

Preparasi dan Karakterisasi Keramik Silika (SiO_2) Sekam Padi dengan Suhu Kalsinasi 800°C - 1000°C

Riezka Rosalia, Dwi Asmi dan Ediman Ginting

Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung
Jl. Sumantri Brojonegoro No. 1 Bandar Lampung
Email: ocaalia@yahoo.com dan dwiasmi82@yahoo.com

Diterima (12 November 2015), direvisi (30 November 2015)

Abstract. The objective of this research is to synthesize of silica (SiO_2) ceramics obtained from rice husk by using citric acid ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$) leaching method and calcined at 800°C , 900°C , and 1000°C . The samples obtained were characterized using Differential Thermal Analysis and Thermogravimetric Analysis (DTA/TGA), Fourier Transform Infrared (FTIR), X-Ray Diffraction (XRD), and Scanning Electron Microscopy (SEM). The DTA result showed that thermal properties of silica events heat absorption (endothermic) which indicates the presence of polymerized polysaccharide and dehydration are respectively located at a temperature of 312°C and 355°C . The functional groups presence in the FTIR result were -OH stretching vibration of Si-OH, -OH bending vibrations, asymmetric stretching vibration of Si-O of the Si-O-Si, Si-O stretching vibration of Si-OH and bending vibrations of Si-O-Si. Si-O functional groups on Si-OH decreased in wavenumber 812.3 cm^{-1} with a temperature rise at 1000°C . XRD result showed that at 800°C the phase is amorphous, but at 900°C and 1000°C the phase present is tridymite. SEM result showed that the surface area and pore size were getting increasingly closer due to the contraction of the silica particles in the calcination at high combustion temperatures.

Keywords. Citric acid, DTA/TGA, FTIR, leaching, rice husk, SEM, silica, and XRD.

Abstrak. Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis keramik silika (SiO_2) yang diperoleh dari sekam padi menggunakan metode *leaching* dengan asam sitrat ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$) yang dikalsinasi pada suhu 800°C , 900°C , dan 1000°C . Sampel yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan *Differential Thermal Analysis* dan *Thermogravimetric Analysis* (DTA/TGA), *Fourier Transform Infrared* (FTIR), *X-Ray Diffraction* (XRD), dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Hasil karakterisasi DTA menunjukkan sifat termal silika terjadi peristiwa penyerapan panas (endoterm) yang mengindikasikan adanya polisakarida dipolimerisasi dan dehidrasi yang masing-masing terletak pada suhu 312°C dan 355°C . Gugus fungsi yang terbentuk pada karakterisasi FTIR menunjukkan adanya vibrasi ulur -OH dari Si-OH, vibrasi tekuk -OH, vibrasi ulur asimetri Si-O dari Si-O-Si, vibrasi ulur Si-O dari Si-OH, dan vibrasi tekuk Si-O-Si. Gugus fungsi Si-O pada Si-OH menurun pada bilangan gelombang $812,3\text{ cm}^{-1}$ dengan naiknya suhu pada 1000°C . Karakterisasi XRD menunjukkan bentuk amorf ketika dilakukan kalsinasi pada suhu 800°C dan fasa tridimit pada suhu 900°C dan 1000°C . *Scanning Electron Microscopy* (SEM) menunjukkan luas permukaan dan ukuran pori yang semakin semakin rapat yang disebabkan terjadinya pengerutan partikel silika yang dikalsinasi pada suhu pembakaran yang tinggi.

Kata kunci. Asam sitrat, DTA/TGA, FTIR, leaching, sekam padi, SEM, silika dan XRD.

PENDAHULUAN

Indonesia merupakan negara penghasil padi terbesar ke tiga di dunia dengan pencapaian sekitar 54 juta ton per tahun (Bhandari and Gaese, 2008). Di provinsi Lampung, hasil produksi padi pada tahun 2014 mengalami peningkatan hingga mencapai 3,53% dari tahun sebelumnya (Badan Pusat Statistik Provinsi Lampung, 2015). Berdasarkan hasil produksi tersebut diperoleh beras yang permukaan sepenuhnya diselimuti oleh sekam padi. Sekam padi tersebut memiliki potensi untuk dikembangkan dan dimanfaatkan dengan hasil kandungan siliknya yang besar mengandung lebih dari 60% silika (Clowutimonet *al*, 2011). Silika dapat dievaluasi sebagai bahan baku untuk semua aplikasi sejumlah besar produk. Salah satu contohnya ialah sebagai bahan baku keramik yang merupakan contoh material anorganik, yang terdiri dari unsur-unsur logam dan non logam yang berikatan secara kovalen. Keramik terbentuk melalui proses pembakaran yang memiliki bahan dasar silika sebagai penguat bahan keramik. Silika dengan tingkat kemurnian yang tinggi dapat dihasilkan apabila dilakukan pada proses pembakaran pada suhu tinggi (Coniwanti dkk, 2008).

