SINTESIS SILIKA GEL MENGGUNAKAN METODE SOL-GEL DAN APLIKASINYA TERHADAP ABSORPSI KELEMBABAN UDARA

Ida Latiful Ummah
Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Surabaya.
Email : idalatifulummah@gmail.com

Drs. Z. A Imam Supardi, Ph. D dan Diah Hari Kusumawati, M.Si
Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Surabaya

ABSTRAK

Penelitian ini mensintesis silika gel (SiO_2) sebagai bahan untuk menyerap kelembaban udara. Bahan yang digunakan adalah TEOS (*Tetraethylorthosilicate*) sebagai prekursor, HCl sebagai katalis dan aquades sebagai pelarut, dengan metode Sol-Gel. Dalam penelitian ini waktu pemanasan sebagai variabel manipulasi, sehingga didapatkan sampel awal silika dalam bentuk serbuk yang berwarna putih. Untuk menjadikan silika serbuk ke dalam bentuk butiran, maka ditambahkan Natrium Silikat (Na_2SiO_3) dengan perbandingan 1:2 sehingga didapatkan silika gel dalam bentuk butiran dan memiliki warna putih. Silika gel yang sudah dihasilkan, kemudian dilakukan uji penyerap kelembaban dengan cara ditetesi air pada sekumpulan silika gel, sehingga dapat diketahui perubahan fisis yag terjadi pada silika gel. Dari hasil uji penyerap kelembaban dapat diindikasikan bahwa silika gel yang dihasilkan memiliki sifat hidrofilik (menyerap air), keras namun rapuh dan mengalami perubahan warna yang semula putih bening kemudian menjadi putih keruh, hal tersebut menujukkan bahwa silika gel dapat menyerap air. Uji karakterisasi SEM-EDS didapatkan bentuk morfologi yang tidak homogen dengan ukuran partikel pada sampel silika gel yang tidak seragam, karena dipengaruhi oleh lama waktu ageing, dan dari hasil analisis EDS didapatkan kandungan silika yang berbeda, karena dipengaruhi oleh lama waktu pemanasan yang berbeda pula. Dan hasil analisis XRD menunjukkan bahwa struktur kristal dari partikel silika gel (SiO_2) adalah amorf, dengan didapatkan pola difraksi puncak pada sudut 2θ = 22,53°. Hasil tersebut juga sesuai dengan penelitian terdahulu yaitu S. Musić et al, 2011.
Kata Kunci : *Sintesis, Karakterisasi, Sol-Gel, Silika Gel* (SiO_2)

This study synthesizes silica gel (SiO_2) as a material to absorb moisture. Materials used were TEOS (*Tetraethylorthosilicate*) as a precursor, HCl as a catalyst and distilled water as the solvent by the Sol-Gel method. Warm-up time in this study is used as the manipulated variable, so as the product is the initial sample of silica in the form of a white powder. To make the silica powder in the form of granules, Sodium Silicate (Na_2SiO_3) then is added with a ratio of 1:2 to obtain the silica gel in the form of granules with a white color. Silica gel that has been generated, then it was did the test moisture absorbent by spilled water on silica gel set, so that the physical changes is known which occurred in the silica gel. From the test results indicated that the moisture absorbent silica gel can be produced has hydrophilic properties (absorbs water), hard but brittle and subject to change original white color to white turbid clear later, it showed that the silica gel can absorb water. SEM-EDS characterization test obtained is not homogeneous morphology with particle sizes in the silica gel samples are not uniform, as it is influenced by the long aging time, and EDS analysis results obtained from different silica content, as influenced by long heating time different. And the results of XRD analysis showed that the crystal structure of the silica gel particles (SiO_2) are amorphous, with peak diffraction pattern obtained at an angle of 2θ = 22.53°. These results are also consistent with prior research is S. Music et al, 2011.
Keywords: *Synthesis, Characterization, Sol-Gel, Silica Gel* (SiO_2)

UNESA Universitas Negeri Surabaya

PENDAHULUAN

Kelembaban adalah faktor yang penting dalam pengoperasikan peralatan tertentu, seperti rangkaian elektronik dan juga bahan-bahan yang mudah terkontaminasi lainnya. TEOS (*Tetraethylorthosilicate*) merupakan prekursor atau sumber silika dalam pembuatan material mesopori, sedangkan material mesopori itu sendiri adalah material yang memiliki diameter pori antara 2-50 nm.

