

PEMBUATAN DAN KARAKTERISASI SULFONAT TERIMPREGNASI PADA SILIKA DARI ABU SEKAM PADI (*RICE HUSK ASH*)

MANUFACTURE AND CHARACTERIZATION SULFONATE IMPREGNATED ON SILICA FROM RICE HUSK ASH

Nirwanto Pasuluran*, Erwin dan Noor Hindryawati

Jurusan Kimia FMIPA Universitas Mulawarman

Jl. Barong Tongkok No. 4 Gn. Kelua Samarinda. Telp. 0541-749152

*Corresponding Author: nirwan_pasuluran@yahoo.co.id

ABSTRACT

Preparation of sulfonate silica as acid catalysha has been done with rice husk ash material using impregnation method. The process of making the catalyst was conducted on the extraction and impregnation. The results of the study were characterized using FT-IR spectrophotometer and SEM. Based on the FT-IR results there is vibration from the group S=O at a wavelength of 1069.73 cm^{-1} is and pores on the surface of the silica filled by molecules of $-\text{SO}_3\text{H}$

Keywords: *Silica, Rice Husk Ash, Impregnation*

PENDAHULUAN

Silika dapat dianggap sebagai senyawa silikon dioksida (SiO_2), yang dalam pemanfaatannya dapat dalam berbagai bentuk^[1] dan merupakan senyawa hasil polimerisasi dari asam silikat, dengan formula umum SiO_2 . Silika sebagai senyawa yang terdapat di alam berstruktur kristalin, sedangkan sebagai senyawa sintesis adalah amorf^[2].

Pemanfaatan bahan oksida misalnya silika (SiO_2) yang paling familiar dan komersial adalah bahan utama industri gelas dan kaca dan dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan sel surya^[3]. Selain itu juga, pemanfaatan silika dapat diaplikasikan dalam zeolit sintesis, katalis dan berbagai jenis komposit organik-anorganik^[4]

Modifikasi permukaan silika gel bertujuan untuk mengubah komposisi kimia pada permukaan. Salah satu cara modifikasi permukaan adalah dengan proses impregnasi. Dimana impregnasi berkaitan dengan adanya interaksi fisik antara bahan pemodifikasi dengan permukaan padatan, baik dengan cara memasuki pori padatan atau dengan interaksi adhesif^[2]. Pada umumnya modifikasi silika gel yang dilakukan melalui cara impregnasi dengan suatu senyawa organik seperti DMT (2,5-dimerkapto-1,3,4-tiadiazol), MBT (2-merkaptobenzotiazol) dan MBI (2-merkaptobenzoimidazol) telah banyak dilakukan yang menyatakan bahwa adsorpsi silika gel termodifikasi terhadap ion logam yang bersifat

sebagai asam lunak adalah cukup besar, sehingga logam yang ada dapat teradsorpsi^[5].

Proses modifikasi adalah mengubah gugus $-\text{Si}-\text{OH}$ menjadi $-\text{Si}-\text{OM}$, dimana M dapat berupa senyawa sederhana ataupun senyawa kompleks. Salah satu senyawa sederhana yang dapat memodifikasi permukaan silika yaitu H_2SO_4 ^[6]. Senyawa yang terbentuk disebut sebagai silika sulfonat, yaitu silika gel yang termodifikasi oleh gugus sulfonat. Modifikasi gugus sulfonat ini akan memperbanyak sisi aktif permukaan silika gel yang berupa gugus O^- ^[5]. Silika sulfat merupakan salah satu produk modifikasi silika gel dengan asam sulfat. Modifikasi ini dilakukan untuk memaksimalkan kerja silika gel khususnya untuk katalis heterogen dalam suasana asam^[6].

Salah satu hasil pertanian dengan jumlah yang cukup banyak dan belum maksimal pemanfaatannya adalah sekam padi^[7]. Sekam padi merupakan limbah pertanian yang jumlahnya melimpah di berbagai daerah di Indonesia namun pemanfaatannya belum begitu luas dan memiliki nilai ekonomis rendah seperti abu gosok, arang dan penyimpan telur^[8]. Abu sekam padi yang di dapat dari hasil pembakaran yang terkontrol pada suhu tinggi ($500-600^\circ\text{C}$) akan menghasilkan abu silika yang dapat dimanfaatkan untuk berbagai proses kimia^[1]. Salah satu yang perlu digali agar dapat meningkatkan nilai ekonomis dari sekam adalah kandungan silika (SiO_2) aktif dengan kadar cukup tinggi, yakni 94-96% dari abu sekam padi^[8]. Berdasarkan hasil penelitian yang

dilakukan yaitu kadar silika yang didapat dari ekstraksi abu sekam padi yaitu sebesar 50,97%^[1].

