

## SINTESIS DAN KARAKTERISASI SILIKA AEROGEL BERBASIS TEOS (TETRAETHYLORTHOSILICATE) MENGGUNAKAN METODE SOL-GEL

Ahmad Nizar

Jurusan fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya, email: nizarachmad071@gmail.com

Dr. Z.A. Imam Supardi, M.Si

### Abstrak

Sintesis silika aerogel berbahan dasar TEOS (*Tetraethylorthosilicate*) melalui metode sol – gel dengan penambahan larutan pemodifikasi permukaan TMCS (*Tetramethylchlorosilane*). dilakukan dengan tujuan mendeskripsikan pengaruh variasi penambahan larutan modifikasi permukaan terhadap ukuran nanopartikel silika aerogel. Sintesis silika aerogel dilakukan melalui percampuran antara larutan prekursor TEOS (*Tetraethylorthosilicate*) dengan ethanol, aquades katalis  $\text{NH}_3$  menggunakan magnetik stirrer sampai terjadi kehomogenitasan sehingga nantinya akan terbentuk larutan sol silika. Larutan sol silika diletakkan ke dalam botol PE (*polyethylene*) dan dibiarkan (*aging*) selama 15 hari sampai terbentuk gel silika. Setelah gel terbentuk direndam kedalam ethanol selama 30 menit kemudian dikeringkan pada suhu  $60^\circ\text{C}$  selama 24 jam. Selanjutnya gel direndam ke dalam larutan *ethanol*, *n – hexane* dan TMCS (*Tetramethylchlorosilane*) sebagai agen sililasi dengan komposisi TMCS 15 mL dan 25 mL selama 24 jam. Selanjutnya dikeringkan pada suhu  $600^\circ\text{C}$  selama 24 jam. Silika aerogel yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*) dan SEM (*Scanning Electron Microscope*). Hasil perhitungan diperoleh massa jenis dengan perendaman TMCS sebanyak 15 mL sebesar 0,0418 gr/mL sedangkan 25 mL diperoleh massa jenis sebesar 0,0291 gr/mL. Hasil karakterisasi FTIR menunjukkan bahwa pada daerah  $1257,17\text{ cm}^{-2}$  pada perendaman TMCS sebanyak 15 mL dan pada daerah  $1173,5\text{ cm}^{-2}$  mengindikasikan bahwa gugus metil telah berikatan dengan struktur silika. Karakterisasi SEM menunjukkan bahwa dengan melalui analisis perhitungan sampel dimana perendaman TMCS sebanyak 15 mL diperoleh diameter rata-rata sebesar  $6,868432\text{ nm} - 67,03631\text{ nm}$  sedangkan untuk perendaman sebanyak 25 mL berukuran sebesar  $2,181567\text{ nm} - 25,36593\text{ nm}$ .

Kata kunci : silika aerogel, sol – gel, TMCS , TEOS

### Abstract

*Synthesis of silica aerogel made from basic TEOS (Tetraethylorthosilicate) through the method of sol – gel with the addition of a solution of a surface modifier TMCS (Tetramethylchlorosilane). Done with the aim of describing the influence of variations of surface modification solution against the addition of the size of nanoparticles of silica aerogel. Synthesis of silica aerogel made through a blended solution precursor of TEOS (Tetraethylorthosilicate) with ethanol, catalyst aquades  $\text{NH}_3$  using a magnetic stirrer to occur so that the kehomogenitasan will be formed of aqueous silica sol. Aqueous silica sol is put into the bottles PE (polyethylene) and left (aging) for 15 days until the silica gel is formed. After the gel formed soaked into ethanol for 30 minutes then dried at a temperature of  $60^\circ\text{C}$  for 24 hours. Furthermore the gel is immersed into a solution of ethanol, *n – hexane* and TMCS (Tetramethylchlorosilane) as a sililasi agent with the composition of TMCS 15 mL and 25 mL for 24 hours. Next is dried at a temperature of  $600^\circ\text{C}$  for 24 hours. Silica aerogel is obtained are characterized using FTIR (Fourier Transform Infrared Spectroscopy) and SEM (Scanning Electron Microscopy). The calculation result obtained by submersion of TMCS 15 mL of 0.0418 gr/mL while 25 mL obtained density of 0.0291 g/mL. FTIR characterization of the results show that in the area of  $1257.17\text{ cm}^{-2}$  on soaking TMCS 15 mL and in the area of  $1173.5\text{ cm}^{-2}$  indicates that the methyl group has bonded with the structure of silica. SEM characterization shows that through the analysis of the sample calculation with which the soaking TMCS 15 mL obtained an average diameter of  $6.868432\text{ nm} - 67.03631\text{ nm}$  as for soaking as much as 25 mL size of  $2.181567\text{ nm} - 25.36593\text{ nm}$ .*

