

Sintesis Dan Karakterisasi Natrium Silikat (Na_2SiO_3) Dari Sekam Padi

¹⁾Linda Trivana; ²⁾Sri Sugiarti; ²⁾Eti Rohaeti

¹⁾Balai Penelitian Tanaman Palma, Jl. Raya Mapanget PO.BOX 1004 Manado

²⁾Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Institut Pertanian Bogor, Jl. Raya Darmaga Kampus IPB Darmaga, Bogor

Email: lindatrivana@gmail.com

Abstrak

Abu sekam padi umumnya mengandung silika (SiO_2) sebesar 86,90-97,30% dan sejumlah kecil alkali dan logam pengotor. Kandungan silika yang tinggi pada abu sekam padi dapat digunakan sebagai alternatif sumber silika yang potensial dalam sintesis natrium silikat. Natrium silikat murni disintesis melalui dua tahap, yaitu isolasi silika dari sekam padi dan sintesis natrium silikat. Isolasi silika terdiri atas proses pengaranginan, pengabuan arang sekam pada suhu 600°C , selama 2 jam dan pemurnian silika dengan HCl 3%. Natrium silikat disintesis dengan cara destruksi dengan NaOH yang diikuti dengan peleburan. Natrium silikat yang diperoleh akan dikarakterisasi dengan teknik FTIR untuk analisis gugus fungsional dan EDS untuk analisis komposisi serta kadar unsur yang terkandung dalam sampel. Analisa FTIR sampel natrium silikat membuktikan terjadinya pembentukan SiO_2 . Pola serapan silika yang muncul umumnya adalah gugus silanol ($\equiv\text{Si-OH}$) dan siloksan ($\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$). Pita serapan di $2800\text{-}3750\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan gugus $-\text{OH}$ silanol dan H_2O yang diserap. Bilangan gelombang $682,8\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan ikatan Si-O-Si dan vibrasi ulur Si-O pada silanol ($\equiv\text{Si-OH}$) pada bilangan gelombang $972,12\text{ cm}^{-1}$. Hasil EDS menunjukkan bahwa unsur-unsur yang terdapat dalam natrium silikat sintetis, yaitu oksigen 71,89%, natrium 22,63%, dan silikon 5,39%.

Kata Kunci : sekam padi, silikat, natrium silika, FTIR, EDX

1. PENDAHULUAN

Padi merupakan produk utama pertanian di negara-negara agraris termasuk Indonesia. Penggilingan padi menghasilkan 72% beras, 5-8% dedak, dan 20-22% sekam (Warsito dkk, 2006). Sekam padi merupakan lapisan keras yang membungkus kariopsis butir gabah, terdiri atas dua belahan yang disebut *lemma* dan *palea* yang saling bertautan (Umah, 2010). Sekam padi terdiri atas 34-44% selulosa, 23-30% lignin, 13-39% abu, dan 8-15% air. Abu sekam padi umumnya mengandung silika (SiO_2) sebesar 86,90-97,30% dan sejumlah kecil alkali dan logam pengotor. Komponen kimia yang terdapat pada abu sekam padi antara lain K_2O 0,58-2,50%; Na_2O 0,00-1,75%; CaO 0,20-1,50%; MgO 0,12-1,96%; Cl ~0,42%; Fe_2O_3 ~0,54%; SO_3 0,1-1,13%; P_2O_5 0,2-2,85%; dan SiO_2 86,90-97,30% (Umah, 2010).

Silika atau silikon dioksida (SiO_2) merupakan senyawa yang banyak ditemukan dalam bahan galian yang disebut pasir kuarsa. Pasir kuarsa mempunyai komposisi gabungan dari SiO_2 , Al_2O_3 , CaO , Fe_2O_3 , TiO_2 , CaO , MgO , dan K_2O , berwarna putih bening atau warna lain bergantung pada senyawa pengotornya (Aina, 2007). Pasir kuarsa memiliki kristalinitas yang tinggi dan banyak

mengandung pengotor sehingga mengurangi kemampuannya sebagai adsorben (Muljiyanti dkk, 2010). Sintesis silika dari sekam padi dilakukan untuk memperbaiki sifat dan mensubstitusi silika yang berasal dari alam.

