

SINTESIS BAHAN HIBRIDA AMINO-SILIKA DARI ABU SEKAM PADI MELALUI PROSES SOL-GEL

Sriyanti, Taslimah¹⁾, Nuryono dan Narsito²⁾

¹⁾ Jurusan Kimia FMIPA Universitas Diponegoro, Semarang

²⁾ Jurusan Kimia FMIPA Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta

ABSTRAK

Silika dengan imobilisasi gugus amino dengan bahan dasar abu sekam padi telah dibuat melalui proses sol-gel. Sebagai perbandingan, dibuat pula silika gel tanpa gugus organik. Larutan mendidih natrium silikat (1,5 N) ditambahkan pada abu sekam padi, kemudian filtratnya dipisahkan sebagai larutan natrium silikat. Selanjutnya, kedua filtrat digunakan untuk sintesis silika gel dengan dan tanpa gugus organik. 3- Aminopropiltrimetoksisilan (APTS) ditambahkan ke dalam larutan natrium silikat, dilanjutkan dengan penambahan asam klorida perlahan-lahan sampai pH 7 dan pH 3. Gel yang terbentuk diperam selama 18 jam dengan temperatur 80°C, dicuci dengan air kemudian dikeringkan pada temperatur 80°C selama 9 jam. Silika gel dibuat dengan cara yang sama. Kedua produk dikarakterisasi dengan FTIR dan XRD, serta diuji kemampuan adsorpsinya terhadap logam Ni (II). Hasil menunjukkan bahwa silika gel hasil mempunyai pola yang sama dengan silika Kiesel Gel 60 dari Merck, baik spektra FTIR maupun defraktogram XRDnya, sedangkan bahan hibrida amino-silika mempunyai puncak-puncak serapan yang menunjukkan adanya gugus amin (-NH₂) dan rantai alifatik (-CH₂-) di samping kesamaan pola dengan silika standar. Dalam uji adsorpsi, amino-silika mengadsorpsi Ni (II) lebih tinggi dibanding silika gel dengan kapasitas adsorpsi masing-masing 0, 106 mol/g adsorben dan 0,0088 mol/g adsorben.

Kata Kunci: abu sekam padi, hibrida amino-silikai, silika gel, 3-aminopropil-trimetoksisilan.

SYNTHESIS OF AMINO-SILICA HYBRID FROM RICE HULL ASH BY SOL-GEL METHODE

ABSTRACT

Silicas with immobilised amino group from rice hull ash have been prepared through sol-gel methode. For comparison purposes, silica gel without amino group was also prepared. Sodium hydroxide boiled solution (1.5 N) were added to rice hull ash, then the filtrat were separated as sodium silicate solution. Moreover, both the filtrat were used to synthesis the silica gel either with molecul organic or not. 3- aminopro-piltrimethoxysilane were added to sodium silicate solution, and then hydrochloride acid were added slowly until pH 7 and 3. The gel were aging at 80°C for 18 hours, wash with water and dried at 80°C for 9 hours. Silica gel without amino group immobilization were done by the same way. Both the product were characterize with FTIR, XRD and Ni (II) adsorption. The results shows that the silica gel were obtained had similar pattern in FTIR and XRD with silicas Kiesel Gel 60 from Merck, while the hybrid of amino-silica had new peaks in organic vibration that indicated ammine group (-NH₂) and chain aliphatic (-CH₂-) area besides the similar pattern with silicas standard. The adsorption of Ni (II) on amino-silica had higher capacity adsorption (0.106 mol/g adsorbent) than silica gel (0.0088 mol/g adsorbent).

Key words: rice hull ash, silica gel, amino silica hybrid, 3-aminopropiltrimethoxysilane.

PENDAHULUAN

Silika secara luas banyak digunakan dalam penyulingan minyak tumbuhan, produk farmasi, detergen, adesif, kolom kromatografi dan keramik. Natrium silikat sebagai prekursor untuk produksi silika secara langsung

kebanyakan dibuat dari peleburan pasir kuarsa dengan natrium karbonat pada temperatur 1300°C (Brinker dan Scherer, 1990).

Kelemahan penggunaan pasir kuarsa sebagai bahan dasar pembuatan bahan berbasis silika adalah tingginya kekristalan bahan dan

banyaknya komponen logam. Tingginya kekristalan mengakibatkan proses peleburan berlangsung pada temperatur tinggi dan perlu waktu yang relatif lama. Banyaknya komponen logam berakibat pada rendahnya kemurnian logam yang dihasilkan. Berdasarkan komposisi kimia dengan silika merupakan komponen utama (94,5 %, Priyosulistyo, 1999), abu sekam padi kemungkinan dapat menggantikan posisi pasir kuarsa sebagai bahan pembuatan silika gel. Pembuatan silika gel dari abu sekam padi diperkirakan lebih menguntungkan daripada dengan menggunakan pasir kuarsa. Di samping kandungan silika yang tinggi, abu sekam padi bersifat amorf dan tidak sekeras pasir kuarsa sehingga untuk peleburan abu sekam padi tidak memerlukan waktu yang lama dan temperatur yang tinggi.

