

Pengembangan Metode Daur Ulang Limbah Silika Fase Diam Kromatografi Untuk Kegiatan Praktikum Di Laboratorium

Rohmat Ismail^a, Kurniawanti^a, Sabur^a, Esti Prihatini^b

^a Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Pertanian Bogor

^b Departemen Hasil Hutan, Fakultas Kehutanan dan Lingkungan, Institut Pertanian Bogor, Bogor

Corresponding Author: kurniawanti@apps.ipb.ac.id

Received: 27nd September 2022; Revised: 09th January 2022; Accepted: 31th March 2023;
Available online: 28th July 2023; Published regularly: July 2023

Abstract

Silica is a laboratory waste that can damage the environment. The recycling of silica waste can minimize the amount of waste in the laboratory. The recycling process of silica gel waste consists of four stages, namely washing with methanol and acetone by maceration, sonication process with ultrasonic waves, heating with a furnace at a temperature of 600°C for 8 hours and characterization with UV and FTIR radiation. The results of characterization with UV radiation in various recycling treatments of silica gel waste can prove that the duration and number of washing repetitions have an effect on the success rate of recycling silica waste. This can be indicated by blemishes or black areas that are getting faded. The best recycling process based on characterization with UV lamps followed by the characterization process with FTIR. Based on the characterization results with UV radiation and FTIR, the best treatment for the recycling process of silica gel waste in this study is the treatment with a three time process of washing methanol and acetone within 6 hours in each washing stage.

Key Words : Waste, Silica gel, Recycling, FTIR, UV radiation

Abstrak

Silika merupakan salah satu limbah laboratorium yang dapat merusak lingkungan. Daur ulang limbah silika mampu meminimalisasi jumlah limbah di laboratorium. Proses daur ulang limbah silika gel terdiri dari empat tahapan yaitu pencucian dengan metanol dan aseton secara maserasi, proses sonikasi dengan gelombang ultrasonik, pemanasan dengan tanur pada suhu 600°C selama 8 jam dan karakterisasi dengan radiasi sinar UV dan FTIR. Hasil karakterisasi dengan radiasi sinar UV pada berbagai perlakuan daur ulang limbah silika gel dapat membuktikan bahwa lama dan jumlah ulangan pencucian berpengaruh terhadap tingkat keberhasilan daur ulang limbah silika. Hal tersebut dapat diindikasikan dengan noda atau area hitam yang semakin memudar. Perlakuan proses daur ulang terbaik berdasarkan karakterisasi dengan lampu UV dilanjutkan proses karakterisasinya dengan FTIR. Berdasarkan hasil karakterisasi dengan radiasi sinar UV dan FTIR perlakuan terbaik untuk proses daur ulang limbah silika gel pada penelitian ini adalah pada perlakuan dengan proses tiga kali pencucian metanol dan aseton dalam waktu 6 jam dalam setiap tahap pencucian

Kata Kunci : Limbah, Silika gel, Daur ulang, FTIR, Radiasi UV

PENDAHULUAN

Salah satu bahan adsorben atau fase diam yang digunakan dalam proses kromatografi kolom maupun lapis tipis adalah silika gel (Bawazeer et al., 2012). Silika gel ini merupakan bahan penting karena sifatnya yang inert, hidrofilik, dan mempunyai kestabilan termal dan mekanik yang tinggi serta realtif tidak mengembang pada pelarut organik jika dibandingkan dengan padatan resin polimer organik (Ke & Stroeve, 2005). Secara komersial silika gel memiliki harga yang cukup mahal dan semakin sulit

diperoleh. Seringkali, penggunaan silika dalam berbagai teknik kromatografi menjadi sumber limbah karena tidak dapat digunakan kembali akibat dari senyawa yang teradsorpsi kuat dalam silika dan dapat mencemari lingkungan. Sebagian besar negara di dunia mengkategorikan limbah silika termasuk dalam limbah kimia berbahaya (Thiemann *et al.*, 2018)