**Keywords:** silica aerogel, sol – gel, TMCS, TEOS

## PENDAHULUAN

Silika aerogel adalah material padatan ultra pori yang memperlihatkan volume pori yang besar dengan porositas  $\geq 90\%$ , luas permukaan sekitar  $1500 \text{ m}^2/\text{g}$  (Gerard M. Pajonk, 1985). Selain itu ciri yang lain adalah mempunyai transmisi optik yang tinggi sekitar  $90\%$ , konduktivitas termal yang rendah sekitar  $0,05\% \text{ W/mK}$  dan konstanta dielektrik rendah sekitar  $\sim 1,1$  (Sinko K. (2010).

Aerogel pertama kali diperkenalkan oleh Samuel Stephens Kistler pada tahun 1931 menggunakan metode sol-gel dengan pengeringan superkritis, dimana metode ini membutuhkan pemanasan yang tinggi dan pengeringan pada kondisi superkritis, sehingga sekarang metode ini jarang digunakan. Banyak peneliti sekarang mensintesis silika aerogel menggunakan metode sol-gel dengan pengeringan pada tekanan ambien dengan bahan dasar (prekursor) lumpur lapindo dimana kandungan silika di dalam lumpur lapindo sebesar  $54,92\%$  menghasilkan silika aerogel yang putih bening dan bersifat hidrofobik (Nafikah fifi, 2013). Silika aerogel adalah aerogel yang struktur penyusunnya berupa silika dan dapat dibuat melalui berbagai jenis prekursor seperti natrium silikat, TEOS (*tetraethylorthosilicate*), MTMS (*methyltrimetoksilana*), lumpur lapindo dan abu baggase. Dalam penelitian ini, bertujuan untuk mendeskripsikan pengaruh variasi penambahan TMCS (*tetramethylchlorosilane*) terhadap ukuran partikel silika aerogel. Silika aerogel merupakan bahan keramik yang sangat porous dan secara kimia mempunyai struktur inert. Silika aerogel berupa silika yang dapat dibuat melalui berbagai jenis prekursor seperti natrium silikat natrium silikat, TEOS (*tetraethylorthosilicate*), lumpur lapindo dan abu baggase.

Menurut Ibrahim *et al* dalam Benny dan Ummah (2012) menjelaskan bahwa telah berhasil mensintesis nanopartikel silika menggunakan metode sol-gel. Dimana konsentrasi dari prekursor (TEOS) dan katalis (ammonia,  $\text{NH}_3$ ) berperan penting terhadap pembentukan material dalam skala nano. Perbedaan dan parameter-parameter lainnya menghasilkan nanopartikel silika dalam ukuran yang berbeda-beda.

Brinker memperkenalkan secara komersil bagaimana mensintesis silika aerogel menggunakan metode *ambient pressure drying* (APD). Dalam proses sintesis aerogel

menggunakan metode (APD) permukaan gel basah dimodifikasi secara kimiawi menggantikan gugus fungsi hidrofobik pengganti dari atom H dari gugus hidroksil diikuti dengan modifikasi permukaan (APD). Tujuannya mengubah permukaan gugus ( $-\text{OH}$ ) dengan bantuan dari *syllating agents*. Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis silika aerogel dari bahan dasar TEOS dengan variasi penambahan modifikasi permukaan menggunakan TMCS serta pengeringan pada tekanan ambien.

## METODE PENELITIAN

### 1. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas ukur 50 ml, gelas kimia 250 dan 500 ml, *stirer magnetik*, *furnace*, spatula, neraca digital. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah *tetraethylorthosilicate* (TEOS), *trimethylchlorosilane* (TMCS),  $\text{NH}_3$ , ethanol, aquades, n-heksana.

### 2. Alat Karakterisasi

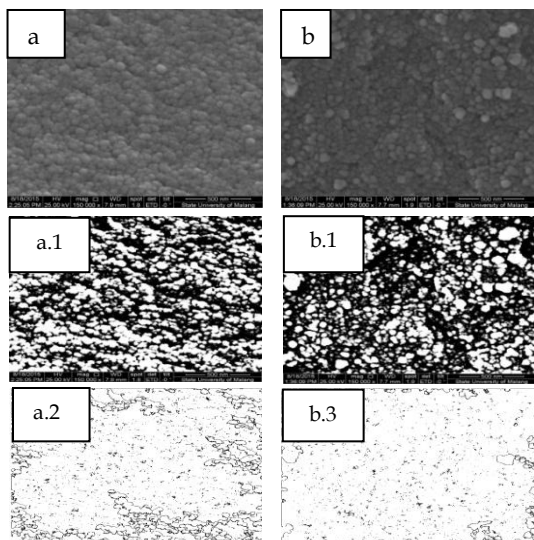
Karakterisasi yang digunakan dalam Penelitian ini adalah Scanning Electron Microscope (SEM) dan Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR).