Penambahan suatu bahan aktif pada matriks atau bahan pendukung (kebanyakan padatan) untuk meningkatkan fungsi dari bahan aktif tersebut dikenal dengan proses imobilisasi. Dewasa ini penggunaan padatan anorganik sebagai matriks imobilisasi suatu bahan tertentu telah banyak dilakukan seperti untuk pembuatan adsorben selektif, katalis imobilisasi enzim dan lain-lain.

Proses penambahan bahan aktif terhadap matriks pendukung ini dapat dilakukan melalui berbagai cara. Adsorpsi fisik merupakan cara yang paling mudah dilakukan. Sebagai contoh adalah imobilisasi senyawa organik 2-merkaptobenzotiazol pada padatan pendukung zeolit alam untuk mengadsorpsi Cd (II) dan Fe (III) (Sriyanti dkk., 2001). Selain mudah dilakukan, dalam metode ini harus digunakan suatu bahan perantara, seperti polistirena, tetapi interaksi antara padatan dan bahan yang diimobilkan tidak cukup kuat karena interaksinya bersifat fisik, sehingga mudah untuk terlepas kembali.

Metode lain yang banyak digunakan adalah melalui pengikatan kovalen. Metode ini menghasilkan suatu bahan terimobilisasi yang

interaksinya kuat, tetapi prosesnya relatif rumit dan memerlukan waktu yang relatif lama.

Metode lain yang banyak dikembangkan saat ini adalah melalui proses sol-gel, yaitu penambahan bahan yang diimobilkan dilakukan pada saat matriks berbentuk sol, kemudian menuju ke arah pembentukan padatan (gel) bersamaan dengan terbentuknya padatan pendukung. Metode ini relatif mudah dilakukan, tidak memerlukan waktu yang lama dan interaksi antara padatan dan bahan yang diimobilkan relatif kuat.

Padatan yang banyak digunakan sebagai matriks pendukung kebanyakan adalah zeolit, clay, alumina dan silika (Oscik, 1982). Zeolit merupakan material anorganik yang mempunyai kestabilan termal yang cukup tinggi, tetapi pori-pori kaku yang dimiliki menyebabkan zeolit tidak mudah untuk dimodifikasi. Demikian juga dengan clay, pori antar layernya mudah untuk dimodifikasi tetapi sifat mudah mengembang dari clay (*swelling*), untuk tujuan-tujuan tertentu kadang tidak dikehendaki. Alumina juga mempunyai stabilitas termal yang tinggi, tetapi sifatnya yang cenderung polar juga harus dipertimbangkan.

Silika mempunyai kelebihan tersendiri dibanding bahan yang lain, karena secara kimia bersifat inert, hidrofobik dan transparan. Selain itu juga menunjukkan kekuatan mekanik dan stabilitas termal yang tinggi dan tidak mengembang dalam pelarut organik (Bhatia, 2000).

Proses sol-gel adalah pelarutan pada temperatur rendah yang merupakan dasar pada sintesis gelas. Pembentukan matriks silika dicapai dengan hidrolisis pada suatu alkoksida (biasanya tetrametil orto silikat/ TMOS) diikuti kondensasi untuk menghasilkan suatu polimer jaringan SiO₂ dengan jembatan okso. Hidrolisis menghasilkan konversi ikatan Si-OR ke Si-OH yang memadat membentuk suatu polimer berjembatan okso Si-O-Si. Reaksi ini terjadi dalam suatu daerah terlokalisasi menuju pembentukan partikel sol. Derajat pertautan

silang sebagai hasil polikondensasi meningkat dan viskositas sol juga meningkat. Kekentalan material kemudian mengeras menuju pembentukan suatu gel yang porous (Brinker dan Scherer, 1990).

