

Pembuatan Nanosilika yang Disintesis dari Abu Sekam Padi pada Variasi pH Sol Gel

Evan¹, Pardoyo^{1*}, Adi Darmawan¹

¹Departemen Kimia, Fakultas Sains dan Matematika, Universitas Diponegoro, Jl. Prof. Soedarto S.H, Tembalang, Semarang 50275

*Corresponding author: pardoyoku@gmail.com

Received: 19 Juni 2022 / Accepted: 23 Juni 2022

Available online: 23 Juni 2022

Abstract

Abu sekam padi merupakan salah satu bahan sisa hasil pertanian yang dapat dimanfaatkan sebagai bahan dasar silika yang dapat digunakan sebagai adsorben limbah dan katalis. Pada penelitian dilakukan pembuatan/sintesis dan karakterisasi nanosilik dari abu sekam padi. Tujuan penelitian untuk memperoleh silika berukuran nano dari abu sekam padi, menentukan pengaruh variasi pH sol gel terhadap nanosilika yang dihasilkan serta pH optimum dalam pembentukan nanosilika. Metode yang dilakukan meliputi ekstraksi silika dan sintesis nanosilika dengan variasi pH sol gel pada pH 9, pH 7, dan pH 5. Produk sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD, FTIR, dan SEM-EDX. Hasil menunjukkan nanosilika yang diperoleh berbentuk amorf dengan ukuran morfologi permukaan 40 nm sampai 100 nm pada pH 5 dan pH 9, serta 40 nm sampai 85 nm pada pH 7. Gugus Si-O-Si dan Si-OH ditemukan pada beberapa bilangan gelombang spesifik. Rasio gugus Si-OH/Si-O-Si untuk pH 5, pH 7, dan pH 9 masing-masing sebesar 4,18, 5,36, dan 3,96. pH optimum dalam pembentukan nanosilika didapatkan pada pH 7, jumlah produk terbanyak diperoleh pada pH 5 sedangkan kandungan Si terbanyak pada pH 9.

Kata Kunci: Abu Sekam Padi, Nanosilika, pH Sol Gel

1. Pendahuluan

Banyak sekali keanekaragaman hayati di Indonesia yang masih kurang dimanfaatkan dengan baik. Salah satu dari keanekaragaman hayati yang kurang dalam pemanfaatannya yaitu sekam padi [1]. Sekam padi merupakan limbah padi yang keberadaannya sangat melimpah di Indonesia, namun pemanfaatannya masih terbatas secara tradisional. Apabila sekam padi dibuang dalam jumlah yang banyak akan membutuhkan lahan yang banyak pula sehingga dapat mengurangi estetika. Tetapi, metode pembakaran secara langsung juga dapat menambah emisi karbon dalam atmosfer [2]. Untuk memaksimalkan limbah sekam padi, sangat perlu untuk dicari alternatif inovasi teknologi lain yang lebih bermanfaat. Sekam padi saat ini telah dikembangkan sebagai bahan baku untuk menghasilkan abu yang dikenal di dunia sebagai RHA (Rice Husk Ash) [3]. RHA merupakan salah satu bahan baku untuk menghasilkan silika, yang dapat digunakan sebagai adsorben dan katalis. RHA mengandung silika cukup tinggi, berkisar antara 87-97% [4]. Pada penelitian sebelumnya, terdapat penelitian yang menggunakan variasi asam agar memperoleh karakter nanosilika yang berbeda. Seperti pada

penelitian yang telah dilakukan oleh [1]. Pada penelitian Rafiee *et al.* [1], dilakukan sintesis nanosilika dengan menggunakan HCl, HNO₃, CH₃COOH. Variasi pada asam yang digunakan dalam sintesis nanosilika berpengaruh pada luas permukaan dari nanosilika yang didapatkan. Dari penelitian Rafiee *et al.* [1] disimpulkan bahwa penggunaan asam yang memberikan hasil optimum yaitu dengan menggunakan HCl. Ada pula penelitian yang menggunakan variasi temperatur sehingga memperoleh ukuran partikel yang berbeda, seperti yang dilakukan oleh Sarangi *et al.* [5] dengan variasi temperatur 400°C-1200°C. Penelitian juga dilakukan oleh Yuvakkumar *et al.* [6] dengan memvariasikan konsentrasi NaOH agar didapatkan nanosilika dengan ukuran material, luas permukaan dan volume pori yang berbeda. Dalam penelitian ini disintesis nanosilika dari abu sekam padi sebagai sumber silika menggunakan variasi pH sol gel.