Kegiatan praktikum dan penelitian di Laboratorium Kimia Organik Departemen Kimia FMIPA IPB menggunakan silika gel untuk pemisahan senyawa bahan alam maupun senyawa organik hasil sintesis dengan metode kromatografi lapis tipis preparatif (KLTP). Tentunya hal tersebut menyebabkan jumlah limbah silika gel yang semakin banyak. Silika gel dapat dikategorikan menjadi limbah beracun dan tidak beracun tergantung pada bahan kimia yang diikatnya. Secara umum, gel silika saja tidak beracun, tetapi berubah menjadi berbahaya setelah diikat dengan senyawa beracun (Singh & Sudhakar, 2021). Limbah silika gel berbahaya bagi lingkungan dan kesehatan jika dibuang begitu saja tanpa adanya proses pengolahan limbah terlebih dahulu maka dari itu, sangat penting untuk memiliki metode yang hemat energi, nyaman, dan hemat biaya untuk pengolahan dan utilitas limbah silika. Silika gel dapat dimurnikan baik dengan perlakuan termal, kimia, dan fotokimia atau dengan menggunakan kombinasi ketiga metode tersebut (Thiemann *et al.*, 2019). Proses daur ulang limbah silika diharapkan mampu meminimalisasi jumlah limbah dan dapat digunakan kembali di laboratorium.

Penelitian mengenai proses regenerasi silika beberapa telah dilaporkan. Cahyono, *et al.* (2015) melaporkan bahwa proses regenerasi limbah silika gel kromatografi kolom pada pemurnian temulawak menggunakan pemanasan 600°C selama 6 jam. Hasil regenerasi tersebut menghasilkan data spektrum inframerah dan *X-ray* yang sama dengan silika gel baru. Selain itu, Thiemann *et al.*, (2018) juga melaporkan proses regenerasi silika kolom dengan pemanasan bertahap dari 300-600°C dan 600-300°C menghasilkan data *Scanning Electron Microscope (SEM)* dan permukaan *BET (Brunauer-Emmett-Teller)* yang tidak jauh berbeda dengan silika baru. Berdasarkan hasil penelitian sebelumnya tentang daur ulang silika, metode pemanasan masih meninggalkan residu bahan organik walaupun sudah dipanaskan selama 6 jam, maka dari itu pada penelitian ini menggunakan tahap pencucian dengan pelarut organik terlebih dahulu agar residu bahan organik dapat hilang tanpa pemanasan yang lama. Tahap pencucian menggunakan metode maserasi karena mudah dilakukan dengan alat sederhana dan tidak memerlukan proses pemanasan (Abubakar & Haque, 2020). Hal ini perlu dilakukan karena stabilitas silika fase diam kromatografi sangat dipengaruhi oleh suhu dan pH (Borges & Euerby, 2013). Penelitian ini dilakukan dengan tujuan untuk mengembangkan metode daur ulang limbah silika gel fase diam kromatografi dengan proses pencucian dan dilanjutkan dengan proses pemanasan sehingga dapat meminimalisasi jumlah limbah silika gel dari kegiatan praktikum di laboratorium.

BAHAN DAN METODE

Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan adalah limbah silika, metanol teknis dan aseton teknis yang telah 1 kali distilasi sebelum digunakan untuk proses pencucian, silika gel GF 254 (MERCK) untuk kromatografi lapis tipis dan kalium bromide (KBr) *Spectroscopy Grade* (MERCK). Alat yang digunakan adalah *hotplate stirrer*, tanur, sonikator, lampu UV dengan panjang gelombang 254 nm dan 366 nm (CAMAG), instrumen *Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR)* (BRUKER), dan alat-alat gelas penunjang lainnya.