Silika gel (SiO_2) merupakan suatu bentuk dari silika yang dihasilkan melalui penggumpalan sol natrium silikat (Na_2SiO_3). Sol mirip agar-agar ini dapat didehidrasi sehingga berubah menjadi padatan atau butiran mirip kaca yang bersifat tidak elastis. Sifat ini menjadikan silika gel (SiO_2) yang dimanfaatkan sebagai zat penyerap dan pengering dan untuk mencegah terbentuknya kelembaban yang berlebihan pada produk yang diletakkan pada boks atau kaleng.

Metode yang digunakan untuk mensintesis silika gel (SiO_2) yaitu metode sol-gel. Metode sol-gel memiliki beberapa keuntungan antara lain tingkat stabilitas termal yang baik, stabilitas mekanik yang tinggi, daya

tahan pelarut yang baik. Metode tersebut dikenal sebagai metode sintesis yang cukup sederhana dan mudah. Oleh karena itu dilakukan penelitian tentang "Sintesis Silika Gel (SiO_2) Menggunakan Metode Sol-Gel dan Aplikasinya Terhadap Absorbsi Kelembaban Udara"

Dan mendeskripsikan proses sintesis silika dengan menggunakan metode sol-gel, dan karakteristik silika yang dihasilkan dengan metode sol-gel. Peneliti melakukan lama waktu pemanasan sebagai bentuk variasi material yang dihasilkan dalam proses sol-gel. Dalam penelitian ini dibatasi oleh uji morfologi serta unsur kandungan kimia (SEM-EDS) dan uji struktur kristal (XRD) untuk mengetahui bentuk morfologi yang di hasilkan selama proses sol-gel dan struktur kristal dari partikel yang di hasilkan oleh material tersebut.

METODE

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah TEOS (*tetraethylorthosilicate*), ethanol, aquades, HCl 12 M pekat, dan natrium silikat (Na_2SiO_3). Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas ukur 50 ml, gelas kimia 250 dan 500 ml, satu set magnetic stirrer, ayakan 200 mesh, botol polyethylene, furnace, satu set mortar dan stamper, alat uji SEM-EDS dan XRD (BRUKER).

Prosedur penelitian dan karakterisasi yang dilakukan adalah:

Menyiapkan dua gelas kimia yang berukuran 250 ml, gelas kimia pertama berisi (30 ml TEOS dan 31 ml ethanol) sedangkan gelas kimia kedua berisi (38 ml aquades dan 3-4 tetes HCl). Larutan dari kedua gelas kimia dicampur dan distiring dengan konstan tanpa pemanasan (sampai homogen). Ketika bahan sudah tercampur secara homogen, dipanaskan dengan suhu 60°C dan distiring kembali selama 90 menit. selanjutnya didinginkan pada suhu ruang sampai suhunya turun menjadi 33°C, kemudian ditempatkan pada botol PE (polyethylene). Botol PE (*polyethylene*) yang mengandung larutan sol gel dimasukkan kedalam furnace selama 120 menit dengan suhu 60°C, kemudian dimatangkan (ageing) selama 1 minggu sampai membentuk gel.

Memotong botol PE (*polyethylene*) dan memindahkan gel kedalam gelas kimia yang berukuran 500 ml, menambahkan 200 ml ethanol dan merendamnya selama 30 menit (untuk menghilangkan katalis), kemudian gel dimasukan kedalam ruang vakum (agar tidak ada pengotor dan gas-gas yang tidak dibutuhkan dapat keluar) sehingga didapatkan gel murni. Gel murni yang sudah diperoleh ditempatkan pada furnace dengan suhu 100°C selama 48 jam (dua malam). Setelah dipanaskan, gel dihaluskan sehingga berubah menjadi serbuk. Serbuk yang dihasilkan dipanaskan kembali pada suhu 80°C dengan memvariasi lama waktu pemanasan yaitu 2, 4, dan 6 jam, sehingga didapatkan serbuk silika gel dengan massa yang berbeda.

Silika yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan teknik difraksi sinar-X (X-Ray Diffraction) untuk mengetahui struktur kristal. Kemudian dikarakterisasi dengan SEM-EDS untuk mengetahui bentuk morfologi dan unsur kandungan kimianya.

Hasil sampel awal silika serbuk, kemudian dibentuk menjadi butiran dengan cara menambahkan natrium silikat (Na_2SiO_3) kedalam serbuk silika dengan berbandingan 1:2 dan dilakukan uji penyerap kelembaban.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Berdasarkan hasil sintesis yang dilakukan dengan cara memvariasi lama waktu pemanasan, yaitu 2, 4 dan 6 jam pada suhu 80°C, didapatkan tiga sampel yang mengalami perubahan sifat fisis yang berbeda.

