

Penentuan Kondisi Optimum Waktu *Aging* dan Temperatur Pengeringan Pada Sintesis Silika Xerogel dengan Bahan Dasar Natrium Silikat dari Silika Alam

Elvina Yulistia Erwan¹, Budhi Oktavia*²

^{1,2}Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang
Jln. Prof. Dr. Hamka, Air Tawar Padang, Indonesia Telp. 0751 7057420

*budhioktavia@fmipa.unp.ac.id

Abstract — Silica is one of the porous materials that has the ability to adsorb. In the synthesis process, silica gel can be produced using a sol-gel method based on the sodium silicate (Na_2SiO_3), which is prepared by an acid. The purpose of this study is to determine optimum conditions in aging time and gel-drying temperatures to produce a broad surface and pore size for silica xerogel. Based on the iodine's absorption of variations in aging time (14, 16, 18, 20 and 24 hours) and drying temperatures (60, 70, 80, 90 and 110 °C) give the most absorption to optimum conditions of aging time at 18 hours and drying temperatures of 70°C. The presence of XRD pattern leads to amorphous nature structures that dilate at one peak in $2\theta = 22.545$, which indicates synthesis of silica xerogel with a basic sodium silicate obtained from natural silica was successfully made and is highly pure.

Keywords — Silica, Sodium Silicate, Silica xerogel

I. PENDAHULUAN

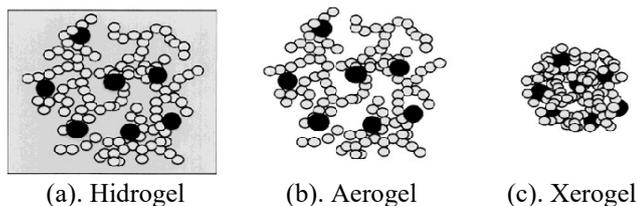
Industri pertambangan silika di Indonesia merupakan satu dari banyaknya industri yang melebarkan sayapnya. Yang mana dalam dunia industri, silika banyak digunakan terutama sebagai bahan campuran semen atau beton dalam pembuatan material bahan bangunan [1]. Badan Pusat Statistik Provinsi Sumatera Barat dalam buku Sumatera Barat Dalam Angka Tahun 2020 mencatat penggunaan batuan silika sebagai bahan baku pembuatan semen pada tahun 2018 mencapai 1,144,043 ton [2]

Silika (SiO_2) atau silikon dioksida merupakan senyawa kimia yang dapat dihasilkan dari sintesis kristal, silika mineral dan silika nabati. Silika memiliki pori yang berkaitan dengan kemampuan adsorpsi. Semakin besar struktur pori akan menyebabkan semakin besarnya luas permukaan pada silika, sehingga kemampuan adsorpsi menjadi bertambah. Silika sebagai senyawa anorganik memiliki sifat unik diantaranya seperti bersifat inert, memiliki kemampuan pertukaran ion dan adsorpsi yang baik, mudah dimodifikasi, memiliki kestabilan mekanik dan termal yang tinggi tetapi tidak baik apabila langsung diaplikasikan. [3].

Salah satu material berpori yang dapat digunakan dalam proses adsorpsi yaitu silika gel. Silika gel merupakan salah satu senyawa organik yang bersifat stabil terhadap pengaruh mekanis dan suhu. Banyaknya manfaat silika gel

diantaranya biasa digunakan sebagai bahan campuran dalam pembuatan keramik, bahan pengisi ban karet, dapat digunakan sebagai bahan perekat, bahan pembuat deterjen, digunakan dalam industri produk farmasi dan juga digunakan sebagai fasa diam untuk kromatografi [4]. Dalam proses penyerapan, silika gel lebih efisien digunakan dibandingkan zeolit maupun karbon aktif, sebab proses pengikatan adsorbat membutuhkan energi yang tidak besar dan untuk proses desorpsi hanya menggunakan suhu yang relatif rendah

Pada umumnya, terdapat tiga jenis bentuk silika gel. *Hidrogel* merupakan salah satu jenis silika gel dimana pori-porinya terisi oleh air. *Aerogel* ialah gel yang pori-porinya terisi oleh gas dengan pengeringan superkritikal. *Aerogel* diperoleh ketika fase cair gel diganti dengan gas sedemikian rupa sehingga jaringan padatnya tetap terjaga, dengan sedikit atau tanpa penyusutan pori pada gel. Ini pertama kali dicapai dalam kondisi superkritikal tetapi sekarang dimungkinkan dalam kondisi pengeringan ambient juga. *Xerogel* adalah jenis silika gel kering dimana pengeringan kandungan air dalam pori-porinya dilakukan dengan cara evaporasi.

