

SINTESIS DAN KARAKTERISASI SILIKA GEL DARI LIMBAH ABU SEKAM PADI (*Oryza Sativa*) DENGAN VARIASI KONSENTRASI PENGASAMAN

Ismiati Sholikha, Friyatmoko W. K., Erma Dewi Sri Utami, Listiyanti, dan Dewi Widyaningsih

Mahasiswa FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta

Abstract

*The research about synthesis and characterization of gel silica from ash rice husk (*Oryza Sativa*) with variation of acid concentration aim to know to earn or doesn't silica of gel synthesis from ash rice husk and know the rate irrigate the best gel silica from various concentration when compared to kiesel-Gel 60. Research conducted in Analytical Chemistry laboratory Analyze the FMIPA UNY during month February- June 2010.*

Research method used are the incineration ash rice husk, preparation of condensation of sodium silicate (Na_2SiO_3). Making of gel silica, rate determination irrigate the gel silica, and analyze qualitative from data of rate comparison irrigate and IR spectra coming near standard of kiesel Gel-60.

Result obtained from this research are (1) gel silica can synthesis from sodium silicate from ash rice husk by using hydrochloric acid with the concentration 1, 3, and 5 M as form gel where optimal result of gel silica obtained from sodium silicate with acid solution of chloride 5 M; (2) best water rate come near the standard of kiesel G-60 is gel silica by using chloride acid 5 M with the rate irrigate equal to 8.2610 %.

Key words: dusty waste ash rice husk, gel silica, kiesel gel-60

PENDAHULUAN

Sekam padi merupakan bagian terluar butir padi yang merupakan salah satu limbah pengolahan padi selain jerami dan bekatul yang cukup melimpah di Indonesia serta abunya memiliki kandungan silika yang tinggi. Abu sekam padi memiliki kandungan silika tinggi sekitar 94-96% (Houston, 1972). Tingginya kandungan silika dalam abu sekam padi dapat dijadikan acuan untuk memanfaatkan abu sekam padi sebagai bahan pembuatan material berbasis silika seperti silika gel. Silika gel merupakan silika *amorf* (susunan atomnya tidak teratur) yang dapat digunakan sebagai *adsorben*. Dewasa ini kebutuhan silika gel baik di laboratorium maupun di industri cukup besar. Silika gel yang beredar di pasaran cukup mahal sehingga biaya operasional di laboratorium maupun di industri yang melibatkan penggunaan silika gel menjadi lebih tinggi. Untuk menekan biaya tersebut, perlu dicari metode pembuatan silika gel sederhana dari bahan baku yang murah dan mudah didapat. Besarnya jumlah silika (SiO_2) yang terkandung dalam abu sekam padi menjadikan abu abu sekam padi berpotensi sebagai salah satu bahan baku untuk pembuatan silika gel.

Proses sintesis silika gel dari abu sekam padi terdiri dari dua tahap, yaitu proses pengabuan dan sintesis silika gel. Menurut Brinker, C. S. dan Scherer, W. J. (1990) proses sintesis silika gel meliputi empat proses, yaitu pembentukan natrium silikat hasil reaksi silika dalam abu sekam padi dengan alkali yang mengandung natrium melalui proses peleburan pada temperatur tinggi (di atas titik lebur alkali yang digunakan), reaksi pembentukan hidrosol hasil reaksi natrium silikat dengan asam, reaksi pembentukan silika hidrogel dan pemanasan silika hidrogel menjadi serogel (silika gel kering). Pembentukan kualitas silika juga dipengaruhi oleh penggunaan konsentrasi pengasaman. Oleh karena itu, dengan melihat potensi kandungan silika yang tinggi pada abu sekam padi dan jumlah limbah sekam padi yang melimpah maka diperlukan suatu penelitian untuk memanfaatkan abu sekam padi sebagai alternatif bahan pembuatan silika gel dengan variasi konsentrasi pengasaman yang nantinya diharapkan bisa menghasilkan silika gel dengan kualitas baik mendekati standar yang ada saat ini. Berdasarkan latar belakang di atas dapat dirumuskan permasalahan sebagai berikut. 1) Dapatkah silika gel (SG) disintesis dari abu sekam padi? 2) Manakah kadar air silika gel yang paling baik dari berbagai konsentrasi bila dibandingkan dengan kiesel-Gel 60? Penelitian ini dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui dapat tidaknya silika gel disintesis dari abu sekam padi, dan mengetahui kadar air silika gel yang paling baik dari berbagai konsentrasi bila dibandingkan dengan kiesel-Gel 60. Adapun hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan manfaat antara lain: 1) dapat menambah pengetahuan mengenai manfaat abu sekam padi sebagai bahan baku pembuatan silika gel, 2) dapat dihasilkan suatu padatan material yaitu silika gel yang dapat digunakan sebagai adsorben ion logam berat.

