



# Penentuan Kondisi Optimum Waktu Aging Pada Sintesis Silika Xerogel Dari Limbah Abu Terbang

Cynthia<sup>1\*</sup>, Edi Nasra<sup>2</sup>

<sup>1,2</sup>Departemen Kimia, Universitas Negeri Padang  
<sup>1</sup>cynthia.indra13@gmail.com, <sup>2\*</sup>edinasra@fmipa.unp.ac.id

## Info Artikel

### Masuk:

25 Januari 2024

### Diterima:

30 Januari 2024

### Diterbitkan:

11 Februari 2024

### Kata Kunci:

Silika xerogel,  
Abu terbang,  
Sol-gel,  
Waktu aging

## Abstrak

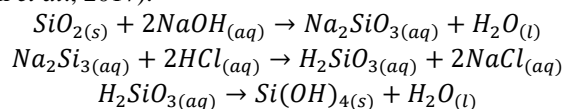
Silika xerogel merupakan silika gel yang dihilangkan kandungan airnya dengan menaikkan suhu dan tekanan. Silika xerogel terdiri dari senyawa silika (SiO<sub>2</sub>) yang dapat diekstraksi dari abu terbang yang memiliki kandungan silika tinggi. Silika xerogel dapat disintesis dengan metode sol-gel. Proses ini terdiri dari empat tahap yaitu pembentukan sol, gelasi, *aging*, dan pengeringan. Tahapan *aging* sangat penting pada metode sol-gel, karena *aging* dapat mempengaruhi karakteristik dari silika xerogel yang dihasilkan, seperti luas permukaan, morfologi, volume dan ukuran pori, dan densitas silika xerogel. Berdasarkan hasil penelitian, waktu *aging* optimum pada waktu *aging* 18 jam dengan luas permukaan 23,005 m<sup>2</sup>/g dan hasil karakteristik dengan FTIR menunjukkan silika xerogel yang disintesis mengandung gugus silanol pada bilangan gelombang 3435,88 cm<sup>-1</sup> dan siloksan pada bilangan gelombang 1039,74 cm<sup>-1</sup>.

## PENDAHULUAN

Kegiatan industri membutuhkan sumber energi dari pembakaran batu bara. Pembakaran batu bara dapat menghasilkan limbah padat berupa abu, yaitu abu terbang (fly ash) dan abu dasar (bottom ash). Abu terbang merupakan limbah yang dihasilkan dari pembakaran batu bara, berwarna keabu-abuan, butiran halus, tidak mudah menguap dan tidak mudah larut. Limbah abu terbang sebagian digunakan sebagai bahan tambahan dalam pembuatan semen, namun sebagian lagi abu terbang hanya menjadi limbah. Limbah abu terbang jika tidak ditangani dengan baik maka dapat mencemari lingkungan dan mengganggu kesehatan seperti gangguan pada saluran pernapasan (Nurmahdani *et al.*, 2022).

Abu terbang memiliki komposisi kimia diantaranya banyak mengandung oksida-oksida logam seperti silika (SiO<sub>2</sub>), alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), fero oksida (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), dan oksida-oksida logam lainnya. Berdasarkan penelitian Fatony *et al.*, (2015), menunjukkan bahwa SiO<sub>2</sub> memiliki persentase lebih tinggi dibandingkan dengan senyawa oksida logam lainnya yaitu SiO<sub>2</sub> sebesar 33,3 %. Tingginya kandungan SiO<sub>2</sub> pada abu terbang ini memiliki kesamaan dengan kandungan utama penyusun silika xerogel yaitu juga SiO<sub>2</sub>. Maka dari itu abu terbang dapat dijadikan sebagai sumber SiO<sub>2</sub> dalam sintesis silika xerogel (Dahliyanti *et al.*, 2022)