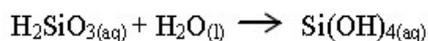
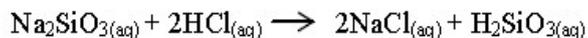


Gambar 1. Jenis Silika Gel[5]

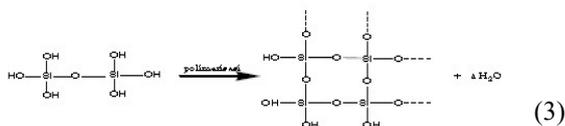
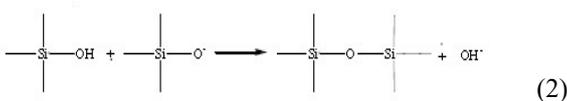
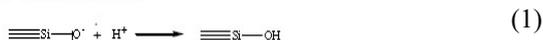
Xerogel diperoleh saat fase cair gel dihilangkan dengan proses penguapan. Hal ini memungkinkan silika gel jenis ini untuk mempertahankan bentuk aslinya, tetapi sering mengakibatkan terjadinya keretakan pada gel karena penyusutan ekstrim yang dialami saat dikeringkan. Dalam hal ini, metode pengeringan akan sangat menentukan jenis silika gel seperti apa yang akan terbentuk,

Sintesis silika gel dapat dibuat menggunakan metode sol gel berdasarkan penggumpalan sol natrium silikat yang direaksikan dengan suatu asam. Dalam proses ini, silika gel disintesis melalui rekasi hidrolisis dan kondensasi dari natrium silikat. Silikon alkoksida atau gel halida yang dihasilkan diubah menjadi jaringan gel polimer [6]. Silika gel dapat dibentuk melalui metode sol-gel dalam tiga tahapan, yaitu : pembentukan gel melalui reaksi hidrolisis dan kondensasi, pematangan gel (*aging of silica gel*), dan pengeringan gel (*drying of silica gel*) [7].

Reaksi Hidrolisis :



Reaksi kondensasi :



Gambar 2. Reaksi Pembentukan Jaringan Silika Xerogel [8]

Maka, dalam mensintesis silika gel agar memiliki luas permukaan serta ukuran pori yang besar untuk dapat dimanfaatkan sebagai adsorben dibutuhkan kondisi optimum dari waktu *aging* (waktu pematangan) dan temperatur pengeringan yang digunakan dalam proses sintesis silika xerogel dari natrium silikat. Silika alam direaksikan terlebih dahulu dengan NaOH untuk pembentukan natrium silikat (Na_2SiO_3). Kemudian

dilakukan penambahan asam klorida (HCl) untuk pembentukan hidrogel dan pengeringan gel pada oven untuk pembentukan xerogel. Analisa XRD dilakukan untuk melihat keberhasilan sintesis melalui pola difraksi yang dihasilkan silika xerogel berfasa amorf.

II. METODE PENELITIAN

A. Alat dan Bahan

Adapun jenis alat yang dipakai selama penelitian seperti *magnetic stirrer*, oven, neraca analitik, corong, botol reagen, labu ukur, erlenmeyer, gelas piala, batang pengaduk, pipet takar, gelas ukur, kaca arloji, kertas saring, kertas pH, pH meter, suntikan, botol semprot, *shaker*, buret, statif dan klem dan *X-ray Diffraction (XRD)*.

Jenis bahan yang digunakan selama penelitian diantaranya pasir kuarsa, natrium silikat, padatan NaOH, larutan HCl 37%, Kalium Iodida, Natrium Tiosulfat, Iodin, dan aquades.

B. Aktivasi Silika Alam

Pasir kuarsa dihaluskan dengan ayakan 45 μm . Timbang 100 gram pasir silika tersebut dan tambahkan 400 ml HCl 1M lalu diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 24 jam pada suhu 60-80°C yang akan menghasilkan larutan berwarna hijau dan endapan putih. Endapan disaring dan dicuci hingga pH larutan netral. Lalu di oven 2 jam menggunakan suhu 105°C [9].

C. Sintesis Natrium Silikat

5 gram silika aktivasi ditambahkan NaOH 4 M kemudian di *stirrer* dengan kecepatan konstan selama ± 3 jam pada suhu 70-80°C hingga mengental atau terbentuk *slurry*. *Slurry* dilebur dalam *furnace* pada suhu 400°C selama 30 menit sehingga terbentuklah natrium silikat berwarna kehijauan [9].