KAJIAN TEORI

Padi dan Sekam Padi

Padi adalah tanaman budidaya terpenting dalam peradaban manusia yang termasuk dalam suku padi-padian atau *Poaceae* (sinonim *Graminae* atau *Glumiforae*). Tanaman ini tersebar luas di seluruh dunia dan tumbuh hampir di semua belahan dunia yang memiliki cukup air dan suhu udara cukup hangat. Padi merupakan sumber karbohidrat utama bagi mayoritas penduduk dunia termasuk Indonesia dan menempati urutan ketiga dari semua sereal setelah jagung dan gandum. Berdasarkan data organisasi pangan dunia, pada tahun 2006 produksi padi di Indonesia mencapai 54 juta ton sedangkan pada tahun 2007 produksi padi di Indonesia mencapai 57 juta ton yang

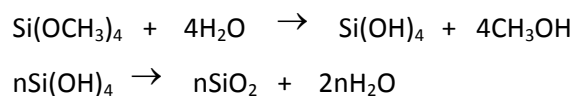
menempatkan Indonesia sebagai produsen padi terbesar ketiga di dunia setelah Cina dan India (Diah dan Mahyuddin, 2007: 12).

Silika Gel

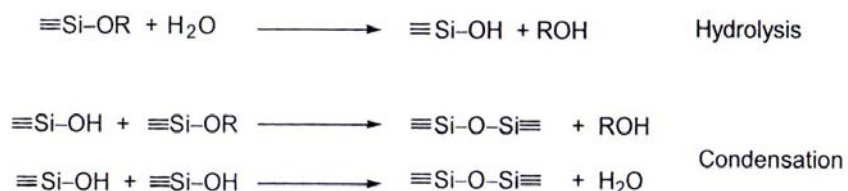
Silika gel merupakan silika amorf yang terdiri atas globula-globula SiO_4 tetrahedral yang tersusun secara teratur dan beragregasi membentuk kerangka tiga dimensi yang lebih besar (1-25 μm). Rumus kimia silika gel secara umum adalah $\text{SiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$. Struktur satuan mineral silika pada dasarnya mengandung kation Si^{4+} yang terkoordinasi secara tetrahedral dengan anion O^{2-} . Akan tetapi, susunan SiO_4 pada silika gel tidak beraturan. Susunan ini terbentuk karena kondensasi asam ortosilikat atau asam monosilikat. Silika yang larut dan pada umumnya ditulis sebagai H_4SiO_4 , $\text{Si}(\text{OH})_4$ atau $\text{SiO}_2 \cdot (\text{OH})_2$ (Oscik, 1982: 88).

Sol-gel

Proses sol-gel didasarkan pada molekul prekursor yang dapat mengalami hidrolisis yang pada umumnya merupakan alkoksida logam atau semi logam. Molekul prekursor yang biasa digunakan dalam proses sol-gel untuk pembuatan silika gel adalah senyawa silikon alkoksida seperti tetrametilortosilikat (TMOS) atau tetraetilortosilikat (TEOS). Baik TMOS atau TEOS akan terhidrolisis dengan penambahan sejumlah tertentu air atau pelarut organik seperti metanol atau etanol dan mengalami hidrolisis membentuk gugus silanol Si-OH sebagai intermediet. Gugus silanol ini kemudian terkondensasi membentuk gugus siloksan Si-O-Si . Reaksi hidrolisis dan kondensasi ini terus berlanjut sehingga viskositas larutan meningkat dan terbentuk gel (Brinker and Scherer, 1990: 2-3).



Reaksi kimia yang menyertai proses sol-gel (Schubert and Husing, 2000 : 201), adalah sebagai berikut:



METODE PENELITIAN

Subjek dan Objek Penelitian

Subjek penelitian ini adalah abu sekam padi dan silika gel yang dihasilkan. Objek penelitian ini adalah karakter dari silika gel yang dihasilkan yang meliputi, gugus fungsional silika gel, dan kadar air silika gel.

