

MODIFIKASI SILIKA GEL DARI ABU SEKAM PADI DENGAN LIGAN DIFENILKARBAZON

I Wayan Sudiarta, Ni Putu Diantariani dan Putu Suarya

Jurusan Kimia FMIPA Universitas Udayana, Bukit Jimbaran, Bali

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian mengenai sintesis silika gel dari abu sekam padi termodifikasi ligan difenilkarbazon. Penelitian ini meliputi sintesis silika gel dari abu sekam padi, penentuan rasio ligan/silika gel optimum dan waktu optimum modifikasi silika gel.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa silika gel telah berhasil dibuat dari abu sekam padi, didukung oleh hasil karakterisasi spektra IR dimana muncul serapan gugus silanol (Si-OH) pada daerah bilangan gelombang 830-910 cm^{-1} , serapan gugus -OH muncul pada bilangan gelombang 3400-3500 cm^{-1} dan gugus siloksan (Si-O-Si) pada bilangan gelombang 1096 cm^{-1} . Modifikasi silika gel dengan difenilkarbazon telah berhasil dilakukan, ditunjukkan oleh hasil karakterisasi spektra IR dimana selain muncul serapan gugus silanol pada 830-910 cm^{-1} , gugus siloksan pada 1096 cm^{-1} , juga muncul gugus N-H pada 3330 cm^{-1} , gugus aromatik Ar-H pada 3242 cm^{-1} , dan gugus C=O di 1660 cm^{-1} . Rasio ligan/silika gel dan waktu optimum modifikasi terjadi pada rasio ligan /silika gel 0,5 mmol:0,5 g atau rasio 1mmol:1g dengan waktu modifikasi 4 jam.

Kata kunci : abu sekam padi, silika gel, modifikasi, difenilkarbazon

ABSTRACT

Modification of silica gel from rice husk ash by diphenylcarbazone ligand have been conducted. This study included synthesis of silica gel from rice husk ash, determination of the optimum ratio of ligand/silica gel, optimum time of silica gel modification

The results showed that the modification of silica gel from rice husk ash with diphenylcarbazone has been successfully synthesized, indicated by appearance of characteristic absorbances of Si-O-Si, Si-OH, -NH, Ar-H, C=O functional groups on the infra red spectra at 1096, 910-830, 3330, 3242, cm^{-1} , and 1660 cm^{-1} , respectively. The optimum of ligand/silica is 0,5 mmol : 0,5 g or 1mmol ligand 1g silica gel, with the modification time of 4 hours.

Keywords : rice husk ash, silica gel, modification, diphenylcarbazone

PENDAHULUAN

Sekam padi merupakan lapisan terluar dari padi yang merupakan hasil samping dari penggilingan padi bersama-sama dengan dedak dan bekatul. Kandungan sekam padi biasanya sekitar 16-24% dari berat padi kering. Komposisi ini bervariasi antara satu dengan yang lain, hal ini disebabkan oleh perbedaan varietas, latar belakang agronomi, daerah dan cuaca

penyediaan contoh serta metode analisisnya (Winarno, 1985). Abu sekam padi merupakan hasil pembakaran limbah sekam padi. Abu sekam padi banyak digunakan sebagai sumber silika dalam sintesis silika gel. Beberapa penelitian yang telah dilakukan (Enymia, 1998; Kalapathy, 2000; Nuryono, 2004) menunjukkan bahwa abu sekam padi mengandung silika (SiO_2) yang relatif tinggi yaitu 87-97%, oksida alkali dan alkali tanah. Berdasarkan hal tersebut, maka

dapat dimungkinkan untuk memanfaatkan silika dari abu sekam padi sebagai bahan dasar pembuatan material berbasis silika gel. Silika gel merupakan salah satu padatan anorganik yang mempunyai situs aktif gugus silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si) di permukaan serta sifat fisik seperti kestabilan mekanik, porositas dan luas permukaan. Adanya gugus -OH yang mampu membentuk ikatan hidrogen dengan gugus yang sama dari molekul yang lain menyebabkan silika dapat digunakan sebagai pengering dan fase diam pada kolom kromatografi atau adsorben untuk senyawa organik. Kamath dan Andrew (1998), telah melakukan sintesis dan karakterisasi silika gel dari abu sekam padi. Heru Harsono (2002), melakukan penelitian tentang pembuatan silika amorf dari limbah sekam padi. Nittaya dan Apinon (2008), telah melaporkan hasil penelitian tentang sintesis dan karakterisasi nanosilika dari abu sekam padi melalui metode presipitasi. Selektifitas dan kemampuan menyerap adsorbat dari silika gel dapat ditingkatkan melalui modifikasi permukaannya dengan senyawa kimia tertentu sesuai dengan tujuan yang diinginkan. Modifikasi silika dengan ligan 2-mercaptoimidazole untuk adsorpsi Cr(VI) telah dilaporkan oleh Budiman, *et. al* (2007), Mahmoud dan Al-Saadi (2007) telah melaporkan hasil penelitiannya mengenai sintesis silika gel termodifikasi difenilkarbazon untuk ekstraksi dan prekonsentrasi Cr(III) dan Fe(III).