Sekam padi dimanfaatkan sebagai sumber silika karena kandungan silika yang tinggi (86,90-97,30%), murah, ketersediaannya melimpah, dan tidak beracun. Silika yang berasal dari sekam padi bersifat amorf sehingga untuk peleburan abu sekam padi tidak memerlukan waktu yang lama dan temperatur yang tinggi (Sriyanti dkk, 2005). Silika dari sekam padi dapat dimanfaatkan menjadi sumber silika dalam pembuatan berbagai material berbasis silika, seperti natrium silikat. Natrium silikat banyak digunakan di industri, terutama untuk bahan pembuatan sabun dan detergen, bahan perekat, bahan baku pembuatan beton dan semen, serta sebagai adsorben. Oleh karena berbagai manfaat tersebut, maka pada penelitian ini dibuat sintesis natrium silikat dari sekam padi sebagai sumber silika melalui proses peleburan dengan NaOH. Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis natrium silikat dari sekam padi dan mengkaraktisasinya dengan FTIR untuk penentuan gugus fungsi dan EDS untuk analisis komposisi serta kadar unsur yang terkandung dalam sampel (Muljiyanti, 2010).

2. METODE PENELITIAN

Penelitian dilaksanakan pada bulan Februari-April 2012 di Laboratorium Anorganik Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Pertanian Bogor. Bahan-bahan yang digunakan ialah sekam padi dari Cilubang Tonggoh, Desa Situ Gede, Bogor Barat; akuades, pellet NaOH; HCl; dan kertas pH. Alat yang digunakan adalah FTIR, SEM-EDS BRUKER, neraca analitik, tanur, *vacuum filtration*, *Hot plate*, cawan porselin, tungku pengarangan sekam padi, dan peralatan kaca.

Isolasi Silika dari Sekam Padi (Hikmawati, 2010)

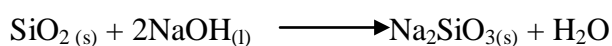
Sampel sekam padi dicuci kemudian dikeringkan dengan sinar matahari. Setelah sekam padi kering, proses pengarangan dilakukan hingga terbentuk arang sekam. Arang sekam kemudian diabukan dalam cawan porselin pada suhu tanur 600°C selama 2 jam. Abu sekam padi yang diperoleh selanjutnya dimurnikan dengan HCl 3% (10 ml HCl 3% untuk 1 g abu sekam). Campuran tersebut dipanaskan sambil diaduk selama 2 jam. Setelah itu, sampel difiltrasi dan dicuci dengan akuades panas sampai pH netral (diuji dengan kertas pH). Hasil penyaringan dikeringkan pada suhu 105°C selama 4 jam hingga diperoleh silika putih.

Sintesis Natrium Silikat (Na_2SiO_3) (Muljiyanti 2010)