Variabel Penelitian

Variabel bebas dari penelitian ini adalah konsentrasi asam klorida. Sedangkan variabel terikat dari penelitian ini kadar keasaman silika gel yang dihasilkan serta gugus fungsional silika gel, dan kadar air silika gel.

Alat dan Bahan Penelitian

Dalam penelitian ini alat-alat yang digunakan adalah spektroskopi inframerah tipe FTIR shimadzu 8300/8700, tungku pemanas (*muffle furnace*), teflon, oven, timbangan analitik, pompa vakum, pengaduk magnet, cawan porselen, lumpang porselen, ayakan berukuran 200 *mesh*, *hot plate*, alat-alat gelas pendukung, alat-alat plastik pendukung, kertas Whatman no. 42. Bahan-bahan yang digunakan abu sekam padi, Natrium Hidroksida (NaOH) p.a Merck, larutan asam klorida p.a Merck, silika gel Kiesel 60 p.a Merck, Aquademineralizata, kertas indikator pH, indikator universal.

Prosedur Penelitian

Pengabuan dan Pencucian

Sekam padi diabukan dalam tungku pemanas pada temperatur 600 °C selama 4 jam dengan menggunakan cawan porselin. Setelah didinginkan abu sekam padi yang diperoleh kemudian ditimbang. Abu sekam padi tersebut kemudian digerus dan diayak menggunakan ayakan ukuran 200 *mesh*.

Preparasi Larutan Natrium Silikat (Na₂SiO₃)

Sebanyak 6 gram abu sekam padi dilebur dengan menggunakan 200 ml NaOH 1 M. Kemudian leburan dilarutkan dengan 100 mL akuades dan didiamkan selama satu malam. Larutan natrium silikat yang terbentuk disaring menggunakan kertas saring Whatman no. 42, endapan dibilas dengan akuades.

Pembuatan Silika Gel

Sebanyak 42 mL Natrium Silikat ditempatkan dalam wadah plastik kemudian ditambahkan larutan HCL 1 M secara perlahan sambil diaduk sampai gel mulai terbentuk atau terjadi kondensasi larutan natrium silikat dengan larutan asam sehingga mencapai pH 7. Gel didiamkan semalam. Gel yang terbentuk kemudian ditambah 30 mL aquademineralizata dan diaduk menggunakan stirrer selama 10 menit setelah itu disaring dan diambil residunya. Kemudian dilakukan pengeringan pada temperatur 100 °C selama 4 jam. Silika gel dihaluskan dan setelah kering ditimbang. Silika gel hasil dikarakterisasi menggunakan spektroskopi inframerah (FTIR) untuk mengetahui gugus fungsionalnya. Prosedur diatas diulang untuk natrium silikat dari abu yang diabukan dengan penambahan konsentrasi HCL 3 M dan 5 M.

Penentuan Kadar Air Silika Gel

Penentuan kadar air total silika gel dilakukan dengan memanaskan silika gel pada suhu 100 °C selama 4 jam. Sampel kemudian didinginkan dan ditimbang. Kemudian sampel dipijarkan dalam *furnace* pada suhu 600 °C selama 2 jam. Sampel didinginkan dan ditimbang kembali. Kadar air dihitung dengan mengurangkan berat silika gel sebelum pemijaran dan setelah pemijaran dibagi berat silika sebelum pemijaran dikalikan 100%.

Analisis Kuantitatif

Pada penelitian ini analisis data dilakukan secara deskriptif kualitatif yaitu membandingkan karakteristik silika gel dengan berbagai variasi konsentrasi dengan melihat hasil infra red (IR) dan kadar air kemudian dibandingkan dengan standar kiesel Gel 60 yang ada saat ini.