Pada penelitian dilakukan sintesis silika gel dari abu sekam padi dan memodifikasinya dengan difenilkarbazon. Difenilkarbazon berperan sebagai ligan yang bersifat polidentat yang dapat menyumbangkan dua atau lebih pasangan elektron bebas dalam pembentukan ikatan dengan logam (Anonim, 2008).

MATERI DAN METODE

Bahan

Sekam padi kering yang diambil dari Kabupaten Tabanan Bali, natrium hidroksida p.a, asam sulfat p.a, akuades, difenilkarbazon p.a, toluena p.a, etanol p.a, dietil eter p.a, dan asam klorida p.a.

Peralatan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas, ayakan 250 μm dan 106 μm , cawan porselin, tanur, pengaduk magnet, neraca analitik, oven, desikator, kertas saring Whatman 42, pH meter, sentrifugasi, hot plate, Spektrofotometer IR, dan Spektrofotometer UV-Vis.

Cara Kerja

Penyiapan sekam padi dan pengabuan

Sekam padi yang sudah bersih dicuci dengan air, lalu dikeringkan di bawah sinar matahari, Sekam diabukan pada suhu 700°C selama 4 jam dalam tanur. Abu didinginkan, lalu digerus dalam cawan porselin sampai halus dan diayak dengan ayakan 250 μm , kemudian dicuci dengan HCl 4 M selama 3 jam dan dibilas dengan akuades sampai netral. Selanjutnya abu sekam padi yang telah bersih ini dioven pada temperatur 100 °C sampai kering (Aina, dkk., 2007).

Sintesis Silika Gel

Sebanyak 20 g abu sekam padi ditambah dengan 250 ml larutan NaOH 3 M dalam erlenmeyer bertutup 500 mL. Campuran dididihkan sambil diaduk dengan pengaduk magnet pada kecepatan konstan selama 1 jam lalu disaring dengan kertas saring Whatman 42, residu dicuci secara bertahap dengan 100 mL akuades mendidih. Filtrat didinginkan, kemudian dinetralkan dengan asam sulfat 1,0 M. Gel yang terbentuk didiamkan selama 18 jam. Gel yang terbentuk dihancurkan lalu disentrifugasi dengan kecepatan 2500 rpm, kemudian gel dicuci dengan akuades lalu disentrifugasi lagi. Gel kemudian dikeringkan pada suhu 70°C dalam oven sampai kering. Silika gel yang diperoleh kemudian digerus dan diayak dengan ayakan 250 μm dan 106 μm . Serbuk silika gel yang lolos dari ayakan 250 μm dan tertahan pada ayakan 106 μm disimpan dalam desikator (Kammath dan Proctor, 1998).

Modifikasi silika gel abu sekam padi dengan ligan difenilkarbazon

Sebanyak 0,12 g (0,5 mmol) difenilkarbazon dimasukkan ke dalam campuran 10 mL toluena dan 5 mL etanol kemudian diaduk

sampai difenilkarbazon larut sempurna. Sebanyak 0,5 g silika gel abu sekam padi dimasukkan kedalam larutan di atas, kemudian diaduk dengan pengaduk magnet selama 4 jam, lalu disaring, dicuci dengan 5 mL toluena, 5 mL etanol dan 5 ml dietil eter, kemudian dikeringkan pada 60°C dalam oven. Dengan cara yang sama dikerjakan untuk rasio mmol difenilkarbazon dengan silika gel yang lain yaitu 0,125; 0,24; 0,5; 1; dan 2 mmol/g. Jumlah ligan yang terserap pada silika gel dapat diketahui dengan pendekatan kehilangan berat melalui pemanasan Si-ligan pada 550°C selama 30 menit (Mahmoud, 2007).