Proses sol gel dimulai dengan mengasamkan larutan natrium silikat sampai terbentuk gel karena silika mempunyai kelarutan yang tinggi pada $\text{pH} > 10$ (Scott, 1993). Sriyanti dkk. (2004) melaporkan bahwa pengasaman natrium silikat dengan HCl menyebabkan pembentukan gel yang sangat cepat (pH : 9-7), dan jika HCl terus-menerus ditambahkan maka gel akan melarut kembali. Hal ini kemungkinan disebabkan ion logam Na akan terjebak ke dalam matriks gel dan tidak larut dengan pencucian. Hal ini sejalan dengan pendapat Kalapathy dkk. (2000), bahwa penggunaan HCl pada pengasaman langsung menghasilkan silika gel dengan kandungan Na yang tinggi ($> 4\%$). Pengendalian proses pembentukan gel (gelasi) kemungkinan dapat dilakukan dengan mengamati pembentukan gel pada kondisi tertentu (melalui variasi jenis asam, jenis prekursor dan pengaturan keasaman medium).

Pada penelitian ini dikaji pengaruh masuknya gugus organik dan pengaturan keasaman medium (pH gelasi) terhadap karakter gel yang dihasilkan. Karakterisasi hasil dilakukan dengan FTIR spektroskopi dan XRD, serta uji adsorpsi terhadap ion logam Ni (II).

METODE PENELITIAN

Bahan dan Peralatan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi: sekam padi dari daerah Sragen, Jawa Tengah, NaOH pelet, HCl, dan $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dari Merck dan 3-aminopropiltrimetoksisilan dari Sigma. Peralatan utama yang digunakan adalah tungku pemanas (furnace), oven, hot plate, lumpang porselen dan ayakan 200 mesh, spektrofotometer Shimadzu FTIR-8201 PC (lab. Kimia Organik FMIPA UGM), Defraktometer sinar-x Shimadzu X-2000 dan

Spektrofotometer serapan atom model Hitachi Z-8000 (Lab. Kimia Analitik FMIPA UGM).

Preparasi abu sekam padi

Sekam padi dari daerah Sragen, Jawa Tengah, dikeringkan di bawah matahari dan dibersihkan dari kotoran-kotoran pengikut seperti daun-daun padi, pasir dan kerikil. Selanjutnya dipanaskan di atas kompor hingga membentuk arang yang berwarna hitam. Arang dimasukkan ke dalam cawan porselen untuk selanjutnya dipanaskan dalam tungku pemanas (furnace) selama 4 jam dengan temperatur 700°C . Abu yang dihasilkan digerus kemudian diayak hingga lolos ayakan 200 mesh.

Pembuatan larutan natrium silikat

Dibuat larutan NaOH 1,5 N dari NaOH pelet yang ada. Enampuluh mililiter larutan NaOH 1,5 N ditambahkan ke dalam abu sekam, kemudian dididihkan sambil diaduk. Setelah dingin disaring, dan residu ditambah lagi dengan 60 mL larutan NaOH 1,5 N dan kembali dididihkan setelah dingin, disaring dan filtratnya disatukan dengan filtrat pertama sebagai larutan natrium silikat dan disimpan dalam botol plastik.

Pembuatan silika gel dan hibrida amino-silika

Sebagai pembanding, sebelum dibuat bahan hibrida melalui proses sol-gel, terlebih dahulu dibuat silika gel dari natrium silikat yang sudah disiapkan. Larutan natrium silikat yang berasal dari 10 g abu sekam ditambah dengan HCl 6 N bertetes-tetes, sambil diaduk hingga terbentuk gel berwarna putih pada pH 7 dan 3. Gel yang terbentuk ditambah aquades, kemudian dipanaskan 80°C selama 18 jam. Setelah dingin dicuci dengan air dan dikeringkan 80°C selama 9 jam, selanjutnya digerus dan diayak hingga lolos ayakan 200 mesh. Pembuatan silika gel termodifikasi gugus organik dilakukan seperti pada pembuatan silika gel, tetapi sebelum penambahan asam ditambahkan terlebih dahulu 3-aminopropiltrimetoksisilan (APTS) dengan perbandingan (natrium silikat dari 10 g abu: 2 mL (APTS)). Produk yang dihasilkan selanjutnya

dikarakterisasi dengan spektrofotometer Inframerah dan defraktometer sinar-x.

Adsorpsi Ni (II)

Sebanyak 10 mL larutan ion logam Ni (II) dengan variasi konsentrasi : 5, 10, 20, 50, 100, dan 200 mg/L, masing-masing diinteraksikan dengan 100 mg adsorben silika gel dan amino-silika selama 30 menit kemudian disaring. Konsentrasi ion logam yang tersisa dalam larutan ditentukan dengan AAS, dan jumlah ion logam yang teradsorpsi dihitung dari selisih jumlah logam sebelum dan sesudah adsorpsi.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Natrium silikat hasil ekstraksi abu sekam padi

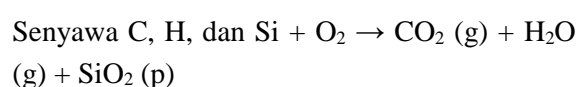
Pembuatan larutan natrium silikat sebagai prekursor pembuatan silika gel maupun bahan hibrida amino-silika, diawali dengan pengabuan sekam padi. Sekam padi diambil dari daerah Sragen, Jawa Tengah, yang merupakan salah satu daerah penghasil padi yang cukup potensial, sehingga sekam merupakan limbah yang sangat berlimpah dan belum dimanfaatkan secara optimal.