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

Hasil Penelitian

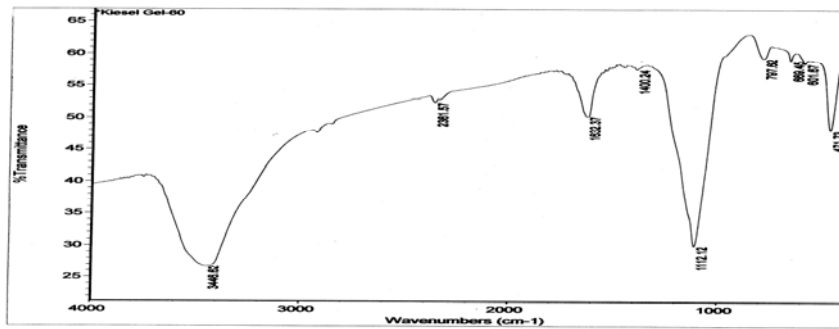
Penelitian tentang sintesis dan karakterisasi silika gel dari limbah abu sekam padi (*Oryza sativa*) dengan variasi konsentrasi pengasaman bertujuan mengetahui dapat tidaknya silika gel disintesis dari abu sekam padi, dan mengetahui kadar air silika gel yang paling baik dari berbagai konsentrasi bila dibandingkan dengan kiesel-Gel 60. Asam yang digunakan sebagai .pembentuk gel adalah asam klorida dengan konsentrasi 1, 3, dan 5 M. Hasil yang diperoleh berupa padatan putih. Silika gel hasil sintesis dibandingkan karakternya dengan silika gel pembanding yaitu kiesel-Gel 60 G buatan E-

Merck. Karakter yang dipelajari meliputi spektra inframerah dan kadar air. Kadar air silika gel dapat dilihat dalam tabel 1 berikut ini.

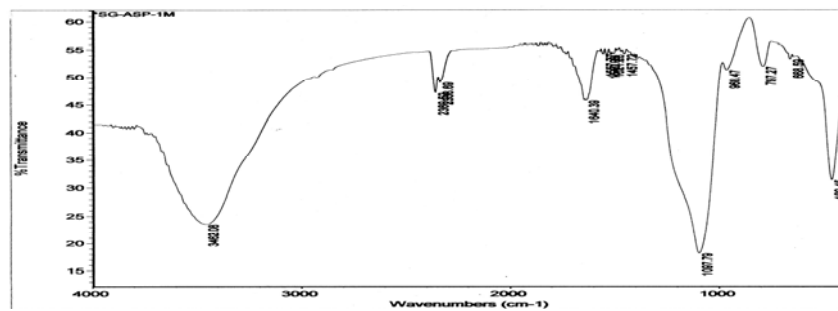
Tabel. 1 Kadar Air Silika Gel

No	Jenis Silika Gel	Kadar Air Total (%)
1.	Kiesel Gel 60 G	8,2671
2.	SG 1	8,4592
3.	SG 3	8,3197
4.	SG 5	8,2610

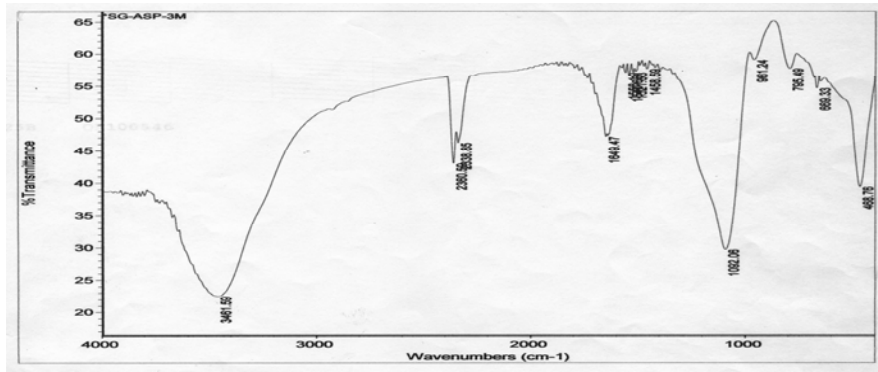
Spektra inframerah dari kiesel gel 60 dan silika gel konsentrasi 1, 3, dan 5 M dapat dilihat pada gambar 1, 2, 3, dan 4 di bawah ini.



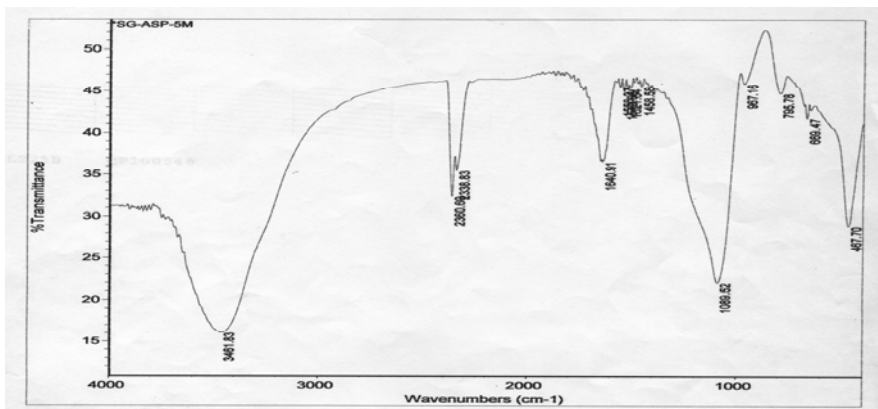
Gambar 1. Spektra Inframerah Kiesel Gel 60 G



