Studi Pendahuluan Pembentukan Struktur Komposit Perak Silika (Ag/SiO₂) Berbasis Sekam Padi

Janariah^{(a)*}, Jessy Oktayulia Sari^(b), Simon Sembiring^(c) dan Junaidi^(d)

Jurusan Fisika, Universitas Lampung, Bandar Lampung, Indonesia, 35141 Email: (a*)janariah.99@gmail.com, (b)jessyoktayls25@gmail.com, (c)simon.sembiring@fmipa.unila.ac.id, (d)junaidi.1982@fmipa.unila.ac.id

Diterima (12 November 2021), Direvisi (04 Desember 2021)

Abstract. The Research of synthesis silver silica (Ag/SiO_2) composite has been carried out using the sol-gel method using various concentrations of colloidal silver nitrate ($AgNO_3$) 0.3; 0.5; and 0.7 M into the silica sol of rice husk by thermal treatment at 110 °C and sintering at 850 °C. The purpose of this research is as a preliminary study of the formation of Ag/SiO_2 composite, structure through characterization X-ray diffraction (XRD). XRD analysis showed that the number concentration of $AgNO_3$ affect the intensity at 20 increment. At a concentration of 0.3 M of silica structure (SiO_2) produced amorphous form and the intensity of silver (Ag) is not too large, so that with the addition of 0.5 and 0.7 M concentrations of the silica peak structure intensity is visible and the peak intensity increases of the silver structure.

Keywords: Ag/SiO₂ Composite, Silver Nitrate, Rice Husk Silica, Structure.

Abstrak. Penelitian mengenai sintesis komposit perak silika (Ag/SiO₂) telah dilakukan melalui metode solgel dengan menggunakan variasi konsentrasi koloid perak nitrat (AgNO₃) yaitu 0,3; 0,5; dan 0,7 M ke dalam sol silika sekam padi dengan perlakuan termal suhu 110 °C dan suhu *sintering* 850 °C. Tujuan dari penelitian ini yaitu sebagai studi pendahuluan pembentukan struktur komposit Ag/SiO₂ melalui karakterisasi *X-ray diffraction* (XRD). Analisis XRD menunjukkan bahwa jumlah konsentrasi AgNO₃ mempengaruhi kenaikan intensitas pada 2θ. Pada konsentrasi 0,3 M struktur silika (SiO₂) yang dihasilkan masih dalam bentuk amorf dan intensitas perak (Ag) tidak terlalu besar, sehingga dengan penambahan konsentrasi 0,5 dan 0,7 M intensitas struktur puncak silika sudah terlihat dan bertambahnya intensitas puncak dari struktur perak.

Kata kunci: Komposit Ag/SiO₂, Perak Nitrat, Silika Sekam Padi, Struktur.

PENDAHULUAN

Tanaman padi termasuk ke dalam komoditas pertanian utama negara Indonesia. Limbah pertanian padi yang berupa sekam memiliki potensi penghasil silika dengan kemurnian sebesar 87-99,48% [1]. Silika memiliki karakteristik tidak mudah bereaksi dengan senyawa lain (inert) dan tahan terhadap suhu tinggi [2], sehingga banyak diaplikasikan secara luas dalam pembuatan seperti keramik refraktori, zeolit, katalis material komposit, bahan adsorben, dan lain-lain [3][4][5][6].

Pemanfaatan silika yang luas iika dimodifikasi dengan material lain maka akan mengembangkan ilmu material lebih lanjut sehingga menarik untuk dilakukan [7]. Material komposit termasuk material hasil modifikasi antara 2 jenis atau lebih bahan yang dijadikan padu untuk menghasilkan material dengan sifat fisik dan mekanik lebih baik [8].