Menurut Clowutimonet *al* (2011) apabila dilakukan pembakaran sekam padi diatas suhu 400°C, senyawa organik yang membusuk dengan hasil karbondioksida hasil pembakaran abu sekam padi menghasilkan kandungan silika yang tinggi. Reni (2014) sebelumnya juga telah melakukan penelitian dengan perlakuan pembakaran pada suhu kalsinasi 500°C–700°C menggunakan metode *leaching* asam sitrat. Akan tetapi struktur silika masih berbentuk amorf pada suhu tersebut. Onojah *et al* (2013) menjelaskan tahapan kristalisasi pada silika sekam padi, pada suhu 600°C, silika masih akan berbentuk fasa amorf, kemudian apabila pembakaran dilakukan pada suhu 800°C akan mulai

terbentuk fasa *trydymite*, dan ketika suhu mencapai 1200°C telah terbentuk *cristobalite*.

Berdasarkan uraian di atas penulis memberikan gagasan untuk melakukan penelitian pada suhu diatas 700°C dengan metode *leaching* menggunakan asam sitrat untuk menentukan gugus fungsi dan struktur keramik silika (SiO₂) berbasis sekam padi untuk mencapai tahapan kristalisasi.

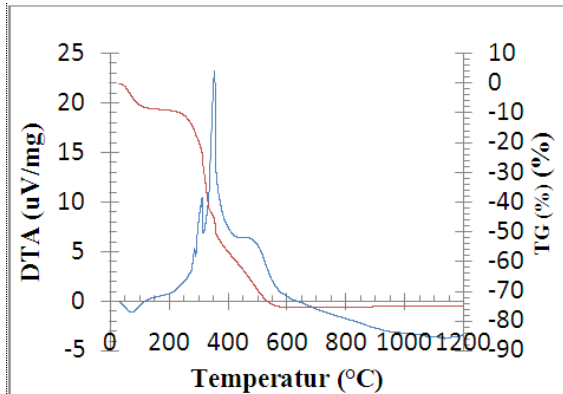
METODE PENELITIAN

Sekam padi yang digunakan dalam penelitian ini diperoleh dari tempat hasil penggilingan padi di kota Metro, provinsi Lampung, Indonesia. Sekam padi dicuci hingga bersih dengan aquades bersih dan dikeringkan selama beberapa hari. Sekam padi kemudian di oven selama 1 jam pada suhu 120°C. Sekam padi sebanyak 40 gram direndam ke dalam 1000 ml larutan asam sitrat (C₆H₈O₇) pada konsentrasi 10% dengan menggunakan metode *leaching*. Proses *leaching* dilakukan dengan menggunakan *magnetic stirrer* dan dipanaskan pada suhu 50°C selama 30 menit. Setelah pemanasan, larutan asam sitrat kemudian dibuang dengan aquades dan sampel di oven kembali pada suhu 100°C selama 120 menit. Setelah kering sampel kemudian dihancurkan menggunakan *mortar* dan *pestle*, kemudian diblender untuk menghasilkan bubuk dasar dan disimpan dalam plastik sampel.

Karakterisasi yang dilakukan dengan suhu kalsinasi 800°C, 900°C dan 1000°C meliputi analisis DTA/TGA, analisis gugus fungsional dengan FTIR *Spektrum One Merk Perkin Elmer*, analisis fasa dan struktur kristal dengan difraksi sinar-x (XRD) *Shimadzu X-Ray diffractometer* 7000 dan analisis mikrostruktur dengan SEM Philip XL20.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakterisasi DTA/TGA