Prosedur Penelitian

Proses daur ulang limbah silika gel terdiri dari empat tahapan yaitu pencucian limbah silika dengan metanol dan aseton secara maserasi (perbandingan massa silika dan volume pelarut adalah 1:5) (Hartanti & Theeravit, 2018), proses sonikasi dengan gelombang ultrasonik selama 1 jam setiap ulangan pencucian untuk setiap jenis pelarut, pemanasan dengan tanur pada suhu 600°C selama 8 jam (Thiemann *et al.*, 2018) dan karakterisasi dengan radiasi sinar UV dan alat FTIR pada rentang bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1}

(Waseem *et al.*, 2009). Variabel parameter waktu dan ulangan pencucian disesuaikan dengan kode perlakuan terhadap limbah silika gel yang akan didaur ulang (Tabel 1).

Tabel 1. Variabel parameter perlakuan daur ulang silika

Kode Perlakuan	Ulangan	Ulangan Pencucian Metanol	Ulangan Pencucian Aseton	Waktu Pencucian (jam)
A1	1	2	2	3
A2	2	2	2	3
B1	1	3	3	3
B2	2	3	3	3
C1	1	2	2	6
C2	2	2	2	6
D1	1	3	3	6
D2	2	3	3	6

HASIL DAN PEMBAHASAN

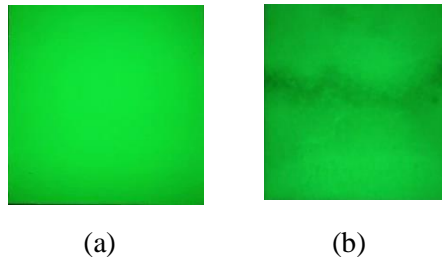
Proses daur ulang limbah silika gel yang merupakan limbah di laboratorium dapat dilakukan dengan metode yang sederhana yaitu proses pencucian dengan pelarut organik dan proses kalsinasi dengan tanur. Pelarut organik yang dipilih adalah metanol dan aseton melalui dua tahap pencucian. Pelarut metanol dipilih karena menurut Junaidi (2020), alkohol alifatik sampai dengan tiga atom karbon (propil), atau campurannya dengan air, merupakan pelarut dengan daya ekstraktif terbesar untuk semua bahan alam berbobot molekul rendah, seperti alkaloid, saponin, dan flavonoid yang merupakan residu yang menjadi pengotor pada limbah silika gel fase diam kromatografi. Pelarut aseton dipilih karena menurut Harvey (2000) aseton termasuk pelarut semipolar berdasarkan nilai indeks polaritasnya, maka dengan sifat semipolarnya tersebut dapat mengekstraksi residu senyawa baik yang bersifat polar maupun nonpolar yang terdapat dalam limbah sampel silika gel.

Proses pencucian dengan pelarut organik dilakukan dengan metode maserasi dan bantuan alat sonikator agar proses pencucian lebih sempurna dengan adanya gelombang ultrasonik yang digetarkan pada wadah tempat pencucian. Selain itu juga, dengan pencucian menggunakan alat sonikator mampu menambah efektif proses pencucian karena alat sonikator mampu memecah senyawa polimer menjadi senyawa dengan bobot molekul rendah sehingga ketika dipanaskan senyawa organik berbobot molekul rendah mudah terdekomposisi (Sompech, Srion & Nuntiya, 2012). Tahapan selanjutnya yaitu proses kalsinasi yang dilakukan untuk mengubah silika gel menjadi bentuk oksidanya melalui reaksi penghilangan kisi hidroksi dan pembakaran residu senyawa organik menjadi bentuk karbon dioksida (Royani *et al.*, 2018). Tahapan terakhir adalah karakterisasi dengan radiasi sinar ultraviolet (UV) dan instrumen Spektrofotometer *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*. Tahapan karakterisasi ini sangat penting untuk mengetahui tingkat keberhasilan proses daur ulang limbah silika yang telah dikerjakan berdasarkan variasi perlakuan ulangan dan waktu pencucian