Silika sekam padi dapat dijadikan bahan matriks komposit dimodifikasi dengan partikel perak sebagai bahan penguat, sebab perak memiliki sifat yang reaktif dan dapat diaplikasikan secara luas ke dalam berbagai bidang seperti sebagai katalis, teknologi, kesehatan, antimikroba, industri tekstil, dan lainnya [9]. Logam perak dalam bentuk partikel sangat mudah menumpuk antar sesamanya dan mudah teroksidasi [10] sehingga memerlukan agen penyetabil agar tidak saling menumpuk yang biasanya berupa polimer, namun polimer tidak tahan terhadap panas yaitu leleh pada suhu 180-240 °C [11] dan proses sintesis akan lebih rumit dengan biaya yang lebih mahal [12].

Beberapa penelitian mengenai komposit perak silika (Ag/SiO₂) telah dilakukan oleh Pham dkk, (2014) menggunakan silika berbasis tetraethyl ortho silicate (TEOS) menjadi matriks komposit yang dipadukan dengan partikel perak dan menghasilkan partikel perak yang tersebar homogen dan tidak saling menumpuk di dalam matriks [12]. Azat dkk, (2020) melakukan sintesis nanokomposit Ag/SiO₂ menggunakan matriks silika berbasis abu sekam padi dimodifikasi dengan silika triethoxysilane (TES) yang diaplikasikan sebagai pereduksi logam merkuri (Hg) di dalam air [13].

Sehingga penelitian memodifikasi variasi konsentrasi prekursor koloid perak nitrat (AgNO₃) 0,3; 0,5; dan 0,7 M ke dalam sol silika dari ekstraksi sekam padi dipelajari dengan menarik untuk mengidentifikasi bagaimana pengaruh pembentukan konsentrasi terhadap struktur komposit karakteristik dari Ag/SiO2 dengan melakukan karakterisasi menggunakan X-ray diffraction (XRD).

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian sintesis komposit perak silika (Ag/SiO₂) antara lain gelas ukur, erlenmayer, pH meter, pipet tetes, kompor listrik, *magnetic stirrer*, oven, mortar dan

alu, ayakan ukuran 200 mesh, dan botol sampel.

Bahan-bahan yang digunakan yaitu sekam padi, perak nitrat (AgNO₃) merck 90%, natrium hidroksida (NaOH) *chemical product* 90%, asam nitrat (HNO₃) *chemical product* 68%, dan air destilasi/H₂O (aquades).

Preparasi Ekstraksi Sol Silika Sekam Padi

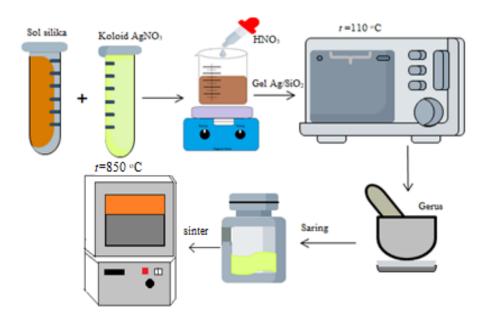
Sekam padi dilarutkan dalam 5% NaOH dipanaskan sampai suhu 100 °C selama ±30 menit sambil diaduk hingga berubah warna menjadi coklat pekat, kemudian dinginkan pada suhu ruang dan simpan selama 24 jam, lalu disaring untuk memperoleh ekstrak sol silika.

Preparasi Koloid Perak Nitrat

Koloid perak nitrat diperoleh dengan melarutkan prekursor AgNO₃ (Merck 99%) ke dalam aquades menggunakan variasi konsentrasi 0,3; 0,5; dan 0,7 M, lalu di*stir* pada suhu ruang dengan kecepatan 350 rpm selama ±10 menit.

Sintesis Komposit Perak Silika

Sintesis komposit Ag/SiO₂ dilakukan menggunakan metode sol-gel yang dapat dilihat pada **Gambar 1. Gambar 1** menunjukkan skema proses sintesis komposit perak silika melalui tahapan larutan sol silika dan koloid perak nitrat dicampurkan dengan perbandingan 1:1 ke dalam gelas beker lalu di*stir* menggunakan *magnetic strirer* pada suhu ruang dengan kecepatan 350 rpm selama ±1 jam. Selama proses pengadukan tambahkan asam nitrat (HNO₃) hingga pH mencapai 7 dan



Gambar 1. Skema sintesis komposit Ag/SiO₂.

terbentuk gel komposit. Kemudian gel disimpan dan ditutup rapat selama 24 jam untuk menyempurnakan proses pembentukkan gel (gel dimatangkan).

