

Sintesis Keramik Silika dari Daun Bambu dengan Teknik Sol-Gel dan Karakterisasi pada Suhu Kalsinasi 500 °C, 600 °C, dan 700 °C

Neti Noverliana dan Dwi Asmi

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

Diterima (19 Agustus 2014), direvisi (25 September 2014)

Abstract. In this research, extraction and characterization of silica ceramic from bamboo leaves using sol gel technique have been conducted. The process involves extraction of silica by using kalium hydroxyde and gelation of silica using acid solution. The samples calcined at temperature of 500°C, 600°C, and 700°C and characterized using DTA/TG, FTIR, XRD, and SEM. The TG analysis showed the mass decrease 49,01% of the entire mass, and DTA result which indicates the presence of organic matter decomposition and the change of phase in the sample. FTIR data indicated the presence of hydroxyl (OH), silanol (Si-O), and siloxane (Si-O-Si) groups. X-ray diffraction patterns revealed the amorphous with tridymite phase. SEM showed that the surface of the sample has the shape and grain size as diverse of globular and rectangular shapes.

Keywords. *silica , bamboo leaves , sol-gel , DTA/TGA , FTIR , XRD.*

Abstrak. Dalam penelitian ini dilakukan ekstraksi dan karakterisasi keramik silika dari bahan dasar daun bambu dengan menggunakan teknik sol-gel. Proses ekstraksi silika ini menggunakan kalium hidroksida dan gelasi menggunakan larutan asam. Sampel selanjutnya dikalsinasi pada suhu 500°C - 700°C dan dikarakterisasi menggunakan DTA/TGA, FTIR, XRD, dan SEM. Analisis TG menunjukkan penurunan massa sebesar 49,01% dari massa total dan hasil DTA menunjukkan penguraian bahan organik dan perubahan fase pada sampel. FTIR menunjukkan adanya gugus hidroksil (OH), silanol (Si-O), dan siloxan (Si-O-Si). XRD menunjukkan bahwa pola sinar-x sampel silika memiliki struktur *amorf* dengan fasa *tridymite*. SEM menunjukkan bahwa permukaan sampel memiliki bentuk dan ukuran butir yang beragam yaitu bentuk *globular* dan *rectangular*.

Kata kunci. *silika, daun bambu, sol-gel, DTA/TGA, FTIR, XRD.*

PENDAHULUAN

Indonesia merupakan negara yang sangat kaya dengan sumber daya alam yang potensial, didukung dengan keadaan geografis Indonesia. Adapun salah satu sumber daya alam yang ada di Indonesia adalah bambu. Bambu merupakan

komoditas lokal yang dikenal oleh masyarakat sejak dulu. Bambu merupakan tanaman yang mudah ditemui di Indonesia terutama di Jawa, Bali, Sulawesi Selatan, dan Sumatera (Dransfield and Widjaya, 1995). Bambu merupakan tanaman *Ordo Bambuoidae* yang pertumbuhannya cepat dan bambu dapat dipanen pada umur 3

tahun (Suhardiman, 2011) dan memiliki jumlah produksi tinggi yaitu sekitar 33,4-109,2 ton/ha/tahun (Dransfield and Widjaya, 1995).

Bambu mengandung silika yang cukup tinggi (Suhardiman, 2011; Amu and Adetuberu 2010). Berdasarkan hasil penelitian yang pernah dilakukan, bambu memiliki kadar selulosa berkisar antara 42,4% - 53,6%, kadar lignin berkisar antara 19,8% - 26,6%, kadar pentosan 1,24% - 3,77%, kadar abu 1,24% - 3,77%, kadar silika 0,10% - 1,28%, kadar ekstraktif 0,9% - 6,9% dan bambu mengandung holoselulosa (selulosa dan hemiselulosa) berkisar antara 73,32% - 83,80% (Krisdianto dkk, 2000). Dari kandungan silika yang dimiliki oleh bambu, memungkinkan untuk memanfaatkan bambu menjadi lebih optimal dengan mengekstrak kandungan silika dari bambu tersebut. Silika merupakan bahan kimia yang pemanfaatannya dan aplikasinya cukup luas berbagai bidang.