Silika xerogel merupakan bagian dari silika gel yang mana pada medium porinya dihilangkan kandungan airnya dengan menaikkan suhu dan tekanan. silika xerogel memiliki luas permukaan besar (150-900 m<sup>2</sup>/g) dan ukuran pori sangat kecil (1-10 nm) (Megasari *et al.*, 2019). Silika xerogel memiliki gugus aktif silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si). Silika xerogel digunakan sebagai katalis, adsorben, isolasi termal, obat-obatan, kosmetik, sensor, membrane desalinasi, kromatografi kolom, dan banyak tujuan lainnya (Maseko *et al.*, 2023). Salah satu metode yang digunakan untuk sintesis silika xerogel adalah metode sol-gel. Metode sol-gel merupakan salah satu metode sintesis silika xerogel pada suhu rendah (Wahyudi *et al.*, 2020). Dalam proses ini, sintesis silika xerogel terdiri dari empat tahap yaitu tahapan proses pembentukan sol, gelasi, *aging*, dan proses pengeringan (Guzel Kaya *et al.*, 2020). Proses ini diawali dengan pembentukan natrium silikat yang merupakan prekursor dalam sintesis silika xerogel yang berbentuk sol, diperoleh dari reaksi antara SiO<sub>2</sub> dengan natrium hidroksida (NaOH) yang bertujuan untuk ekstraksi silika. Kemudian terjadi reaksi hidrolisis dengan penambahan asam klorida (HCl) yang menghasilkan *hydrogel*. Reaksi yang terjadi sebagai berikut (Nur'aeni *et al.*, 2017).



*Hydrogel* yang dihasilkan kemudian diaging. *Aging* merupakan tahapan penting dalam sintesis silika xerogel. *Aging* memiliki dampak yang signifikan terhadap sifat-sifat seperti luas permukaan, morfologi, volume dan ukuran pori,

serta densitas silika xerogel. Pada proses aging juga terjadi reaksi polimerisasi antara silika hidrosol ( $\text{Si}(\text{OH})_4$ ) dengan  $\text{Si}(\text{OH})_4$  lainnya yang menghasilkan produk polimer melalui ikatan dan menghasilkan gel. Setelah proses *aging*, *hydrogel* dikeringkan untuk menghilangkan kandungan air (Erwan & Oktavia, 2022).

Oleh karena itu, dalam mensintesis silika xerogel agar memiliki luas permukaan yang besar dan ukuran partikel yang kecil untuk dapat dimanfaatkan sebagai adsorben dibutuhkan kondisi optimum dari waktu *aging* yang digunakan dalam proses sintesis silika xerogel dari abu terbang.

## METODE

### a. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini terdiri atas alat peralatan sintesis dan peralatan karakterisasi. Peralatan untuk sintesis adalah gelas kimia, gelas ukur, labu ukur, pipet, spatula logam, batang pengaduk, magnetic stirrer, spin bar, corong kaca, botol semprot, kertas saring, pH meter, saringan dengan ukuran 200 mesh, oven, timbangan analitik (ABS 220-4), hot plate, dan termometer. Peralatan untuk karakterisasi adalah spektrofotometer UV-Vis (Genesys 30) dan FTIR (PerkinElmer).

Bahan-bahan yang digunakan untuk sintesis silika xerogel pada penelitian ini yaitu abu terbang yang didapatkan dari PT Semen Padang, asam klorida (HCl) teknis, kristal natrium hidroksida (NaOH), metilen biru, dan aquades.

### b. Prosedur Kerja

#### 1. Sintesis Silika Xerogel Variasi Waktu Aging

Abu terbang ditimbang sebanyak 5 gram dilarutkan dalam 120 mL NaOH 7 M kemudian diaduk pada suhu  $80^\circ\text{C}$  selama 1 jam sehingga dihasilkan larutan natrium silikat ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ). Kemudian larutan disaring untuk mendapatkan filtrat natrium silikat dan dititrasi dengan HCl 3 M hingga pH 7. Selanjutnya *hydrogel* diaging dengan variasi 12, 15, 18, dan 21 jam pada suhu kamar. Setelah aging selesai, *hydrogel* disaring dan dikeringkan dalam oven selama 5 jam pada suhu  $70^\circ\text{C}$  hingga dihasilkan silika xerogel. Silika xerogel yang dihasilkan ditentukan luas permukaan dengan metode metilen biru.

Metilen biru 25 mg/L sebanyak 25 mL dicampurkan dengan 0,1 gram silika xerogel dalam erlenmeyer. Proses adsorpsi dilakukan dengan kecepatan pengadukan 200 rpm selama 1 jam. Kemudian dilakukan penyaringan, filtrat metilen biru yang dihasilkan diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Luas permukaan silika xerogel abu terbang dapat dihitung dengan menggunakan kapasitas penyerapan metilen blue dengan persamaan :

$$S = \frac{X_m \times N \times a}{Mr}$$

Keterangan:

S = luas permukaan ( $\text{m}^2/\text{g}$ )

$X_m$  = berat adsorbat teradsorpsi (mg/g)

N = bilangan Avogadro ( $6,022 \times 10^{23} \text{ mol}^{-1}$ )

a = luas rata-rata yang ditempati oleh molekul metilen biru pada lapisan tunggal (*monolayer*) ( $197 \times 10^{-20} \text{ m}^2$ ).