Gel komposit perak silika yang terbentuk dicuci menggunakan air destilasi suhu 60 °C sebanyak 3x pencucian untuk menghilangkan residu pada gel. Gel komposit kemudian dikeringkan di dalam oven pada suhu 110 °C selama ±2 jam untuk dihilangkan kandungan kadar air, lalu digerus menggunakan mortar dan alu dan disaring menggunakan mesh ukuran 200 mesh untuk dijadikan serbuk komposit. Serbuk komposit Ag/SiO₂ kemudian disinter pada suhu 850 °C dengan laju pemanasan 5 °C/menit selama ±2 jam untuk menjadikan material lebih padat.

Karakterisasi

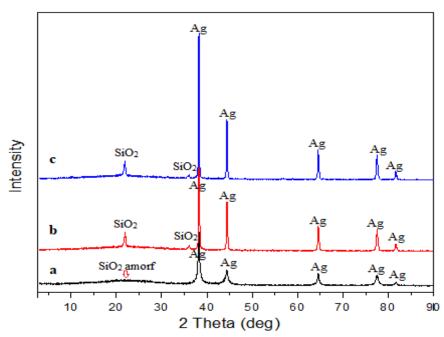
Serbuk komposit Ag/SiO₂ dilakukan karakterisasi menggunakan *X-ray diffraction* (XRD) jenis X'Pert Powder PW 30/40 melalui radiasi CuKα dengan panjang

gelombang λ = 1,54184 Å rentang sudut 2θ =3-90° untuk melihat struktur kristal yang terbentuk.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Data yang diperoleh melalui karakterisasi menggunakan XRD adalah data antara intensitas dan sudut difraksi (2θ) , perolehan data kemudian diplot menggunakan aplikasi origin dan keluaran berupa grafik difaktogram XRD. Analisis XRD diidentifikasi keluaran struktur kristalnya melalui metode search and match atau pencocokan sudut 2θ yang nilainya mendekati dan tingkat intensitas kemunculan terbanyak pada data standar aplikasi program powder diffraction file (PCPDFWIN).

Keluaran difaktogram XRD komposit Ag/SiO2 dengan konsentrasi 0,3; 0,5; dan 0,7 M dapat dilihat pada **Gambar 2.**



Gambar 2. Difaktogram komposit Ag/SiO₂ variasi konsentrasi perak nitrat a) 0,3 M; b) 0,5 M; c)0,7 M.

Berdasarkan pencocokan puncak menggunakan search and match pada PCPDFWIN menunjukkan bahwa fasa yang terbentuk adalah silika (PDF 39-1425) dan perak (PDF 04-0783). Hasil difaktogram XRD pada konsentrasi 0,3 M (Gambar 2a) menunjukkan bahwa silika yang terbentuk berstruktur amorf atau belum terbentuknya struktur kristal ditandai dengan pola difraksi seperti bukit dengan 2θ yang melebar pada rentang 2θ =19-24° hasil ini sesuai dengan penelitian Askaruly dkk, (2020) bahwa silika sekam padi memiliki struktur amorf dengan rentang 2θ =20-24° [14]. Struktur amorf silika mengindikasikan bahwa partikel perak menutupi permukaan silika secara merata (homogen).

Struktur kristal perak dengan konsentrasi 0,3 M sudah terbentuk dengan puncak 2θ =38,192°; 44,432°; 64,569°; 77,530°; dan 81,666° data kristal perak bersesuaian dengan data standar (PDF 04-0783) pada sudut 2θ =38,116°, 44,277°; 64,426°; 77,472°; dan 81,537° pada bidang kisi (111); (200); (220); (311); dan (222)

dengan fasa *face center cubic* (FCC) [9][11][12].

