

Pengaruh Variasi Jenis Asam terhadap Karakter Nanosilika yang Disintesis dari Abu Sekam Padi

Dini Hayati ^a, Pardoyo ^{a,*}, Choiril Azmiyawati ^a

^a Inorganic Laboratory, Chemistry Department, Faculty of Sciences and Mathematics, Diponegoro University, Jalan Prof. Soedarto, Tembalang, Semarang 50275, Telepon (024) 7474754

* Corresponding author: pardoyoku@live.undip.ac.id

Article Info

Keywords:

husk rice ash, sol-gel, nanosilica

Kata kunci:

Abu sekam padi, sol-gel, nanosilika

Abstract

Rice husk ash contains 80% silica therefore it can be utilized as raw material in synthesis of nanosilica. In this research, the synthesis of nanosilika from rice husk ash with variation of acid type which were HCl, H₂SO₄, and H₃PO₄ with each concentration 3M has been conducted. Nanosilicas were achieved by reacting sodium silicate which was obtained by dissolving rice husk ash in 2.5 M NaOH solution with acid catalyst to pH 7 via sol gel process. Based on the results, it was obtained that nanosilica produced by posphat acid catalyst had a surface morphology size of 40 to 60 nm. Nanosilica produced by sulfuric acid catalyst (H₂SO₄) had the largest total surface area of 158.168 m² and pore volume among the three acid variations compared to hydrochloric acid (HCl) and phosphate (H₃PO₄) catalysts.

Abstrak

Abu sekam padi mengandung 80% silika sehingga dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku dalam sintesis nanosilika. Pada penelitian ini dilakukan sintesis nanosilika dari abu sekam padi dengan variasi jenis asam yaitu HCl, H₂SO₄, dan H₃PO₄ dengan konsentrasi masing-masing 3M. Nanosilika diperoleh dengan mereaksikan natrium silikat yang diperoleh dengan melarutkan abu sekam padi dalam larutan NaOH 2,5 M kemudian proses sol gel dengan katalis asam hingga pH 7. Berdasarkan hasil penelitian diperoleh nanosilika dengan katalis asam posfat dan diperoleh ukuran morfologi permukaan 40 sampai 60 nm. Nanosilika yang dihasilkan dengan katalis asam sulfat (H₂SO₄) menghasilkan luas permukaan dan volume total pori paling besar diantara ketiga variasi asam yang digunakan katalis asam klorida (HCl) dan asam posfat (H₃PO₄), yaitu luas permukaan 158,168 m²/g, volume total pori 0,2378 cc/g, dan diameter pori rata-rata 6 nm.

1. Pendahuluan

Sekam padi terdiri dari 40% selulosa, 30% lignin, dan 20% silika [1] sedangkan pada abu sekam padi mengandung 80% silika sehingga dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku dalam sintesis nanosilika.

Dengan perkembangan teknologi, aplikasi penggunaan silika pada industri semakin meningkat. Terutama penggunaan silika dalam ukuran kecil sampai skala nano partikel, banyak dimanfaatkan sebagai

material *building*, yaitu sebagai bahan campuran pada beton. Rongga yang kosong di antara partikel semen akan diisi oleh nanosilika sehingga berfungsi sebagai bahan penguat beton dan meningkatkan daya tahannya.

Beberapa peneliti menggunakan asam yang berbeda dalam sintesis nanosilika. Noushad, *dkk* [2] menggunakan asam organik untuk presipitasi larutan natrium silikat, sementara Liou dan Yang [3] menggunakan asam klorida, asam sulfat, asam sitrat, dan asam oksalat. Penggunaan asam yang berbeda dalam

sintesis nanosilika mempengaruhi luas permukaan dan porositas nanosilika.

Pada penelitian ini, akan dilakukan sintesis nanosilika dari abu sekam padi dengan variasi asam yaitu asam klorida, asam sulfat, dan asam posfat masing-masing konsentrasi 3 M dengan metode sol-gel pada kondisi pH 7.

2. Metode Penelitian

Alat dan Bahan

Bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini meliputi air destilasi, asam klorida (HCl) 37%, asam sulfat (H₂SO₄) 96%, asam posfat (H₃PO₄) 85%, natrium hidroksida (NaOH), dan etanol pro analis. Alat-alat yang digunakan meliputi peralatan gelas, magnetic stirrer, oven, furnace, neraca digital. Nanosilika hasil sintesis dikarakterisasi dengan instrument fourier transform infrared spectrometer (FTIR), gas sorption analyzer (GSA), dan scanning electron microscope-energy dispersive X-ray (SEM-EDX).