Gambar 2. Spektra Inframerah Silika Gel 1 M



Gambar 3. Spektra Inframerah Silika Gel 3 M



Gambar 4. Spektra Inframerah Silika Gel 5 M

Hasil intreprastasi spektra inframerah kiesel gel 60 G dan silika gel dapat dilihat pada tabel 2.

Tabel 2. Intreprastasi Spektra Inframerah Kiesel Gel 60 G dan Silika Gel Hasil Sintesis

No	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)				Jenis Vibrasi
	KG 60 G	SG-1	SG-3	SG-5	
1.	3446,62	3462,08	3461,59	3461,83	Rentangan –OH (Si-OH)
2.	1632,37	1640,39	1649,47	1640,91	Bengkokan –OH (Si-OH)
3.	1112,12	1097,79	1092,06	1089,52	Rentangan asimetri Si-O (Si-O-Si)
4.	797,62	968,47	961,24	967,16	Rentangan –OH (Si-OH)
5.	669,45	797,27	795,49	795,47	Rentangan Asimetri Si-O-Si
6.	471,73	460,45	468,76	467,70	Bengkokan Si-O-Si

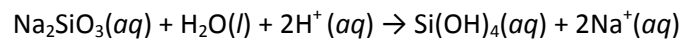
Berdasarkan tabel 1 dan 2 hasil pembuatan silika gel dengan larutan asam klorida 5 M memiliki kadar air dan spektra inframerah yang paling mendekati nilai dari

kiesel Gel 60 dibandingkan SG-1 dan SG-3. Sehingga dapat dikatakan silika gel hasil sintesis dengan larutan asam klorida 5 M yang paling mirip dengan karakter Kiesel Gel 60 dibandingkan yang lain.

