



SINTESIS SILIKA GEL DARI PELEPAH POHON SALAK PONDOK DENGAN METODE SOL – GEL MENGGUNAKAN NaOH dan HCL

Pradika Nurjanto, Khamidinal, Imelda Fajriyati, Didik Krisdiyanto*

Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta
Jl. Marsda Adisucipto Yogyakarta 55281 Telp. +62-274-540971
Email: didik_kris@yahoo.com*

Abstrak. Penelitian ini dilakukan pembuatan silika gel dengan bahan baku Pelepah pohon salak pondok, Natrium hidroksida dan Asam klorida. Sintesis silika gel dari pelepah pohon salak terdiri dari dua tahap yaitu tahap pembentukan Natrium silikat dan tahap pembentukan silika gel. Natrium silikat dihasilkan dengan merefluk abu pelepah pohon salak dengan NaOH 1 M pada suhu 100°C. Pembentukan silika gel dilakukan dengan menambahkan Asam klorida secara bertetes-tetes pada larutan natrium silikat sampai mencapai pH 7. Variasi konsentrasi Asam klorida yang digunakan yaitu 2, 4, dan 6 M. Gel yang terbentuk diperam selama 18 jam dengan temperatur 80oC, dicuci dengan air kemudian dikeringkan pada temperatur 50oC selama 18 jam. Karakterisasi abu pelepah pohon salak pondok dengan Inductive Coupled Plasma untuk mengetahui kadar SiO₂, X-Ray Diffractometer, Gas Sorption Analyzer dan Fourier Transform Infra Red. Data spektroskopi Infra Red diketahui bahwa silika gel hasil sintesis mempunyai gugus silanol dan siloksan yang merupakan karakteristik gugus penyusun silika gel. Silika gel yang dihasilkan memiliki distribusi ukuran pori yaitu mikropori. Konsentrasi HCl 6 M paling efektif digunakan untuk pembuatan silika gel. Silika gel yang dihasilkan memiliki tekstur gel lunak. Jari-jari pori, luas permukaan dan volume pori total material hasil sintesis berturut-turut adalah 7,586Å; 2,983 m²/g dan 0,005cm³/g.

Kata kunci: *Silika gel, NaOH, HCl.*

This publication is licensed under a



Pendahuluan

Sebagai negara agraris, Indonesia memiliki kekayaan alam dan hayati yang sangat beragam. Jika dikelola dengan tepat, kekayaan tersebut mampu menjadi andalan perekonomian nasional. Komoditas pertanian (mencakup tanaman pangan, hortikultura, perkebunan, kehutanan, peternakan dan perikanan) dengan keragaman dan keunikannya yang bernilai tinggi serta diperkuat oleh kekayaan kultural yang sangat beragam mempunyai daya tarik kuat. Keseluruhannya sangat berpeluang besar menjadi andalan dalam perekonomian Indonesia (Sofro, A.S.M.,1994).

Kabupaten Sleman merupakan sentra produksi salak di Daerah Istimewa Yogyakarta, terutama Kecamatan Turi, Tempel dan Pakem. Buah salak yang sangat terkenal dan digemari adalah salak pondok, karena rasanya sangat manis (Kusumo, S.,dkk 1995).

Selama ini tanaman salak hanya dimanfaatkan buahnya saja, pelepah pohon salak hanya dijadikan limbah ataupun sampah. Untuk menanggulangi masalah tersebut muncul suatu ide yaitu pemanfaatan limbah pelepah pohon salak dibuat silika gel. Pelepah pohon salak ini dipilih karena ketersediaannya yang melimpah, harganya yang murah (hampir tak berharga) dan juga yang tak kalah penting adalah pertimbangan lingkungan dimana pelepah pohon salak merupakan limbah tanaman salak yang belum dapat dimanfaatkan.

Saat ini telah banyak ditemukan bahan baru yang mempunyai kegunaan adsorben, di samping untuk berbagai keperluan lain. Untuk bahan jenis anorganik misalnya telah disintesis senyawa oksida logam dengan karakteristik tertentu seperti zeolit mesopori, lempung terpillar, silika gel dan lain- lain.