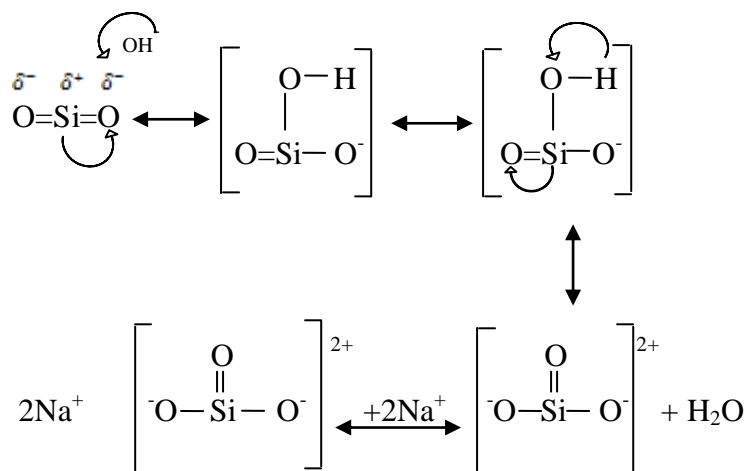
Silika hasil isolasi dihaluskan dan ditimbang sebanyak 10 g. Silika yang sudah ditimbang dimasukkan ke dalam gelas piala dan ditambahkan NaOH 4 M sebanyak 82,5 ml (stokiometri). Campuran tersebut dididihkan sambil terus diaduk hingga agak kering. Setelah itu, campuran dipindahkan ke dalam cawan porselin untuk dilakukan peleburan pada suhu 500°C selama 30 menit. Natrium silikat yang diperoleh kemudian didinginkan pada suhu ruang. Natrium silikat yang diperoleh berbentuk padatan berwarna putih kehijauan.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Sekam padi yang digunakan berasal dari Cilubang Tonggoh, Desa Situ Gede, Bogor Barat. Natrium silikat disintesis melalui dua tahap, yaitu isolasi silika dari sekam padi dan destruksi dengan NaOH yang diikuti dengan peleburan. Isolasi silika dilakukan dengan pengarangan sekam padi dalam tungku pengarangan, pengabuan pada suhu 600°C selama 2 jam, dan pencucian dengan HCl. Proses pengarangan dimaksudkan agar pada pengabuan sekam tidak membutuhkan waktu yang lama. Suhu dan lamanya proses pengabuan mempengaruhi kristalinitas silika (Umah, 2010). Pencucian dengan HCl bertujuan untuk melarutkan oksida lain selain SiO_2 berupa oksida-oksida logam seperti MgO, K_2O , dan Ca_2O (Kalapathy dkk, 2000). Penggunaan HCl dalam proses pemurnian dikarenakan sifat kimia SiO_2 tidak larut/ reaktif terhadap semua asam kecuali HF, sehingga tidak mengurangi rendemen SiO_2 yang terbentuk. Silika murni kemudian dilarutkan dalam NaOH dan dilakukan peleburan 500°C . Peleburan pada suhu 500°C didasarkan pertimbangan titik leleh NaOH, yaitu 318°C sehingga pada suhu tersebut NaOH terdisosiasi sempurna membentuk ion Na^+ dan OH^- . Pemilihan NaOH ini dikarenakan NaOH memiliki titik leleh yang lebih rendah daripada Na_2CO_3 yaitu 851°C , sehingga memudahkan pembentukan natrium silikat pada temperatur yang tidak terlalu tinggi. Pelarutan yang diikuti dengan peleburan ini bertujuan agar pada proses perubahan abu sekam menjadi natrium silikat menjadi sempurna (Muljiyanti, 2010). Natrium silikat yang diperoleh berwujud padatan berwarna putih kehijauan. Reaksi yang terjadi pada proses peleburan abu sekam adalah sebagai berikut:



Mekanisme reaksi yang diperkirakan pada pembentukan natrium silikat ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Mekanisme reaksi pembentukan natrium silikat (Alex, 2005)