Berdasarkan penjelasan diatas maka dalam penelitian ini memfokuskan untuk mengekstrak silika dari abu sekam padi yang kemudian diimpregnasi dengan gugus sulfonat. Dalam penelitian ini juga akan mengkarakterisasi silika dan silika yang telah terimpregnasi sulfonat.

METODOLOGI PENELITIAN

Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah neraca analitik, batang pengaduk, spatula, oven, tiang statif, klem, *hot plate*, *magnetic stirrer*, gelas kimia, erlenmeyer, corong kaca, alat refluks

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan adalah sekam padi, H₂SO₄, HCl, NaOH, aquades.

Prosedur Penelitian

Preparasi Abu Sekam Padi

Sekam padi dicuci dengan air dan dikeringkan di bawah sinar matahari. 700 gram sekam padi kering direndam dalam larutan HCl 10 % pada temperatur 100 °C selama 2,5 jam setelah itu dikeringkan dan dibakar pada temperatur 850 °C selama 4 jam dalam *furnace* hingga menjadi abu. 108 gram abu dicuci dengan aquades sambil disaring dengan kertas *whatman* hingga nilai pH nya netral. Abu sekam dikeringkan dengan oven pada suhu 100 °C selama 2 jam.

Ekstraksi Silika Dari Abu Sekam Padi

Abu sekam padi sebanyak 30 gram dilarutkan ke dalam 200 mL larutan NaOH 10% ke dalam labu alas datar leher 3 sambil diaduk dengan *magnetic stirrer* dan dipanaskan pada suhu 70-80 °C selama 3 jam. Setelah itu larutan didinginkan selama semalam. Abu sekam padi disaring dengan kertas *whatman*. Filtrat ditambahkan sedikit demi sedikit larutan HCl 10 % (ditetesi hingga pH netral) dan endapan yang terbentuk selanjutnya disaring dengan kertas *whatman* sambil dibilas dengan aquades hingga pH netral. Endapan silika selanjutnya dikeringkan dalam oven pada suhu 110 °C selama 3 jam, kemudian ditimbang.

Pembuatan Silika Sulfonat

Pembuatan silika sulfonat dilakukan menggunakan metode impregnasi. 18 gram silika dimasukkan dalam labu alas datar leher 3 dan ditambahkan dengan H₂SO₄ 4 M sebanyak 200

mL, larutan diaduk dengan *magnetic stirrer* pada suhu 70-80 °C selama 2 jam, larutan disaring dengan kertas *whatman* dan endapan yang didapat dikeringkan, hasil yang didapat dianalisa FT-IR dan analisa SEM.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Preparasi Abu Sekam Padi

Pada penelitian ini menggunakan sekam padi sebagai bahan dasar untuk mendapatkan silika. Pertama-tama sebanyak ± 700 gram sekam padi dibersihkan dari kotoran-kotoran seperti batuan, tanah, daun, bekatul, maupun ranting-ranting dan dicuci dengan air untuk menghilangkan kotoran yang dapat larut dalam air. Sekam yang sudah bersih dan kering kemudian dicuci dengan HCl 10 % pada temperatur 100 °C selama 2,5 jam dengan metode refluks. Pencucian dengan HCl 10 % dilakukan dengan tujuan untuk menghilangkan komponen-komponen anorganik yang terdapat dalam sekam padi. Selain untuk menghilangkan komponen-komponen anorganik, pencucian dengan HCl 10 % juga bertujuan untuk memperoleh abu sekam padi yang lebih putih atau lebih bersih. Sekam padi yang telah dibersihkan dan dikeringkan kemudian dibakar untuk menghasilkan arang sekam. Pembakaran sekam ini bertujuan untuk mengurangi senyawa organik dalam sekam sehingga akan mempercepat proses pengabuan terhadap sekam padi yang akan dilakukan.

Arang sekam padi sebanyak ± 322 gram yang didapat kemudian diabukan didalam *furnace* pada temperatur 850 °C selama 4 jam. Proses pengabuan ini dilakukan untuk menghilangkan komponen-komponen organik yang masih ada sehingga diharapkan dapat diperoleh abu sekam padi dengan kandungan silika yang relatif lebih tinggi. Berdasarkan perlakuan diatas, abu sekam padi yang didapatkan yaitu sebanyak ± 108 gram dengan warna putih keabu-abuan.