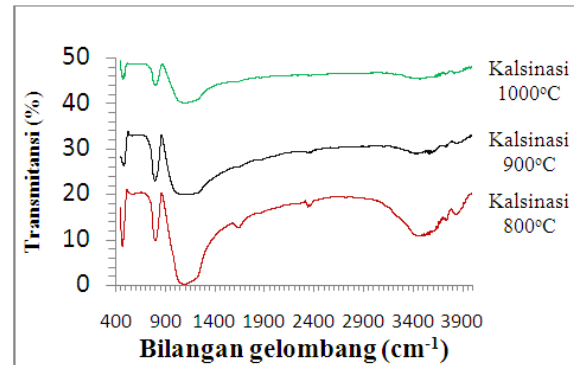


Gambar 1. Analisis termal DTA/TGA

Gambar 1 menunjukkan hasil analisis data DTA/TGA sampel keramik silika sekam padi. Hasil analisis TGA menunjukkan penurunan kurva termografik seiring dengan kenaikan suhu pembakaran, hal ini disebabkan karena peristiwa karbonisasi sekam padi pada suhu lebih besar dari 300°C dan dekarbonisasi sekam padi pada suhu yang lebih tinggi (Maeda *et al*, 2001). Sementara hasil analisis DTA menunjukkan adanya puncak endotermik dan eksotermik. Dua puncak endotermik pertama terletak pada suhu dibawah 400°C, hal ini terkait dengan depolimerisasi polisakarida (Hwang and Wu, 1989), dan puncak endotermik kedua terletak pada interval suhu 400°C hingga 600°C berkaitan dengan silika amorf, dan endotermik ketiga terletak antara 800°C hingga 1200°C terkait dengan fasa tridimit dan kristobalit (Hwang and Wu, 1989).

Analisis DTA/TGA tersebut dilakukan dengan tujuan menentukan suhu untuk dilakukan proses kalsinasi, kemudian diketahui bahwa hasil karakterisasi TGA menunjukkan penyusutan massa pada sampel. Sementara pada karakterisasi DTA menunjukkan adanya peristiwa endoterm dan eksoterm.

Karakterisasi Gugus Fungsi dengan FTIR



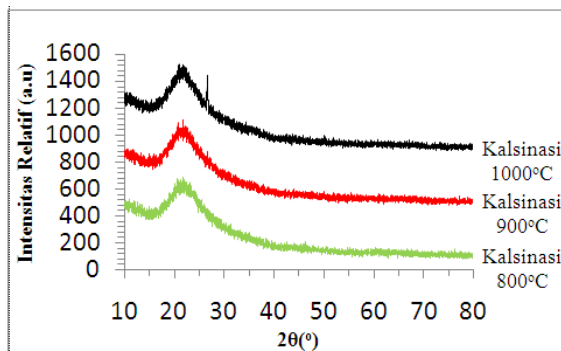
Gambar 2. Spektrum FTIR silika pada suhu 800°C, 900°C, dan 1000°C

Analisis FTIR keramik silika sekam padi hasil kalsinasi pada suhu 800°C, 900°C dan 1000°C ditunjukkan pada **Gambar 2**, sedangkan variasi rentang bilangan gelombang yang dihasilkan ditunjukkan pada **Tabel 1**. Hasil analisis FTIR pada semua sampel menunjukkan adanya gugus fungsi –OH, C-H, Si-O-Si, dan Si-OH. Gugus-gugus fungsi tersebut menurun seiring dengan kenaikan suhu kalsinasi (Ummah dkk, 2010).

Tabel 1. Daftar bilangan gelombang pada variasi suhu 800°C, 900°C, dan 1000°C

Bilangan Gelombang cm^{-1}			Interpretasi	Referensi
800°C	900°C	1000 °C		
3508,18	3561,8	3585,9	Vibrasi ulur dari –OH dari Si-OH	Prastiyanto dkk, 2009 ; Stanley and Nesaraj, 2014
2378,17	2378,6	2380,9	Vibrasi ulur C-H	Prastiyanto dkk, 2009 ; Wang <i>et al</i> , 2000
1660,13	1909,5	1913,7	Vibrasi tekuk –OH dari molekul air	Stanley and Nesaraj, 2014 ; Stuart, 2004
1102,01	1113,01	1143,05	Vibrasi ulur asimetri Si-O dari Si-O-Si	Stanley and Nesaraj, 2014 ; Stuart, 2004
816,10	811,4	812,3	Vibrasi ulur Si-O pada Si-OH	Stuart, 2004
472,8	477,8	491,6	Vibrasi tekuk Si-O-Si	Vijayalakshmi, 2005