Mr = massa molekul relative metilen biru (320,5 g/mol) (Hanum *et al.*, 2017)

#### 2. Karakterisasi Silika Xerogel dengan FTIR

Silika xerogel hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan FTIR yang bertujuan untuk melihat gugus fungsi siloksan (Si-O-Si) dan silanol (Si-OH) yang terdapat pada silika xerogel.

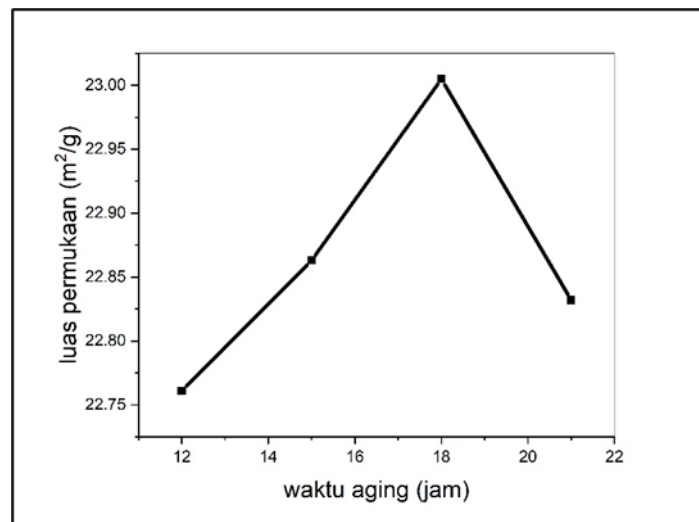
## HASIL DAN PEMBAHASAN

### a. Hasil Pengaruh Waktu Aging

Proses aging merupakan tahapan penting dalam proses sintesis silika xerogel setelah penambahan HCl 3M sampai terbentuk *hydrogel*. Waktu aging dapat mempengaruhi karakteristik silika xerogel seperti luas permukaan, morfologi, ukuran partikel, dan densitas silika xerogel. Saat proses aging terjadi reaksi polimerisasi, dimana terjadi penggabungan monomer membentuk dimer, trimer, dan seterusnya melalui ikatan siloksan sehingga akan meningkatkan kekuatan dan kekakuan *hydrogel* dalam pembentukan gel (Erwan & Oktavia, 2022).

Pada penelitian ini untuk penentuan luas permukaan silika xerogel dari abu terbang dilakukan dengan menggunakan uji penentuan bilangan metilen biru, yaitu dengan pengontakan antara silika xerogel dan zat warna metilen biru. Penggunaan zat warna metilen biru karena zat warna ini bersifat kationik sehingga tidak mempengaruhi gugus fungsi yang ada pada xerogel

Pada penentuan luas permukaan dengan metode metilen biru terlebih dahulu menentukan panjang gelombang maksimum dari zat warna metilen biru. Dari hasil spektrofotometer panjang gelombang maksimum zat warna metilen biru yaitu pada panjang gelombang 664,00 nm dengan absorbansi tertinggi yaitu 0,515 pada konsentrasi metilen biru 6 ppm. Kurva standar menghasilkan persamaan regresi linearnya yaitu  $y = 0,091x + 0,0073$  dengan nilai  $R^2 = 0,9982$ . Persamaan regresi linear tersebut digunakan untuk penentuan selanjutnya. Selanjutnya dapat dilakukan pengontakan silika xerogel dan zat warna metilen biru untuk mengetahui luas permukaan silika xerogel dari abu terbang.



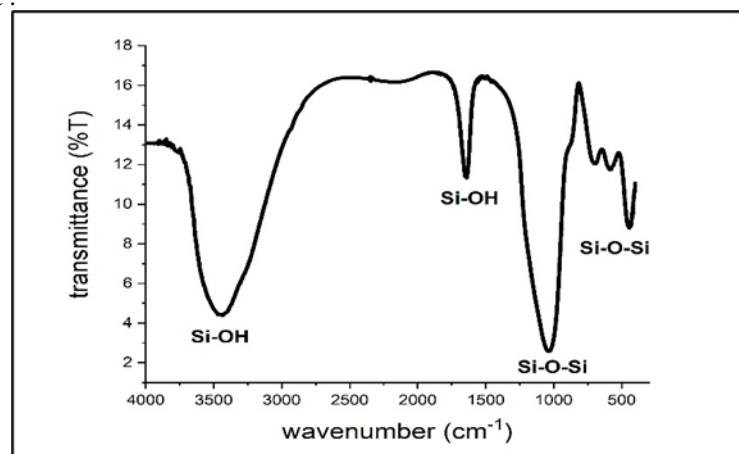
Gambar 1. Kurva pengaruh waktu aging terhadap luas permukaan silika xerogel dari abu terbang