Tabel 1. Perubahan Sifat Fisis Pada Silika Gel

Sampel	Suhu (°C)	Waktu (jam)	m_{awal} (gram)	m_{akhir} (gram)	Keterangan
I	80	2	2	1.92	Sampel silika gel berwarna putih.
II	80	4	2	1.81	Sampel silika gel berwarna putih.
III	80	6	2	1.79	Sampel silika gel berwarna putih

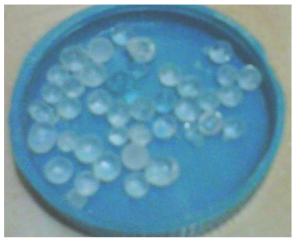
Pada Tabel 1, mengindikasikan bahwa sampel silika gel mengalami perubahan sifat fisis. Perubahan sifat fisis yang terjadi yaitu perubahan massa setelah dilakukan pemanasan kembali pada suhu 80°C dengan waktu yang berbeda. Sehingga dapat disimpulkan bahwa semakin lama waktu yang digunakan akan semakin banyak massa yang dihasilkan serta kemurnian silika semakin tinggi.

Berikut adalah gambar hasil silika gel dalam bentuk butiran

Gambar 1 Sampel Silika Gel Dalam Bentuk Butiran

Pada gambar 1, dapat dilihat bahwa silika gel yang dihasilkan memiliki warna putih bening, dan diharapkan dapat memiliki sifat hidrofilik (menyerap air), sehingga dapat diaplikasikan sebagai zat penyerap (absorpsi) pada kelembaban udara.

Untuk itu dilakukan uji penyerap kelembaban dengan cara ditetesi air pada sekumpulan silika gel, kemudian dilakukan analisis. Berikut adalah gambar setelah dilakukan uji penyerap kelembaban:



Gambar 2. Hasil Uji Penyerap Kelembaban

Terlihat pada gambar 2, hasil uji penyerapan kelembaban yang dilakukan pada silika gel hasil sintesis yaitu dengan cara penetesan air secara perlahan pada kumpulan silika gel, kemudian dilihat perubahan sifat fisis yang terjadi pada silika gel. Silika gel yang dihasilkan dengan proses sintesis adalah berwarna putih bening, sehingga pada saat dilakukan uji penyerapan air tidak mengalami perubahan warna secara jelas namun berubah menjadi putih keruh dan pecah, hal tersebut mengindikasikan bahwa silika gel yang dihasilkan dari proses sintesis dengan metode sol-gel memiliki sifat hidrofilik (dapat menyerap air), yang sesuai dengan fungsi dan kegunaan dari silika gel pada umumnya. Sehingga dapat dibandingkan dengan silika gel komersil.

Berikut adalah tabel perbandingan antara silika gel hasil sintesis dan silika gel komersil.

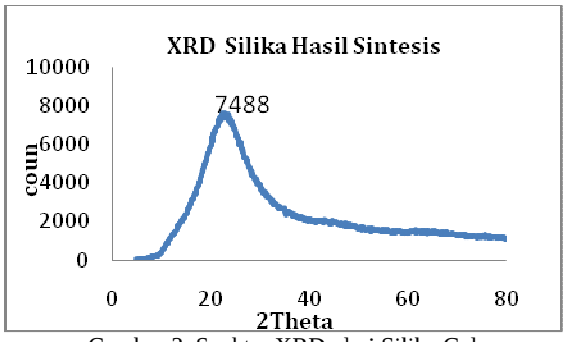
Tabel 2. Perbandingan Silika Gel Komersil dan Hasil Sintesis

Perbandingan	
Silika Gel Komersil	**Silika Gel Hasil Sintesis**
Bersifat *hidrofilik* (menyerap air)	Bersifat *hirofilik* (menyerap air)
Bersifat keras	Bersifat keras namun rapuh
Berwarna biru tua, putih dan ungu kemerahan	Berwarna putih
Memiliki aplikasi terhadap penyerapan udara baik dalam dunia kesehatan, fotografi, elektronik dan industri-industri lainnya	Memiliki aplikasi terhadap penyerapan kelembaban udara.

Berdasarkan tabel 2, menunjukan bahwa silika gel baik komersil maupun hasil sintesis mempunyai sifat dan aplikasi yang hampir sama. Hal tersebut sesuai dengan sifat dan fungsi dari silika gel pada umumnya.