Sekam padi dikeringkan di bawah terik matahari, dan dibersihkan dari pengotor-pengotor fisik, seperti daun-daun dan batang padi maupun kerikil-kerikil. Selanjutnya sekam yang sudah kering diarangkan di atas kompor minyak sampai berwarna hitam. Arang yang berwarna hitam ini kemudian dipanaskan dalam tungku pemanas (*furnace*) pada suhu 700°C selama 4 jam. Pemanasan ini bertujuan untuk menghilangkan fraksi organik dari sekam padi, sehingga yang tertinggal hanya fraksi anorganiknya saja. Abu yang dihasilkan berwarna putih keabu-abuan, dan untuk menyeragamkan ukuran, abu tersebut digerus dan diayak dengan ayakan 200 mesh, selanjutnya siap digunakan sebagai bahan dasar.

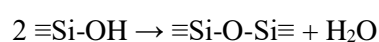
Tahap selanjutnya adalah mengekstrak silika yang ada dalam abu sekam padi. Sriyanti dkk. (2004), telah melakukan ekstraksi silika dari abu

sekam padi melalui dua cara, yaitu ekstraksi basah dan ekstraksi kering. Ekstraksi kering merupakan ekstraksi yang umum dilakukan, yaitu dengan melebur abu sekam dengan NaOH pada pemanasan 500°C selama 30 menit; sedangkan cara basah adalah dengan mengekstrak abu sekam padi menggunakan larutan NaOH mendidih, seperti yang dilakukan oleh Kalapathy dkk. (2000). Menurut Sriyanti dkk (2004), silika gel yang dihasilkan dari prekursor larutan natrium silikat hasil dari ekstraksi kering maupun basah secara kualitatif tidak memiliki perbedaan yang signifikan. Hal tersebut bisa dilihat dari spektra inframerah dari keduanya. Menurut Nuryono dkk. (2004), ekstraksi silika dari abu sekam padi secara basah optimum pada konsentrasi NaOH sebesar 1,5 N. Untuk itu dalam penelitian ini dilakukan ekstraksi basah terhadap abu sekam padi dari Sragen dengan NaOH 1,5 N.

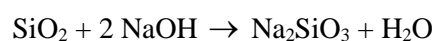
Reaksi pengabuan yang terjadi menurut Nuryono, dkk., 2004 adalah sebagai berikut:



Dimungkinkan juga terjadi kondensasi gugus silanol ($\equiv\text{Si-OH}$) seperti penjelasan Iler (1979):



Pada ekstraksi silika dari abu sekam hingga terbentuk larutan natrium silikat mengikuti reaksi sebagai berikut (Scott, 1993):



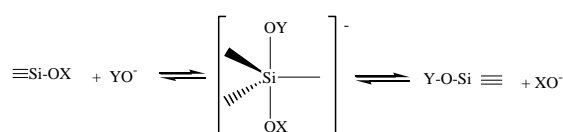
Dari 90 gram abu, setelah diekstraksi dengan 540 mL NaOH 1,5 N dan penambahan aquades, diperoleh larutan natrium silikat sebanyak 620 mL, yang selanjutnya digunakan sebagai prekursor pada pembuatan adsorben.

Hibrida Amino-Silika dan silika gel

Pembuatan hibrida amino-silika diawali dengan menambahkan 2 mL ligan APTS ke dalam 20 mL larutan natrium silikat, selanjutnya

diasamkan dengan HCl hingga pH:7, dan yang lain hingga pH:3, sedangkan pembuatan silika gel tanpa penambahan APTS. Selanjutnya dilakukan aging, pencucian dan pengeringan, sehingga diperoleh hibrida amino-silika dan silika gel.

Menurut Schubert dan Husing (2000), pada kondisi basa, proses reaksi pembentukan gel atau lebih dikenal dengan proses sol-gel terjadi akibat penyerangan nukleofilik atom silikon oleh ion OH^- atau Si-O^- , seperti ditampilkan pada gambar 1. Ion OH^- atau Si-O^- terbentuk oleh disosiasi H^+ dari molekul air atau gugus Si-OH. Pada reaksi hidrolisis, anion hidroksi menyerang atom silikon dengan mekanisme reaksi SN_2 (substitusi nukleofilik) di mana OH^- menggantikan OR . Pada reaksi kondensasi, suatu nukleofilik ion silanolat menyerang spesies netral silikat dan akan menggantikan OH atau OR . Reaksi kondensasi relatif lebih cepat terhadap hidrolisis.