Pada Gambar 1 menunjukkan hubungan antara waktu *aging* dengan luas permukaan yang dihasilkan. Variasi waktu *aging* yang digunakan pada penelitian ini adalah 12, 15, 18, dan 21 jam. Berdasarkan gambar di atas terlihat bahwa pada waktu *aging* 18 jam menghasilkan luas permukaan yang tinggi yaitu sebesar 23,005 m<sup>2</sup>/g dan untuk waktu *aging* setelah 18 jam ukuran luas permukaan menurun mencapai 22,832 m<sup>2</sup>/g.

Hal ini menandakan silika xerogel dari abu terbang memiliki waktu *aging* optimum pada waktu *aging* 18 jam, dikarenakan menghasilkan luas permukaan yang tinggi. Pada waktu *aging* 18 jam, ikatan jaringan siloksan yang terbentuk telah mencapai kestabilan yang diharapkan mampu menahan tekanan panas saat proses pengeringan sehingga tidak terjadi pengerutan pori silika xerogel (Meirawati *et al.*, 2013). Pada waktu *aging* setelah 18 jam mengalami penurunan luas permukaan karena semakin lama waktu aging maka kekuatan ikatan jaringan gel akan semakin kuat maka akan terjadi pengerutan permukaan pada proses pengeringan yang dapat mengurangi luas permukaan silika xerogel (Turmuzi *et al.*, 2023). Dapat disimpulkan bahwa dalam proses *aging*, semakin lama waktu *aging* yang diberikan, luas permukaan dari silika xerogel yang dihasilkan cenderung akan mengalami penurunan.

#### b. Hasil Karakterisasi Silika Xerogel dengan FTIR

Karakterisasi menggunakan FTIR bertujuan untuk menentukan gugus fungsi yang terdapat pada silika xerogel dari abu terbang. Silika xerogel yang berhasil disintesis akan terdapat puncak-puncak pada bilangan gelombang tertentu yang menunjukkan adanya gugus fungsi silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si). Pada penelitian ini bilangan gelombang yang digunakan dari 4000-400 cm<sup>-1</sup>. Hasil karakterisasi silika xerogel dari abu terbang terdapat pada Gambar 2 sebagai berikut :



Gambar 2. Spektrum FTIR silika xerogel dari abu terbang

Pada Gambar 2 menunjukkan hasil karakterisasi silika xerogel dari abu terbang. Pada bilangan gelombang 3435,88 cm<sup>-1</sup> terdapat gugus Si-OH stretching asimetris dan pada bilangan gelombang 1638,62 cm<sup>-1</sup> terdapat gugus Si-OH bending. Sedangkan untuk gugus Si-O stretching asimetris pada bilangan gelombang 1039,74 cm<sup>-1</sup> dan gugus Si-O bending pada bilangan gelombang 694,02 cm<sup>-1</sup> dan 444,64 cm<sup>-1</sup>.

Hasil FTIR ini sesuai dengan hasil penelitian Guzel Kaya *et al.*, (2019). Pada penelitian Guzel Kaya untuk gugus Si-OH muncul pada bilangan gelombang 3390 cm<sup>-1</sup> dan gugus Si-O-Si pada bilangan gelombang 1066 cm<sup>-1</sup>. Dari hasil karakterisasi dengan FTIR ini dapat dilihat bahwa silika xerogel dari abu terbang berhasil disintesis karena mengandung gugus silanol dan siloksan.