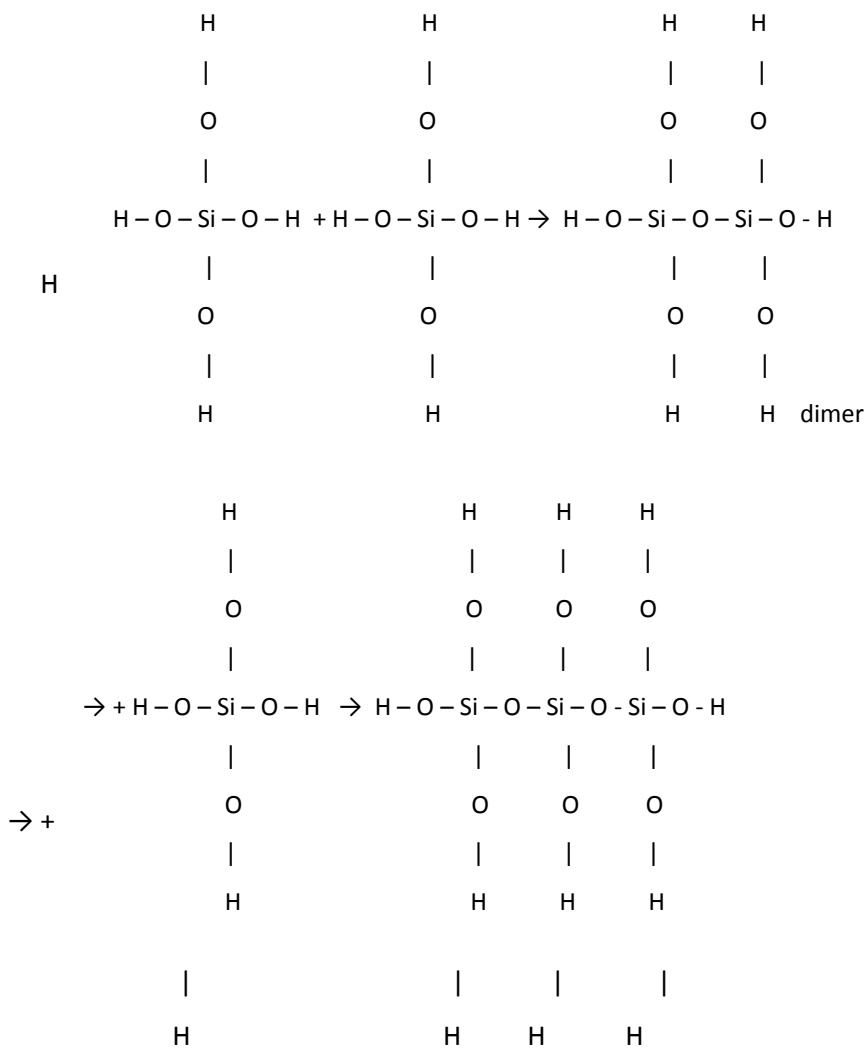
PEMBAHASAN

Pembuatan Silika Gel

Pembuatan silika gel dari natrium silikat teknis secara garis besar terdiri dari empat tahap yaitu pengasaman natrium silikat, pembentukan hidrogel, pencucian dan pengeringan hidrogel menjadi serogel. Asam yang digunakan untuk mengasamkan natrium silikat teknis dalam penelitian ini adalah asam sulfat dengan konsentrasi 1, 3, dan 5 M. Pengeringan silika gel dilakukan pada temperatur 100°C selama 2 jam. Reaksi yang terjadi pada proses pengasaman adalah:

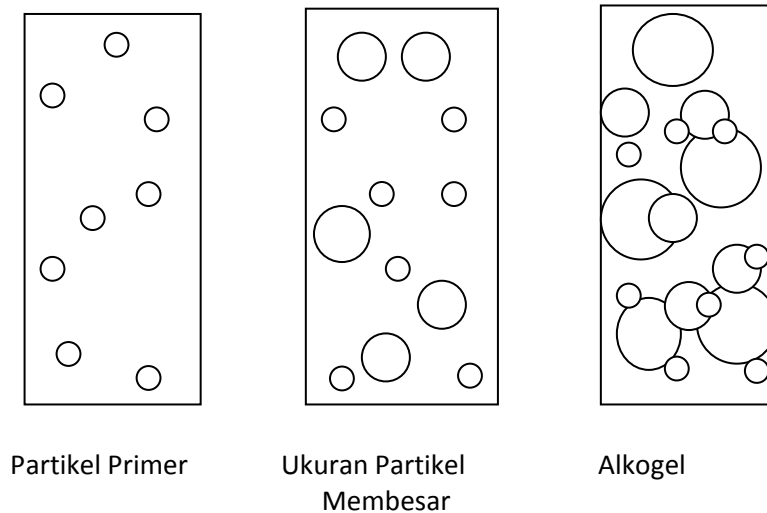


Proses pengasaman bertujuan untuk membentuk asam silikat yang merupakan monomer dari silika gel. Pembentukan gel terjadi karena atom oksigen dari asam silikat akan menyerang atom silikon dari asam silikat yang lain. Asam silikat bebas dengan cepat akan mengalami polimerisasi dengan asam silikat bebas yang lain akan membentuk dimer, trimer, dan akhirnya membentuk polimer asam silikat. Reaksi polimerisasi asam silikat menurut Scoot, R. P. W (1933: 3) dapat dilihat pada gambar.



Gambar 5. Reaksi Polimerisasi Asam Silikat

Polimerisasi asam silikat akan terus berlangsung membentuk bola-bola polimer yang disebut sebagai partikel silika primer. Gugus-gugus silanol dari partikel silika primer yang saling berdekatan akan mengalami kondensasi membentuk partikel sekunder dengan ukuran yang relatif lebih besar bila dibandingkan partikel silika primer. Gel yang dihasilkan masih relatif lunak yang disebut alkogel. Pembentukan alkogel dapat dilihat pada gambar berikut:



Gambar 6. Proses Pembentukan Alkogel (Scott, R. P. W, 1933: 4)

Kondensasi antara bola-bola polimer terus berlangsung dan terjadi penyusutan volume gel ketika alkogel didiamkan selama 24 jam. Penyusutan volume gel akibat reaksi kondensasi diikuti dengan berlangsungnya eliminasi larutan garam. Tahap ini disebut proses sinersis. Pada akhir proses sinersis akan diperoleh gel yang relatif lebih kaku dengan volume yang lebih kecil bila dibandingkan dengan alkogel yang disebut hidrogel.