Penentuan Waktu Optimum Modifikasi

Sebanyak 0,12 g (0,5 mmol) difenilkarbazon dimasukkan ke dalam campuran 10 mL toluena dan 5 mL etanol kemudian diaduk sampai difenilkarbazon larut sempurna. Sebanyak 0,5 g silika gel dimasukkan kedalam larutan di atas, kemudian diaduk dengan pengaduk magnet selama 2 jam, lalu disaring, dicuci dengan 5 mL toluena, 5 mL etanol dan 5 ml dietil eter, kemudian dikeringkan pada 60°C dalam oven. Dengan cara yang sama juga dikerjakan untuk variasi waktu pengadukan selama 2, 3, 4, 5, dan 6 jam. Jumlah ligan yang terserap pada silika gel dapat diketahui dengan pendekatan kehilangan berat melalui pemanasan Si-ligan pada 550°C selama 20 menit (Mahmoud, 2007).

Karakterisasi Gugus fungsi adsorben dengan IR

Sebanyak 0,5 g Abu sekam padi, silika gel tanpa modifikasi, silika gel termodifikasi difenilkarbazon, dan silika gel 60 (pembanding) digerus dengan cawan porselin sampai halus dan dikeringkan pada suhu 60°C dalam oven. Silika gel halus ini kemudian dianalisis dengan spektrofotometer IR dengan metode Pelet KBr. Spektra IR digunakan untuk mengidentifikasi apakah senyawa yang diharapkan sudah berhasil dibuat.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penyiapan sekam padi dan pengabuan

Pengabuan sekam padi pada suhu 700 °C menghasilkan abu berwarna putih dengan kadarabu sebesar 21, 76 %. Abu berwarna putih menandakan proses pengabuan berlangsung sempurna. Pencucuan abu sekam padi dengan asam klorida dimaksudkan untuk menghilangkan oksida-oksida logam yan ikut terbentuk pada proses pengabuan, seperti oksida logam alkali dan alkali tanah.

Sintesis Silka Gel

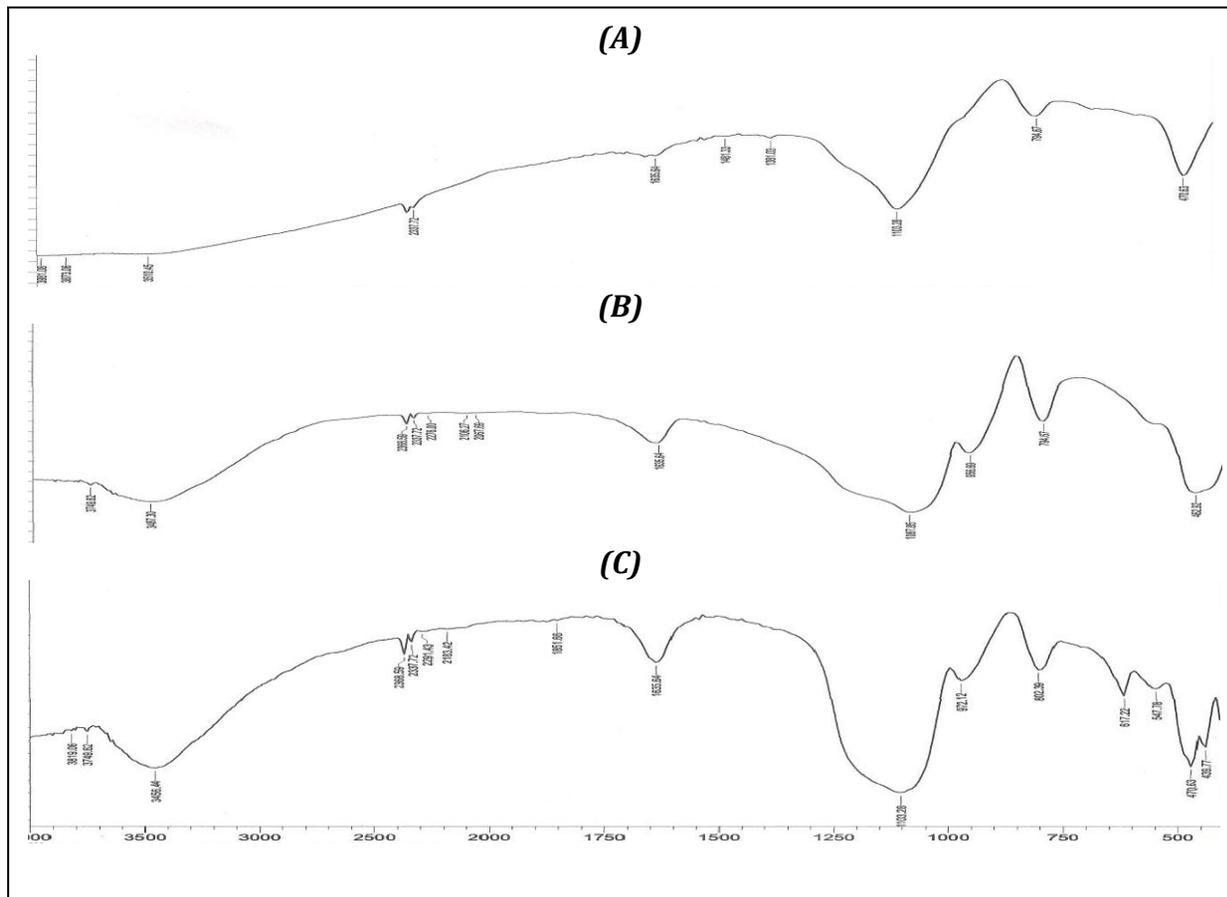
Silika yang terkandung dalam abu sekam membentuk larutan natrium silikat yang dapat dipisahkan dari campuran dengan penyaringan. Reaksi pembentukan natrium silikat adalah :