### 3. Prosedur Penelitian

TEOS dicampurkan ammonia ( $\text{NH}_3$ ), aquades dan ethanol dengan volume (30 ml, 3 ml, 38 ml dan 31 ml). Semua bahan tersebut dicampurkan dan di stirer tanpa pemanas selama 30 menit dan kemudian di stirer menggunakan pemanas dengan suhu  $60^\circ\text{C}$  selama 90 menit. Larutan gel diletakkan dibotol *polyethylene* (PE) dan kemudian dipanaskan pada suhu  $60^\circ\text{C}$  selama 120 menit. Dimatangkan (aging) selama 15 hari sampai terbentuk gel. Gel yang telah terbentuk diletakkan digelas kimia dan direndam dengan alkohol sekaligus larutan pemodifikasi permukaan TMCS dan n-heksana selama 24 jam, kemudian dipanaskan pada suhu  $600^\circ\text{C}$  selama 24 jam.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil sampel yang didapatkan dari sintesis silika aerogel dengan penambahan larutan pemodifikasi permukaan TMCS dengan volume berbeda yaitu 15 ml dan 25 ml dan di uji karakterisasi menggunakan SEM dan FTIR. Hasil dari uji SEM ditunjukkan pada gambar 2



Gambar 2 (a) hasil SEM TMCS 15 ml dan (b) TMCS 25 ml dengan pembesaran 150.000x

(1) *Thresold* dan (2) *outline*

Tabel 1 analisis menggunakan *software image-j*

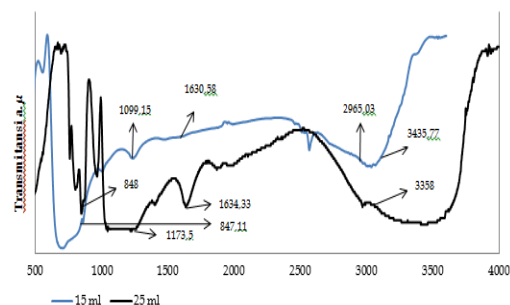
| TMCS (mL) | L.permukaan (nm <sup>2</sup> ) |        |           | Diameter (nm) |        |           |
|-----------|--------------------------------|--------|-----------|---------------|--------|-----------|
|           | Min                            | Max    | Rata-rata | Min           | Max    | Rata-rata |
| 15        | 3,76                           | 161,21 | 357,79    | 6,87          | 449,97 | 67,04     |
| 25        | 3,74                           | 199,08 | 505,09    | 2,18          | 159,24 | 25,36     |

Melalui analisis menggunakan *software image-j* didapatkan luas permukaan dan diameter dari masing-masing sampel yang mempunyai volume TMCS 15 ml dan 25 ml. Untuk volume 15 ml TMCS didapatkan luas permukaan minimal, rata-rata dan maksimal (3.756 nm<sup>2</sup>, 357.792 nm<sup>2</sup>, 161.201 nm<sup>2</sup>). Sedangkan untuk diameternya minimal, rata-rata dan maksimal (6.868.432 nm, 67.036 nm dan 449.777 nm).

Volume 25 ml TMCS didapatkan luas permukaan minimal, maksimal dan rata-rata adalah (3.736 nm<sup>2</sup>, 199.078 nm<sup>2</sup>, 505.093 nm<sup>2</sup>). Sedangkan diameternya didapatkan minimal, maksimal dan rata-rata (2.181.567 nm, 159.249 nm dan 25.36593 nm).

Berdasarkan spektrum pada gambar 3 diketahui puncak serapan OH terjadi pada daerah 3435,77 cm<sup>-1</sup> dengan volume TMCS 15 ml, sedangkan pada volume 25 ml puncak serapan terjadi pada daerah 3358 cm<sup>-1</sup>. Pada rentang serapan 1257,17 cm<sup>-1</sup> dengan volume TMCS 15 ml dan rentang serapan 1173,5 cm<sup>-1</sup> dengan volume

TMCS 25 ml menunjukkan terbentuknya gugus Si-C yang mengindikasikan bahwa gugus metil terikat dengan struktur silika (Rusdiarso Bambang dkk,2008) serta penyerapan gugus Si-C mengalami penurunan pada rentang serapan 847,11 cm<sup>-1</sup> dengan volume TMCS 15 ml dan 848 cm<sup>-1</sup> pada volume 25 ml.