Karakterisasi Dengan Radiasi Sinar UV

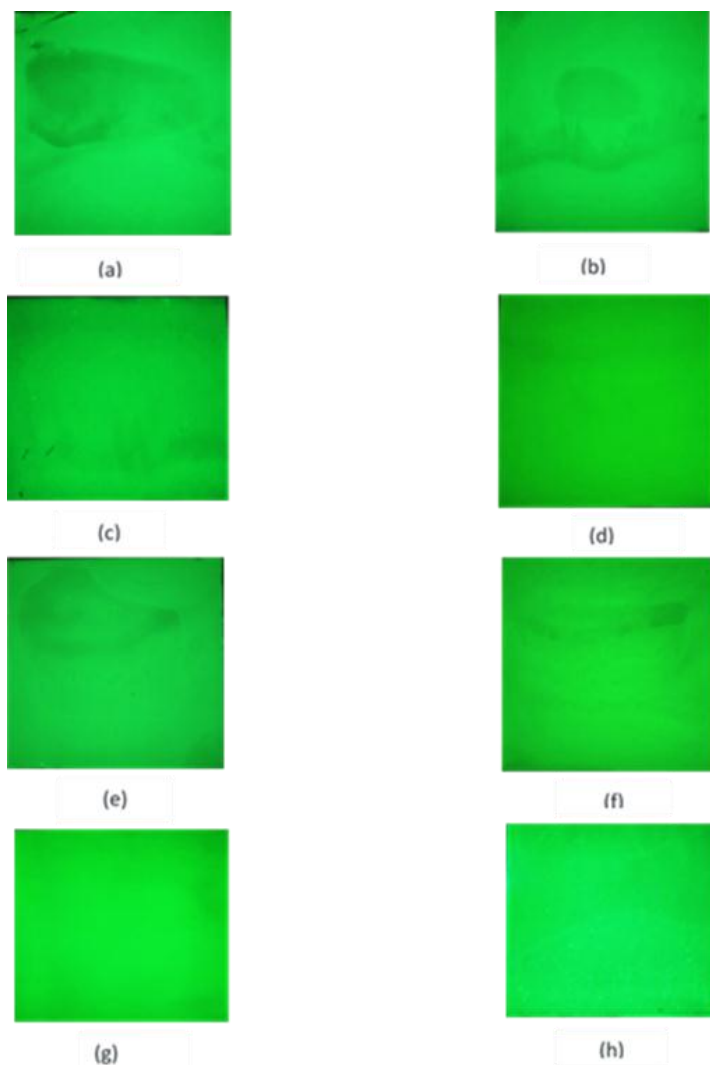
Tahapan karakterisasi dengan radiasi sinar UV dilakukan sebagai tahap awal proses karakterisasi karena hasil pada tahap karakterisasi ini dijadikan sebagai acuan untuk karakterisasi dengan instrumen lain yang lebih tinggi tingkat akurasi dan ketelitiannya. Jika hasil karakterisasi dengan sinar UV ini menunjukkan hasil yang bagus dengan indikasi tidak munculnya noda atau area yang hitam, maka dapat

dilanjutkan karakterisasi dengan instrumen lain seperti *FTIR*. Hal ini dilakukan agar sampel silika daur yang dipilih untuk dikarakterisasi lebih lanjut adalah sampel silika yang terbaik tingkat keberhasilan daur ulangnya sehingga lebih efisien dalam penggunaan biaya, waktu dan bahan kimia. Menurut Harvey (2003) noda atau area hitam dapat muncul karena adanya senyawa organik yang terikat kuat pada silika gel. Senyawa organik ini memiliki gugus kromofor dan gugus aoksokrom yang dapat menyerap radiasi sinar UV dengan kuat sedangkan pada silika gel yang ditambahkan senyawa fluoresens menjadi berpendar



Gambar 1. Hasil radiasi sinar UV (a) standar silika gel produk Merck (b) sampel limbah silika gel