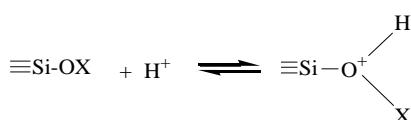
Ket: Y= H, $\equiv\text{Si}$

Reaksi hidrolisis : X=R, Y=H

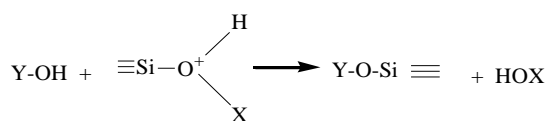
Reaksi kondensasi : X=R atau H, Y= $\equiv\text{Si}$

Gambar 1. Mekanisme reaksi sol-gel pada keadaan basa (Scubert dan Husing, 2000)

Mekanisme reaksi dalam kondisi asam dapat dilihat pada gambar 2.



ket: X= R, H



ket: Y= H, $\equiv\text{Si}$

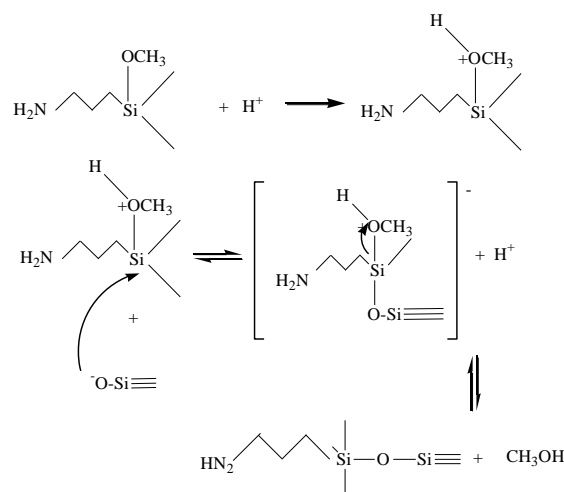
reaksi hidrolisis : X=R, Y= H

reaksi kondensasi : X= R atau H, Y= $\equiv\text{Si}$

Gambar 2. Mekanisme reaksi proses sol-gel pada kondisi asam

Pada kondisi asam, atom oksigen dari gugus Si-OH atau Si-OR terprotonasi pada langkah pertama dengan cepat, seperti pada persamaan di atas. Gugus pergi yang baik terbentuk melalui protonasi tersebut. Kerapatan elektron dari atom pusat Si akan berkurang sehingga bersifat lebih elektrofilik dan lebih mudah untuk diserang oleh air (reaksi hidrolisis) atau gugus silanol (reaksi kondensasi). Pada kondisi ini, reaksi hidrolisis berlangsung lebih cepat dari pada reaksi kondensasi. Dengan melihat dua mekanisme yang berbeda dari kondisi asam dan basa ini, dapat dipahami mengapa jika gelas dilakukan pada kondisi basa, akan berlangsung lebih cepat dibanding kondisi asam. Hal tersebut disebabkan pada kondisi basa, reaksi kondensasi berlangsung lebih cepat relatif terhadap reaksi hidrolisis, sedangkan pada kondisi asam terjadi sebaliknya, reaksi hidrolisis relatif lebih cepat dibanding reaksi kondensasi.

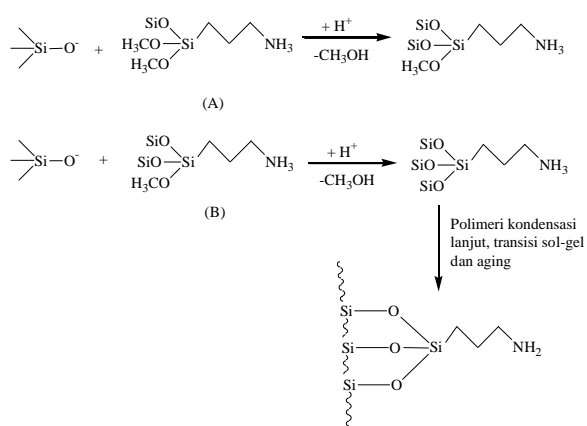
Mengacu pada gambar 1 dan gambar 2 di atas maka mekanisme reaksi pembentukan hibrida amino-silika kemungkinan mengikuti mekanisme reaksi SN_2 , diperkirakan seperti disajikan dalam gambar 3, dilanjutkan gambar 4.