Di antara bahan anorganik di atas, silika gel dapat dikatakan bahan yang banyak digunakan. Bahan itu memiliki kelebihan dalam hal kestabilan kimia terhadap sifat asam atau basa, jika dibandingkan dengan bahan lain seperti zeolit.

Silika gel merupakan suatu bentuk dari silika yang dihasilkan melalui penggumpalan sol natrium silikat yang banyak dimanfaatkan sebagai zat penyerap, pengering dan penyangga katalis. Silika gel bersifat polar (bersifat hidrofilik). Silika gel dipilih sebagai bahan penyangga karena Silika gel mempunyai high thermal stability, excellent mechanical strength dan terdapat dalam banyak variasi ukuran, serta mempunyai gugus hidroksil pada permukannya yang bertindak sebagai sisi aktif atau sisi adsorptif. Karena karakter hidrofiliknya sehingga cocok digunakan sebagai adsorben.

Silika dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan silika gel. Selain itu, silika sangat bermanfaat untuk pembuatan alat – alat optik karena merupakan bahan tembus cahaya. Disamping itu, silika juga merupakan bahan dasar pokok dalam industri gelas. Namun, sekarang ini silika telah digunakan secara luas seperti pada industri farmasi, kosmetik, keramik, cat dan aplikasi khusus pada bidang kimia.

Bahan anorganik berbasis Silika seperti Silika gel dapat dibuat melalui peleburan dengan alkali diantaranya Natrium Karbonat, Kalsium Karbonat dan Natrium Hidroksida. Peleburan abu sekam padi dengan Natrium Hidroksida akan mengubah Silika menjadi garam- garam Natrium (Nuryono., 2003).

Silika gel banyak digunakan sebagai adsorben, dan sebagai fasa diam dalam kromatografi. Pada umumnya, silika gel diproduksi dari pasir kuarsa sebagai sumber silika. Kaca

mempunyai kandungan utama berupa silika. Limbah kaca biasanya hanya didaur ulang sehingga diperlukan upaya untuk meningkatkan nilai guna limbah kaca. Di samping pasir kuarsa, pelepah pohon salak pondoh merupakan limbah padat yang selama ini belum dimanfaatkan secara optimal, yang kemungkinan dapat menggantikan posisi pasir kuarsa sebagai bahan pembuat silika gel.

Sekarang ini penelitian diarahkan kepada upaya memperoleh cara yang lebih efektif untuk mendapatkan silika dalam pelepah pohon salak pondoh agar diperoleh produk Natrium Silikat dengan konsentrasi tinggi. Silika dalam pelepah pohon salak dapat diperoleh melalui cara peleburan atau dengan cara pelarutan. Cara peleburan ataupun pelarutan abu pelepah pohon salak dengan belum banyak dilakukan. Penelitian ini dilakukan dengan melarutkan silika dalam abu pelepah pohon salak dengan larutan Natrium Hidroksida pada beberapa konsentrasi. Penelitian ini merupakan cara alternatif dalam pengolahan limbah pertanian, sehingga akan menjadi satu bahan yang memiliki nilai ekonomis lebih tinggi. Disamping itu, dari penelitian ini diharapkan akan diperoleh pengetahuan yang mendalam tentang silika dan karakteristik silika dalam abu pelepah pohon salak.

Metode yang digunakan pada pembuatan silika gel ini adalah melalui proses sol-gel. Proses sol gel dimulai dengan mengasamkan larutan natrium silikat sampai terbentuk gel karena silika mempunyai kelarutan yang tinggi pada $\text{pH} > 10$ (Scott, R. P. W. 1993).

Bahan dan Metode

Bahan Penelitian

Bahan utama yang digunakan adalah pelepah pohon salak dari daerah Turi Sleman Yogyakarta. Bahan kimia yang digunakan adalah Larutan Asam Klorida, Natrium Hidroksida, dan akuades.

Peralatan Penelitian

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah peralatan gelas, hot stirrer plate, kertas saring, kertas saring Whatman 42, cawan porselen, gelas plastik, botol plastik, desikator, timbangan analitik, oven pemanas, furnace, dan kertas pH.