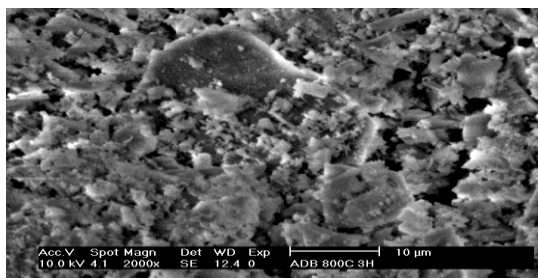
Karakterisasi X-Ray Diffraction



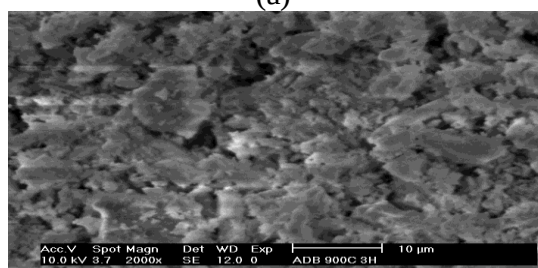
Gambar 3. Pola difraksi sinar-X pada suhu kalsinasi 800°C, 900°C dan 1000°C

Gambar 3 menunjukkan hasil karakterisasi difraksi sinar-x keramik silika sekam padi pada suhu kalsinasi 800°C, 900°C, dan 1000°C. Pola difraksi sinar-x yang dihasilkan pada suhu 800°C merupakan struktur amorf. Sementara pada suhu 900°C, fasa amorf berubah menjadi tridimit dengan ditunjukkan beberapa puncak difraksi dan pada suhu 1000°C berubah menjadi fasa kristalinitas yang diperjelas dengan munculnya satu puncak difraksi yang tajam dan jelas (Bokau, 2013).

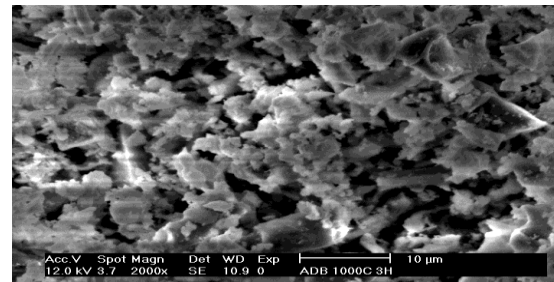
Karakterisasi Scanning Electron Microscopy (SEM)



(a)



(b)



(c)

Gambar 4. Mikrostruktur sampel keramik silika (a) 800°C, (b) 900°C dan (c) 1000°C.

Analisis struktur mikro keramik silika sekam padi pada suhu kalsinasi 800°C, 900°C, dan 1000°C dengan SEM ditunjukkan pada **Gambar 4**. Struktur mikroskopi yang terbentuk pada suhu 800°C masih menunjukkan jelas bahwa permukaan sampel tidak merata dan terdiri dari gumpalan (*cluster*) yang berbentuk lempengan yang mengindikasikan adanya ukuran butir yang tidak merata pada permukaan sampel. Hal ini disebabkan karena sampel tersebut cenderung didominasi struktur amorf. Pada suhu 900°C dan 1000°C menunjukkan morfologi ukuran butir pada sampel semakin merata dan bentuk butiran yang terlihat seragam dengan jumlah pori yang semakin sedikit (**Gambar 4** (b) dan (c)) (Battisha, 2012).

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa sintesis dan karakterisasi silika sekam padi dengan perlakuan *leaching* yang dimulai dari suhu 800°C - 1000°C menunjukkan adanya perubahan fasa dari amorf menjadi fasa tridimit dengan adanya kenaikan suhu yang diberlakukan yang ditunjukkan pada analisis karakterisasi XRD dan juga ukuran butir serta pori-pori yang terlihat semakin jelas pada mikrostruktur sampel yang dilakukan pada pengujian SEM dan gugus fungsi yang terbentuk pada karakterisasi

FTIR menunjukkan adanya –OH, C-H, Si-O-Si, dan Si-O.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Kepala Laboratorium Material Universitas Lampung, Kepala Laboratorium Teknik Material ITB, dan Kepala Laboratorium Material UIN, Kepala Laboratorium Fisika Semen Baturaja Panjang – Bandar Lampung.