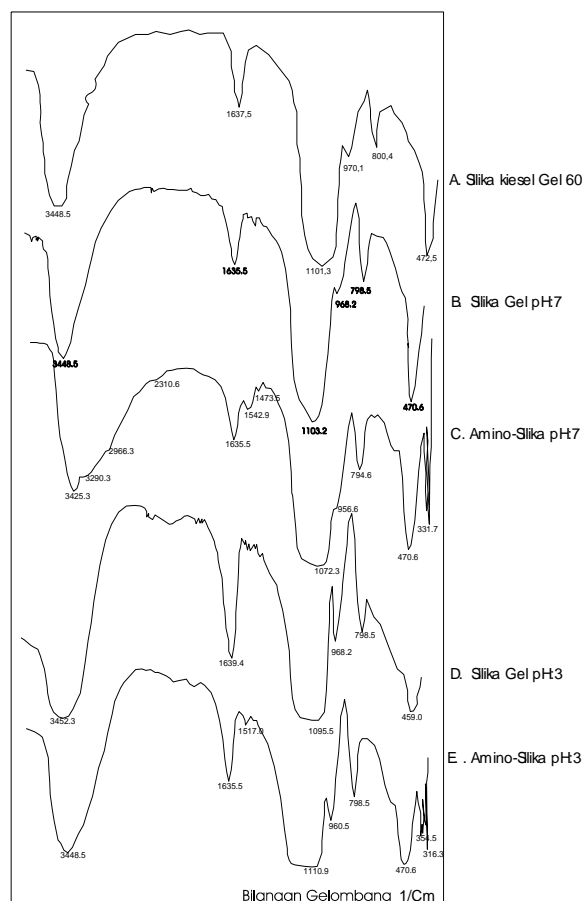
Gambar 3. Model mekanisme reaksi pembentukan dimer silosan pada pembuatan hibrida amino-silika

Kemungkinan pembentukan hibrida amino-silika diawali dengan protonasi atom O gugus metoksi ($-\text{OCH}_3$) pada senyawa organik 3-aminopropiltrimetoksisilan (APTS) akibat penambahan asam. Selanjutnya spesies anion

silikat yang berperan sebagai nukleofil akan menyerang atom Si pada APTS di mana atom O pada gugus metoksi telah terprotonasi. Spesies anion silikat yang masuk akan menggantikan gugus metoksi -OCH₃ dengan atom O yang telah terprotonasi sehingga terbentuk ikatan siloksan. Gugus metoksi dengan atom O yang telah terprotonasi akan dilepaskan dalam bentuk metanol. Penambahan asam yang terus berlanjut mengakibatkan reaksi dapat terus berlanjut sampai semua gugus metoksi dalam senyawa organik APTS mengalami reaksi kondensasi dengan spesies anion silikat dengan melepas metanol.



Gambar 4. Pembentukan hibrida amino-silika Karakterisasi hasil dilakukan dengan spektrofotometer FTIR, ditampilkan dalam gambar 5. Untuk melihat keberhasilan sintesis bahan hibrida amino-silika ini, maka spektra FTIR dari amino-silika dibandingkan dengan silika tanpa ligan baik pada pH gelas 7 maupun 3, dan spektra FTIR silika Kiesel gel 60 dari Merck sebagai standar. Serapan karakteristik untuk silika gel (Kiesel Gel 60) muncul pada bilangan gelombang 3448,5 cm⁻¹ yang mengindikasikan adanya vibrasi -OH dari Si-OH, serapan lebar dan tajam pada 1101,3 cm⁻¹ mengindikasikan vibrasi ulur asimetri Si-O dari Si-O-Si, 1637,5 cm⁻¹ mengindikasikan adanya vibrasi tekuk -OH dari molekul air, 970,1 cm⁻¹ mengindikasikan vibrasi ulur Si-O dari Si-OH, dan serapan di 800,4 cm⁻¹ mengindikasikan adanya vibrasi ulur simetri Si-O dari Si-O-Si (Silverstein dkk., 1991)