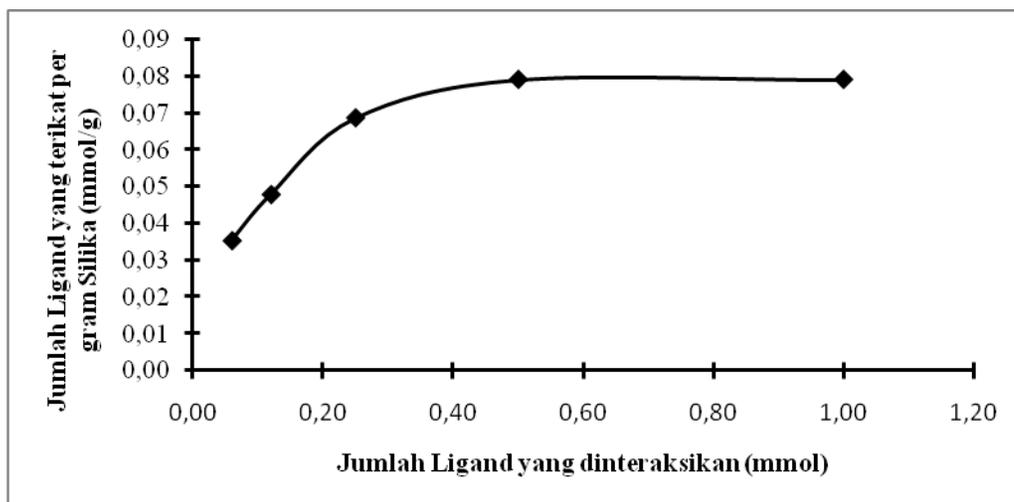
Penambahan asam sulfat pada filtrat rmenyebabkan anion silikat berubah menjadi silanol sehingga ketika silanol bereaksi dengan anion silikat kembali akan membentuk siloksan. Mekanisme ini akan terus berlanjut sampai terbentuk produk berupa silika gel (Dewi, 2005).

Sintesis silika gel telah berhasil dilakukan, yang dibuktikan dengan dengan membandingkan spektra IR senyawa hasil sintesis dengan silika gel pembanding (Silika Gel 60), seperti tercantum dalam Gambar 1.

Berdasarkan spektra (B) dan (C) pada Gambar 1, dapat diamati bahwa kedua spektra mempunyai pola yang mirip. Hasil analisis kedua spektra menunjukkan adanya serapan gugus silanol (Si-OH) pada bilangan gelombang 830-910 cm^{-1} , serapan gugus -OH pada 3400-3500 cm^{-1} dan gugus siloksan (Si-O-Si) pada daerah bilangan gelombang 1000-1100 cm^{-1} 1096 cm^{-1} , sehingga dapat disimpulkan bahwa silika gel telah berhasil dibuat dari abu sekam padi.