D. Sintesis Silika Xerogel

0,244 gram natrium silikat dilarutkan dalam 20 ml aquades disertai pengadukan selama 45 menit larutan diberi penambahan HCl hingga pH 1. Kemudian diamkan larutan selama 30 menit, lalu diberi penambahan NaOH hingga pH 7 sehingga terbentuklah fasa sol. Diamkan larutan pada suhu kamar selama variasi waktu *aging* 14, 16, 18, 20 dan 24 jam. Saring dan cuci gel yang diperoleh dengan aquades lalu dioven dengan variasi temperatur pengeringan gel 60, 70, 80, 90 dan 100°C, selama 18 jam sehingga terbentuklah silika xerogel berbentuk butiran gula berwarna putih. Lakukan pencucian dan pengeringan pada silika xerogel ± 2 jam pada suhu oven 110°. Kondisi optimum waktu *aging* dan temperatur pengeringan silika xerogel ditentukan berdasarkan kemampuannya dalam menyerap iodin.

E. Uji Daya Serap Bilangan Iod

Sebanyak 0,05 gram sampel dalam erlenmeyer, ditambahkan 5 ml larutan iod 0,1 N kemudian di shaker 125 rpm selama 15 menit pada suhu ruang. Saring larutan menggunakan kertas saring dan filtrat dipipet sebanyak 1,5 ml dan dititrasi dengan Na₂S₂O₃ 0,1 N hingga larutan tersebut berwarna kuning, kemudian ditambah kanji 1% hingga warna larutan menjadi biru. Kemudian titrasi kembali dengan Na₂S₂O₃ 0,1 N dan menghasilkan warna larutan bening.

$$\text{Bil Iod} = \left(\frac{V_{\text{Iod}}}{V_{\text{yang dipipet}}} \right) \times \frac{(N_{\text{Iod}} - N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}) \times V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}}{\text{Berat Sampel}}$$

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Sintesis Silika Xerogel

Silika xerogel yang disintesis dari larutan natrium silikat menggunakan metode sol-gel berbentuk seperti butiran gula berwarna putih. Hidrogel yang terbentuk berwarna keruh dan tekstur seperti agar-agar adalah kondisi dimana polimerisasi pembentukan gugus siloksan telah terbentuk sempurna. Untuk terjadinya polimerisasi pembentukan silika gel dibutuhkan katalis asam yang akan memprotonasi gugus silanol. Dalam penelitian ini digunakan HCl.

Pembentukan gugus silanol akan lebih cepat pada pH asam [8]. Katalis asam akan menghadirkan struktur linier dan percabangan acak pada pembentukan sol silika [10]. Sementara itu, karakteristik silika gel menurut peraturan yang dikeluarkan perusahaan sains dan teknologi Merck Indonesia adalah memiliki pH kira-kira 7. Penambahan NaOH dilakukan bertujuan untuk menaikkan kembali pH larutan sehingga dihasilkan silika xerogel yang bersifat netral.

Proses aging akan membentuk kekakuan ikatan jaringan gel yang akan distabilkan dalam proses drying dimana kadar air yang terdapat pada silika gel akan hilang dan membentuk silika xerogel dengan struktur jaringan yang kuat dan tetap. Pencucian gel dimaksudkan untuk menghilangkan garam yang terdapat dalam proses sintesis. Sementara itu, silika gel memiliki sifat tidak mudah larut dalam air. Pencucian silika xerogel pada ± 2 jam, dengan temperatur 110°C pada oven bertujuan untuk memastikan impurities atau bahan yang tidak bereaksi selama proses sintesis hilang agar dihasilkan produk dengan tingkat kemurnian yang tinggi [10].

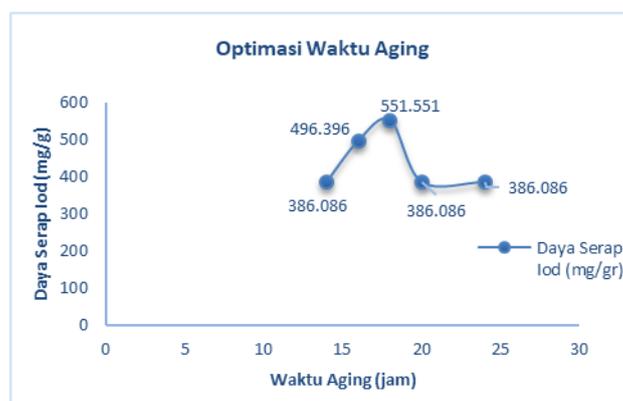
B. Optimasi Waktu Aging

Aging merupakan tahapan paling penting dalam proses sintesis silika xerogel. Sebab, karakteristik luas permukaan, ukuran partikel, densitas, morfologi

volume dan ukuran pori silika xerogel yang terbentuk ditentukan oleh lama nya waktu aging. Saat proses aging, terjadi penggabungan oligomer atau monomer pada jaringan gel melalui ikatan siloksan sehingga akan meningkatkan kekuatan dan kekakuan gel dalam pembentukan hidrogel [11].