Ekstraksi silika

Sekam padi direndam dalam air destilasi selama satu malam dan dicuci dengan air destilasi untuk menghilangkan debu dan tanah. Sekam padi dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C selama 2 jam. Sekam padi hasil pengeringan dipanaskan dalam larutan HCl 1 M (dalam wadah air) pada suhu 75°C selama 1 jam untuk menghilangkan pengotor ion logam. Suspensi disaring dan residu padatannya dicuci dengan air destilasi hingga netral. Selanjutnya dilakukan pengarangan sekam padi. Arang sekam padi difurnace pada suhu 700°C selama 4 jam dengan laju kenaikan suhu 5°/menit untuk memperoleh abu sekam padi. Sepuluh gram abu sekam padi dilarutkan dalam 200 mL larutan natrium hidroksida (NaOH) 2,5 M dan dipanaskan dalam wadah teflon selama 2 jam pada suhu 100°C dan dihasilkan larutan natrium silikat.

Sintesis Nanosilika dengan Variasi Asam

Nanosilika dihasilkan dengan metode sol gel menggunakan variasi asam (HCl, H₂SO₄, dan H₃PO₄) dengan konsentrasi sama yaitu 3 M. Larutan natrium silikat dimasukkan dalam gelas beaker dan diaduk dengan *magnetic stirrer*. Larutan natrium silikat ditambahkan etanol pro analis dengan perbandingan 1:0,25 dan didiamkan selama 10 menit dengan pengadukan konstan, selanjutnya ke dalam larutan natrium silikat+etanol, larutan asam 3 M ditambahkan tetes demi tetes hingga pH 7 yang diamati dengan kertas pH universal dan diaduk dengan *magnetic stirrer* hingga terbentuk gel. Gel yang terbentuk didiamkan selama 2 hari, selanjutnya dioven pada suhu 80°C hingga terbentuk *xerogel*. *Xerogel* yang terbentuk dicuci dengan air deionisasi mendidih hingga netral untuk menghilangkan garam natrium yang terbentuk selama proses sol gel. Serbuk silika yang diperoleh digerus dengan mortal dan dikeringkan pada suhu 80°C hingga kering. Selanjutnya, difurnace pada suhu 550°C untuk menghilangkan senyawa organik.

3. Hasil dan Pembahasan

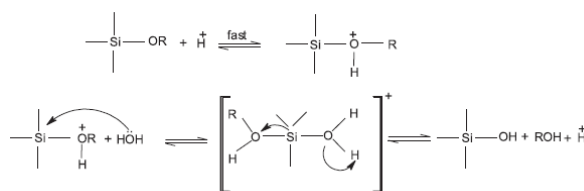
Sintesis nanosilika

Nanosilika disintesis dengan metode sol-gel menggunakan *precursor* SiO₂ yang diekstraksi dari abu sekam padi dengan melarutkan abu sekam padi ke dalam larutan NaOH 2,5 M menghasilkan larutan natrium silikat berwarna bening.

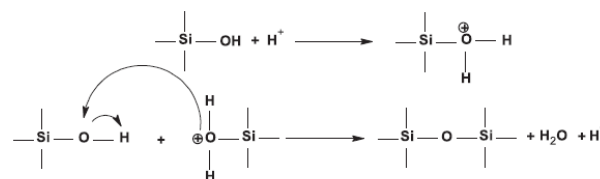


Gambar 1. Mekanisme reaksi pembentukan natrium silikat [4].

Metode sol-gel meliputi tahapan proses hidrolisis dan kondensasi sebagai berikut.

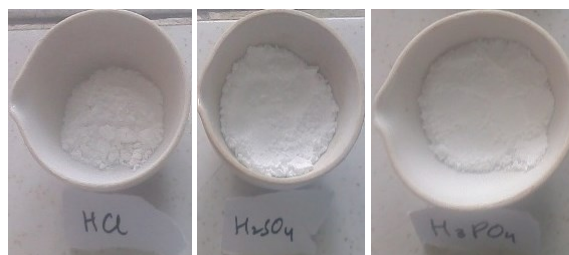


Gambar 2. Mekanisme reaksi hidrolisis [4]



Gambar 3. Mekanisme reaksi kondensasi [4]

Penambahan asam dilakukan tetes demi tetes hal ini bertujuan untuk mengatur kondisi keasaman pada pH 7. Pada pH 7 jumlah gugus silanol (Si-OH) dan gugus siloksi (Si-O-) berada dalam jumlah yang sama sehingga reaksi pembentukan gel berlangsung cepat dan stabil.