Gambar 1. Spektra IR dari (A) Abu sekam padi, (B) Silika gel 60 (pembanding), dan (C) Silika gel abu sekam padi



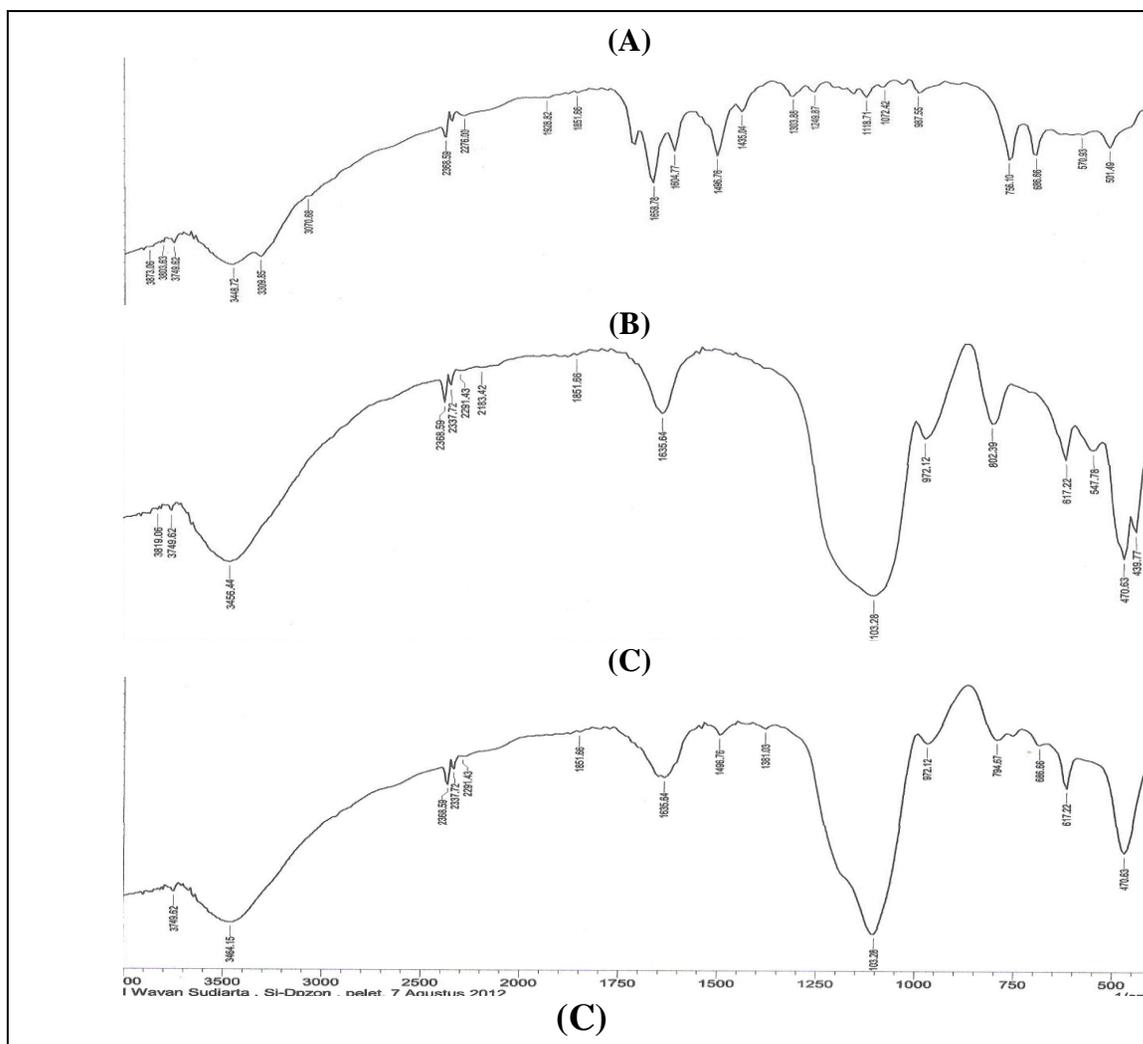
Gambar 2. Pengaruh jumlah ligan yang diinteraksikan terhadap jumlah ligan yang terserap pada silika gel