2. Metode Penelitian

2.1. Alat dan Bahan

Bahan : sekam padi, NaOH, HCl dan aquades.

Alat : seperangkat gelas, magnetic stirrer, oven, furnace dan neraca digital.

2.2. Cara Kerja

Sekam padi direndam dan dicuci dengan air selama satu malam untuk menghilangkan debu dan tanah. Sekam padi dikeringkan di bawah sinar matahari. Selanjutnya dilakukan pengarangan sekam padi. Arang sekam padi dipanaskan di dalam furnace dengan laju kenaikan suhu 5°C/menit hingga dicapai suhu 700°C, lalu dilakukan penahan pada suhu 700°C selama 6 jam untuk memperoleh abu sekam padi. Abu sekam padi dipanaskan dalam larutan HCl 1 M (dalam wadah air) pada suhu 80°C selama 1 jam untuk menghilangkan pengotor ion logam. Selanjutnya abu sekam padi dicuci dengan aquades hingga netral. 31,25 gram abu sekam padi dilarutkan dalam 250 mL larutan natrium hidroksida (NaOH) 1,5 M dan direfluks selama 12 jam. Larutan natrium silikat dimasukkan dalam gelas beaker dan diaduk dengan magnetic stirrer. Selanjutnya ke dalam larutan natrium silikat, larutan HCl 1 M ditambahkan tetes demi tetes hingga pH 5, pH 7, dan pH 9 yang diamati dengan kertas pH universal dan diaduk dengan magnetic stirrer hingga terbentuk gel. Gel yang terbentuk didiamkan selama 2 hari, selanjutnya dipanaskan menggunakan oven pada suhu 80°C hingga terbentuk gel. Gel yang terbentuk dicuci dengan aquades hingga netral untuk menghilangkan garam natrium yang terbentuk selama proses sol gel. Serbuk silika yang diperoleh digerus dengan mortar. Selanjutnya, dipanaskan dengan furnace pada suhu 700°C.

3. Hasil Dan Pembahasan

3.1. Preparasi Abu Sekam Padi

Abu sekam padi diperoleh dengan pengarangan sekam padi terlebih dahulu kemudian dipanaskan dengan furnace pada suhu 700°C selama 6 jam dengan laju kenaikan suhu 5°C/menit untuk memperoleh abu sekam padi.

3.2. Ekstraksi Silika

Silika dari abu sekam padi diekstraksi melalui pembuatan larutan natrium silikat yang diperoleh dengan melarutkan 31,25 gram abu sekam padi ke dalam larutan NaOH 1,5 M 250 ml dan kemudian direfluks selama 12 jam. Dilakukannya refluks setelah melarutkan abu sekam padi ke dalam larutan NaOH yaitu agar larutan natrium silikat bercampur sempurna [7]. Ekstraksi abu sekam padi dengan larutan NaOH menghasilkan larutan natrium silikat berwarna bening.

3.3. Sintesis Nanosilika dengan Variasi pH Sol Gel

Larutan natrium silikat 50 ml dimasukkan kedalam gelas beker dan diaduk dengan magnetic stirrer pada hot plate. Selama proses

pengadukan, HCl dengan konsentrasi 1 M ditambahkan tetes demi tetes hingga dicapai pH 9, pH 7, dan pH 5. Penambahan asam yaitu HCl berfungsi sebagai pereaksi yang menetralkan larutan natrium silikat sehingga terbentuk gel dan garam natrium sebagai produk samping [8]. Silika akan mulai membentuk gel apabila pH berada di bawah pH 10. Silika yang diperoleh dalam bentuk gel kemudian didiamkan selama 2 hari lalu dipanaskan dalam oven pada suhu 80°C. Pada saat sebelum dimasukkan ke dalam oven, silika berbentuk hydrogel yang berbentuk gel basah yang kaku, kuat, dan menyusut di dalam larutan setelah mengalami proses ageing. Setelah hydrogel dipanaskan dalam oven, sampel menjadi xerogel yang berwujud serbuk. Tabel jumlah xerogel silika yang diperoleh disajikan pada **Tabel 1**.