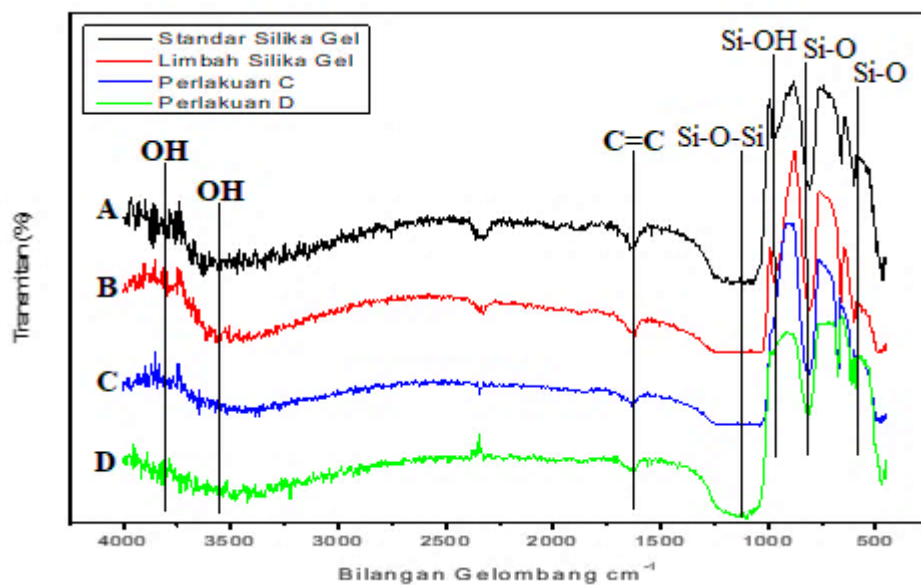
Berdasarkan hasil radiasi sinar UV terhadap standar silika gel produk merk dan sampel limbah silika gel (Gambar 1) dapat dilihat bahwa pada standar silika gel terlihat tanpa noda dan berfluoresens warna hijau terang sedangkan pada sampel limbah silika gel terlihat begitu banyak noda dan area hitam akibat dari banyaknya residu senyawa organik yang terikat kuat pada silika gel. Berdasarkan hasil radiasi sinar UV pada berbagai perlakuan daur ulang limbah silika gel (Gambar 2) dapat dilihat bahwa lama dan jumlah ulangan pencucian berpengaruh terhadap tingkat keberhasilan daur ulang limbah silika. Hal tersebut dapat diindikasikan dengan noda atau area hitam yang semakin memudar. Hasil indentifikasi pada hasil radiasi sinar UV silika gel perlakuan C dan D yang mendekati standar silika gel, membuat sampel silika gel perlakuan ini dilanjutkan proses karakterisasinya dengan *FTIR*



Gambar 2. Hasil radiasi sinar UV (a) perlakuan A1 (b) perlakuan A2 (c) perlakuan B1 (d) perlakuan B2 (e) perlakuan C1 (f) perlakuan C2 (g) perlakuan D1 (h) perlakuan D1

Karakterisasi dengan Spektrofotometer *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)

Pengujian kualitas silika gel hasil daur ulang menggunakan alat FTIR bertujuan untuk melihat adanya gugus fungsi yang sesuai dengan standar silika gel. Gugus fungsi tersebut dapat diidentifikasi pada spektrum IR silika gel standar (Gambar 3a) dan hasil interpretasi gugus fungsinya sesuai dengan puncak yang muncul pada spektrum IR. Berdasarkan hasil interpretasi dapat diketahui bahwa gugus fungsi yang muncul yaitu hidroksi (OH), siloksan (Si-O-Si), silanol (Si-OH), dan silikon oksida (Si-O). Hasil ini dapat dijadikan sebagai acuan untuk mengetahui tingkat keberhasilan proses daur ulang pada perlakuan C dan D (Tabel 2). Hasil pengujian pada sampel limbah silika gel menunjukkan adanya gugus fungsi lain setelah dibandingkan dengan gugus fungsi yang teridentifikasi pada standar silika gel