Ekstraksi Silika Dari Abu Sekam Padi

Pada tahap ini, ekstraksi silika dari abu sekam padi dilakukan menggunakan metode refluks. Abu sekam padi sebanyak 30 gram diekstraksi menggunakan NaOH 10 % sebanyak 200 mL pada temperatur 70-80 °C selama 3 jam. Penggunaan NaOH 10 % adalah untuk menarik silika oksida yang terdapat didalam abu sekam padi sehingga terbentuk natrium silikat pada akhir proses ekstraksi tersebut.

Setelah terbentuk, natrium silikat berupa fase cair yang berwarna merah lembayung dan sedikit kental. Setelah itu, natrium silikat

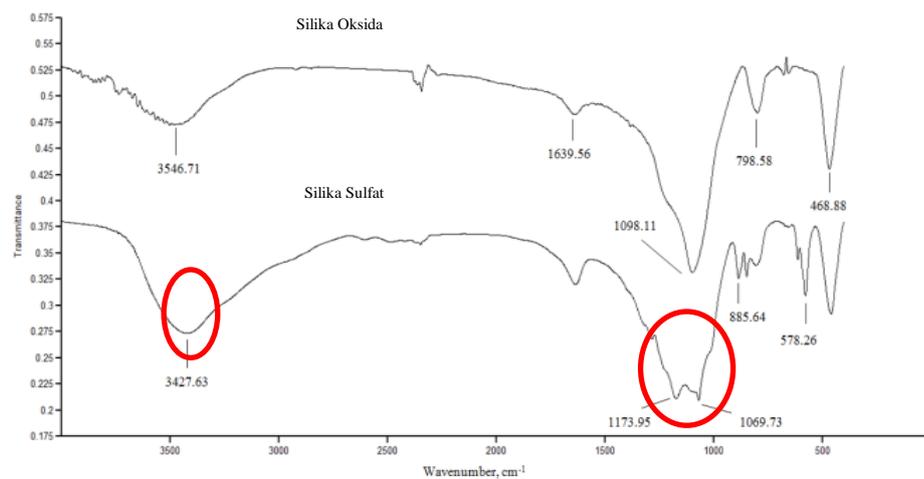
ditambahkan dengan HCl 10 % hingga mencapai pH dibawah pH 10 dikarenakan silika akan membentuk gel dibawah pH 10.

Silika gel yang terbentuk selanjutnya dikeringkan dalam oven pada temperatur 110 °C selama 3 jam dan didapatkan silika berupa bubuk berwarna putih cerah dengan berat sebesar 24 gram serta rendemen yang didapat yaitu 80 %.

Pembuatan Silika Sulfonat

Penambahan gugus H-SO₃ yang berasal dari H₂SO₄ diharapkan mampu memberikan suasana asam pada silika yang dapat digunakan sebagai katalis asam heterogen. Secara fisik masuknya gugus H-SO₃ pada pori-pori silika dapat dilihat dengan bertambahnya berat dari silika.

Untuk memastikan masuknya gugus H-SO₃ pada pori-pori dari silika dapat dilihat dari hasil analisa FT-IR. Berikut spektrum FT-IR dari silika dan silika sulfonat.