TABEL 1
HASIL UJI DAYA SERAP BILANGAN IOD TERHADAP WAKTU AGING

| Waktu Aging (jam) | Daya Serap Iod (mg/g) |
|-------------------|-----------------------|
| 14 | 386,086 |
| 16 | 496,396 |
| 18 | 551,551 |
| 20 | 386,086 |
| 24 | 386,086 |



Gambar 3. Grafik Optimasi Waktu Aging

Berdasarkan uji penyerapan iod terhadap silika xerogel hasil sintesis didapatkan kondisi optimum untuk waktu aging berada pada waktu 18 jam dengan hasil daya serap terhadap iod mencapai 551,551 mg/g. Pada waktu aging 20 jam dan 24 jam terjadi penurunan nilai daya serap iod dan berada pada titik yang sama. Semakin lama waktu aging yang dibutuhkan, kekuatan ikatan jaringan gel akan semakin kuat sehingga dapat mengakibatkan pengerutan saat proses drying. Kondisi optimum untuk waktu aging selama 18 jam ini sama dengan hasil penelitian yang dilakukan oleh [12] dimana pengukuran kondisi optimum 18 jam diperoleh berdasarkan nilai luas permukaan silika gel yang di uji dengan SAA.

Dalam proses aging, semakin lama waktu aging yang dibutuhkan maka luas permukaan silika xerogel yang dihasilkan akan semakin kecil [8]. Dengan demikian, pada waktu 18 jam silika xerogel menghasilkan penyerapan yang bagus terhadap iodin sebab selama proses sintesisnya telah terbentuk pori dan luas permukaan yang besar. Pada waktu aging 18

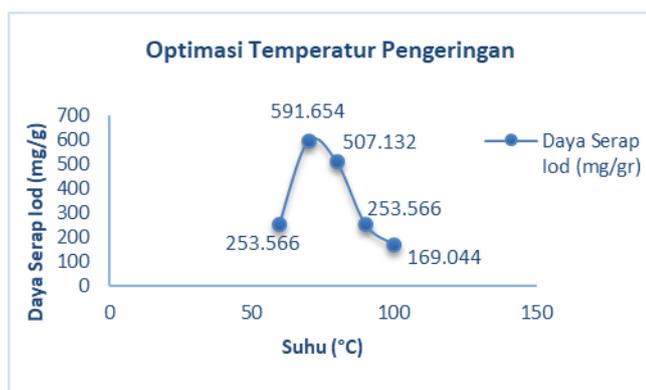
jam, ikatan jaringan siloksan yang terbentuk telah sempurna dan stabil. Sehingga diharapkan mampu untuk menahan tekanan panas pada proses *drying* yang akan berdampak pada penyusutan pori.

C. Optimasi Temperatur Pengeringan Gel

Tujuan dilakukan variasi temperatur pengeringan adalah menghilangkan kadar air yang berlebih pada kapasitas air maksimum silika xerogel dengan cara penguapan sehingga dihasilkan pori yang terbuka dan mampu melakukan proses adsorpsi dengan baik [13] dan juga bertujuan untuk mempertahankan struktur jaringan yang sudah dibentuk selama proses *aging*. Temperatur pengeringan berpengaruh terhadap kandungan kadar air dan densitas silika xerogel yang dihasilkan. Silika xerogel memiliki ketahanan panas hingga suhu 220°C. jika diberikan tekanan panas melebihi suhu tersebut akan menyebabkan kemampuan adsorpsi silika gel menghilang [14].