Hidrogel dicuci dengan akuades bertujuan untuk menghilangkan garam-garam yang merupakan hasil samping reaksi pembentukan silika gel hingga pH 7. Selanjutnya dilakukan penyaringan gel dengan cairannya. Gel yang didapatkan kemudian dikeringkan pada suhu 100⁰C selama dua jam. Pemanasan hidrogel akan menyebabkan dehidrasi hidrogel menghasilkan serogel yang memiliki rumus kimia umum $\text{SiO}_2 \times \text{H}_2\text{O}$ dengan kandungan air yang bervariasi. Serogel kemudian digerus dan diayak hingga lolos pada ayakan 200 *mesh* untuk menyamakan ukuran butiran dan memperbesar luas permukaan.

Berdasarkan percobaan produk hasil pembuatan silika gel menggunakan variasi konsentrasi larutan asam klorida 1, 3, dan 5 M semakin meningkat dengan naiknya konsentrasi asam klorida meskipun tidak signifikan. Produktifitas silika gel sangat tergantung pada kuantitas natrium silikat yang digunakan. Kemurnian natrium silikat yang digunakan relatif rendah sehingga secara umum efektifitas produksi yang dihasilkan juga relatif rendah.

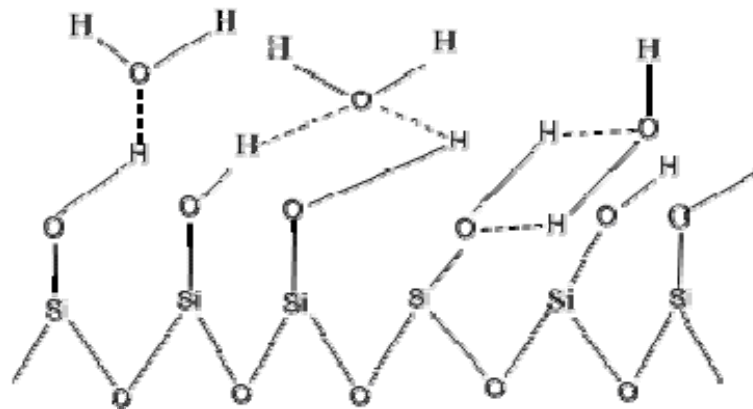
Pada penelitian ini, konsentrasi asam klorida yang digunakan adalah 1, 3, dan 5 M. Sintesis silika gel dengan menggunakan larutan asam klorida dengan konsentrasi kecil, akan menghasilkan gel yang sedikit dan pembentukan gelnya membutuhkan waktu yang lama. Hal ini disebabkan karena rendahnya konsentrasi proton dari larutan asam

klorida sehingga jumlah asam silikat yang terbentuk juga sedikit yang mengakibatkan rendahnya efektifitas produksinya. Sebaliknya sintesis silika gel menggunakan larutan asam klorida dengan konsentrasi besar maka reaksi pembentukan gel sangat cepat sehingga pengadukan menjadi tidak optimal. Pengadukan yang tidak optimal menyebabkan *alkogel* yang terbentuk berukuran besar dengan bagian dalam masih berupa natrium silikat sehingga pada akhir pencucian hanya didapatkan sedikit *hidrogel*.

Penentuan Kadar Air

Penentuan kadar air silika gel dilakukan untuk mengetahui jumlah air yang dilepaskan oleh silika gel selama pemanasan pada temperatur tertentu. Kadar air dalam penelitian ini didefinisikan sebagai banyaknya air yang dilepaskan oleh silika gel akibat pemanasan pada temperatur 600°C selama dua jam.

Jenis air pada silika gel ada dua macam, yaitu air yang teradsorpsi secara fisika dan air yang merupakan hasil reaksi kondensasi gugus-gugus silanol pada permukaan silika gel. Molekul air dapat teradsorb pada permukaan silika gel dalam berbagai bentuk yang dapat dilihat pada gambar berikut (Scoot, R. P. W 1933: 8):



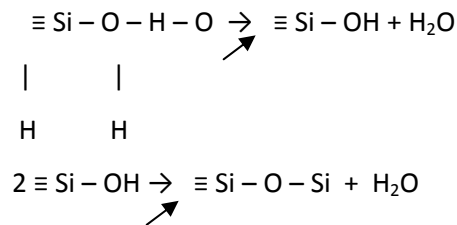
Gambar 7. Molekul Air Pada Permukaan Silika Gel

Pemanasan silika gel pada temperatur di bawah 120°C terjadi pelepasan air yang terikat secara lemah pada permukaan silika gel yang disebut sebagai air yang terikat secara fisik. Air yang terikat secara fisik dapat diuapkan pada temperatur relatif lebih rendah dibandingkan untuk menguapkan air yang berasal dari kondensasi gugus-gugus silanol menjadi gugus siloksan. Pemanasan silika gel pada temperatur 580°C-700°C akan mengakibatkan terjadinya kondensasi gugus-gugus silanol menjadi gugus siloksan dengan melepaskan molekul air.