## KESIMPULAN

Silika xerogel dapat disintesis dari abu terbang dengan metode sol-gel. Silika xerogel memiliki luas permukaan yang tinggi pada waktu aging 18 jam dengan luas permukaan 23,005 m<sup>2</sup>/g. Silika xerogel yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan FTIR yang menunjukkan silika xerogel yang disintesis mengandung gugus silanol pada bilangan gelombang 3435,88 cm<sup>-1</sup> dan gugus siloksan pada bilangan gelombang 1039,74 cm<sup>-1</sup>.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih disampaikan kepada pihak-pihak yang telah mendukung terlaksananya penelitian ini

## DAFTAR PUSTAKA

- Dahliyanti, A., Yunitama, D. A., Rofiqoh, I. M., & Mustapha, M. (2022). Synthesis and characterization of silica xerogel from corn husk waste as cationic dyes adsorbent. *F1000Research*, 11. <https://doi.org/10.12688/f1000research.75979.1>
- Erwan, E. Y., & Oktavia, B. (2022). Penentuan Kondisi Optimum Waktu Aging dan Temperatur Pengeringan Pada Sintesis Silika Xerogel dengan Bahan Dasar Natrium Silikat dari Silika Alam. *Chemistry Journal*, 11(2). <http://ejournal.unp.ac.id/index.php/kimia>
- Fatony, M. H. A., Haryati, T., & Mintadi, M. (2015). Ekstraksi Silika Dari Fly Ash Batubara (Studi Pengaruh Variasi Waktu Ekstraksi, Jenis Asam dan pH). *Prosiding Seminar Nasional Kimia*, 54–59.
- Guzel Kaya, G., Yilmaz, E., & Deveci, H. (2019). A novel silica xerogel synthesized from volcanic tuff as an adsorbent for high-efficient removal of methylene blue: parameter optimization using Taguchi experimental design. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, 94(8), 2729–2737. <https://doi.org/10.1002/jctb.6089>
- Guzel Kaya, G., Yilmaz, E., & Deveci, H. (2020). Synthesis of sustainable silica xerogels/aerogels using inexpensive steel slag and bean pod ash: A comparison study. *Advanced Powder Technology*, 31(3), 926–936. <https://doi.org/10.1016/j.apt.2019.12.013>
- Hanum, F., Gultom, R. J., & Simanjuntak, M. (2017). Adsorpsi Zat Warna Metilen Biru dengan Karbon Aktif dari Kulit Durian Menggunakan KOH dan NaOH Sebagai Aktivator. *Jurnal Teknik Kimia USU*, 6(1). <https://doi.org/https://doi.org/10.32734/jtk.v6i1.1565>
- Maseko, N. N., Enke, D., Iwarere, S. A., Oluwafemi, O. S., & Pocock, J. (2023). Synthesis of Low Density and High Purity Silica Xerogels from South African Sugarcane Leaves without the Usage of a Surfactant. *Sustainability (Switzerland)*, 15(5). <https://doi.org/10.3390/su15054626>
- Megasari, K., Herdiyanti, H., Nurliati, G., Kadarwati, A., & Swantom, D. (2019). Sintesis Silika Xerogel dari Abu Daun Bambu Sebagai Adsorben Uranium. In *Jurnal Forum Nuklir (JFN)* (Vol. 13, Issue 1). Bulan Mei. <https://doi.org/http://dx.doi.org/10.17146/jfn.2019.13.3.3912>
- Nur'aeni, D., Prabowo Hadisantoso, E., & Suhendar, D. D. (2017). Adsorpsi Ion Logam Mn<sup>2+</sup> dan Cu<sup>2+</sup> Oleh Silika Gel Dari Abu Ampas Tebu. *Al-Kimiya*, 4(2), 70–80. <https://doi.org/https://doi.org/10.15575/ak.v4i2.5087>
- Nurmahdani, E., Junaidi, R., & Purnamasari, I. (2022). Silikon Hasil Reduksi Silika dari Fly Ash Batubara Untuk Pembuatan Hidrogen. In *Jurnal Kinetika* (Vol. 13, Issue 03).
- Turmuzi, M., Syam, Z. L., & Yunita, T. P. (2023). Pengaruh Konsentrasi Pelarut NaOH dan Waktu Aging pada Pembuatan Silika Gel dari Fly Ash Batu Bara. *Jurnal Teknik Kimia USU*, 12(2), 124–131.
- Wahyudi, P., Alimuddin, A. H., & Shofiyani, A. (2020). Pengaruh Waktu Aging Terhadap Sifat Hidrofobitas Silika Xerogel Termodifikasi Trimetiloklorosilan. *Indonesian Journal of Pure and Applied Chemistry (IJoPAC)*, 3(1), 15–21. <https://doi.org/http://dx.doi.org/10.26418/indonesian.v3i1.46533>