Tabel 1. Pengaruh variasi pH sol gel terhadap massa silika hasil sintesis

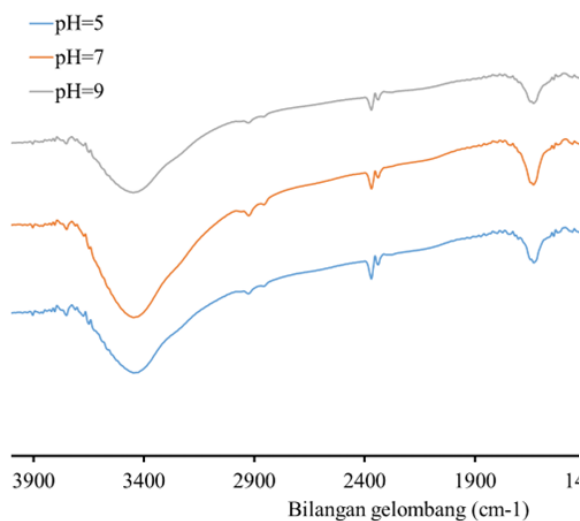
Jenis Asam	Konsentrasi (M)	pH	Hasil setelah furnace (gram)
HCl	1	5	2,04
HCl	1	7	1,74
HCl	1	9	1,34

Berdasarkan hasil pada **Tabel 1** terlihat bahwa penambahan HCl hingga dicapai pH 5 menghasilkan serbuk silika dengan massa paling besar. Hal ini dapat dijelaskan berdasarkan perbedaan jumlah H⁺ nya [9]. Asam berperan sebagai katalis dalam pembentukan silika gel [10]. Untuk mencapai silika dengan pH 5, dibutuhkan HCl dengan jumlah yang lebih banyak dibandingkan silika dengan pH 7 dan pH 9. Penambahan HCl dalam jumlah yang lebih banyak menghasilkan anion dalam jumlah yang lebih banyak sehingga dihasilkan jumlah silika paling banyak.

3.4. Hasil Karakterisasi

3.4.1. *Fourier Transform Infrared Spectrometer (FTIR)*

Tujuan dari karakterisasi FTIR yaitu untuk melihat keberhasilan sintesis melalui analisis gugus-gugus fungsi yang terdapat pada silika. Berdasarkan hasil interpretasi spektra IR dari **Gambar 1**, maka dapat disimpulkan bahwa xerogel silika dari abu sekam padi berhasil disintesis. Hal ini ditunjukkan dengan adanya gugus silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si) yang merupakan gugus-gugus fungsi dari silika [11].