Modifikasi silika gel abu sekam padi dengan ligan Difenilkarbazon

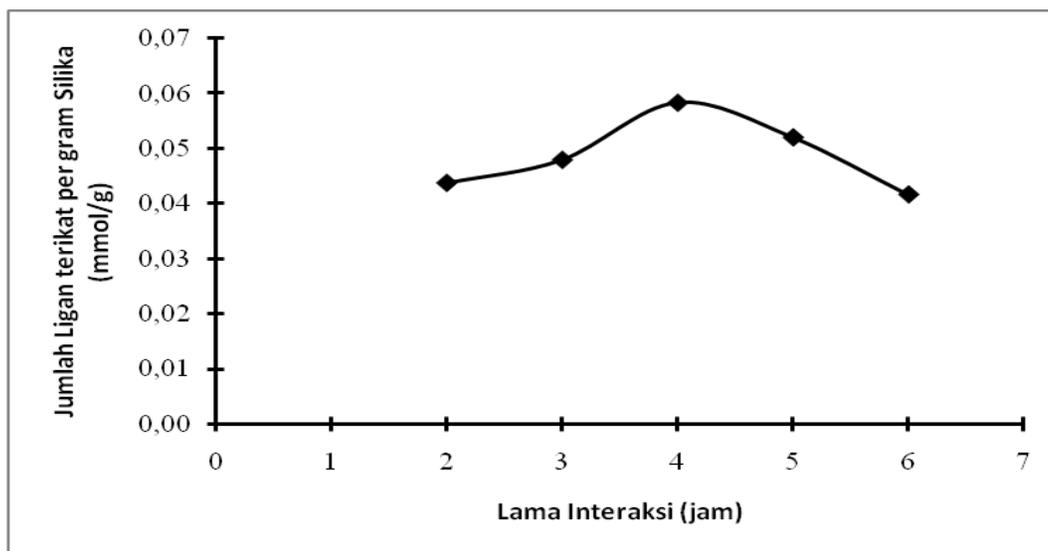
Variasi jumlah ligan yang diinteraksikan dengan silika pada modifikasi silika gel dilakukan untuk mendapatkan rasio ligan dan silika gel dari abu sekam padi yang optimum yaitu silika gel yang menyerap ligan secara maksimum. Rasio optimum untuk modifikasi silika gel dari abu sekam padi dengan ligan dapat diketahui dengan membuat grafik antara jumlah ligan yang diinteraksikan dengan jumlah ligan yang terikat pada silika gel dari abu sekam padi, seperti ditunjukkan pada Gambar 2.

Gambar 2 memperlihatkan bahwa jumlah difenilkarbazon yang terikat pada silika gel dari abu sekam padi meningkat seiring

dengan kenaikan jumlah mmol difenilkarbazon yang diinteraksikan hingga mencapai jumlah optimum yaitu pada 0,50 mmol/0,5 g silika gel (1mmol :1 g). Jumlah difenilkarbazon yang terikat pada titik optimumnya adalah 0,08 mmol/0,5 gram silika gel atau 0,16 mmol difenilkarbazon per gram silika gel. Hal ini menunjukkan bahwa sebelum titik optimum, peningkatan jumlah ligan yang diinteraksikan menyebabkan peningkatan jumlah ligan yang terserap. Sedangkan setelah titik optimum, peningkatan jumlah ligan yang diinteraksikan tidak menyebabkan peningkatan yang signifikan jumlah ligan yang terikat, hal ini kemungkinan terjadi karena silika gel sudah jenuh pada titik optimum.



Gambar 3. Spektra IR (A) Ligan difenilkarbazon, (B) Silika gel abu sekam padi, (C) silika gel abu sekam padi termodifikasi difenilkarbazon



Gambar 4. Pengaruh lama interaksi terhadap jumlah ligan yang terikat pada silika gel

Modifikasi silika gel dengan ligan difenilkarbazon telah berhasil dilakukan, hal ini dibuktikan dari hasil karakterisasi spektra IR seperti tersaji dalam Gambar 3.

Berdasarkan spektra (C) yang terdapat dalam Gambar 3, dapat diidentifikasi bahwa sampel yang dianalisis mengandung gugus silanol (Si-OH) yang muncul pada bilangan gelombang 910-830 cm^{-1} dan gugus siloksan (Si-O-Si) pada bilangan gelombang 1096 cm^{-1} , gugus (N-H) pada bilangan gelombang 3330 cm^{-1} , gugus karbonil (C=O) pada bilangan gelombang 1660 cm^{-1} , dan senyawa aromatik (Ar-H) pada bilangan gelombang 3242 cm^{-1} .