Salah satu contoh pemanfaatan potensi silika yaitu sebagai bahan baku alternatif pembuatan silika gel dengan metode sol-gel (Laksmono, 2002). Adanya kandungan silika dalam daun bambu memiliki potensial untuk dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan material berbasal silika. Silika dari daun bambu ini dapat diperoleh dengan metode pengabuan (Amu and Adetuberu, 2010; Cocina *et al.*, 2008; Singh *et al.*, 2007). Seperti penelitian yang telah dilakukan dengan memanfaatkan silika dari abu daun bambu yang digunakan dalam bidang konstruksi (Amu and Adetuberu, 2010; Singh *et al.*, 2007) dan daun bambu sebagai bahan *pozzolanic* seperti yang dilakukan Cocina *et al.*, 2008.

Dari penelitian beberapa silika daun bambu yang telah dilakukan sebelumnya mendasari dilakukannya penelitian ini yaitu akan memanfaatkan silika daun bambu dengan metode yang berbeda yaitu metode sol-gel.

Metode *sol-gel* merupakan metode yang sedang dikembangkan saat ini dimana prosesnya lebih sederhana, tidak memerlukan waktu yang lama dan pengontrolan operasinya lebih mudah (Taslimah, 2005).

METODE PENELITIAN

Penelitian ini dilakukan dengan beberapa tahap, tahap pertama diawali dengan preparasi daun bambu. Preparasi daun bambu dilakukan dengan pemetikan dan pemilihan daun bambu dari batangnya kemudian dibersihkan dari kotoran, debu-debu atau pasir yang menempel pada daun bambu satu persatu. Daun bambu yang telah dibersihkan selanjutnya dijemur dibawah sinar matahari hingga kering dan berwarna kecoklatan. Selama proses penjemuran daun bambu dipisahkan satu sama lain agar daun kering secara merata. Setelah pengeringan dengan sinar matahari, daun bambu kemudian dicuci dan dikeringkan kembali. Daun bambu yang telah bersih dan kering, dibuang tulang tengah daunnya secara satu persatu kemudian daun dipotong kecil-kecil dan dikeringkan kembali ke dalam oven dalam waktu 60 menit pada suhu 120°C agar daun bambu benar-benar kering.

Tahap kedua yaitu preparasi silika sol yang dilakukan dengan cara merendam 50 gram daun bambu dengan larutan KOH 1,5% dalam *beaker glass*, campuran daun bambu dan KOH diaduk-aduk hingga daun bambu terendam seluruhnya dan selanjutnya campuran dipanaskan selama 60 menit dengan menggunakan kompor listrik. Selama proses pemanasan, dilakukan pengadukan agar silika yang terkandung dalam daun dapat terekstrak secara optimal. Setelah proses pemanasan selesai, filtrat (silika sol) dipisahkan dengan menggunakan penyaring. Selanjutnya filtrat (silika sol) didiamkan selama 24 jam agar terjadi proses penjenuhan (*aging*). Filtrat

(silika *sol*) yang telah dihasilkan pada proses preparasi silika *sol* kemudian diukur dengan menggunakan neraca. Pengukuran filtrat ini bertujuan untuk mengetahui volume dari silika *sol*.

Tahap ketiga yaitu pembentukan silika gel. Adapun proses pembentukan *gel* yaitu filtrat *sol* yang telah dihasilkan dan yang telah diketahui massanya dimasukkan ke dalam *beaker glass*, filtrat kemudian ditambahkan HCL 10% secara perlahan-lahan dengan menggunakan pipet tetes dan distirer hingga terbentuk silika *gel*, silika *gel* kemudian didiamkan selama 24 jam agar terjadi proses penjenuhan (*aging*), silika *gel* kemudian disaring dan dicuci dengan menggunakan air hangat yang telah dicampur dengan pemutih, selanjutnya silika *gel* disaring dengan menggunakan kertas saring, hasil penyaringan kemudian dipanaskan menggunakan oven dengan temperatur pemanasan 110°C selama delapan jam hingga diperoleh silika dalam bentuk padat. Silika padat selanjutnya ditimbang menggunakan neraca untuk diketahui massanya dan kemudian digerus selama 3 jam hingga diperoleh serbuk silika.

Tahap keempat yaitu proses kalsinasi yang dilakukan dengan menggunakan *furnace* dan dilakukan pada sampel dengan suhu kalsinasi 500°C , 600°C , dan 700°C dalam waktu 180 menit. Proses kalsinasi ini dilakukan dengan memasukkan sampel kedalam *furnace*, *furnace* dihubungkan dengan jaringan listrik, mengatur suhu kalsinasi, setelah proses kalsinasi selesai *furnace* dimatikan dan sampel dikeluarkan.