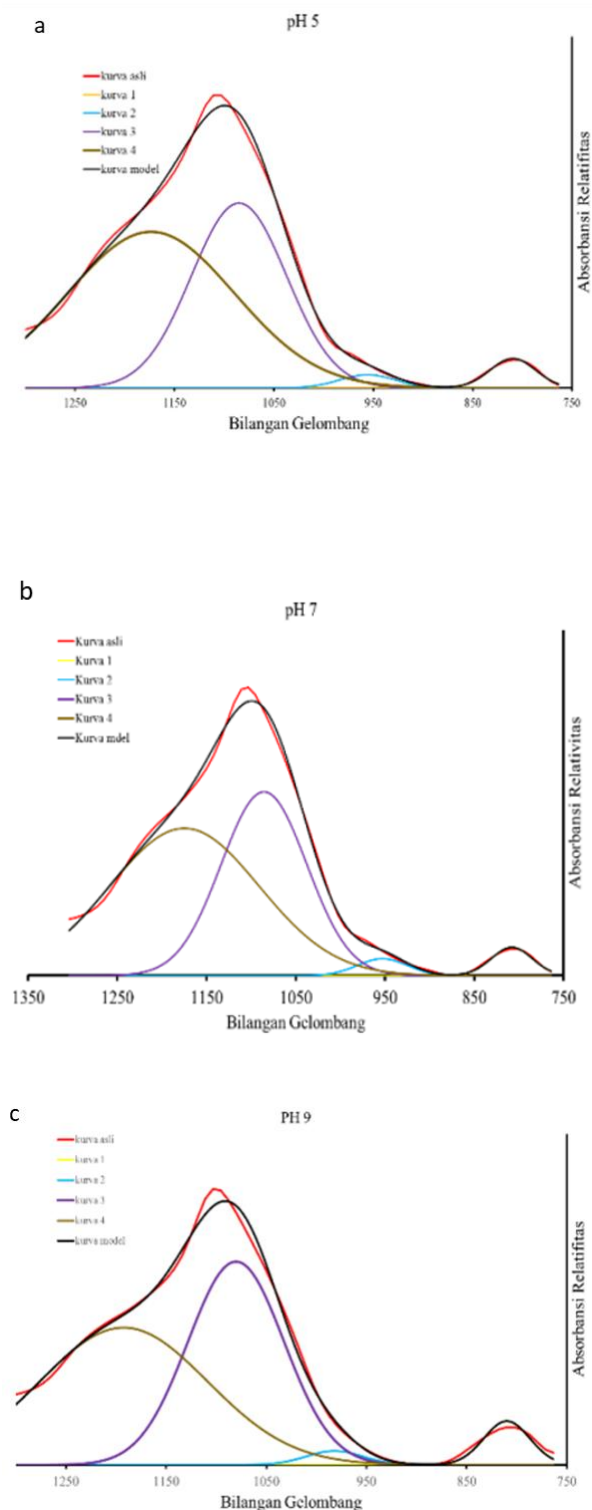


Gambar 1. Spektra IR dari sampel silika

Gambar 1 menunjukkan bahwa ketiga sampel yaitu pH 5, pH 7, dan pH 9 merupakan silika karena dari ketiga hasil spektra terdapat gugus silanol dan gugus siloksan yang merupakan gugus fungsi utama dari silika. Berikut interpretasi hasil spektra IR yang diperoleh.

Tabel 2. Interpretasi spektra IR

Bilangan gelombang (cm ⁻¹)			Gugus fungsi
pH 5	pH 7	pH 9	
470,63	470,63	470,63	Vibrasi tekuk = Si-O-Si =
810,10	802,39	810,10	Vibrasi ulur simetri = Si-O-Si =
955,86	952,985	981,963	Vibrasi ulur Si-O dari Si-OH
1103,28	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	3448,72	3448,72	Vibrasi ulur O-H dari H ₂ O

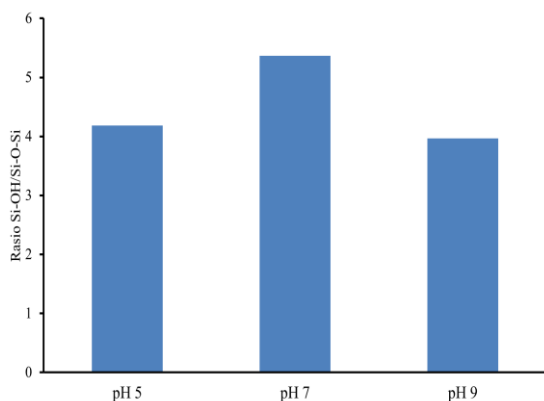


Gambar 2. Hasil Fityk sampel silika (a) pH 5 (b) pH 7 dan (c) pH 9

Selanjutnya dari **Gambar 2** dianalisis luas area dari puncak-puncak pada sampel silika pH 5, pH 7, dan pH 9. Hasil perbandingan luas area daerah gugus siloksan Si-O-Si (kurva 3) dan silanol Si-OH (kurva 2) dari masing-masing sampel disajikan pada **Tabel 3** dan **Gambar 3**.

Tabel 3. Hasil olah fityk

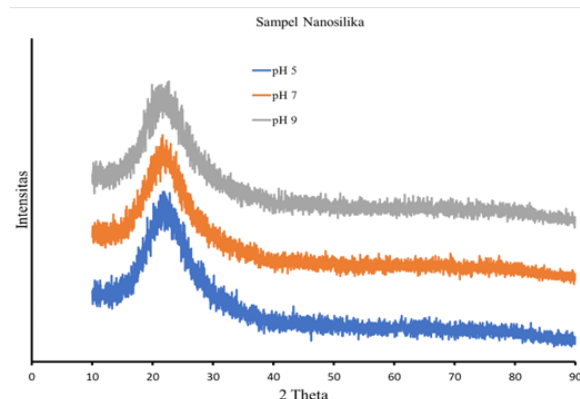
pH	Gugus silanol (Si-OH)	Gugus siloksan (Si-O-Si)	Rasio Si-OH/Si-O-Si
9	350,643	8848,16	3,96
7	410,716	7657,99	5,36
5	317,102	7583,98	4,18

**Gambar 3.** Diagram perbandingan rasio Si-OH / Si-O-Si

Dari **Gambar 3** perbandingan rasio gugus Si-OH/Si-O-Si untuk sampel silika pada pH 5, 7, dan 9 masing-masing sebesar 4,18; 5,36; dan 3,96. Pada gambar di atas terlihat bahwa terjadi kenaikan rasio gugus Si-OH/Si-O-Si dari pH yang semula basa yaitu pH 9 menjadi pH netral yaitu pH 7 lalu kembali turun saat pH menjadi asam yaitu pH 5. Hal ini menunjukkan titik rasio tertinggi dicapai pada pH netral yaitu pH 7 sehingga dapat disimpulkan bahwa pH 7 merupakan pH optimum karena dicapainya rasio tertinggi dari gugus Si-OH/Si-O-Si yang merupakan gugus utama dari silika.