Gambar 4. Nanosilika hasil sintesis

Tabel 1. Pengaruh variasi asam terhadap massa nanosilika hasil sintesis

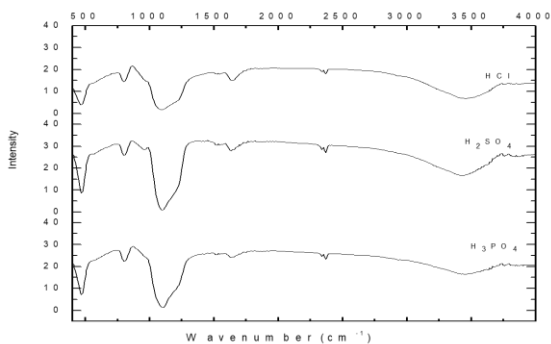
Jenis Asam	Konsentrasi (M)	pH	Hasil setelah furnace (gr)
HCl	3	7	0,7413
H ₂ SO ₄	3	7	1,0377
H ₃ PO ₄	3	7	0,9412

Berdasarkan hasil tabel 1 terlihat bahwa H₂SO₄ menghasilkan serbuk silika dengan massa paling besar. Hal ini dapat dijelaskan berdasarkan perbedaan jumlah H⁺ nya. Asam berperan sebagai katalis dan reaktan dalam pembentukan silika gel. Asam klorida merupakan asam monoprotik yang mampu melepaskan 1H⁺ sehingga untuk mencapai kondisi pH 7 jumlah (Si-OH=Si-O⁻) membutuhkan jumlah yang lebih banyak dibandingkan H₂SO₄ dan H₃PO₄. Asam sulfat merupakan asam diprotik yang mampu melepaskan 2H⁺ dan membutuhkan jumlah yang lebih banyak dibandingkan H₃PO₄ untuk mencapai kondisi pH 7, dengan penambahan dalam jumlah yang lebih banyak juga dihasilkan anion dari asamnya dalam jumlah yang lebih banyak sehingga dihasilkan jumlah nanosilika paling banyak. Asam posfat (H₃PO₄) merupakan asam poliprotik yang mampu melepaskan 3H⁺ sehingga membutuhkan jumlah yang paling sedikit untuk mencapai pH 7.

Karakterisasi nanosilika

Nanosilika hasil sintesis dari abu sekam padi dikarakterisasi dengan spektrofotometer IR untuk mengetahui gugus silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si), *scanning electron microscope* (SEM) untuk mengetahui ukuran morfologi permukaan, dan *gas sorption analyzer* (GSA) untuk mengetahui luas permukaan serta porositas nanosilika hasil sintesis.

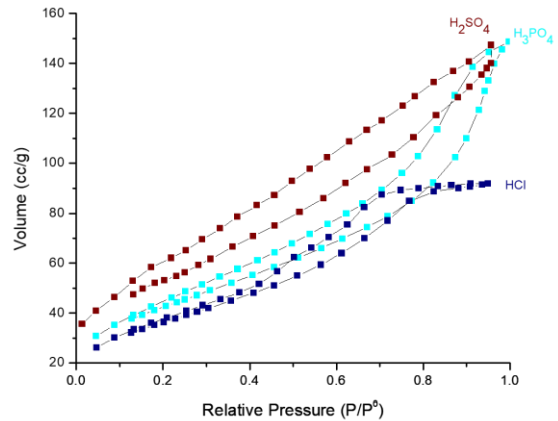
Gambar 5 menunjukkan spektra IR silika yang disintesis dari abu sekam padi dengan variasi jenis asam sebagai reaktan dan katalis. Dilihat dari spektra IR menunjukkan bahwa nanosilika hasil sintesis dengan asam klorida dan asam posfat didominasi oleh gugus siloksan (Si-O-Si), hal ini ditunjukkan tidak adanya serapan pada bilangan gelombang 900-an yang menunjukkan vibrasi ikatan gugus silanol (Si-OH). Sementara nanosilika yang disintesis dengan katalis asam sulfat menunjukkan adanya serapan pada bilangan gelombang 900-an.