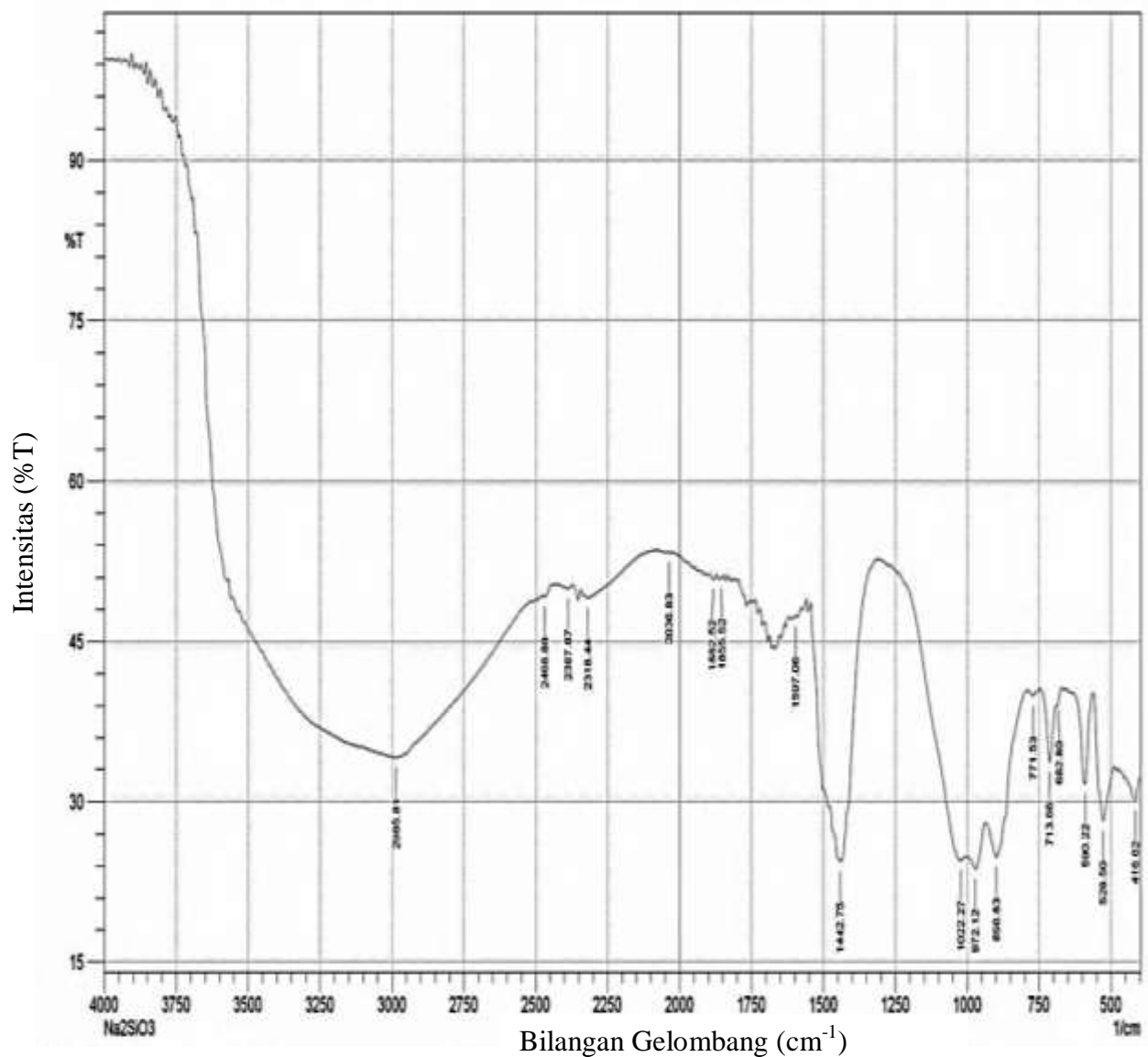
Peleburan pada suhu tinggi mengakibatkan NaOH meleleh dan terdisosiasi sempurna membentuk ion Na^+ dan ion OH^- . Elektronegativitas atom O yang tinggi pada SiO_2 menyebabkan Si lebih elektropositif dan terbentuk *intermediet* $[\text{SiO}_2\text{OH}]^-$ yang tidak stabil dan akan terjadi dehidrogenasi. Ion OH^- yang kedua akan berikatan dengan hidrogen membentuk molekul air dan dua ion Na^+ akan menyeimbangkan muatan negatif ion SiO_3^{2-} sehingga terbentuk natrium silikat (Muljiyanti, 2010).