3.4.2. X-Ray Diffraction (XRD)

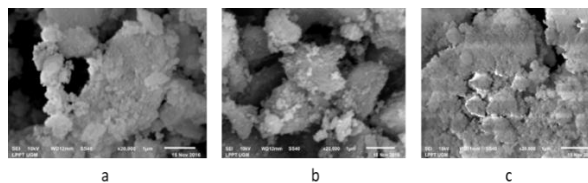
Berdasarkan hasil analisis XRD, dapat disimpulkan bahwa silika dari abu sekam padi berhasil disintesis. Hal ini ditunjukkan dengan terbentuknya struktur yang amorf pada silika hasil sintesis. Suatu sampel dapat dikatakan memiliki struktur yang amorf apabila menghasilkan pita difraksi yang melebar [12], sedangkan sampel dikatakan memiliki struktur yang kristalin bila menghasilkan pita difraksi tajam [13].

**Gambar 4.** XRD sampel silika pH 5, pH 7, dan pH 9

Gambar 4. menunjukkan ketiga sampel silika memiliki pita yang melebar dengan puncak $2\theta = 21-23^\circ$, atau mengindikasikan struktur silika yang berbentuk amorf. Dari ketiga sampel silika yaitu pH 5, pH 7, dan pH 9 tidak didapat perbedaan yang mencolok.

3.4.3. Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)

Analisis SEM-EDX bertujuan untuk mengetahui ukuran morfologi permukaan dan komposisi unsur dari silika hasil sintesis. Dari ukuran morfologi permukaannya dapat diketahui apakah nanosilika telah berhasil disintesis.

**Gambar 5.** Citra SEM sampel silika (a) pH 5 (b) pH 7 dan (c) pH 9

Suatu material dikatakan nanomaterial apabila memiliki diameter silinder dari skala 1 nm hingga 100 nm [14, 15]. Sehingga material dikatakan nanomaterial jika memiliki paling tidak salah satu dimensinya (panjang, lebar, atau tinggi) berukuran 1-100 nm [16]. Citra SEM pada **Gambar 5.** menunjukkan bahwa nanosilika berhasil disintesis dengan diperoleh ukuran morfologi permukaan sebagai berikut.

Tabel 4. Data ukuran morfologi silika

Sampel silika	Ukuran morfologi
pH 5	40-100 nm
pH 7	40-85 nm
pH 9	40-100 nm

Tabel 5. Data EDX

Sampel silika	% Massa Si	% Massa O	% Massa S	% Massa N
pH 5	44.92	49.98	0.98	4.12
pH 7	44.59	50.55	0.86	3.99
pH 9	48.37	51.63	-	-

Dari hasil EDX terlihat bahwa terdapat beberapa kandungan unsur pada sampel silika yaitu unsur Si, unsur O, Unsur S, dan Unsur N. Kandungan unsur dominan pada ketiga sampel silika ini yaitu unsur Si dan unsur O. Keberadaan unsur Si dan O berasal dari gugus siloksan (Si-O-Si) dan silanol (Si-OH). Dari **Tabel 5** menunjukkan bahwa sampel silika pada pH 9 memiliki persen massa Si dan O yang lebih besar dari sampel silika pada pH 5 dan pH 7. Hal ini mungkin terjadi akibat kurangnya waktu pemanasan dengan furnace pada perlakuan terakhir sehingga beberapa senyawa selain Si dan O masih tertinggal pada sampel silika pH 5 dan pH 7 [17].

4. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian, nanosilika berhasil disintesis dengan ukuran morfologi permukaan pada pH 5 yaitu 40 nm sampai 100 nm, pada pH 7 yaitu 40 nm sampai 85 nm, dan pada pH 9 yaitu 40 nm sampai 100 nm. Selain itu didapatkan juga rasio gugus Si-OH/Si-O-Si untuk pH 5, pH 7, dan pH 9 masing masing sebesar 4,18; 5,36; 3,96 serta didapat pH optimum dalam pembentukan nanosilika yaitu pada pH 7.