Gambar 5. Spektra FTIR dari silika gel dan hibrida amino-silika

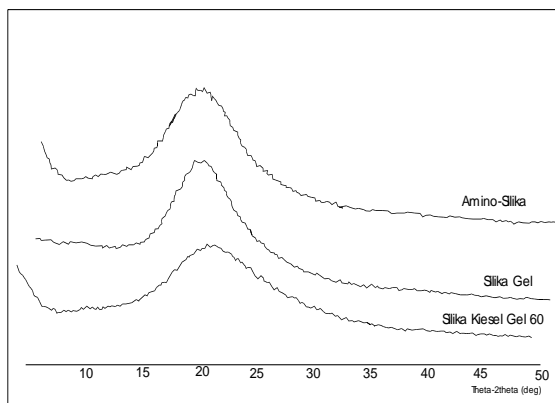
Serapan di 472,5 cm⁻¹ menunjukkan adanya vibrasi tekuk dari Si-O-Si (Hamdan, 1992). Silika gel hasil sintesis baik dengan pH gelas 7 maupun 3 mempunyai serapan yang mirip dengan silika Kiesel Gel 60. Untuk hibrida amino-silika yang terbentuk pada pH gelas 7, muncul serapan-serapan baru yang tidak dimiliki oleh silika gel. Serapan baru tersebut di antaranya adalah serapan pada bilangan gelombang 3290,3 cm⁻¹ yang menunjukkan vibrasi ulur simetris dari amina alifatik primer, serapan di 2966,3 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya vibrasi ulur dari rantai alifatik -C-H, didukung dengan vibrasi bengkok simetris dari -CH₂- yang muncul pada serapan 1473,5 cm⁻¹. Muncul pula serapan pada 1542,9 cm⁻¹, yang kemungkinan menunjukkan adanya vibrasi bengkok simetris dari -N-H (Silverstein dkk., 1991).

Untuk hibrida amino-silika yang terbentuk pada pH gelas 3, hanya muncul satu serapan baru, yaitu di 1517,0 cm⁻¹ dengan intensitas rendah,

sehingga tidak cukup kuat untuk menunjukkan kemungkinan terbentuknya bahan hibrida amino-silika. Kalau dianggap sintesis ini berhasil, kemungkinan gugus $-NH_2$ yang berhasil terimobilisasi sangat kecil. Hal ini kemungkinan bisa terjadi karena pada penambahan asam yang terus menerus sampai pH=3 kemungkinan H^+ yang ditambahkan tidak hanya memprotonasi gugus metoksi dari APTS tetapi justru memutuskan gugus $-NH_2$ untuk membentuk spesies yang lain.

Pada pH gelasi yang berbeda, kondisi yang paling mencolok adalah serapan di $1635,5\text{ cm}^{-1}$. Pada silika gel pH gelasi 3, pita ini intensitasnya jauh lebih besar dibanding pada pH gelasi 7, hal ini kemungkinan menunjukkan bahwa pada kondisi ini silika gel mengikat molekul air relatif lebih banyak; dan hal ini didukung menguatnya intensitas serapan pada $968,2\text{ cm}^{-1}$. Jika banyaknya molekul air yang terikat setara dengan porositas padatan, maka dapat dilihat bahwa masuknya gugus organik mengurangi intensitas dari kedua serapan ini. Dengan kata lain imobilisasi gugus amino dalam silika terutama pada pH gelasi 7 dapat dinyatakan telah berhasil dilakukan.

Dilakukan pula karakterisasi menggunakan defraktometer sinar-X, yang akan memberikan informasi mengenai struktur kristal dari hibrida amino-silika. Defraktogram dari hibrida amino-silika diberikan pada gambar 6.



Gambar 6. Difraktogram silika gel dan hibrida amino-silika pada pH gelasi 7.

Dari gambar 4. dapat dilihat bahwa seperti halnya silika gel, hibrida amino-silika yang

terbentuk pada pH gelasi 7 bersifat amorf, karena menunjukkan satu puncak melebar dengan $2\theta = 21-22^\circ$ (Kalapathy dkk., 2000).

Karakterisasi dilakukan pula dengan uji adsorpsi terhadap logam Ni (II). Menurut aturan *Hard and Soft Acids-Bases (HSAB)* Pearson, Ni (II) merupakan logam golongan asam menengah (*borderline*), sedangkan gugus $-OH$ dan $-NH_2$ merupakan basa keras, di mana $-OH$ lebih keras dibandingkan $-NH_2$ (Shriver dkk., 1990). Interaksi Ni (II) dengan silika gel dan amino-silika bisa dilihat untuk menguji hal tersebut.

Persamaan Isoterm adsorpsi Langmuir (Oscik, 1982) digunakan untuk mengestimasi kapasitas adsorpsi dari masing-masing padatan sebagai adsorben. Harga parameter adsorpsi ditampilkan dalam tabel 1.