DAFTAR PUSTAKA

- Badan Pusat Statistik Provinsi Lampung. 2015. *Produksi Padi, Jagung dan Kedelai Tahun 2014*. <http://regional.bps.go.id/~lampung>. Diakses tanggal 11 Mei 2015 pukul 13.05 WIB.
- Bhandari, R. and Gaese, H. 2008. Evaluation of Box Type Paddy Dryers in South Sumatra, Indonesia. *Agricultural Engineering International : the International Commission of Agricultural and Biosystem Engineering (CIGR) Ejournal*. Vol. 10. Pp. 1-16.
- Bokau, N. S. 2013. Sintesis Membran Kitosan Termodifikasi Silika Abu Sekam Padi untuk Proses Dekolorisasi (*skripsi*). Semarang : Universitas Negeri Semarang.
- Battisha, I. and Nahrawi, A. E. 2012. Physical Properties of Nano-Composite Silica Phosphate Thin Film Prepared by Sol Gel Technique. *Journal of Glass and Ceramics*. Vol. 2. Pp. 17-22.
- Coniwanti, P., Srihandy, R., dan Apriliyani. 2008. Pengaruh Proses Pengeringan, Normalitas HCL, dan Temperatur Pembakaran pada Pembuatan Silika dari Sekam Padi. *Jurnal Teknik Kimia*. Vol. 1, No.15. Pp. 5-11.
- Clowutimon, W., Prakob, K., and Pornsawan, A. 2011. Adsorption of Free Fatty Acid from Crude Palm Oil on Magnesium Silicate Derived From Rice Husk. *Journal of Engineering*. Vol. 15. Pp. 15-25.
- Hwang, C. L. And Wu, D. S. 1989. Properties of Cement Paste Containing Rice Husk Ash. *American Concrete Institute* 1989. Vol. 114. Pp. 733-762.
- Maeda, N., Wada, I., Kawakami, M., Ueda, T., and Pushpalal, G. K. D. 2001. Development of a New Furnace for the Production of Rice Husk Ash. *The Seventh CANMET/ACI International Conference on Fly Ash, Silica Fume, Slag and Natural Pozzolans in Concrete*. Vol. 199. Pp. 835-852.
- Onojah, A. D., Agbendeh, N. A., and Mbakaan, C. 2013. Rice Husk Ash Refractory: The Temperature Dependent Crystalline Phase Aspects. *International Journal of Research and Reviews in Applied Science*. Vol. 15, No.2. Pp. 246 – 248.
- Prastiyanto, A., Azmiyawati, C., dan Darmawan, A. 2009. Pengaruh Penambahan Merkaptobenzotiazol (MBT) terhadap Kemampuan Adsorpsi Gel Silika dari Kaca pada Ion Logam Kadmium. *Jurnal Material Sains (laporan penelitian)*. Semarang : Universitas Diponegoro.
- Reni, 2014. Sintesis dan Karakterisasi Gugus Fungsi dan Struktur Keramik

- Silika (SiO₂) Sekam Padi dengan Leaching Asam Sitrat (C₆H₈O₇) (skripsi). Bandar Lampung : Universitas Lampung.
- Stanley, R. and Nesaraj, A. S. 2014. Effect of Surfactants on the Wet Chemical Synthesis of Silica Nanoparticles. *International Journal of Applied Science and Engineering*. Vol. 12, No.1. Pp. 9-21.
- Stuart, B. 2004. Infrared Spectroscopy : Fundamental and Appication. *Analytical Technicues in the Science*.
- Ummah, S., Prasetyo, A., and Baroroh, H. 2010. Kajian Penambahan Abu Sekam Padi dari Berbagai Suhu Pengabuan Terhadap Plastisiatas Kaolin. *Jurnal Alchemy*. Vol. 1, No. 2. Hal 53-103.
- Vijayalakshmi, U., Balamurugan, A., and Rajeswari, S. 2005. Synthesis and Caracterization of Porous Silica Gels for Biomedical Applications. *Journal ofTrends Biomaterial Artif. Organs*. Vol 18, No. 2. Pp. 101-105.
- Wang, P. F., Ding, S. J., Zhang, W., Zhang J. Y., Wang, J. T., and Wei, W. L. 2000. FTIR Characterization of Fluorine Doped Silicon Dioxide Thin Films Deposited by Plasma Enchanced Chemical Vapor Deposition. *National Natural China under Grant*. Vol. 12. No. 12. Pp. 912-914.