semasa kuliah, penulis aktif berorganisasi sebagai anggota *Competency Development* HIMATEKK FTI ITS, *Entrepreneur Development* KMK ITS, dan *Entrepreneur Development* PDKK Teknik Kimia ITS. Selain itu, penulis juga aktif mengikuti berbagai kompetisi atau program *exchange*. Penulis melaksanakan kerja praktik di PT Pupuk Kalimantan Timur, serta bertanggung jawab untuk mengevaluasi pengaruh panas regenerasi dan zona *washing column stripper (heat exchanger)* terhadap efisiensi proses *stripping* unit *CO₂ Removal* Pabrik Amonia 1A.

Penulis melakukan riset di Laboratorium Elektrokimia dan Korosi, serta fokus terhadap penelitian yang bergerak di bidang Sintesis Silika Aerogel dengan Metode *Freeze Drying*. Penulis dapat dihubungi melalui email di : winnymargareta@gmail.com

BIOGRAFI PENULIS



Vincent Winata Tedjorahardjo

dilahirkan di Surabaya pada 7 Agustus 1995 oleh pasangan Pratikto Ongkowidjo Tedjorahardjo dan Roostina Zulkiflie. Penulis merupakan anak kedua dari dua bersaudara. Penulis menempuh pendidikan formal sejak tahun 2001 di SD Kristen Petra 5 Surabaya, SMP Kristen Petra 3 Surabaya, SMAK St. Louis 1 Surabaya. Setelah lulus SMA, penulis meneruskan pendidikan formalnya di Departemen Teknik Kimia Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya pada tahun 2013.

Semasa kuliah, penulis aktif sebagai anggota organisasi Himpunan Mahasiswa Teknik Kimia bagian Event Management Division dan juga sebagai anggota dari kepanitiaan CHERNIVAL. Selain itu, penulis juga pernah melakukan kerja praktik di PT Pabrik Kertas Tjiwi Kimia, Mojokerto.

Untuk menyelesaikan tugas akhir, sebagai syarat kelulusan jenjang S-1, di Laboratorium Elektrokimia dan Korosi di bawah bimbingan Prof. Dr. Heru Setyawan, M.Eng dan Ni Made Intan Putri Suari, S.T, M.T. Sedangkan bidang yang dipilih oleh penulis adalah Sintesis Aerogel Silika dengan Metode *Freeze Drying*. Penulis dapat dihubungi melalui email: tedjo.vincent@gmail.com