Natrium silikat yang diperoleh dianalisis menggunakan FTIR dan EDS. Hasil analisis natrium silikat dengan FTIR ditunjukkan pada Gambar 2 dan interpretasi pola serapan ditampilkan pada Tabel 1. Spektrum FTIR menunjukkan gugus fungsi dari sampel natrium silikat. Karakterisasi dengan FTIR dilakukan pada rentang bilangan gelombang 400-4000 cm^{-1} . Pola serapan silika yang muncul umumnya adalah gugus silanol ($\equiv\text{Si}-\text{OH}$) dan siloksan ($\equiv\text{Si}-\text{O}-\text{Si}\equiv$). Pita serapan di bilangan gelombang 416,62 cm^{-1} , 528,5 cm^{-1} , 590,22 cm^{-1} menunjukkan vibrasi tekuk dari gugus siloksan ($\equiv\text{Si}-\text{O}-\text{Si}\equiv$). Ikatan Si-O-Si terdapat pada bilangan gelombang 682,8 cm^{-1} . Vibrasi ulur simetris dari Si-O pada siloksan ($\equiv\text{Si}-\text{O}-\text{Si}\equiv$) berada pada bilangan gelombang 713,66 cm^{-1} dan 771,53 cm^{-1} (Trisko dkk, 2013). Bilangan gelombang 898,83 cm^{-1} merupakan indikasi keberadaan gugus Si-O dari ikatan Si-O-Si. Bilangan gelombang 972,12 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ulur Si-O pada silanol ($\equiv\text{Si}-\text{OH}$) (Witoon, 2008) dan 1022,27 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ulur asimetris Si-O dari siloksan ($\equiv\text{Si}-\text{O}-\text{Si}\equiv$) (Adam dkk, 2006). Vibrasi tekuk Si-OH pada bilangan gelombang 1442,75 dan vibrasi tekuk -OH dari Si-OH terjadi di 1597,06 cm^{-1} . Pita serapan pada bilangan gelombang 2036,87 cm^{-1} merupakan karakteristik dari ulur monohidrida (H-Si-Si-H) (Abuhassan, 2010). Bilangan gelombang di 2318,44 cm^{-1} , 2387,87 cm^{-1} , dan 2468,88 cm^{-1} menunjukkan vibrasi tekuk Si-O

siloksan ($\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$) (Astuti dkk, 2012). Pita serapan di $2800\text{-}3750\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan gugus -OH silanol dan H_2O yang diserap (Kalapathy, 2000).

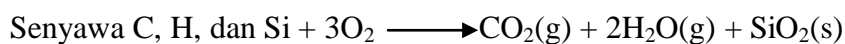
Tabel 1. Daerah puncak bilangan gelombang pada spektrum FTIR Natrium silikat

No	Bilangan Gelombang (cm-1)	Intensitas	Gugus Fungsi
1	416,62	30,113	Vibrasi Tekuk dari gugus Siloksan ($\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$)
2	528,5	28,214	Vibrasi Tekuk dari gugus Siloksan ($\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$)
3	590,22	31,679	Vibrasi Tekuk dari gugus Siloksan ($\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$)
4	682,8	38,919	Si-O-Si
5	713,66	33,713	Vibrasi Ulur simetris dari Si-O pada siloksan ($\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$)
6	771,53	39,913	Vibrasi Ulur simetris dari Si-O pada siloksan ($\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$)
7	898,83	24,757	Gugus Si-O dari ikatan Si-O-Si
8	972,12	23,704	Vibrasi Ulur Si-O pada Silanol ($\equiv\text{Si-OH}$)
9	1022,27	24,541	Vibrasi Ulur Asimetris Si-O dari siloksan ($\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$)
10	1442,75	24,384	Vibrasi Tekuk silanol ($\equiv\text{Si-OH}$)
11	1597,06	47,232	Vibrasi Tekuk -OH dari silanol ($\equiv\text{Si-OH}$)
12	2036,83	53,302	H-Si-Si-H
13	2318,44	49,035	Vibrasi Tekuk Si-O (Siloksan)
14	2387,87	49,927	Vibrasi Tekuk Si-O (Siloksan)
15	2468,88	49,172	Vibrasi Tekuk Si-O (Siloksan)
16	2985,81	34,138	Gugus -OH silanol ($\equiv\text{Si-OH}$) dan H_2O