Pada konsentrasi 0,5 dan 0,7 M (Gambar 2b dan Gambar 2c) terjadi perubahan struktur silika amorf menjadi silika kristalin dengan sudut $2\theta=21,943^{\circ}$ dan 36,100° serta pada konsentrasi 0,7 M sudut $2\theta=21.924^{\circ}$ dan 36.04° data ini bersesuai dengan data standar kristal silika (PDF 39-1425) pada 2θ = 21,985° dan 36,080° pada bidang kisi (101) dan (200) dengan fasa kristobalit. Terbentuknya struktur kristal silika sekam padi terjadi ketika dilakukan perlakuan termal dimulai pada suhu 850 °C dengan fasa kristobalit, hal ini bersesuaian dengan penelitian Shinohara dan Kohyama (2004) Azmi dkk, (2016) yaitu pada 2θ = 22° dan 36° merupakan fasa kristobalit [15][16].

Untuk kristal perak pada konsentrasi 0.5 dan 0.7 M tidak membentuk puncak Ag baru pada 2θ , sehingga struktur fasa perak adalah FCC pada data standar (PDF 04-0783). Secara keseluruhan data analisis difaktogram komposit Ag/SiO2 dapat dilihat pada **Tabel 1.**

0,3 M	Intensitas	0,5 M	Intensitas	0,7 M	Intensitas	Struktur
2θ (°)		2θ (°)		2θ (°)		
-	-	21,943	2908,33	21,924	3308,33	SiO_2
-	-	36,100	1158,33	36,04	1016,67	SiO ₂
38,192	9258,33	38,258	21091,67	38,225	25208,33	Ag
44,400	2741,67	44,432	8558,33	44,408	9991,67	Ag
64,520	1908,33	64,569	4441,67	64,540	5316,67	Ag
77,400	1883,33	77,530	3833,33	77,492	4408,33	Ag
81,640	733,33	81,666	1450,00	81,627	1716,67	Ag

Tabel 1. Data difaktogram XRD Ag/SiO₂.

Tabel 1 menunjukkan perubahan intensitas 2 fasa kristal silika dan perak seiring dengan bertambahnya konsentrasi perak nitrat. Pada konsentrasi 0,3 M struktur amorf silika tidak memiliki intensitas puncak tertinggi dan struktur kristal FCC perak memiliki intensitas puncak yang tidak terlalu tinggi.

Pada konsentrasi 0,5 dan 0,7 M struktur kristobalit silika pada 2θ =21,943° dan 21.924° meningkat, namun pada 36,04° $2\theta = 36,100^{\circ}$ dan mengalami penurunan intensitas yang dipengaruhi oleh bertambahnya konsentrasi perak yang menutupi permukaan silika. Bertambahnya konsentrasi menengindikasikan perak semakin tingginya puncak intesitas yang dimiliki oleh perak. Tingkat intensitas menunjukkan bahwa semakin bertambah mempengaruhi konsentrasi banyaknya kandungan fasa yang terbentuk pada komposit Ag/SiO₂.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang diperoleh dapat disimpulkan bahwa pembentukan struktur komposit perak silika (Ag/SiO₂) dengan variasi 0,3; 0,5; dan 0,7 M menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi AgNO₃ maka tingkat intensitas

kemunculan struktur kristal perak (Ag) bertambah dan kemampuan perak ketika menempel pada silika mampu manaikkan intensitas kemunculan kristal silika. Serta dalam komposit Ag/SiO₂ struktur silika dan perak tidak saling bereaksi membentuk struktur baru.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Okutani, T, "Retention of Amorphous Silica in Rice Hulls at High Temperatures," *J. Met. Mater. Miner.*, vol. 30, no. 3, pp. 24–29, (2020).
- [2] Camporotondi, D. E., Foglia, M. L., Alvarez, G. S., Mebert, A. M., Diaz, L. E., Coradin, T., and Desimone, M. F. Antimicrobial properties of silica modified nanoparticles. In Microbial Pathogens and Strategies for Combating Them. Badajos Spain: Formatex Research Center, (2013).
- [3] Sembiring, S. *Potensi Silika Sekam Sebagai Bahan Keramik Refraktori Tahan Pada Suhu Tinggi*. Yogyakarta: Teknosain, (2017).
- [4] Arnelli., F. Solichah., Alfiansyah., A. Suseno., and Y. Astuti, "Sintesis Zeolit Dari Abu Sekam Padi Menggunakan