Daftar Pustaka

- [1] Rafiee, Ezzat, Shabnam Shahebrahimi, Mostafa Feyzi, Mahdi Shaterzadeh, Optimization of synthesis and characterization of nanosilica produced from rice husk (a common waste material), *International Nano Letters*, 2, 1, (2012), 1-8 <https://doi.org/10.1186/2228-5326-2-29>
- [2] C.D., Midhun Dominic, Sabura Begum P.M., J. Rani, J. Daisy, K. Prabith, E.P. Ayswarya, Synthesis, Characterization and Application of Rice Husk Nanosilica in Natural Rubber, *International Journal of Science, Environment, and Technology*, 2, 5, (2013), 1027-1035
- [3] Thuc, Chi Nhan Ha, Huy Ha Thuc, Synthesis of silica nanoparticles from Vietnamese rice husk by sol-gel method, *Nanoscale Research Letters*, 8, 1, (2013), 1-10 <https://doi.org/10.1186/1556-276X-8-58>
- [4] Noushad, Mohammed, Ismail Ab Rahman, Adam Husein, Dasmawati Mohamad, Abdul Rashid Ismail, A simple method of obtaining spherical nanosilica from rice husk, *International Journal on Advanced Science, Engineering and Information Technology*, 2, 2, (2012), 141-143 <http://dx.doi.org/10.18517/ijaseit.2.2.172>
- [5] Sarangi, M., P. Nayak, T.N. Tiwari, Effect of temperature on nano-crystalline silica and carbon composites obtained from rice-husk ash, *Composites Part B: Engineering*, 42, 7, (2011), 1994-1998 <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2011.05.026>
- [6] Yuvaakkumar, R., V. Elango, V. Rajendran, N. Kannan, High-purity nano silica powder from rice husk using a simple chemical method, *Journal of Experimental Nanoscience*, 9, 3, (2014), 272-281 <https://doi.org/10.1080/17458080.2012.656709>
- [7] Haslinawati, M.M., K.A. Matori, Z.A. Wahab, H.A.A. Sidek, A.T. Zainal, Effect of temperature on ceramic from rice husk ash, *International Journal of Basic & Applied Sciences*, 9, 9, (2009), 111-117
- [8] Della, Viviana Possamai, Ingeborg Kühn, Dachamir Hotza, Rice husk ash as an alternate source for active silica production, *Materials Letters*, 57, 4, (2002), 818-821 [https://doi.org/10.1016/S0167-577X\(02\)00879-0](https://doi.org/10.1016/S0167-577X(02)00879-0)
- [9] Katsuki, Hiroaki, Sachiko Furuta, Takanori Watari, Sridhar Komarneni, ZSM-5 zeolite/porous carbon composite: conventional-and microwave-hydrothermal synthesis from carbonized rice husk, *Microporous and Mesoporous Materials*, 86, 1, (2005), 145-151 <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2005.07.010>
- [10] Iler, Ralph K., Silica Gels and Powders, in: *The Chemistry of Silica: Solubility, polymerization, colloid and surface properties and biochemistry of silica*, John Wiley Sons, Inc., New York, 1979,
- [11] Scott, Raymond P. W., *Silica Gel and Bonded Phases: Their Production, Properties and Use In LC*, 1st ed., Wiley, New York, 1993,
- [12] Smallman, R. E., R. J. Bishop, Sriati Djaprie, *Metalurgi Fisik Modern dan Rekayasa Material*, Erlangga, Jakarta, 2000,
- [13] Surdia, Tata, Shinroku Saito, *Pengetahuan Bahan Teknik*, Pradnya Paramita, Jakarta, 1999.
- [14] Singh, Lok P., 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 <https://doi.org/10.1016/j.cis.2014.10.007>

- [15] Rafiee, Ezzat, Shabnam Shahebrahimi, Nano silica with high surface area from rice husk as a support for 12-tungstophosphoric acid: an efficient nano catalyst in some organic reactions, *Chinese Journal of Catalysis*, 33, 7, (2012), 1326-1333
[https://doi.org/10.1016/S1872-2067\(11\)60420-8](https://doi.org/10.1016/S1872-2067(11)60420-8)
- [16] Rahim, Mamdouh A. Abdel, Mohamed M. Ismail, Ahmed M. Abdel Mageed, Production of activated carbon and precipitated white nanosilica from rice husk ash, *International Journal of Advanced Research*, 3, 2, (2015), 491-498.
- [17] Gonçalves, M.R.F., C.P. Bergmann, Thermal insulators made with rice husk ashes: Production and correlation between properties and microstructure, *Construction and Building Materials*, 21, 12, (2007), 2059-2065
<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2006.05.057>