Alat-alat instrumen yang digunakan terdiri atas : X-Ray Diffraction merk Shimadzu XD-3H yang terdapat di Laboratorium Kimia FMIPA UGM. Inductive Coupled Plasma merk Perkin Elmer yang terdapat di Laboratorium kimia Padatan, Balai Besar Teknik Kesehatan Lingkungan dan Pemberantasan Penyakit Menular Yogyakarta. Spektrofotometer Fourier Transform Infra Red PC 8201 yang terdapat di Laboratorium Instrumentasi Terpadu, Universitas Islam Indonesia Yogyakarta, dan Gas Sorption Analyzer (NOVA 1200e) yang terdapat di Laboratorium Terpadu Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga Yogyakarta.

Metode Penelitian

Pembuatan Silika Gel dari Pelepah Pohon salak

Pelepah pohon salak dibersihkan dari pengotor, dicuci, lalu dikeringkan dengan menjemur pada panas matahari, pelepah dibakar (diarangkan) hingga warna berubah menjadi hitam, kemudian diabukan pada suhu 700°C selama 4 jam, didapatkan abu berwarna putih keabuan. Abu digerus dengan lumpang dan mortar, diayak dengan ayakan yang mempunyai ukuran 200 mesh

Enampuluh mililiter larutan Natrium hidroksida 1,5 M ditambahkan ke dalam abu pelepah pohon salak, kemudian dididihkan selama 15 menit sambil diaduk. Setelah dingin disaring, dan residu ditambah lagi dengan 60 mL larutan Natrium hidroksida dan kembali dididihkan setelah dingin, disaring dan filtratnya disatukan dengan filtrat pertama sebagai larutan natrium silikat dan disimpan dalam botol plastik.

Larutan Natrium silikat yang berasal dari 10 g abu pelepah pohon salak ditambah dengan Asam klorida variasi konsentrasi 2, 4, dan 6 M bertetes-tetes dalam gelas plastik, sambil diaduk hingga terbentuk gel berwarna putih pada $\text{pH} 7$. Gel yang terbentuk dicuci aquades, disaring dengan kertas saring Whatman 42 kemudian dikeringkan pada suhu 50°C selama 18 jam.

Karakterisasi Silika Gel dari Pelepah Pohon salak

Silika gel yang terbentuk di Karakterisasi kristalinitasnya digunakan X-Ray Diffraction, luas permukaan, volume pori dan jari-jari pori digunakan Gas Sorption Analyzer, dan gugus fungsinya digunakan Spektrofotometer Fourier Transform Infra Red.

Hasil dan Pembahasan

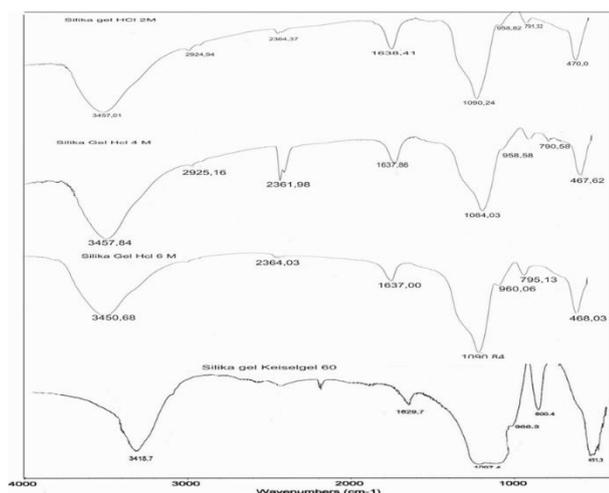
Karakterisasi Silika Gel dari Pelepah Pohon salak

Daerah radiasi spektroskopi Infra Red dari gambar 1 untuk kajian silika berkisar pada bilangan gelombang antara 200 – 4000 cm^{-1} . Daerah ini biasa disebut Infa merah tengah. Agar dapat mengabsorpsi sinar Infra Red, molekul harus memiliki perubahan momen dipol sebagai akibat dari vibrasi. Vibrasi ini diklarifikasikan sebagai vibrasi ulur dan tekuk. Vibrasi ulur menyangkut konstanta vibrasi antara 2 atom sepanjang ikatan. Vibrasi tekuk disebabkan berubahnya sudut antara dua ikatan. Spektrofotometri Infra Red merupakan suatu metode untuk mengetahui gugus fungsional dari suatu molekul. Karakterisasi gel silika dengan spektrofotometri Infra Red bertujuan untuk mengetahui adanya gugus silanol dan siloksan. Karakterisasi hasil sintesis silika gel dari abu pelepah pohon salak dengan variasi konsentrasi Asam klorida dilakukan dengan spektrofotometer Fourier Transform Infra Red, ditampilkan dalam gambar 1.