- Metode Hidrotermal: Variasi Waktu dan Temperatur," *J. Kim. Sains dan Apl.*, vol. 20, no. 2, p. 58, (2017).
- [5] Salman, M. H., D. Kridiyanto., Khamidinal., and P. Arsanti, "Preparasi Katalis Silika Sulfat dari Abu Sekam Padi dan Uji Katalitik Pada Reaksi Esterifikasi Gliserol dengan Anhidrida Asam Asetat," *J. Reakt.*, vol. 15, no. 4, pp. 231–240, (2015).
- [6] Mujiyanti, D. R., Nuryono., and E. S. Kurniati, "Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Abu Sekam Padi yang Diimobilisasi dengan 3-(Trimetoksisilil)-1-Propantiol," *Sains dan Terap. Kim.*, vol. 4, no. 2, pp. 150–167, (2010).
- [7] Callister, W. D. *Materials Science and Engineering*, 7th ed. United States of America: John Wiley & Sons, Inc, (2007).
- [8] Jones, R. M. Mechanics of Composite Materials, 2nd ed. United States of America: Taylor & Francis, Inc, (1999).
- [9] Shahjahan, M., M. H. Rahman, M. S. Hossain., M. H. A. Begum., and A. Islam, "Synthesis and Characterization of Silver Nanoparticles by Sol-Gel Technique," *Nanosci. Nanometrology*, vol. 3, no. 1, pp. 34–39, (2017).
- [10] Haryono, A., D. Sondari., S. B. Harmami., and M. Randy, "Sintesa Nanopartikel Perak dan Potensi Aplikasinya," *J. Ris. Ind.*, vol. 2, no. 3, pp. 156–163, (2008).
- [11] Junaidi., M. Yunus., Harsojo., E. Suharyadi., and K. Triyana, "Effect of

- Stirring Rate on The Synthesis Silver Nanowires using Polyvinyl Alcohol as A Capping Agent by Polyol Process," *Int. J. Adv. Sci. Eng. Inf. Technol.*, vol. 6, no. 3, pp. 365–369, (2016).
- [12] Pham, D. P., K. K. Huynh., C. V. Tran., V. Q. Vu., and T. T. V. Tran., "Preparation and structural characterization of sol-gel-derived silver silica nanocomposite powders," *Int. J. Mater. Sci. Appl.*, vol. 3, no. 5, pp. 147–151, (2014).
- [13] Azat, S., E. Arkhangelsky., T. Papathanasiou., A. A. Zorpas., A. Abirov., and V. J. Inglezakis., "Synthesis of Biosource Silica-Ag Nanocomposite and Amalgamation Reaction with Mercury in Aqueous Solution," *Comptes Rendus Chim.*, vol. 23, no. 1, pp. 77–92, (2020).
- [14] Askaruly, K., S. Azat., Z. Sartova., M. Yeleuov., A. Kerimkulova., and K. Bekseitova., "Obtaining and Characterization of Amorphous Silica From Rice Husk," *J. Chem. Technol. Metall.*, vol. 55, no. 1, pp. 88–97, (2020).
- [15] Azmi, M., A. Ismail, N. A. A., M. Rizamarhaiza., W. M. Hasif A. A. K., and H. Thaib, "Characterisation of Silica Derived from Rice Husk (Muar, Johor, Malaysia) Decomposition at Different Temperatures," *Int. Conf. Funct. Mater. Metall.*, vol. 020005, no. 1, (2016).
- [16] Shinohara, Y., and N. Kohyama, "Quantitative Analysis of Tridymite and Cristobalite Crystallized in Rice Husk Ash by Heating," *Ind. Health*, vol. 42, pp. 277–285, (2004).