Tabel 1 menunjukkan bahwa amino-silika dengan pH gelasi 7 memberikan kapasitas adsorpsi jauh lebih tinggi dibanding adsorben lainnya. Hal ini kemungkinan mendukung asumsi sebelumnya menurut aturan Pearson, bahwa interaksi Ni (II) dengan padatan adalah interaksi kimia, yaitu interaksi asam-basa. Di samping itu juga mendukung karakterisasi sebelumnya, bahwa pH gelasi 7 lebih mendukung keberhasilan imobilisasi amino dalam silika melalui proses sol-gel.

Tabel 1. Kapasitas adsorpsi dan energi adsorpsi Ni (II) pada adsorben silika gel dan hibrida silika-amino

Adsorben	Kapasitas dan energi adsorpsi Ni (II)		
	Kapasitas Adsorpsi (b) 10^{-3} x mol/g	Tetapan Kesetimbangan adsorpsi, K (L/mol)	Energi Adsorpsi (kJ/mol)
SG (I)	0,215	1.163,415	17,498
SG (II)	8,795	9.475,000	22,697
Am-SG (I)	1,230	579,372	15,770
Am-SG (II)	105,600	607,212	15,886

Keterangan:

SG (I): silika gel dengan pH gelasi 3

SG (II): silika gel dengan pH gelasi 7

Am-SG (I): Amino-silika dengan pH gelasi 3

Am-SG (II): Amino-silika dengan pH gelasi 7.

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian dan pembahasan dapat diambil beberapa kesimpulan sebagai berikut:

1. Abu sekam padi dapat dijadikan sebagai sumber silika pada pembuatan silika gel dan bahan hibrida amino-silika.
2. Pembuatan bahan hibrida amino-silika dapat dilakukan dengan mengimobilkan 3-aminopropiltrimetoksisilan dalam silika dari abu sekam padi melalui proses sol-gel dengan pH gelasi 7.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Dirjen Dikti melalui Program Hibah Pekerti Angkatan II/2 tahun 2005 yang telah membantu dalam pendanaan penelitian dan kepada saudari Agnes Retno Iswari yang telah membantu dalam pengumpulan data.

DAFTAR PUSTAKA

Brinker, C.J., dan W.J. Scherer, 1990, *Sol-Gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*, Academic Press, San Diego.

Priyosulistyo, HRC., Sudarmoko, Bambang Supriyadi, Bambang Suhendro, dan P. Sumardi, 1999, Pemanfaatan Limbah Abu Sekam Padi Untuk Peningkatan Mutu Beton, Laporan Penelitian Hibah Bersaing VI/2, Lembaga Penelitian UGM

Sriyanti, Narsito, Nuryono, 2001, Selektivitas 2-Merkaptobenzotiazol Terimpregnasi pada Zeolit Alam untuk Adsorpsi Kadmium (II) dalam Campuran Kadmium (II)-Besi (III), Proseding Seminar Nasional Kimia IX, Yogyakarta

Oscik, J., 1982, Adsorption, Ellis Horwood Limited, Chichester.

Bhatia, R.B., and C.J. Brinker, 2000, *Chem.Mater.*, 12, 2434 – 2441.

Scott, R.P.W., 1993, *Silika Gel and Bonded Phases: Their Production, Properties and Use in LC*, John Wiley & Sons, Toronto.

Sriyanti, Taslimah, Nuryono dan Narsito, 2004, Selektivitas Silika Gel Termodifikasi Gugus Tiol Untuk Adsorpsi Kadmium (II) dan Tembaga (II), Proceeding Seminar Nasional Hasil Penelitian MIPA 2004, FMIPA Undip, Semarang.

Kalapathy, U., A. Proctor and J. Shultz, 2000, A Simple Method For Production of Pure Silica From Rice Hull Ash, *Bioresource Technology* 73, 257-262.

Nuryono, 2004, Effect of NaOH Concentration On Destruction of rice Husk Ash With Wet Technique, Proceeding Seminar Nasional Hasil Penelitian MIPA 2004, FMIPA Undip, Semarang

Iler, R.K., 1979, *Silica Gels and Powder*, dalam Iler, R.K. (Ed), *The Chemistry of Silica*, Wiley, New York.

Schubert, U., dan N. Husing, 2000, *Synthesis of Inorganic Material*, Willey-VCH Verlaq GmbH, D-69469 Wernbeim, Federal Replublic of Germany.

Silverstein, R. M., G. C. Bassler and T. C. Morrill, 1991, *Spectrometric Identification of Organic Compound*, 5th ed, John Wiley & Sons, Inc., New York.

Hamdan, H., 1992, *Introduction to Zeolites: Synthesis, Characterization and Modification*, Universiti Teknologi Malaysia, Kualalumpur.

Shriver, D.F., Atkins, P.W. dan Langford, C.H., 1990, *Inorganic Chemistry*, Oxford University Press, Oxford