Pada spektra Infra Red silika gel dari HCl konsentrasi 2, 4, dan 6 M terlihat pita serapan pada daerah 3457,01, 3457,84, dan 3450,68 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ulur –OH dari (Si-OH). Pernyataan tersebut dipertegas oleh Silverstein (1991) muncul pada bilangan gelombang 3448,5 cm^{-1} yang mengindikasikan adanya vibrasi ulur –OH dari Si-OH.

Pada spektra Infra Red silika gel dari HCl konsentrasi 2, 4, dan 6 M terlihat pita serapan pada daerah 1638,41, 1637,86, dan 1637,00 cm^{-1} menunjukkan vibrasi tekuk gugus OH dari Si-OH

Pernyataan tersebut dipertegas oleh Silverstein (1991) dan Sastrohamidjojo (1992) pada bilangan gelombang 1637,5 cm⁻¹ mengindikasikan adanya vibrasi tekuk -OH dari Si-OH. Pada spektra Infra Red silika gel dari HCl konsentrasi 2, 4, dan 6 M terlihat bahwa serapan karakteristik silika gel muncul di daerah 1090,24, 1084,03 dan 1090,84 cm⁻¹ yang menunjukkan vibrasi ulur asimetri internal Si-O dari Si-O-Si. Pernyataan tersebut dipertegas oleh Silverstein (1991) serapan lebar dan tajam pada 1101,3 cm⁻¹ mengindikasikan vibrasi ulur asimetri Si-O dari Si-O-Si.

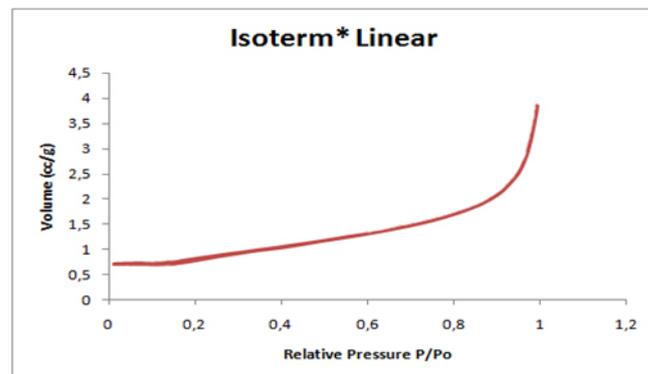


Gambar 1. Spektum abu sekam padi

Pada spektra Infra Red silika gel dari HCl konsentrasi 2, 4, dan 6 M muncul pita serapan pada daerah 958,82, 958,58 dan 960,06 cm⁻¹ menunjukkan adanya karakter vibrasi ulur Si-O dari Si-OH. Pernyataan tersebut dipertegas oleh Silverstein (1991) serapan lebar dan tajam pada 966,3 cm⁻¹ menunjukkan vibrasi Si-O dari Si-OH. Pada spektra Infra Red silika gel dari HCl konsentrasi 2, 4, dan 6 M terlihat bahwa pita serapan di daerah 791,32, 790,58 dan 795,13 cm⁻¹ yang menunjukkan vibrasi ulur simetri eksternal Si-O dari Si-O-Si. Pernyataan tersebut dipertegas oleh Silverstein (1991) serapan tajam pada 800,4 cm⁻¹ menunjukkan vibrasi ulur simetri eksternal Si-O dari Si-O-Si. Pada spektra Infra red silika gel dari HCl konsentrasi 2, 4, dan 6 M terlihat pita serapan yang cukup tajam pada daerah 470,00, 467,62, dan 468,03 cm⁻¹ yang menunjukkan sebagai karakter vibrasi tekuk Si-O-Si. Pernyataan tersebut dipertegas oleh Hamdan (1992) serapan yang cukup tajam pada daerah 472,5 cm⁻¹ menunjukkan vibrasi tekuk Si-O dari Si-O-Si. Berdasarkan spektra diatas terlihat bahwa semakin tinggi konsentrasi asam yang ditambahkan maka spektra yang menunjukkan intensitas serapan dari gugus silanol terlihat semakin meningkat. Hal ini dapat mengidentifikasi bahwa secara kualitatif jumlah gugus silanol dalam silika gel hasil sintesis meningkat dengan meningkatnya konsentrasi asam yang digunakan. Dengan demikian hal ini dapat mendukung pembahasan diatas bahwa semakin tinggi konsentrasi asam yang ditambahkan (jumlah proton bertambah) maka keasaman semakin meningkat karena bertambahnya jumlah gugus silanol yang ada.