Gambar 3. Spektrum inframerah (a) standar silika gel dari Merck (b) sampel limbah silika gel (c) sampel limbah silika gel dengan perlakuan C (d) sampel limbah silika gel dengan perlakuan D

Gugus fungsi tersebut adalah gugus fungsi hidroksi (OH) yang terikat dalam bentuk suatu senyawa (*internally bonded*) dan gugus fungsi alkena (C=C) yang berasal dari ikatan rangkap senyawa aromatik. Gugus fungsi ini dapat muncul dalam spektrum IR limbah silika (Gambar 3b) karena berdasarkan riwayat penggunaannya, limbah silika gel merupakan fase diam pada proses pemisahan senyawa flavon hasil sintesis di Laboratorium Kimia Organik Departemen Kimia FMIPA IPB. Hasil pengujian pada sampel limbah silika gel dengan perlakuan C menunjukkan masih tersisanya gugus fungsi hidroksida (OH) yang terikat dalam suatu bentuk senyawa (*internally bonded*), munculnya gugus hidroksi (OH) yang terikat dalam bentuk suatu polimer serta hilangnya gugus silanol (Si-OH) (Gambar 3c). Hal ini dapat terjadi karena proses pencucian yang belum sempurna untuk menghilangkan residu bahan organik sehingga muncul gugus hidroksi yang terikat dalam suatu bentuk senyawa.

Hasil uji pada sampel limbah silika gel dengan perlakuan D menunjukkan hilangnya gugus fungsi hidroksida (OH) yang terikat dalam suatu bentuk senyawa (*internally bonded*), munculnya gugus hidroksi (OH) yang terikat dalam bentuk suatu polimer serta hilangnya gugus silanol (Si-OH) (Gambar 3d). Hal ini dapat terjadi karena proses pencucian yang lebih sempurna dari perlakuan C untuk menghilangkan residu bahan organik sehingga tidak muncul puncak gugus hidroksi yang terikat dalam suatu bentuk senyawa. Pada proses perlakuan C dan D hilangnya gugus silanol terjadi karena menurut Shokri et al., (2009) terjadi reaksi kalsinasi saat proses pemanasan dengan tanur sehingga kisi hidroksi pada gugus silanol menjadi hilang serta terjadi proses sintering

Tabel 2. Hasil interpretasi dan perbandingan spektrum IR sampel silika gel hasil daur ulang

Bilangan Gelombang (cm-1)	Gugus Fungsi	Sampel Uji			
		Standar Silika Gel	Limbah Silika Gel	Limbah Silika Gel Perlakuan	Limbah Silika Gel Perlakuan
				C	D
3421-3223	-OH	√	√	√	√
1621	C=C	x	√	x	x
1125	Si-O-Si	√	√	√	√
974	Si-OH	√	√	x	x
808	Si-O	√	√	√	√
600-660	Si-O	√	√	√	√

*(Coates, 2006; Shokri *et al.*, 2009), Ket: √ : terdeteksi, x: tidak terdeteksi

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil karakterisasi dengan radiasi sinar UV dan FTIR perlakuan terbaik untuk proses daur ulang limbah silika gel pada penelitian ini adalah pada perlakuan D yaitu dengan proses tiga kali pencucian dengan metanol dan aseton dalam waktu 6 jam dalam setiap tahap pencucian