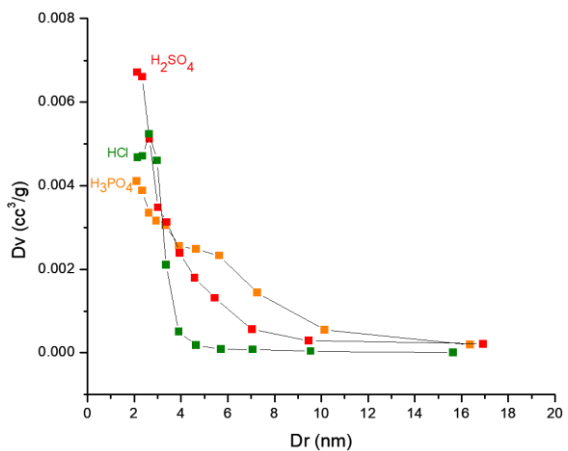
Gambar 5. Spektra IR nanosilika

Tabel 2. Interpretasi spektra IR

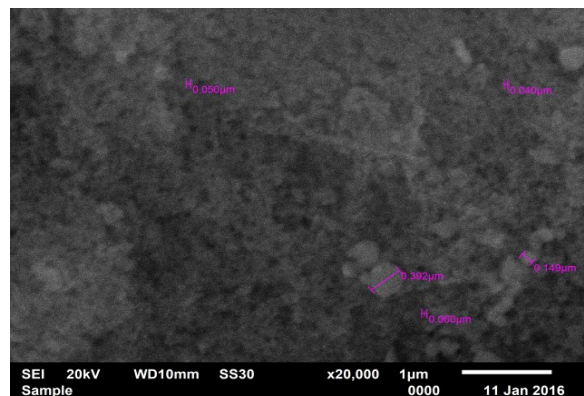
Bilangan gelombang (cm ⁻¹)			Gugus fungsi
HCl	H ₂ SO ₄	H ₃ PO ₄	
470,63	470,63	470,63	Vibrasi tekuk = Si-O-Si =
802,39	802,39	802,39	Vibrasi ulur simetri = Si-O-Si =
	956,69		Vibrasi ulur Si-O dari Si-OH
1095,57	1103,28	1103,28	Vibrasi ulur asimetri = Si-O-Si =
1635,64	1635,64	1635,64	Vibrasi tekuk O-H dari H ₂ O
3448,72	3452,58	3448,72	Vibrasi ulur O-H dari = Si-OH atau H ₂ O



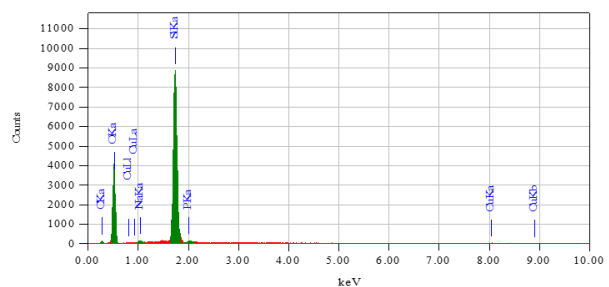
Gambar 6. Kurva isothermal adsorpsi-desorpsi nanosilika hasil sintesis dengan variasi asam



Gambar 7. Kurva distribusi ukuran pori nanosilika hasil sintesis dengan variasi asam



Gambar 8. Citra SEM nanosilika



Gambar 9. EDX nanosilika

Gambar 6 menunjukkan hasil analisis GSA adsorpsi gas nitrogen dari nanosilika hasil sintesis yang digambarkan dengan kurva adsorpsi-desorpsi isothermal. Kurva adsorpsi-desorpsi isothermal nanosilika hasil sintesis dengan variasi asam merupakan kurva isothermal tipe IV (berdasarkan IUPAC) dengan loop histerisis tipe H₂. Loop histerisis disebabkan oleh kondensasi kapiler dan mengindikasikan bahwa nanosilika hasil sintesis tergolong mesopori dengan diameter pori > 2 nm-50 nm. Gambar 7 menunjukkan kurva diferensial distribusi ukuran pori yaitu hubungan bagaimana perubahan ukuran pori terhadap volume pori karena jumlah pori yang banyak. Dapat terlihat bahwa dengan penggunaan asam klorida (HCl) sebagai reaktan dan katalis dalam proses sol-gel menghasilkan nanosilika dengan distribusi pori yang lebih seragam (*uniform*) dibandingkan asam sulfat dan asam posfat. Hal ini ditunjukkan oleh adanya peak pada kurva diferensial distribusi ukuran pori (Dv/Dr). Kurva asam sulfat (H₂SO₄) menunjukkan distribusi ukuran pori yang lebih seragam dibandingkan asam posfat (H₃PO₄) yang menunjukkan distribusi ukuran pori kurang seragam tapi tersebar di beberapa ukuran.