TABEL 2
HASIL UJI DAYA SERAP IOD TERHADAP TEMPERATUR PENGERINGAN GEL

| SUHU (°C) | DAYA SERAP IOD (MG/G) |
|-----------|-----------------------|
| 60 | 253,566 |
| 70 | 591,654 |
| 80 | 507,132 |
| 90 | 253,566 |
| 100 | 169,044 |



Gambar 4. Grafik Optimasi Temperatur Pengeringan Gel

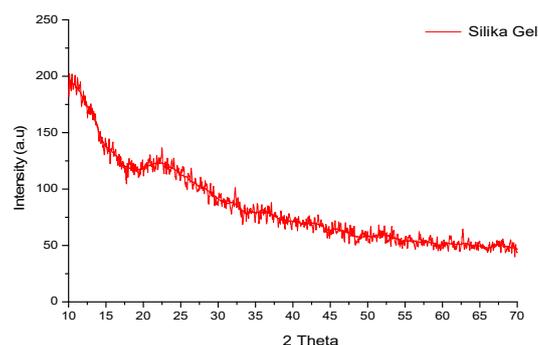
Hasil pengujian daya serap bilangan iod terhadap variasi suhu pengeringan memperlihatkan serapan silika xerogel paling tinggi terdapat pada suhu oven 70°C dengan nilai daya serap mencapai 591,654 mg/g. Pada suhu 80°C hingga 100°C terjadi penurunan nilai daya serap iod. Hal ini disebabkan karena silika xerogel mengalami pengerutan selama proses *drying* sehingga luas permukaan dan porinya

mengecil. Oleh sebab itu, kemampuan silika xerogel dalam mengadsorpsi iod berkurang. Sedangkan pada suhu 60°C, silika xerogel masih memiliki kandungan air, sehingga ketika dilakukan pengujian daya serap terhadap iod memberikan hasil yang tidak maksimal sebab pori-pori silika xerogel yang dihasilkan masih memiliki kandungan air.

Kondisi optimum untuk temperatur pengeringan dihasilkan pada suhu 70°C yang mana pada kondisi ini kadar air dan densitas telah mencapai kesetimbangan sehingga memberikan serapan paling tinggi pada pengujian daya serap iod yang menandakan pada kondisi ini silika xerogel memiliki luas permukaan dan pori yang besar.

D. Karakterisasi Silika Xerogel Kondisi Optimum dengan XRD

Hasil analisis XRD pada silika xerogel kondisi optimum menghasilkan pola difraksi dengan satu puncak lebar di daerah $2\theta = 22,5451^\circ$ yang menandakan bahwa silika xerogel yang dihasilkan berfasa amorf.



Gambar 5 Pola Difraksi XRD

Menurut penelitian [15] mengenai sintesis SiO₂ berbasis bahan alam pasir Bancar menghasilkan pola difraksi tunggal dengan fasa amorf. Sintesis SiO₂ akan menghasilkan fasa amorf dengan tidak adanya senyawa lain yang terdeteksi selain SiO₂ maupun puncak kristal dari NaCl yang menyatakan bahwa silika xerogel yang disintesis telah memiliki tingkat kemurnian yang tinggi [16]. Dari analisis XRD yang dihasilkan dapat disimpulkan bahwa sintesis silika gel dengan natrium silikat yang diperoleh dari silika alam telah sukses dibuat.

IV. KESIMPULAN

Adapun kesimpulan yang dapat diperoleh dari penelitian ini, diantaranya:

1. Sintesis silika xerogel dapat dilakukan menggunakan metode sol-gel dengan bahan dasar natrium silikat yang diperoleh dari silika alam.
2. Kondisi optimum dalam sintesis silika xerogel dihasilkan pada waktu pengadukan 45 menit, dengan *aging* selama 18 jam dan temperatur pengeringan 70°C.
3. Hasil analisis XRD menunjukkan pola serapan amorf dengan puncak melebar di $2\theta = 22,5451^\circ$ yang membuktikan sintesis silika xerogel berhasil dilakukan.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Laboratorium Kimia Universitas Negeri Padang yang telah memfasilitasi pengerjaan penelitian ini. Dan kepada Laboratorium Fisika Universitas Negeri Padang yang telah membantu pengujian sampel penelitian penulis. Selanjutnya, ucapan terima kasih juga tertuju kepada Bapak/Ibu Staf Jurusan Kimia, Universitas Negeri Padang atas segala bimbingan dan arahnya.