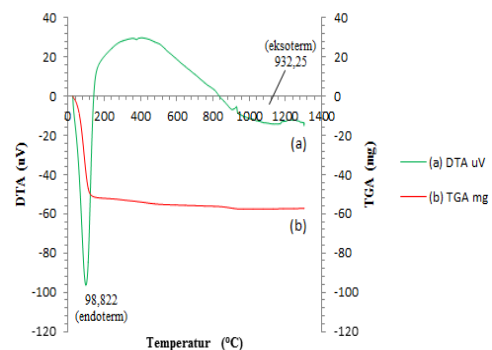
Tahap terakhir yaitu karakterisasi sampel. Karakterisasi dilakukan pada sampel keramik silika yang telah dikalsinasi. Dimana keramik silika hasil sintesis ini kemudian dikarakterisasi menggunakan *Forrier Transform Infrared FTIR*, *Differential Thermal Analysis/Thermogravimetry (DTA/TG)*, *Scanning Electron Microscopy (SEM)*, dan

X-Ray Diffraction (XRD) dengan perlakuan sebelum dikalsinasi dan setelah dikalsinasi.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Ekstraksi silika dari daun bambu ini diperoleh dengan mencampurkan 50 gram daun bambu yang telah dipreparasi kedalam 500 ml KOH 1,5% yang selanjutnya dipanaskan hingga 60 menit dan diaduk terus menerus. Setelah proses ekstraksi selesai, filtrat (*sol*) silika dipisahkan dari daun bambu dengan menggunakan penyaring dan kemudian didiamkan (*aging*) selama 24 jam. Dari ekstraksi yang dilakukan dapat menghasilkan filtrat *sol* rata-rata sebanyak 265,38 ml dan kemudian dari filtrat yang telah ditetesi HCL 10% menghasilkan silika gel rata-rata sebanyak 103,33 gr, dan silika padat rata-rata sebanyak 2,19 gr. Dari hasil ekstraksi tersebut dapat diketahui bahwa daun bambu tidak terlalu banyak mengandung silika.

Hasil karakterisasi DTA/TGA dapat dilihat pada **Gambar 1**. Dari kurva analisis termografimetri (TGA) menunjukkan bahwa semakin meningkatnya suhu maka kurva termografimetri akan semakin menurun. Dari Kurva DTA/TGA yang ditunjukkan pada Gambar 16 terdapat beberapa puncak endotermik

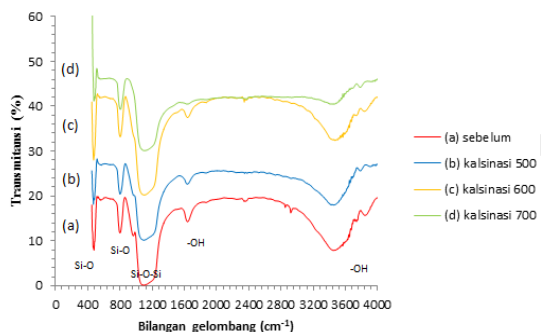


Gambar 1. Kurva DTA/TGA sampel keramik silika sebelum kalsinasi dan kalsinasi 500°C – 600°C .

(penyerapan panas) dan eksotermik (pelepasan panas). Puncak endotermik dapat diamati pada kisaran suhu 100-200°C yaitu sekitar suhu 98,822°C, pada puncak ini diidentifikasi bahwa terjadi penguapan air dan bahan organik yang terdapat dalam sampel seperti selulosa, lignin dan lain-lain terurai (Ramadhansyah *et al.*, 2012).

Sedangkan puncak eksotermik dapat diamati pada kisaran suhu 900-1000°C yaitu sekitar suhu 932,25°C, pada puncak ini diidentifikasi adanya kristalisasi kristobalit pada sampel silika, dimana sampel silika yang dipanaskan pada suhu 900-1000°C terjadi peningkatan kristalisasi pada sampel silika (Sembiring and Simanjuntak, 2012).