Karakterisasi XRD

Karakterisasi XRD untuk mengidentifikasi struktur kristal dari partikel silika gel hasil sintesis adalah sebagai berikut:

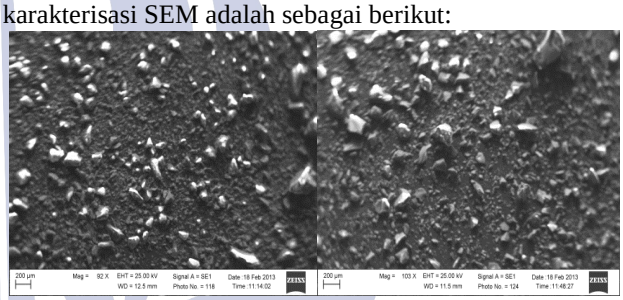


Gambar 3. Spektra XRD, dari Silika Gel

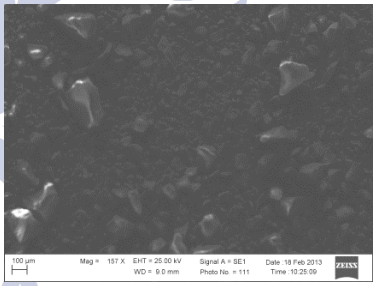
Pola difraksi yang dihasilkan pada sampel silika gel hasil sintesis memberikan puncak pada sudut 2θ = 22,53°. Puncak yang dihasilkan ini sama dengan puncak difraksi yang dihasilkan pada penelitian-penelitian sebelumya, berdasarkan hasil penelitian (Martinez et al. 2006), pola difraksi puncak yang dihasilkan pada sudut 2θ = 23° dan pola difraksi puncak yang dihasilkan pada sudut 2θ = 21,8° adalah berdasarkan hasil penelitian (S. Musić et al. 2011). Berdasarkan pola difraksi yang dihasilkan pada sampel silika gel hasil sintesis menggunakan metode sol-gel, dapat dinyatakan bahwa puncak pada sudut 2θ yang dihasilkan tidak jauh berbeda dengan penelitian-penelitian sebelumnya. Maka dapat disimpulkan bahwa silika gel yang dihasilkan memiliki struktur kristal parsial atau semikristalin yang diidentifikasi dari puncak tertinggi dari pola difraksi yang dihasilkan, namun pada dasarnya struktur kristal dari silika gel dilihat secara keseluruhan adalah tergolong amorf.

Karakterisasi SEM-EDS

Bentuk gambar morfologi sampel silika gel dari hasil karakterisasi SEM adalah sebagai berikut:



(a) (b)



(c)

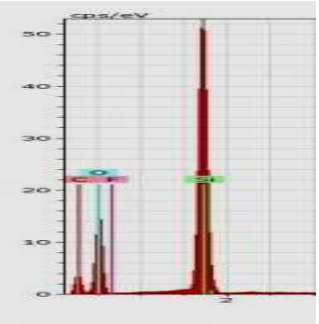
Gambar 4. Foto SEM Silika Gel, Variasi Waktu Pemanasan (a) 2 jam, (b) 4 jam, dan (c) 6 jam dengan T 80°C

Pada gambar 4, terlihat dengan jelas bahwa permukaan pada sampel tidak merata dan terdiri dari gumpalan-gumpalan (cluster), dimana ukuran butirnya cukup beragam dengan distribusi yang tidak merata pada permukaan sampel silika.

Hal tersebut dipengaruhi oleh adanya waktu ageing yang dilakukan pada saat proses sintesis, waktu ageing yang digunakan selama proses sintesis silika gel adalah selama 12 jam, dengan demikian bentuk morfologi yang didapat pada sampel silika gel baik a, b dan c memiliki ukuran partikel-partikel yang tidak seragam (Djoko Hartanto, dkk 2011).

Informasi tambahan yang didapatkan dari analisis dengan SEM adalah EDS, yang mana dapat menunjukkan unsur-unsur yang terdapat dalam sampel serta komposisi sampel berdasarkan unsur tersebut.