REFERENSI

- [1] H. N. Izzati, "Sintesis dan Karakterisasi Kekristalan Nanosilika Berbasis Pasir Bancar," *Inov. Fis. Indones.*, vol. 02, no. 3, 2013
- [2] BPS, *Provinsi Sumatera Barat Dalam Angka 2020*. Padang, Sumatera Barat: BPS Sumatera Barat, 2020.
- [3] A. Freni, L. Calabrese, A. Malara, P. Frontera, and L. Bonaccorsi, "Silica gel microfibres by electrospinning for adsorption chillers," *Energy*, vol. 187, 2019, doi: 10.1016/j.energy.2019.115971.
- [4] K. Lazaar, W. Hajjaji, R. C. Pullar, J. A. Labrincha, F. Rocha, and F. Jamoussi, "Production of silica gel from Tunisian sands and its adsorptive properties," *J. African Earth Sci.*, vol. 130, pp. 238–251, 2017, doi: 10.1016/j.jafrearsci.2017.03.017.
- [5] M. L. Anderson, R. M. Stroud, C. A. Morris, C. I. Merzbacher, and D. R. Rolison, "Tailoring advanced nanoscale materials through synthesis of composite aerogel architectures," *Adv. Eng. Mater.*, vol. 2, no. 8, pp. 481–488, 2000
- [6] N. Sapawe, N. Surayah Osman, M. Zulkhairi Zakaria, S. Amirul Shahab Syed Mohamad Fikry, and M. Amir Mat Aris, "Synthesis of green silica from agricultural waste by sol-gel method," *Mater. Today Proc.*, vol. 5, no. 10, pp. 21861–21866, 2018, doi: 10.1016/j.matpr.2018.07.043.
- [7] G. Guzel Kaya and H. Deveci, "Synergistic effects of silica aerogels/xerogels on properties of polymer composites: A review," *J. Ind. Eng. Chem.*, vol. 89, pp. 13–27, 2020, doi: 10.1016/j.jiec.2020.05.019.
- [8] D. Meirawati, S. Wardhani, R. Triandi, and Tjahjanto., "Studi Pengaruh Konsentrasi HCl dan Waktu Aging (Pematangan Gel) Terhadap Sintesis Silika Xerogel Berbahan Dasar Pasir Kuarssa Bangka," *Kim. J.*, vol. 2, no. 2, pp. 524–531, 2013.
- [9] I. Ramadhani, B. Oktavia, H. Sanjaya, and A. Putra, "Penentuan Kondisi Optimum Pembentukan Natrium Silikat (Na₂SiO₃) menggunakan Material Dasar Silika Alam dan Natrium Hidroksida (NaOH)," vol. 10, p. 2, 2021.
- [10] G. Guzel Kaya and H. Deveci, "Effect of Aging Solvents on Physicochemical and Thermal Properties of Silica Xerogels Derived from Steel Slag," *ChemistrySelect*, vol. 5, no. 4, pp. 1586–1591, 2020, doi: 10.1002/slct.201903345.
- [11] T. S. Putri, A. Jalaluddin, and F. Fajaroh, "Efek Kondisi Aging terhadap Karakteristik Silika Xerogel," *Pros. Semin. Nas. Kim. dan Pembelajarannya*, vol. 10, no. November, pp. 176–181, 2018.
- [12] D. N. Pane, M. EL Fikri, and H. M. Ritonga, "Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Silika (SiO₂) dari Limbah Geothermal sebagai Fluorescent Fingerprint Powder," *J. Chem. Inf. Model.*, vol. 53, no. 9, pp. 1689–1699, 2018.
- [13] A. Feinle, M. S. Elsaesser, and N. Hüsing, "Sol-gel synthesis of monolithic materials with hierarchical porosity," *Chem. Soc. Rev.*, vol. 45, no. 12, pp. 3377–3399, 2016, doi: 10.1039/c5cs00710k.
- [14] Meriatna, L. Maulinda, M. Khalil, and Zulmiardi, "Pengaruh Temperatur Pengeringan dan Konsentrasi Asam Sitrat Pada Pembuatan Silika Gel Dari Sekam Padi," *J. Teknol. Kim. Unimal*, vol. 4, no. 1, pp. 78–88, 2015.
- [15] L. Silvia and M. Zainuri, "Analisis Silika (SiO₂) Hasil Kopresipitasi Berbasis Bahan Alam menggunakan Uji XRF dan XRD," *J. Fis. dan Apl.*, vol. 16, no. 1, p. 12, 2020, doi: 10.12962/j24604682.v16i1.5322.
- [16] R. S. Dubey, Y. B. R. D. Rajesh, and M. A. More, "Synthesis and Characterization of SiO₂ Nanoparticles via Sol-gel Method for Industrial Applications," *Mater. Today Proc.*, vol. 2, no. 4–5, pp. 3575–3579, 2015, doi: 10.1016/j.matpr.2015.07.098.