Untuk hasil karakterisasi FTIR dapat dilihat pada **Gambar 2** yang menjelaskan gugus fungsi dari sampel uji sebelum dikalsinasi dan kalsinasi 500°C-700°C. Spektrum menunjukkan adanya beberapa puncak yang berarti terdapat beberapa gugus fungsi dalam sampel keramik silika, baik gugus fungsi yang dimiliki oleh silika atau gugus fungsi yang dimiliki oleh pengotor yang tidak dapat dibersihkan atau dihilangkan sepenuhnya. Puncak gugus pertama yang diperkirakan berhubungan dengan gugus fungsi silika adalah puncak bilangan gelombang 3443,61 cm⁻¹ dan puncak bilangan gelombang 1637,55 cm⁻¹. Puncak ini merupakan puncak untuk vibrasi



Gambar 2. Spektrum FTIR sampel keramik silika sebelum kalsinasi dan kalsinasi 500 °C – 600 °C.

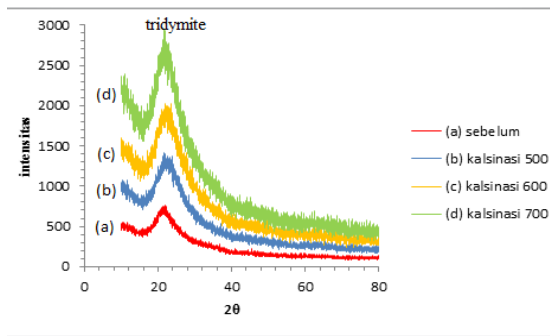
ulur gugus –OH (gugus hidroksil) (Dominic *et al.*, 2013 dan Kalapathy, 2000). Dengan demikian, dalam silika yang digunakan sebagai sampel diyakini terdapat gugus hidroksil, yang menunjukkan ikatan Si-OH atau silanol. Puncak kedua yang diyakini menunjukkan adanya gugus fungsi silika adalah puncak pada bilangan gelombang 1094,87 cm⁻¹, yang menunjukkan adanya gugus fungsi siloksan Si-O-Si. Adanya gugus fungsi Si-O-Si diperkuat dengan adanya puncak pada bilangan gelombang 477,90 cm⁻¹ yang menunjukkan ikatan Si-O, dan puncak pada 800,15 cm⁻¹ yang timbul akibat deformasi ikatan Si-O pada SiO₄, hasil ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Nayak and Bera, (2009) yang menjelaskan mengenai gugus fungsi pada silika gel murni.

Puncak yang menunjukkan gugus –OH akan semakin lebar dan kecil seiring dengan perlakuan suhu kalsinasi, hal ini menunjukkan bahwa senyawa tersebut sudah mulai menguap. Secara lebih terperinci, hasil identifikasi gugus fungsi disajikan pada **Tabel 1**.

Untuk hasil karakterisasi XRD dapat dilihat pada **Gambar 3** yang menjelaskan struktur kristal dari sampel uji sebelum dikalsinasi dan kalsinasi 500°C-700°C. Berdasarkan hasil analisis pola sinar-x menunjukkan bahwa sampel keramik silika sebelum kalsinasi dan setelah kalsinasi dengan suhu 500°C, 600°C, dan 700°C memiliki struktur silika yang *amorf*,

Tabel 1. Data analisis FTIR sampel silika sebelum kalsinasi dan kalsinasi 500 °C – 600 °C.

Gugus Fungsi	Sampel Sebelum kalsinasi (cm ⁻¹)	Sampel dikalsinasi 500 °C (cm ⁻¹)	Sampel dikalsinasi 600 °C (cm ⁻¹)	Sampel dikalsinasi 700 °C (cm ⁻¹)
-OH	3481,83	3450,81	3448,65	3436,01
-OH	1637,55	1637,20	1636,48	1636,91
Si-O-Si	1094,87	1099,27	1099,07	1103,80
Si-O	800,15	800,68	803,25	808,29
Si-O	477,90	470,69	473,41	475,64
Si-O	965,01	-	-	-