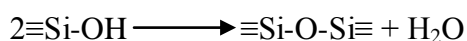


Gambar 2. Spektrum FTIR sampel Na_2SiO_3

Hasil FTIR membuktikan bahwa terjadi pembentukan SiO_2 . Reaksi pembentukan SiO_2 yang terjadi menurut Nuryono, dkk (2004) adalah sebagai berikut:



dan juga terjadi kondensasi gugus silanol ($\equiv\text{Si-OH}$) seperti,



Mekanisme reaksi kondensasi gugus silanol ($\equiv\text{Si-OH}$) dijelaskan pada Gambar 3. Reaksi kondensasi melibatkan mekanisme reaksi substitusi nukleofilik ($\text{S}_{\text{N}}2$) dari atom O pada anion silikat terhadap atom silikon pada gugus silanol. Anion silikat akan menggantikan OH^- pada Si-OH sehingga terbentuk siloksan (Si-O-Si) dan OH^- yang lepas akan berikatan dengan H^+ membentuk molekul air.

silikat yang disintesis telah menyerap H₂O. Hal ini dibuktikan dengan adanya serapan H₂O dan vibrasi tekuk gugus Si-OH di bilangan Gelombang 2985,81 cm⁻¹ dan vibrasi tekuk -OH dari Si-OH terjadi di 1597,06 cm⁻¹ pada spektrum FTIR. Hasil analisis kualitatif dengan EDS juga menunjukkan bahwa natrium silikat murni berhasil disintesis pada penelitian ini. Hal ini ditunjukkan dengan tidak terdeteksinya pengotor berupa atom C atau karbon dan logam-logam pengotor. Ini mengindikasikan bahwa pemurnian dengan HCl efektif untuk melarutkan komponen non silika seperti MgO, K₂O, Ca₂O.

4. KESIMPULAN

Natrium silikat disintesis melalui dua tahap, yaitu isolasi silika dari sekam padi dan destruksi dengan NaOH yang diikuti dengan peleburan. Natrium silikat yang diperoleh berwujud padatan berwarna putih kehijauan. Natrium silikat dari sekam padi dikarakterisasi dengan FTIR untuk penentuan gugus fungsi dan EDS untuk analisis komposisi serta kadar unsur yang terkandung dalam sampel. Analisa FTIR sampel natrium silikat membuktikan terjadinya pembentukan SiO₂. Pola serapan silika yang muncul umumnya adalah gugus silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si). Pita serapan di 2800-3750 cm⁻¹ menunjukkan gugus -OH silanol dan H₂O yang diserap. Bilangan gelombang 682,8 cm⁻¹ menunjukkan ikatan Si-O-Si dan vibrasi ulur Si-O pada silanol (Si-OH) pada bilangan gelombang 972,12 cm⁻¹. Hasil EDS menunjukkan bahwa unsur-unsur yang terdapat dalam natrium silikat sintesis, adalah oksigen 71,89%, natrium 22,63%, dan silikon 5,39% dan natrium silikat tersebut tidak mengandung pengotor berupa atom C atau karbon dan logam-logam pengotor.

5. UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Dr. Steivie Karouw, STP, M.Sc atas bimbingan yang diberikan dalam penulisan karya ilmiah ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Abuhassan, L.H (2010). Enhancement of the production yield of fluorescent silicon nanostructures using silicon-based salts. *Sains Malaysiana*. **39**. 5. hlm 837-844.
- Adam, F., Kandasamy, K., Batakrishnam, S (2006). Iron incorporated heterogeneous catalyst from rice husk ash. *Journal of Colloid and Interface Science*. **304**. hlm 137-143.
- Aina, H., Nuryono, Tahir, I (2007). Sintesis aditif β-Ca₂SiO₄ dari abu sekam padi dengan variasi temperatur pengabuan. *skripsi*. Universitas Gadjah Mada.

