

Sintesis Nano Silika Berlapis Karbon ($\text{SiO}_2@\text{C}$) Berbahan Dasar Abu Sekam Padi (Rice Husk Ash) Dengan Metode Sonokimia

ABDULLOH FUAD¹⁾, ERLIN SUCIANI²⁾, NANDANG MUFTI³⁾

^{1,2,3)}Jurusan Pendidikan Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Malang. Jl. Semarang 5 Malang
E-mail: abdulloh.fuad.fmipa@um.ac.id; nandang.mufti.fmipa@um.ac.id

TEL: (0341) 552125

ABSTRAK: Sekam padi sangat melimpah di Indonesia, namun pemanfaatannya masih terbatas secara tradisional. Sekam padi saat ini telah dikembangkan sebagai bahan baku untuk menghasilkan abu yang dikenal sebagai RHA (*Rice Husk Ash*). RHA merupakan salah satu bahan baku untuk menghasilkan silika. Nano silika saat ini telah diaplikasikan dalam berbagai macam bidang diantaranya bidang sains dan industri. Pada penelitian ini telah dilakukan ekstraksi silika dari abu sekam padi menggunakan metode solgel. Selanjutnya nanosilika dilapisi dengan karbon menggunakan metode sonokimia dengan glukosa sebagai sumber karbon. Selanjutnya dianalisis fase kristal yang terbentuk. Analisis mikrostruktur partikel serta kandungan dalam sampel menggunakan SEM-EDX. Analisis ukuran partikel menggunakan TEM. Hasil penelitian menunjukkan bahwa nano silika berhasil disintesis dengan kemurnian 98% dalam fasa amorf. Dari hasil uji TEM ukuran nano silika dibawah 50 nm yang memiliki struktur morfologi cenderung teragglomerasi. Berdasarkan hasil uji SEM-EDX, nanosilika berlapis karbon menunjukkan bahwa waktu sonifikasi berpengaruh terhadap terbentuknya $\text{SiO}_2@\text{C}$, hal ini ditunjukkan dengan peningkatan persentase karbon pada sampel $\text{SiO}_2@\text{C}$. Dari pola difraksi dapat dihitung ukuran partikel nano silika dan $\text{SiO}_2@\text{C}$, hasil perhitungan ukuran partikel menunjukkan bahwa ukuran partikel $\text{SiO}_2@\text{C}$ lebih besar dari ukuran partikel nano silika. hal ini memungkinkan bahwa nano silika telah terbungkus karbon.

Kata Kunci : $\text{SiO}_2@\text{C}$, nano silika, abu sekam padi, sonokimia

PENDAHULUAN

Sekam padi keberadaannya sangat melimpah di Indonesia. Selama ini pemanfaatan sekam padi terbatas secara tradisional, yaitu untuk bahan pupuk organik, pakan ternak dan bahan bakar. Berdasarkan data Badan Pusat Statistik, produksi padi di Indonesia tahun 2012 sebesar 68,59 juta ton GKG. 20% nya (13 juta ton) menjadi sekam padi. Bila sekam padi ini dibakar, 20% nya (2,7 juta ton) menjadi arang sekam.

Sekam padi saat ini telah dikembangkan sebagai bahan baku untuk menghasilkan abu yang dikenal di dunia sebagai RHA (*Rice Husk Ash*). RHA mengandung sekitar 90-98% silika setelah pembakaran sempurna (Thuadaj; 2008).

Silika telah dimanfaatkan secara luas untuk pembuatan keramik, sintesis zeolit (Rawtani dan Rao, 1989), katalis, dan berbagai jenis komposit organik-anorganik

(Sun dan Gong, 2001; Kim dkk., 2004). Selain dalam bentuk produk olahan, silika juga telah dimanfaatkan secara langsung untuk pemurnian minyak sayur, sebagai aditif dalam produk farmasi dan deterjen, bahan pengisi (*filler*) polimer dan sebagai *adsorben* (Kamath dan Proctor, 1998; Sun dan Gong, 2001; Kim dkk., 2004).

Nano silika saat ini dapat digunakan untuk aplikasi solar steam dengan nano silika terbungkus emas (Au), namun karena *shell* Au membutuhkan biaya yang besar, maka perlu dicari alternatif pengganti shell Au yang juga memiliki stabilitas yang tinggi. Dibandingkan dengan polimer dan *silica shell* yang telah diteliti, *carbon shell* memiliki stabilitas lebih tinggi pada berbagai aplikasi kimia dan fisika baik pada suasana asam maupun basa (Xuan et al, 2007).