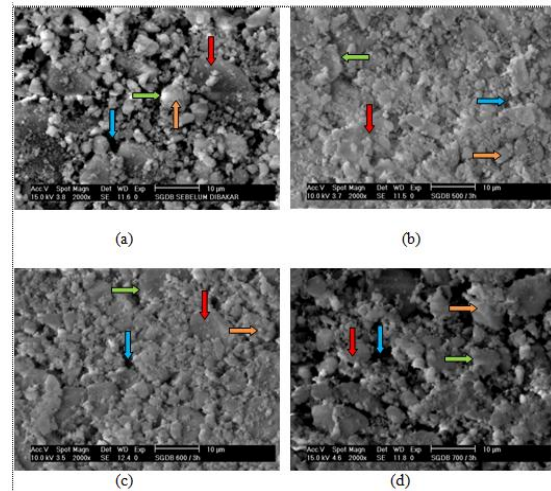
Gambar 3. Struktur kristal sampel keramik silika sebelum kalsinasi dan kalsinasi 500 °C – 600 °C.

hasil analisis ini didukung dengan hasil analisis pada penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Hindryawati dan Alimuiddin, (2010) yang menjelaskan perubahan struktur silika *amorf* menjadi kristalin ditunjukkan mulai pada suhu 800°C, dan memiliki fasa *trydimite* sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Hadipramana *et al*, (2013).

Untuk hasil karakterisasi SEM dapat dilihat pada **Gambar 4** yang menjelaskan mikrostruktur permukaan dari sampel uji sebelum dikalsinasi dan kalsinasi 500°C-700°C. Karakteristik mikrostruktur sampel keramik silika yang dianalisis dengan menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscopy*) ditunjukkan dengan perbesaran 2000 kali.

Perbesaran yang dilakukan bertujuan untuk melihat dengan lebih jelas penyatuan dan keseragaman butiran, batas butir, dan pori pada sampel keramik silika yang dianalisis.

Setelah sampel dikarakterisasi dengan SEM, hasil analisis mikrostruktur permukaan sampel tanpa kalsinasi (a), dan variasi suhu kalsinasi dari 500°C (b), 600°C (c), dan 700°C (d) menunjukkan permukaan yang tidak merata dan terdapat gumpalan (*cluster*) yang menunjukkan adanya bentuk butiran-butiran yang beragam pada permukaan sampel yang diuji, (Suka dkk, 2008).



Gambar 4. Mikrostruktur sampel keramik silika (a) sampel sebelum kalsinasi (b) kalsinasi 500 °C (c) kalsinasi 600 °C (d) kalsinasi 700 °C.

Mikrostruktur permukaan sampel pada **Gambar 4** menunjukkan butiran-butiran berbentuk bulat atau *globular* (panah orange) dan berbentuk hampir persegi panjang atau *rectangular* (panah merah) dengan ukuran yang berbeda pada setiap permukaan dan setiap perlakuan suhu kalsinasi pada sampel, (Sriluk and Yuttapong, 2005).

Pada **Gambar 4** (a), (b), (c), dan (d) menunjukkan permukaan sampel yang mengalami perubahan jumlah pori, ukuran dan bentuk butiran. Sampel tanpa perlakuan kalsinasi (**Gambar 4** (a)) menunjukkan butiran-butiran yang relatif berukuran besar dengan batas butir (panah hijau) dan jumlah pori yang banyak (panah biru). Seiring dengan perlakuan variasi pada suhu kalsinasi (**Gambar 4** (b), (c), dan (d)) menunjukkan bahwa ukuran butir yang semakin merata dan bentuk butiran yang semakin terlihat seragam dengan batas butir (panah hijau) yang terlihat jelas dan jumlah pori (panah biru) yang semakin sedikit.