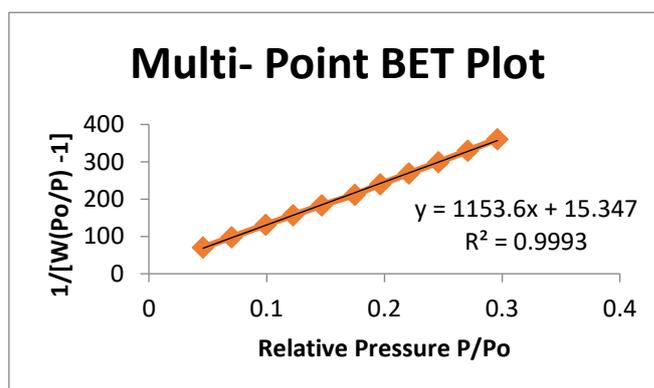
Data spektra di atas menunjukkan bahwa spektra Silika gel hasil sintesis mempunyai kemiripan dengan Silika gel Keisel gel 60, dari ketiga variasi konsentrasi HCl 6 M yang paling mirip

dibandingkan dengan Silika gel Keisel gel 60 daripada HCl dengan konsentrasi 2 ataupun 4 M.



Gambar 2. Isoterm Adsorpsi Silika gel HCl 6M

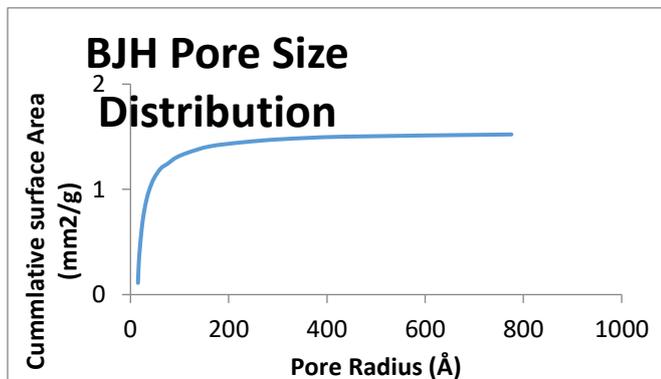
Nilai surface area didapatkan sebesar 2,983 m²/g, nilai pore volume yang terbentuk sebesar 0,005 cc/g, serta nilai Pore Size Distribution sebesar 39,9435 Å. Menurut International Union of Pure and Applied Chemistry, Silika gel hasil sintesis termasuk dalam klasifikasi material mikropori (diameter pori kurang dari 2 nm atau 20Å).