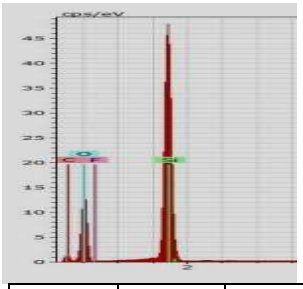
UNESA Universitas Negeri Surabaya



Element	Wt%	At%
O	49.18	49.54
Si	22.50	12.91
C	27.40	36.77
F	0.92	0.79

Gambar 5. Komposisi Area Silika Gel Dengan Waktu Pemanasan Selama 2 jam

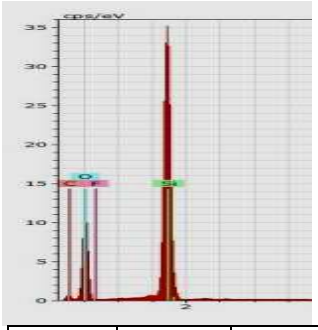
Berdasarkan gambar 5, dapat diketahui adanya beberapa komposisi massa dari unsur antara lain O sebesar 49,18%, Si sebesar 22,50%, C sebesar 27,40%, dan F sebesar 0,92%. Berdasarkan unsur tersebut diatas maka, dapat diindikasikan bahwa dalam sampel tersebut terdapat kandungan unsur silika (SiO_2) sebesar 71,68%, dan 28,32% yang lain adalah pengotor (impuritas), sehingga didapatkan kemurnian silika sebesar 71,68%.



Element	Wt%	At%
O	53.33	57.48
Si	28.86	17.72
C	16.33	23.45
F	1.49	1.35

Gambar 6. Komposisi Area Silika Gel Dengan Waktu Pemanasan Selama 4 jam

Berdasarkan gambar 6, dapat diketahui adanya beberapa komposisi massa dari unsur antara lain O sebesar 53,33 %, Si sebesar 28,86 %, C sebesar 16,33 %, dan F sebesar 1,49 %. Berdasarkan unsur tersebut diatas maka, dapat diindikasikan bahwa dalam sampel tersebut terdapat kandungan silika (SiO_2) dengan kemurnian sebesar 82,19 %, dan 17,81 % yang lain adalah pengotor (impuritas).



Element	Wt%	At%
O	55.21	60.76
Si	30.61	19.19
C	12.80	18.76
F	1.39	1.29

Gambar 7. Komposisi Area Silika Gel Dengan Waktu Pemanasan Selama 6 jam

Berdasarkan gambar 7, dapat diketahui adanya beberapa komposisi massa dari unsur antara lain O sebesar 55,21 %, Si sebesar 30,61 %, C sebesar 12,80 %, dan F sebesar 1,39 %. Berdasarkan unsur tersebut diatas maka, dapat diindikasikan bahwa dalam sampel tersebut terdapat kandungan silika (SiO_2) dengan kandungan silika sebesar 85,82 %, dan 14,18 % yang lainnya adalah pengotor (impuritas), sehingga dapat diketahui kemurnian silika sebesar 85,82%.

PENUTUP

Simpulan

Metode sol-gel dapat digunakan secara efektif dan sederhana untuk mensintesis silika gel. Karakteristik silika gel (SiO_2) memiliki sifat hidrofilik (menyerap air).

Berdasarkan analisis SEM-EDS membuktikan bahwa terdapat material silika pada sampel hasil sintesis, dan berdasarkan analisis XRD, struktur kristal dari partikel silika gel (SiO_2) memiliki struktur kristal parsial atau semikristalin yang diidentifikasi dari puncak tertinggi dari pola difraksi yang dihasilkan, namun pada dasarnya struktur kristal dari silika gel dilihat secara keseluruhan adalah tergolong amorf.

Saran

Dalam penelitian ini, sebaiknya botol PE yang digunakan dalam keadaan vakum dan rapat pada saat proses sintesis. Dan pada saat pembentukan butiran silika gel, pada saat pengadukan harus benar-benar homogen.

DAFTAR PUSTAKA

Djoko Hartanto, Tri Esti Purbaningtias, Hamzah Fansuri, Didik Prasetyoko, (2011). Karakterisasi Struktur Pori dan Morfologi ZSM-2 Mesopori yang Disintesis dengan Variasi Waktu Aging. Jurnal ILMU DASAR, Vol. 12 No. 1, Januari 2011 : 80-90 ITS Surabaya.

Martinez, J. R., Palomares, S., Ortega-Zarzosa, G., Ruiz, F., Chumakov, Y. (2006). Rietveld refinement of

amorphous SiO2 prepared via sol–gel method. Mater. Lett., 60, p. 3526

S. Musić1, N. Filipović-Vinceković and L. Sekovanić. (2011). Precipitation Of Amorphous SiO2 Particles And Their Properties. Brazilian Journal of Chemical Engineering ISSN 0104-6632, Printed in Brazil

UNESA
Universitas Negeri Surabaya