Tabel 3. Luas permukaan, volume total pori, dan ukuran pori nanosilika hasil sintesis dengan variasi asam

Jenis asam	Luas permukaan (m ² /g)	Volume total pori (cc/g)	Diameter pori rata-rata (nm)
HCl	130,867	0,1420	4,34
H ₂ SO ₄	158,168	0,2378	6
H ₃ PO ₄	112,5	0,2274	8

Berdasarkan data pada Tabel 4 terlihat bahwa dengan penggunaan asam sulfat (H₂SO₄) sebagai reaktan dan katalis dalam proses sol-gel menghasilkan nanosilika dengan luas permukaan paling besar meskipun distribusi ukuran pori dengan penggunaan asam klorida lebih seragam, namun intensitas peaknya (gambar 7) lebih tinggi. Sedangkan dengan penggunaan katalis H₃PO₄ menghasilkan luas permukaan paling kecil karena distribusi ukuran porinya tidak seragam dan intensitas peaknya rendah.

Berdasarkan intensitas peak Dv/Dr pada kurva diferensial distribusi ukuran pori menunjukkan volume total pori dan ukuran pori rata-rata pada kurva HCl paling kecil dibandingkan H₂SO₄ dan H₃PO₄. Hal ini karena distribusi ukuran pori dengan penggunaan asam klorida (HCl) paling seragam pada ukuran pori kecil yaitu 2-4 nm. Penggunaan katalis H₂SO₄ menghasilkan nanosilika dengan volume total pori paling besar karena luas permukaannya paling besar dengan distribusi ukuran pori yang relative seragam pada ukuran pori 2-7 nm. Sedangkan penggunaan H₃PO₄ menghasilkan nanosilika dengan ukuran pori rata-rata paling besar karena distribusi ukuran porinya tidak seragam tapi tersebar di beberapa ukuran.

Dari citra SEM (Gambar 8) yang diperoleh menunjukkan bahwa nanosilika berhasil disintesis dengan menggunakan katalis asam posfat dengan ukuran morfologi permukaan yaitu 40 sampai 60 nm.

Tabel 4. Data EDX

Unsur	% Massa
O	57,97
Na	0,59
Si	30,06
P	0,40

Keberadaan unsur Si dan O berasal dari gugus siloksan (Si-O-Si) dan silanol (Si-OH). Adanya unsur natrium (Na) dan posfor (P) dalam jumlah sedikit berasal dari larutan sodium silikat dan anion posfat (PO₄³⁻) dari asam yang dihasilkan selama proses gelasi dengan menggunakan asam posfat (H₃PO₄).

4. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian menunjukkan bahwa nanosilika berhasil disintesis dengan menggunakan katalis asam posfat dengan ukuran morfologi permukaan 40 sampai 60 nm. Nanosilika yang disintesis dengan penggunaan asam sulfat (H₂SO₄) sebagai katalis dan reaktan menghasilkan luas permukaan dan volume total pori yang lebih besar dibandingkan katalis asam klorida (HCl) dan asam posfat (H₃PO₄), dengan ukuran luas permukaan 158,168 m²/g, volume total pori 0,2378 cc/g, dan diameter pori rata-rata 6 nm.

5. Daftar Pustaka

- [1] K Amutha, R Ravibaskar, G Sivakumar, Extraction, synthesis and characterization of nanosilica from rice husk ash, *International Journal of Nanotechnology and applications*, 4 (2010) 61-66.
- [2] Mohammed Noushad, Ismail Ab Rahman, Noor Sheeraz Che Zulkifli, Adam Husein, Dasmawati Mohamad, Low surface area nanosilica from an agricultural biomass for fabrication of dental nanocomposites, *Ceramics International*, 40 (2014) 4163-4171.
- [3] Tzong-Horng Liou, Chun-Chen Yang, Synthesis and surface characteristics of nanosilica produced from alkali-extracted rice husk ash, *Materials Science and Engineering: B*, 176 (2011) 521-529.
- [4] Lok P. Singh, Sriman K. Bhattacharyya, Rahul Kumar, Geetika Mishra, Usha Sharma, Garima Singh, Saurabh Ahalawat, Sol-Gel processing of silica nanoparticles and their applications, *Advances in Colloid and Interface Science*, 214 (2014) 17-37.