Sejauh ini berbagai metode telah dikembangkan untuk sintesis *carbon-encapsulated* nanopartikel. Pada dasarnya menggunakan energi yang tinggi dan memerlukan biaya tinggi untuk memproduksi nanopartikel yang dilapisi karbon, sehingga membatasi aplikasi material tersebut. Metode sonokimia menawarkan solusi alternatif untuk mensintesis berbagai macam nano partikel material carbon seperti nanotubes, nano-unions, nanoscrolls dan lain sebagainya. Metode mampu menurunkan biaya pemrosesannya. Sehingga penelitian ini menggunakan metode sonokimia untuk sintesis *carbon-encapsulated* nanosilika dengan glukosa sebagai sumber karbon.

METODE PENELITIAN

Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah eksperimen murni. Ekstraksi silika dari abu sekam menggunakan metode ekstraksi alkali dengan melarutkan abu sekam dengan larutan NaOH (3N). Kemudian pembentukan gel menggunakan pelarut H₂SO₄ (5N). Sintesis nano silika dengan metode sol-gel, sintesis carbon encapsulated nano silika menggunakan metode sonokimia.

Sampel hasil sintesis nano silika diuji kemurniannya menggunakan *X-Ray Fluorence* (XRF). Struktur kristalnya diuji dengan *X-Ray Diffraction* (XRD). Morfologi permukaan sampel diuji dengan SEM-EDS. Terbentuknya lapisan karbon diuji dengan TEM, dan kemurnian ikatan Si-O dan Si-C sampel diuji dengan FTIR. Hasil pola difraksi difitting menggunakan software Microcal Origin 8 untuk mendapatkan nilai FWHM dan intensitas puncak.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Dari hasil uji XRF untuk sampel abu sekam padi, ditunjukkan pada Tabel 1.

Berdasarkan data hasil uji XRF, komponen penyusun abu sekam padi terbesar adalah unsur Si. Sedangkan unsur lain adalah unsure pengotor.

Setelah dilakukan kalsinasi pada suhu 700°C selama 4 jam, terjadi peningkatan unsur Si menjadi 95%.

Sedangkan unsure pengotornya turun drastis. Tinggal unsur kalsium dan logam yang masih tetap ada.

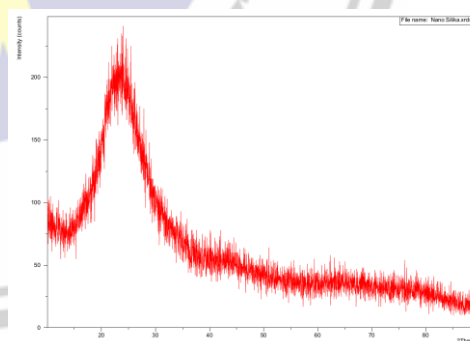
Hasil Sintesis Nano silika dengan metode sol-gel, diperoleh hasil uji XRF nano silika setelah melalui proses pemurnian dengan leaching HCl diperoleh persentase Si sebesar 99,45% sedangkan untuk unsur lain persentasenya jauh sangat kecil.

Dari hasil uji XRD pola difraksi nano silika yang terbentuk cenderung amorf. Berikut pola difraksi dari nano silika seperti pada Gambar 1. Sedangkan hasil uji TEM dapat dilihat pada Gambar 2.

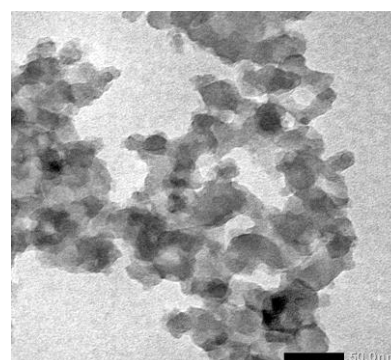
Berdasarkan hasil uji TEM tersebut terlihat bahwa ukuran partikel sampel nano silika relatif homogen dengan ukuran dibawah 50 nm serta morfologi partikelnya cenderung teragglomerasi.