Gambar 3. Isoterm Brunauer, Emmet, Teller untuk Silika gel HCl 6M

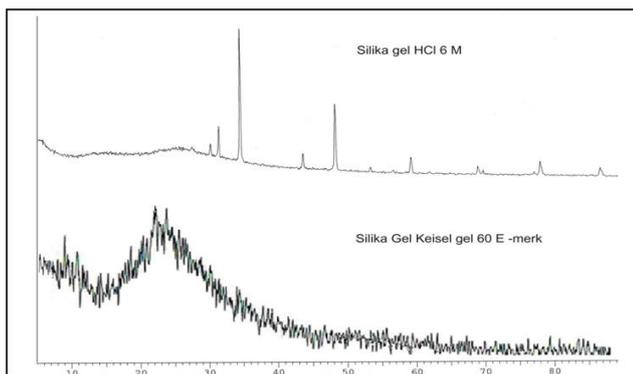
Isoterm adsorpsi merupakan hubungan antara jumlah molekul, volume dan massa gas yang teradsorpsi dengan tekanan yang terukur pada temperatur tertentu. Berdasarkan adsorpsi isotermis menurut International Union of Pure and Applied Chemistry dapat dikelompokkan menjadi enam tipe seperti terlihat pada gambar 2. Kesimpulan bahwa struktur ukuran pori Silika gel HCl 6 M bersifat pori tertutup didasarkan pada komparasi dengan isoterm adsorpsi International Union of Pure and Applied Chemistry sesuai dengan isoterm adsorpsi Tipe III. Tipe III ini merupakan grafik garis cembung. Adsorpsi ini merupakan karakteristik dari interaksi adsorbat dan adsorben yang lemah dan biasanya digunakan untuk jenis adsorben tak berpori atau pori tertutup dan makropori. Interaksi yang lemah antara adsorbat dan adsorben membuat naiknya kurva sedikit untuk tekanan relatif yang rendah. Tetapi ketika molekul mulai

diadsorpsi pada sisi adsorpsi utama interaksi adsorbat-adsorbat semakin kuat yang kemudian mendorong proses adsorpsi, mempercepat kurva yang naik pada tekanan relatif yang lebih tinggi.



Gambar 4. Pore size distribution Silika gel HCl 6M

Isoterm Brunauer, Emmet, Teller merupakan metode umum untuk menentukan Surface area adsorben dari data adsorpsi, Silika gel 6 M hasil sintesis ditampilkan gambar 3. Hasil perhitungan menunjukkan nilai surface area Silika gel HCl 6 M hasil sintesis sebesar 2,983 m²/g. Hasil penelitian menunjukkan bahwa nilai surface area dari Silika gel HCl 6 M hasil sintesis relatif kecil karena pembentukan pori berkurang dan cenderung membentuk padatan menjadi material yang mempunyai pori tertutup (non porous material). Surface area pori merupakan suatu parameter yang penting dalam menentukan kualitas dari Silika gel HCl 6 M hasil sintesis sebagai bahan adsorben. Hal ini disebabkan karena luas area permukaan pori merupakan salah satu faktor yang mempengaruhi daya adsorpsi dari suatu adsorben. Semakin besar luas area permukaan pori adsorben maka daya adsorpsinya juga semakin besar.



Gambar 5. Pola difraktogram Silika Gel 6 M dan Silika Gel Keisel gel 60

Pore Radius Silika gel pada umumnya sebesar 7.103-1,8.103 Å sedangkan surface area silika gel antara 450-530 m²/g. Perbedaan surface area dan Pore Radius antara Silika gel hasil sintesis dengan Silika gel Keisegel karena tergantung pada kondisi preparasinya. Pore size distribution juga merupakan

parameter penting di dalam kajian karakterisasi Silika gel HCl 6M.

X-Ray Diffraction adalah metode yang penting untuk karakterisasi padatan kristal. Teknik ini sering digunakan untuk identifikasi secara kualitatif dari padatan kristal kaeran pola X-Ray Diffraction dapat memberikan keterangan tentang struktur padatan. Karakterisasi dengan XRD (X-Ray Diffraction) informasi mengenai struktur kristal silika gel hasil sintesis. Pola difraktogram silika gel hasil sintesis dibandingkan dengan difraktogram keisegel 60 sebagai pembanding terlihat pada gambar 5

Dari gambar terlihat bahwa hasil analisis XRD (X-Ray Diffraction) jenis silika gel hasil sintesis dengan asam klorida pada konsentrasi 6 M menunjukkan sebuah hump (undukan) dengan intensitas maksimum dengan puncak melebar pada 2θ disekitar 31, 6977 deg (d= 2,85207 Å) yang menunjukkan karakteristik dari senyawa amorf. Menurut Kalapahy dkk (1999) silika gel yang memiliki puncak melebar disekitar 2θ= 21 - 22 deg (d= 4Å) masih berbentuk amorf, tetapi dilihat dari difraktogram silika gel hasil sintesis tidak menunjukkan puncak melebar pada kisaran 2θ= 21- 22 deg ,ini dapat disebabkan masih ada sisa pengotor senyawa Na⁺ yang belum bereaksi sempurna. Pernyataan diatas dapat dipertegas dengan membaca Pola difraksi standar yang umumnya dikenal adalah file Joint Committee on Powder Diffraction Standart untuk Sodium (Na⁺) terbaca pada intensitas maksimum (d=2,821 Å).