Kadar air silika gel dalam penelitian ini ditentukan dengan cara silika gel dipanaskan pada temperatur 100°C selama empat jam diikuti pemijaran pada

temperatur 600⁰C selama 2 jam. Pemanasan silika gel pada temperatur 100⁰C selama empat jam bertujuan untuk menguapkan air yang terikat secara fisik pada permukaan silika gel. Pemijaran silika gel pada temperatur 600⁰C bertujuan untuk mengetahui kuantitas air yang dilepaskan akibat kondensasi gugus-gugus silanol menjadi gugus-gugus siloksan.

Menurut Nuryono dkk, (2006: 210) reaksi pelepasan air dapat dinyatakan sebagai berikut.



Berdasarkan tabel di atas terlihat bahwa semakin tinggi konsentrasi asam yang digunakan dalam sintesis silika gel maka kadar air silika gel akan meningkat. Data tersebut dapat dijelaskan dengan melihat gugus silanol yang terdapat dalam silika gel. Hal ini tampak dari reaksi di atas bahwa jumlah air yang dilepaskan tergantung dengan jumlah gugus silanol yang ada. Data kadar air dapat digunakan untuk penentuan rumus kimia silika gel yang dihasilkan dengan asumsi bahwa silika hanya terdiri dari SiO₂ dan H₂O. Rumus kimia Kiesel Gel 60 adalah SiO₂. 0,3006 H₂O sedangkan untuk silika gel yang dihasilkan dengan menggunakan asam klorida 1, 3, dan 5 M masing-masing adalah SiO₂. 0,3082 H₂O; SiO₂. 0,3026 H₂O; SiO₂. 0,3003 H₂O.

SIMPULAN DAN SARAN

Simpulan

Berdasarkan hasil-hasil penelitian yang telah dilakukan maka dapat diambil kesimpulan sebagai berikut.

1. Silika gel dapat disintesis dari natrium silikat dari abu sekam padi dengan menggunakan larutan asam klorida dengan konsentrasi 1, 3, dan 5 M sebagai pembentuk gel. Hasil optimal silika gel diperoleh dari natrium silikat dengan larutan asam klorida 5 M.
2. Kadar air yang paling baik mendekati standar kiesel G-60 adalah silika gel dengan menggunakan asam klorida 5 M dengan kadar air sebesar 8,2610 %.

Saran

Berdasarkan hasil penelitian yang diperoleh dari penelitian ini, ada beberapa saran yang akan dikemukakan.

1. Perlu dilakukan pengembangan lanjut tentang pembuatan silika gel dari sumber silikat yang lain dengan variasi jenis asam.
2. Perlu dilakukan karakterisasi lanjut mengenai luas permukaan dan porositas silika gel.
3. Perlu dilakukan penelitian tentang adsorpsi logam berat dari silika gel hasil sintesis dengan konsentrasi optimum dari penelitian tersebut.

DAFTAR PUSTAKA

- Brinker, C. S. dan Scherer, W. J. (1990). *Sol-gel Science : The Physics and Chemistry of Sol-gel Processing*. San Diego : Academic Press.
- Diah, W. Dan Mahyuddin, S. (2007). *Data Penting Padi Dunia dan Beberapa Negara Asia*. Bogor: Pusat Penelitian dan Pengembangan Tanaman Pangan (International Rice Research Institute).
- Houston, D.F. (1972). *Rice Chemistry and Technology*. Minnesota : American Association Chemist, Inc
- Nuryono, Narsito, dan Sutarno. (2004). Kajian Penggunaan NaOH dan Na₂CO₃ pada Pembuatan Silika Gel dari Abu Sekam Padi. Prosiding Semnas Penelitian Pendidikan dan Penerapan MIPA. Jakarta : Hotel Sahid Raya.
- Oscik. (1982). *Adsorption*. England : Ellis Horwood Limited
- Scubert, U. and Hüsing, N. (2000). *Synthesis of Inorganic Materials*. Weinheim : Wiley-VCH.