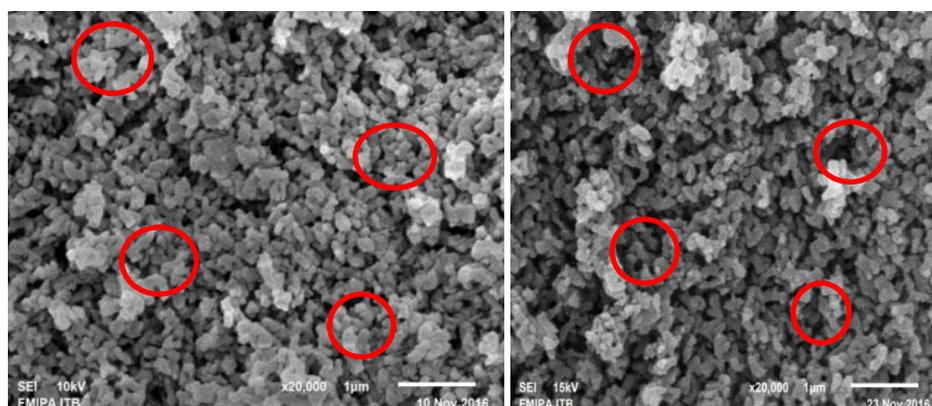


Gambar 1. Spektrum FT-IR silika dan silika sulfonat

Hasil karakteristik data spektrum FT-IR memberikan informasi adanya puncak serapan yang terdapat pada daerah bilangan gelombang 3427,63 cm⁻¹ yang menandakan adanya vibrasi *stretching* gugus hidroksil (-OH). Serapan pada daerah bilangan gelombang 1173,95 cm⁻¹ merupakan vibrasi dari gugus Si-O dan daerah bilangan gelombang 1069,73 cm⁻¹ yang merupakan vibrasi dari gugus S=O. Terlihat

perbedaan antara hasil analisa spektro FT-IR dari silika dan silika sulfonat dimana pada hasil FT-IR silika sulfonat terdapat vibrasi dari gugus Si-O , sehingga pada bilangan gelombang tersebut berhimpit dengan gugus S=O.

Hasil analisa FT-IR diatas juga diperkuat dengan adanya hasil analisa SEM pada silika dan silika sulfonat untuk melihat morfologi dari silika yang dapat dilihat pada gambar 2.



(a) (b)

Gambar 2. (a). SEM Silika (b). SEM Silika Sulfonat

Gambar 2 bagian (a) menunjukkan bahwa silika memiliki pori-pori pada permukaannya dimana pori-pori tersebut menjadi jalan bagi molekul-molekul asing yang memiliki ukuran lebih kecil untuk masuk kestruktur silika. Pada gambar 2 bagian (b) menunjukkan bahwa penambahan H_2SO_4 menyebabkan ukuran dan volume pori dari silika menjadi berkurang. Hasil dari proses impregnasi silika berupa serbuk berwarna putih kecoklatan dengan berat sebesar 28 gram.

KESIMPULAN

Dari data analisa FT-IR dan SEM dapat disimpulkan bahwa proses impregnasi telah berhasil dilakukan dengan adanya serapan pada daerah bilangan gelombang $1069,73\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan gugus S=O pada analisa FT-IR dan pada analisa SEM menunjukkan perbedaan pada silika yang telah terimpregnasi dimana silika yang telah terimpregnasi permukaannya menjadi lebih padat dan memiliki pori-pori yang lebih kecil karena telah terisi oleh molekul-molekul sulfonat.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Agung, G.F., Muhammad, R.H & Primata, M 2013. Ekstraksi Silika dari Abu Sekam Padi Dengan Pelarut KOH. *Jurnal Teknik Kimia*. Universitas Lambung Mangkurat.
- [2] Sulastri, S& Kristianingrum, S. 2010. Berbagai Macam Senyawa Silika : Sintesis, Karakterisasi dan Pemanfaatan. *Jurnal Kimia*. Yogyakarta : UNY.
- [3] Hadi, S & Triwikantoro. 2011. Sintesis Silika Berbasis Pasir Alam Bancar Menggunakan Metode Kopresipitasi. *Jurnal Jurusan Fisika*. Vol. 7 No.2.
- [4] Suka, I.G., Simanjuntak, W & Sembiring, S. 2008. Karakteristik Silika Sekam Padi dari Provinsi Lampung Yang Diperoleh Dengan Metode Ekstraksi. Lampung : Universitas Lampung.
- [5] Azmiyawati, C. 2004. Modifikasi Silika Gel Dengan Gugus Sulfonat Untuk Meningkatkan Kapasitas Adsorpsi Mg(II). Semarang : Universitas Diponegoro.
- [6] Salman, M.N. 2015. Preparasi Katalis Silika Sulfat dari Abu Sekam Padi dan Uji Katalitik Pada Reaksi Transesterifikasi Gliserol Dengan Anhidrida Asam Asetat. *Jurnal Teknik Kimia*. Vol. 15. No. 4.
- [7] Purwaningsih, D. 2009. Adsorpsi Multi Logam Ag(I), Pb(II), Cr(III), Cu(II) dan Ni(II) Pada Hibrida Etilendiamino-Silika dari Abu Sekam Padi. *Jurnal Penelitian Saintek*. UNY. Vol. 14.
- [8] Sembiring, S & Karo-karo, P. 2007. Pengaruh Suhu Terhadap Karakteristik Termal dan Mikrostruktur Silika Sekam Padi. Bandar Lampung : Universitas Lampung.