Kesimpulan

Kandungan SiO₂ dari Abu pelepah pohon salak pondoh sebesar 21,48 %Telah berhasil disintesis silika gel dari pelepah pohon salak pondoh dengan metode sol- gel. Silika gel hasil sintesis dari Asam Klorida, terutama pada konsentrasi 6M memiliki kemiripan pola, dalam hal struktur dan gugus fungsionalnya dengan Silika gel Keisel gel.

Daftar Pustaka

Azmiyawati , Nuryono, dan Narsito. 2004. Modifikasi Silika Gel dengan Gugus Sulfonat untuk Pemisahan Mg(II) dari Ni(II) dan Cd(II).Seminar Nasional Kimia XIV. Yogyakarta 6-7 september 2004.

Fatimah, E,. 1997. Pemanfaatan Abu sekam Padi untuk menurunkan kadar Cr (IV) dalam Limbah Industri . Bogor: FMIPA IPB.

Iswari. A.R.,2005. Sintesis Silika Gel dari Abu Sekam Padi dengan Asam Klorida. Skripsi. Semarang: Jurusan Kimia. FMIPA. Universitas Diponegoro.

Jalaludin, H. P., 2003, Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Abu Sekam Padi Menggunakan Natrium Karbonat dan Asam Sitrat, Skripsi S-1, Yogyakarta: FMIPA UGM.

Jamarun Novesar, Ahmad Kamil Wan Mahmood, dan Abd Rahman Ismail. 1997. Pengaruh pH Pada Pembentukan Silika Gel Melalui Proses Sol Gel. Malaysia: Pusat Pengkajian Sains Kimia.

- Johnson, W. M., and Maxwell, J. A., 1981, *Rock and Mineral Analysis*. Secon Edition, John Wiley and Sons Inc, New York.
- Kalapathy, U. Proctor, A. Schultz, J., 2002 *Silicate Gel From Rice Hull Ash: Preparation and Characterization*, *Cereal Chemistry*, 75:484–487.
- Kurniawati. W.,dkk. 2003. *Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel Kering dari Abu Sekam Padi Menggunakan Natrium Hidroksida dan Asam Sitrat*. Skripsi S-1. Yogyakarta: FMIPA UGM.
- Megasari, D. 2007. *Pengaruh Konsentrasi HCl pada Pembuatan Silika Gel dari Kaca*. Skripsi. Semarang: Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Diponegoro.
- Niken Dewi Sari Astuti. 2009. *Sintesis Hibrida Sulfonat Silika Melalui Oksidasi Hibrida Merkaptosilika Untuk Adsorpsi Cd(II) Dan Ca(II)*. Skripsi. Yogyakarta : FMIPA UGM.
- Nuryono. 2003. *Sintesis Silika Gel Terenkapsulasi Enzim dari Abu Sekam Padi Dan Aplikasinya Untuk Biosensor*. Yogyakarta: Lembaga Penelitian UGM.
- Onggo,H.,Indarti,H,dan Marto Sudiryo,S,.1998. *Suhu Optimal Pengarangan dan Pembakaran Sekam Padi*. Bogor: FMIPA IPB.
- Scott, R. P. W. 1993. *Silika Gel and Bonded Phases*. Chicester : John Wiley and Son's Ltd.
- Sriyanti, Narsito dan Nuryono, 2004, *Sintesis dan karakterisasi Silika Gel Merkaptopropil Trimetoksisilan*, Semarang: Seminar Nasional MIPA, FMIPA UNDIP
- Storck, S., Bretinger, H., and Maier, W.F. (1998). *Appl. Catal. A: Gen.* 174:137-146.
- Tjahjadi, N. 1995. *Bertanam Salak*. Yogyakarta: Kanisius.
- Tri Suharsih. 2004. *Pengaruh Konsentrasi Asam Sitrat dan Asam Klorida Dalam Pembuatan Silika gel dari Abu Sekam Padi Terhadap Karakterisasi Hasil*. Skripsi. Yogyakarta:FMIPA UGM.