UCAPAN TERIMA KASIH

Peneliti mengucapkan terimakasih kepada Departemen Kimia FMIPA IPB University dan Direktorat Sumberdaya Manusia IPB University (Hibah Penelitian Jabatan Fungsional IPB No.5277/IT3.D4/KP.02.02/2020) atas dukungannya untuk pelaksanaan penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Abubakar, A. R. and Haque, M. (2020) 'Preparation of Medicinal Plants: Basic Extraction and Fractionation Procedures for Experimental Purposes.', *Journal of pharmacy & bioallied sciences*. India, 12(1), pp. 1–10. doi: 10.4103/jpbs.JPBS_175_19.
- Bawazeer, Saud *et al.* (2012) 'A comparison of the chromatographic properties of silica gel and silicon hydride modified silica gels', *Journal of chromatography. A*, 1263, pp. 61–67. doi: 10.1016/j.chroma.2012.09.005.
- Borges, E. M. and Euerby, M. R. (2013) 'An appraisal of the chemical and thermal stability of silica based reversed-phase liquid chromatographic stationary phases employed within the pharmaceutical environment', *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 77, pp. 100–115. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jpba.2013.01.013>.
- Cahyono, B. *et al.* (2015) 'Regenerated silica gel as stationary phase on vacuum column chromatography to purify temulawak's extracts', in *AIP Conference Proceedings*. doi: 10.1063/1.4938376.
- Coates, J. (2006) 'Interpretation of Infrared Spectra, A Practical Approach', in *Encyclopedia of Analytical Chemistry*. doi: 10.1002/9780470027318.a5606.
- Hart, H. *et al.* (2011) *Organic Chemistry: A Short Course*. Cengage Learning. Available at: <https://books.google.co.id/books?id=JasIAAAAQBAJ>.
- Hartanti, D. and Theeravit, J. (2018) 'Ekstraksi Kayu Artocarpus lakoocha: Pengaruh Metode Dan Rasio Bahan Tumbuhan-Penyari Terhadap Rendemen Ekstraksi', *PHARMACY: Jurnal Farmasi Indonesia (Pharmaceutical Journal of Indonesia); Jurnal Pharmacy, Vol. 15 No. 01 Juli 2018*. doi: 10.30595/pharmacy.v15i1.2813 .
- Harvey, D. (2000) *Modern Analytic Chemistry, The McGraw-Hill Companies*. doi: 10.1136/jcp.30.1.93-a.
- Junaidi, L. (2020) *Teknologi ekstraksi bahan aktif alami*. PT Penerbit IPB Press. Available at: <https://books.google.co.id/books?id=j0dgEAAAQBAJ>.

- Ke, Y. C. and Stroeve, P. (2005) *Polymer-Layered Silicate and Silica Nanocomposites*. Elsevier Science. Available at: <https://books.google.co.id/books?id=gPclc5cbtmIC>.
- Royani, A., Sulistiyono, E. and Sufiandi, D. (2018) 'Pengaruh Suhu Kalsinasi Pada Proses Dekomposisi Dolomit', *Jurnal Sains Materi Indonesia*, 18(1). doi: 10.17146/jsmi.2016.18.1.4186.
- Shokri, B., Firouzjah, M. A. and Hosseini, S. I. (2009) 'FTIR analysis of silicon dioxide thin film deposited by metal organic-based PECVD', *Proceedings of 19th International Plasma Chemistry Society*. doi: www.ispc-conference.org.
- Singh, A. K. and Sudhakar, V. (2021) 'Highly efficient method of utilizing waste silica hazards', *Process Safety and Environmental Protection*, 153, pp. 239–248. doi: <https://doi.org/10.1016/j.psep.2021.07.007>.
- Sompech, S., Srion, A. and Nuntiya, A. (2012) 'The Effect of Ultrasonic Treatment on the Particle Size and Specific Surface Area of LaCoO₃', *Procedia Engineering*, 32, pp. 1012–1018. doi: <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2012.02.047>.
- Thiemann, T. *et al.* (2018) *Our Experience of Using Thermally Recycled Silica Gel in a Teaching and Small Research Laboratory Setting*, *Proceedings*. doi: 10.3390/ecsoc-22-05696.
- Thiemann, T. *et al.* (2019) *Adsorption of Model Dyes on Recycled Silica Gel*, *Proceedings*. doi: 10.3390/ECWS-4-06439.
- Waseem, M. *et al.* (2009) 'Synthesis and characterization of silica by sol-gel method', *J. Pak. Mater. Soc.*, 3, pp. 19–21