- Astuti, M.D., Nurmasari, R., Mujiyanti, D.R (2012). Imobilisasi 1,8-dihidroxyanthraquinon paada silika gel melalui proses sol-gel. *Jurnal Sains dan Terapan Kimia*. **6**. 1. hlm 25-34.
- Gaber, A., Magda, M., Anwar, K (2009). Wastewater reuse in liquid sodium silicate manufacturing in Alexandria, Egypt. *J. Egypt Public Health Assoc.* **84**. 1 dan 2. hlm 34-49.
- Halasz, I (2010). What Can Vibrational Spectroscopy Tell About The Structure Of Dissolved Sodium Sillicate. *Microporous and Mesoporous Materials*. **135**. hlm 74-81.
- Hikmawati (2010). Produksi bahan semikonduktor silikon dari silika limbah arang sekam padi sebagai alternatif sumber silikon. *tesis*. Institut Pertanian Bogor.
- Istiyati dan Asmi, D (2013). Fabrikasi dan karakterisasi keramik kalsium silikat dari komposisi cangkang telur dan silika komersial dengan reaksi padatan pada suhu 1300°C. *Jurnal Terori dan Aplikasi Fisika*. **1**. 1. hlm 37-42
- Kalapathy, U., Proctor, A., Shults, J (2000). A simple method for production of pure silica from rice hull ash. *Bioresource Technology*. **73**. hlm 257-262.
- Mujiyanti, D.R., Nuryono, Kunarti, E.S (2010). Sintesis dan karakterisasi silika gel dari abu sekam padi yang dimobilisasi dengan 3-(trimetoksisilil)-1-propantiol. *J. Sains dan Terapan Kimia*. **4**. 2. hlm 150-167.
- Nuryono, dkk (2004). Effect of NaOH concentration on destruction of rice husk ash with wet technique. *Proceeding Seminar Nasional Hasil Penelitian MIPA 2004*. Semarang: FMIPA. Universitas Diponogoro.
- Rahmayanti, P.V (2007). Optimasi pH dan waktu kontak biosorpsi zat warna *Remazol Yellow* oleh biomassa *Rhizopus oryzae* aktif dan terimmobilisasi. *Skripsi*. Universitas Sebelas maret.
- Sjahrul, M., Hasmiah., Zakir, M., Maming (2013). Use of sodium silicate from rice husk ash basic materials for coating electrolytes in the synthesis of magnetite nanoparticles. *Research Journal of Science & IT Management*. **3**. 2. hlm 46-56
- Silverstein, R.M., Bassler, G.C., dan Morrill, T.C (1991). *Spectrometric Indentification of Organic Coumpound*, 5th ed. New York: John Wiley & Sons, Inc.
- Sivasubramanian, S., Kurcharlapati, S (2015). Synthesis and characterization of silica nano particles from coconut shell. *International Journal of Pharma and Bio Science*. **6**. 1. hlm 530-536.
- Sofyan, G.G.I., Alauhdin, M., Susatyo, E.B (2013). Sintesis dan karakterisasi bahan keramik cordierite dari abu sekam padi. *Indo. J. Chem. Sci*. **2**. 2. hlm 96-101.
- Sriyanti, Taslimah, Nuryono, dan Narsito (2005). Sintesis bahan hibrida amino-silika dari abu sekam padi melalui proses sol-gel. Artikel: JKSA **8**. 1.

- Sulastri, S dan Kristianingrum, S. Berbagai macam senyawa silika: sintesis, karakterisasi, dan pemanfaatan (2010). *Prosiding Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan dan Penerapan MIPA*. Universitas Negeri Yogyakarta. 15 Mei 2010. hlm 211-216.
- Trisko, N., Hastiawan, I., Eddy, D.R (2013). Penentuan kadar silika dari pasir limbah pertambangan dan pemanfaatan pasir limbah sebagai bahan pengisi bata beton. *Prosiding Seminar Sains dan Teknologi Nuklir*. PTNBR-BATAN Bandung. 4 Juli 2013. hlm 190-196.
- Umah, S (2010). Kajian penambahan abu sekam padi dari berbagai suhu pengabuan terhadap plastisitas kaolin. *skripsi*. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim.
- Warsito, Sri., Sriatun, dan Taslimah (2006). Pengaruh penambahan surfaktan *cetyltrimethylammonium bromide (n-CTMABr)* pada sintesis zeolit Y. *skripsi*. Universitas Diponegoro.
- Witoon, T., Chareonpanich, M., Limtrakul, J (2008). Synthesis of bimodal porous silica from rice husk ash via sol-gel process using chitosan as template. *Mater. Lett.* **62**. hlm 1476-1479.