Tabel 1. Data hasil uji XRF

No	Nama Unsur	Kandungan (%)
1.	Si	84,6
2.	K	5,34
3.	Ca	6,80
4.	Fe	1,67
5.	Mn	1,10
6.	Lain-lain	0,49



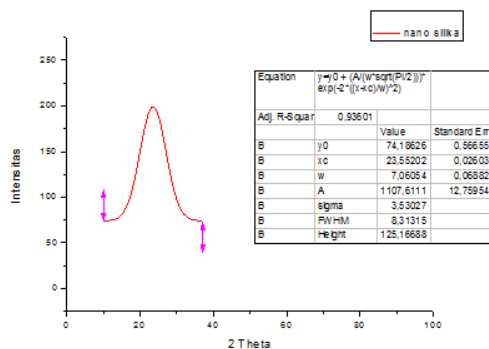
Gambar 1. Pola difraksi dari nano silika



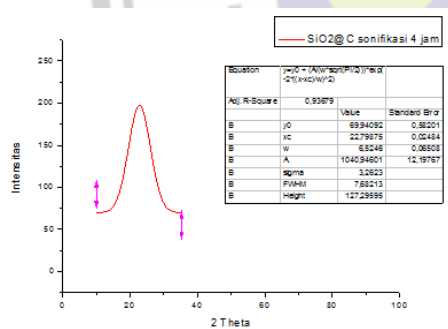
Gambar 2. Hasil uji TEM nano silika

Hasil Sintesis Carbon Encapsulated Nano Silika ($\text{SiO}_2@\text{C}$) Dengan Metode Sonokimia, diperoleh hasil pola difraksi sampel nano silika dan $\text{SiO}_2@\text{C}$ setelah difitting menggunakan software Microcal Origin yang nampak pada gambar 3 dan 4, menunjukkan bahwa terjadi penurunan nilai FWHM pada sampel $\text{SiO}_2@\text{C}$.

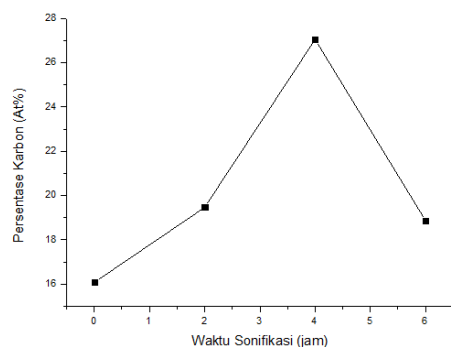
1. Pola difraksi nano silika sebelum proses *carbon encapsulated* seperti Gambar 3.
2. Pola difraksi nano silika setelah proses *carbon encapsulated* seperti Gambar 4.



Gambar 3. Pola difraksi nano silika setelah difitting menggunakan software Microcal Origin 8



Gambar 4. Pola difraksi $\text{SiO}_2@\text{C}$ difitting menggunakan software Microcal Origin 8



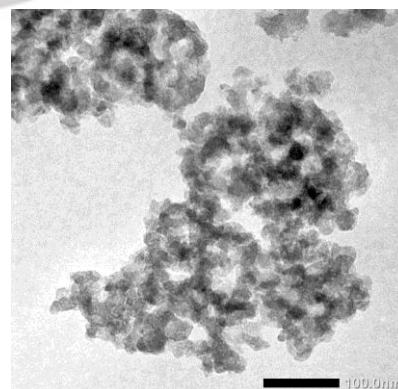
Gambar 5. Grafik hubungan antara persentase karbon dan lama sonifikasi

Sebagai prediksi kualitatif, terjadinya pelapisan karbon, maka dihitung ukuran partikel(D) dari sampel nano silika dan $\text{SiO}_2@\text{C}$ dihitung menggunakan persamaan Scherrer yaitu $D \approx \frac{k \lambda}{B \cos \theta}$. Meskipun persamaan ini akan lebih cocok, jika sampel memiliki struktur Kristal.

Hasil perhitungan diperoleh nilai D dari sampel nano silika adalah 0,98 nm dan untuk sampel $\text{SiO}_2@\text{C}$ adalah 1,06 nm. Hasil analisis ukuran partikel kedua sampel menunjukkan bahwa ukuran partikel $\text{SiO}_2@\text{C}$ lebih besar daripada ukuran partikel sampel nano silika. Hal memungkinkan sampel nano silika telah terbungkus oleh karbon.

Berdasarkan hasil uji SEM-EDS, menunjukkan terjadi peningkatan persentase kadar karbon pada sampel $\text{SiO}_2@\text{C}$, namun pada variasi lama waktu 6 jam terjadi penurunan persentase karbon pada sampel $\text{SiO}_2@\text{C}$. Penurunan ini dapat dijelaskan bahwa pada proses sonokimia yang lebih lama, akan terjadi pelepasan kembali lapisan karbon pada silika, sehingga terjadi penurunan kadar karbon pada waktu sonokimia lebih dari 4 jam. Hal ini dapat dilihat pada Gambar 5.