Gambar. 3 spektrum spektroskopi FTIR

## PENUTUP

### Simpulan

Sintesis silika aerogel menggunakan metode sol-gel melalui pengeringan pada tekanan ambien dengan penambahan larutan modifikasi permukaan yaitu *tetramethylchlorosilane* (TMCS) menghasilkan silika aerogel yang berukuran nanopartikel dengan ukuran sebesar 67,03631 nm volume TMCS 15 ml sedangkan volume TMCS 25 ml didapatkan ukuran partikel silika aerogel sebesar 25,36593 nm. Secara umum dapat dikatakan bahwa penambahan larutan agen sililasi yaitu TMCS berpengaruh terhadap ukuran partikel dari sampel.

### UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih kepada pihak yang telah membantu proses penelitian ini. Terima kasih kepada Operator Lab Sentral UM Malang, Operator Lab. Terpadu UNESA. Untuk teman-teman Fisika Material 2011 Universitas Negeri Surabaya yang telah banyak membantu dan mendukung penelitian ini.

## DAFTAR PUSTAKA

- V. Rao, D. H. (1998). "Optimisation Of Supercritical Drying Parameters For Transparent Silica Aerogel Window Application . *mater. Sci, and Tech* , 94-99.
- Al, T. S. (1998). "Silika Aerogel In High Energy Physics. *J. Non- Cryst. Solids* , 369-374.
- Bangi U. K. H., V. A. (2008). A New Route for preparation of sodium silicate based hydrofobic aerogel via ambient presusre drying. *sci. technol.adv* , 1-11.
- Bangi U. K. H., Sunetra L. D. dan Venkateswara A. R., 2010, Influence of Various Processing Parameters on Water-Glass-Based Atmospheric Pressure Dried Aerogel for Liquid Marble Purpose, *J. Matter Sci.*, pp. 2944-2951
- Benny, F. R. (2012). Sintesis Nanopartikel SiO<sub>2</sub> Menggunakan Metode Sol-Gel dan Aplikasinya Terhadap Aktivitas Stotoksik. *jurnal Nanoteknologi* .
- Dorrcheg, A. S. (2007). Silica Aerogel Synthesis, Properties and Characterization. *journal of material processing technology* , 10-26.
- Huang L. (2012). Feasibility Study of Using SilicaAerogel as Insulation for Buidings . *Thesis* .
- I. Adachi et al. (1995). Study Of Threshold Cherenkov Counter Based On Silica Aerogel With Low Refractive Indices. *nucl. instr. and meth. in physic. res. A* , 390-398.
- Ibrahim, I. A. (2010). Preparation of Spherical silica Nanoparticles Strober Silica. *Journal American Science* , 985-989.
- Kistler, S. (1932). *J. physic. chem.* 52-64.
- Nafikah fifi, r. t. (2013). Pengaruh Temperatur Penggantian Pelarut Terhadap Hidrofobilitas Aerogel Silika. *kimia student journal* , 112-118.
- P. H. Tewari, A. J. (1985). Ambient Temperature Supercritical Drying Of Transparent Silica Aerogel . *material letters* , 363-367.
- Parale, V. G. (2012). Wettability Stuffy of Surface Modified Silica Aerogels with Different Silylating Agents. *J. Sol-Gel Sci Technol* .
- RusdiarsoBambang, Kunarti Sri Eko, Hamdiani Sapriani. 2008. *Synthesis Of Mesoporous Methyl-Silika Hybrid For Adsorption Of Alizarin Red-S*(Sintesis Hibrida Metil Silika Mesopori untuk Adsorpsi Zat Warna Alizarin Red-S). Yogyakarta. UGM
- Rao A. V., S. D. (2006). Synthesis of Flexible silica aerogels using Methyltrimethylmethoxysilane (MTMS) precursor. *J. Coll. Int. Scin* , 279-285.
- Sarawade P B., K. J. (2006). Influence Of Solvent Exchange In The Physical Properties Of Sodium Silicate Based Aerogel Prepared At Ambient Pressure . *aerosol air qual* , 93-105.
- Sinko K. (2010). Influence of Chemical Conditions on the Nanoporous Structure of silicate Aerogels. *Materials* , 704-740.
- Soleimani D, A. M. (2008). Silica Aerogel; Synthesis Properties And Characterization. *journal of materials processing technologi* , 10-26.
- Ummah, I. L. (2012). Sintesis Silika Gel Menggunakan Metode Sol-Gel Dan Aplikasinya Terhadap Absorpsi Kelembaban Udara. 0-216.
- Yang, E. (2011). Fabrication and Preliminary