Waktu optimum modifikasi merupakan waktu yang dibutuhkan sehingga modifikasi silika gel dengan ligan mencapai optimum. Lamanya ligan diinteraksikan dengan silika gel dipelajari pada berbagai waktu interaksi yaitu 2, 3, 4, 5, dan 6 jam. Waktu optimum dapat ditentukan dari grafik antara jumlah ligan terserap dan lama interaksi. Hasilnya disajikan dalam Gambar 4.

Berdasarkan Gambar 4, dapat dilihat bahwa silika gel dari abu sekam padi memiliki waktu maksimum modifikasi selama 4 jam. Pada awal interaksi, difenilkarbazon yang terikat pada silika gel sedikit kemudian naik hingga titik maksimum. Hal ini dikarenakan waktu yang dibutuhkan untuk mencapai penyerapan

maksimum belum cukup sehingga interaksi antara silika gel dengan ligan belum maksimal. Setelah mencapai waktu interaksi maksimum yaitu pada waktu 4 jam, difenilkarbazon yang terikat cenderung menurun. Hal ini terjadi kemungkinan karena difenilkarbazon yang terikat terlepas kembali karena interaksi yang sangat lemah antara ligan dan silika gel.

SIMPULAN DAN SARAN

Simpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan dapat disimpulkan bahwa silika gel dari abu sekam padi berhasil disintesis dan dimodifikasi dengan difenilkarbazon. Rasio optimum antara ligan difenilkarbazon dan silika gel dari abu sekam padi dalam modifikasi adalah 0,50 mmol : 0,5 g silika gel atau 1 mmol : 1 g, dengan waktu modifikasi selama 4 jam.

Saran

Berdasarkan hasil penelitian, maka dapat disarankan agar melakukan penelitian lebih lanjut untuk memanfaatkan silika gel termodifikasi ligan difenilkarbazon sebagai adsorben untuk mengadsorpsi ion-ion logam dalam larutan.

UCAPAN TERIMA KASIH

Pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada Universitas Udayana atas dukungan dana melalui penelitian Hibah Bersaing Desentralisasi LPPM Universitas Udayana.

DAFTAR PUSTAKA

- Aina, H., Nuryono, and Tahir, I., Sintesis Aditif Semen $2\text{Ca}_2\text{SiO}_4$ dari Abu Sekam Padi dengan Variasi Temperatur Pengabuan, *Makalah Seminar Nasional, Aplikasi Sain Dan Matematika Dalam Industri*, UKSW, Salatiga, 15 Juni 2007
- Anonim, 2008, *Reaction Coordinates of Biomolecular Isomerization*, <http://www.pnas.org/content/97/11/5877.full?ck=nck>, diakses 8 januari 20012
- Dewi, L., 2005, Termodinamika Adsorpsi Zn(II) dan Cd(III) pada Adsorben Hibrida Amino-Silika Hasil Pengolahan dari Abu Sekam Padi, *Skripsi*, FMIPA UGM, Yogyakarta
- Enymia, Suhanda, dan Sulistyarini, N., 1998, Pembuatan Silika Gel Kering dari Sekam Padi Untuk Pengisi Karet Ban, *Jurnal Keramik dan Gelas Indonesia*, 7 (1&2)
- Kalpathy, U., Proctor, A., dan Shultz, J., 2000, A Simple Method for Production of Pure Silica from Rice Hull Ash, *Bioresource Technology*, 73 : 257-262
- Kammath, S. R. and Proctor, A., 1998, Silika from Rice Hull Ash : Preparation and Characterization, *Cereal Chemistry*, 75 (4) : 484-487
- Mahmoud, M., and Al-Saadi, M.S.M., 2007 Silica Physically adsorbed - diphenylcarbazone as a selective solid phase extractor and pre-concentratir for chromium(III) and iron(III), *J Saudi Chem. Soc.*, 2007, 11 (2) : 331-340
- Nuryono, 2004, Pengaruh Temperatur Pengabuan Sekam Padi Terhadap Karakter Abu dan Silika Gel Sintetik, *Review Kimia*, 7 (2) : 67-81
- Winarno, F.G., 1985, *Limbah Hasil Pertanian*, Kantor Menteri Muda Urusan Peningkatan Pangan, Jakarta