Hasil uji TEM $\text{SiO}_2@\text{C}$ menunjukkan bahwa hasil pengamatan diseluruh area sampel menampilkan morfologi partikel yang cenderung lebih teraglomerasi dibanding sampel nano silika, sehingga sulit untuk diperoleh gambar yang menunjukkan morfologi dari *individual particle* pada Gambar 6 sehingga belum terlihat adanya karbon yang membungkus nano silika.



Gambar 6. Foto TEM $\text{SiO}_2@\text{C}$

Dari hasil uji kelarutan basa pada sampel nano silika dan $\text{SiO}_2@\text{C}$ menunjukkan bahwa sampel nano silika larut dalam larutan basa sedangkan sampel $\text{SiO}_2@\text{C}$ tidak larut dalam larutan basa. Hal ini ditunjukkan dengan warna larutan pada kedua sampel berbeda. Sampel nano silika berwarna bening sedangkan untuk sampel $\text{SiO}_2@\text{C}$ berwarna keruh karena memang jika nano silika sudah terbungkus karbon tidak akan larut dalam larutan basa. Perbedaan warna dari kedua sampel dapat dilihat pada gambar 6.



Gambar 6. Perbedaan warna sampel nano silika dan $\text{SiO}_2@\text{C}$ dalam larutan basa.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil data dan analisis data di atas, maka dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Telah berhasil disintesis nanopartikel SiO_2 dari abu sekam padi dengan metode sol-gel dengan kemurnian 99,45% dalam fasa amorf. Ukuran partikel yang cukup seragam dengan ukuran rata-rata dibawah 50 nm.
2. Telah berhasil terbentuk *carbon encapsulated* nano silika dengan metode sonokimia, hal ini ditunjukkan dengan ukuran partikel dari sampel $\text{SiO}_2@\text{C}$ yang lebih besar dari ukuran partikel nano silika dan terjadi peningkatan karbon pada proses sonokimia.
3. Lama sonifikasi berpengaruh terhadap peningkatan persentase karbon dalam sampel $\text{SiO}_2@\text{C}$ sampai dengan waktu sonifikasi 4 jam. Sedangkan waktu sonifikasi di atas 4 jam terjadi pelepasan kembali lapisan karbon dari permukaan sampel SiO_2 .

UCAPAN TERIMA KASIH

Kami ucapkan terimakasih kepada FMIPA UM yang telah memberikan fasilitas laboratorium sentral palam pelaksanaan penelitian ini.

DAFTAR RUJUKAN

- Jal, P. K., M. Sudarshan, A. Saha, P. Sabita, and B. K. Mishra. 2004. Synthesis and characterization of nanosilica prepared by precipitation method. *Colloid. Surf.* 240: 173-178.
- Kalapathy, U., A. Proctor, and J. Shultz. 2000. A Simple method for production of pure silica from rice hull ash. *Biores. Tech.* 73: 257-262.
- Kalapathy, U., A. Proctor, and J. Shultz. 2000. An Improved method for production of silica from rice hull ash. *Biores. Tech.* 85: 285-289.
- Kamath, S.R., Proctor, A., 1998. Silica gel from rice hull ash: preparation and characterization. *Cereal Chemistry* 75, 484-487.
- Suslick, K.S., Price, G.J (1999), *Application of ultrasound to material chemistry*, *Annu. Rev. Mater. Sci.* 295-326.
- Thuadaj, N and Nuntiya, A. 2008. Synthesis and Characterization of Nanosilica from Rice Husk Ash Prepared by Precipitation Method. *CMU.J. Nat. Sci. Special Issue on Nanotechnology* (2008) Vol 7(1)
- Sun, L., Gong, K., 2001. Review, silicon-based materials from rice husks and their applications. *Ind. Eng. Chem. Res.* 40, 5861-5877.
- Yuan, H., Gao, F., Zhang, Z., Miao, L., Yu, R., Zhao, H., Lan, M., *Study of Controllable Preparation of Silica Nanoparticles with Multi-sized and Their Size-dependent Cytotoxicity in Pheochromocytoma Cells and Human Embryonic Kidney Cells*, *Journal of Health Science*, vol. 56, No. 6, 2010, pp.632-640
- Zawrah, M. F., El-Kheshen, A. A., Abd-El-All, H., *Facile and Economic Synthesis of Silica Nanoparticles*, *Journal of Ovonic Research*, vol.5, No.5, 2009, pp.129-133.