KESIMPULAN

Berdasarkan analisis hasil karakterisasi sampel keramik silika dari daun bambu

dengan teknik solgel maka diperoleh bwbwraapa kesimpulan yaitu preparasi daun bambu dilakukan sebelum ekstraksi silika daun bambu, hal ini bertujuan untuk mengurangi pengotor yang terdapat pada daun bambu ketika diekstraksi, sehingga hasil ekstraksi silika lebih optimal. Hasil analisis keramik silika dari daun bambu dengan DTA/TGA menunjukkan kurva TGA semakin menurun seiring dengan meningkatnya suhu pemanasan dan kurva DTA menunjukkan adanya puncak endoterm yang menerangkan terjadi penguapan air dan adanya senyawa organik yang terurai di rentang suhu 100-200°C, dan pada suhu 900-1000°C terjadi kristalisasi pada sampel silika. Hasil analisis keramik silika dari daun bambu dengan FTIR menunjukkan puncak bilangan gelombang yang memiliki gugus fungsi relatif sama antara sampel sebelum kalsinasi, kalsinasi pada suhu 500°C, 600°, dan 700°C diantaranya gugus -OH, gugus Si-O-Si, gugus Si-O dan gugus C=O. Dari hasil analisis FTIR tersebut diketahui bahwa senyawa OH dan senyawa pengotor seperti C=O, mulai menguap sehingga puncaknya kecil dan mungkin hilang seiring dengan peningkatan termal yang diberikan pada sampel. Hasil analisis dari pola sinar-x menunjukkan bahwa semua sampel yang diuji pada penelitian ini memiliki struktur *amorf* dan memiliki fasa *tridymite*. Hasil analisis SEM menunjukkan bahwa permukaan sampel yang diuji memiliki bentuk butir yang beragam seperti bentuk bulat (*globular*) dan persegi panjang (*rectangular*).

DAFTAR PUSTAKA

- Amu, O. O and Adetuberu, A. A. (2010). Characteristics of Bamboo Leaf Ash Stabilization on Lateritic Soil in Higway Construction. *International Jurnal of Engineering and Technolog.* Vol. 2 (4). 2010. Pp. 212-219.
- Cocina, E.V., Morales, E.V., Santos, S., and Savastaro, H. (2008). *Bamboo Leaf Ash as Pozzolan Material; Study of the Reactor Kinetics and Determination of the Kinetic Parameters.* (Abstract). Cali. Columbia.
- Dominic, M.C.D., Begum, S.P.M., Joseph, R., Joseph, D., Kumar, P., Ayswarya, E.P. (2013). Synthesis, Characterization and Application of Rice Husk Nanosilica in Natural Rubber. *International Journal of Science, Environment and Technology.* Vol. 2. No 5. Pp. 1027–1035.
- Dransfield, S and E.A, Widjaya. (1995). *Bamboos. Plant Resources of East Asia (PROSEA) Backhugs Publisher Leiden* No. 7.
- Hadipramana, J. Samad, A.A.A. Zaidi, A.M.K. Mohammad, N., and Riza, F.V. (2013). Effect of Uncontrolled Burning Rice Husk Ash in Foamed Concrete. *Advance Materials Research.* Vol.626.Pp. 769-775.
- Hindryawati, N dan Alimuddin. (2010). Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Abu Sekam Padi dengan Menggunakan Natrium Hidroksida (NaOH). *Jurnal Kimia Mulawarman.* Vol. 7. No. 2. Hal. 75-77.
- Kalapathy, U., Proctor, A. & Schultz, J. (2000). A Simple Method for Production of Pure Silica from Rice Hull Ash. *Bioresource Technology,* 73. Pp. 257–260.
- Ramadhansyah, J. P. W, Mahyun A, M.Z.M, Salwa. H, Abu Bakar B. A, Megat Johari M. H, Wan Ibrahim M.

- (2012). Thermal Analysis and Pozzolanic Index of Rice Husk Ash at Different Grinding Time. *International Conference on Advances and Contemporary Engineering*. Pp 1-9
- Kalapathy, U., Proctor, A. & Schultz, J. (2000). A Simple Method for Production of Pure Silica from Rice Hull Ash. *Bioresource Technology*, 73. Pp. 257–260.
- Krisdianto, S., Sumarni., dan Ismiarto, A. (2006). *Sari Hasil Penelitian Bambu*. Departemen Kehutanan Jakarta. Jakarta.
- Laksmono, J.A. (2002). *Pemanfaatan Abu Sekam Padi Sebagai Bahan Baku Silika*. (Abstrak). LIPI.
- Nayak, J. and Bera. J. (2009). A Simple Method for Production of Humidity Indicating Silica Gel from Rice Husk Ash. *Journal of Metals, Materials, and Minerals*. Vol.19 No. 2 Pp. 15-19.
- Sembiring, S and Simanjuntak, W. (2012). X-ray Diffraction Phase Analysis of Mullite Derived from Rice Husk. *Makara Journal of Science*.16/2. Pp 77-82
- Singh, N. B., Singh, N. P., and Divendi, U.N. (2007). Hydration of Bamboo Leaf Ash Blended Portland Cement. *Indian Jurnal of Engineering dan Methods Science*. Vol 14. Hal 69-76.
- Sriluk, C and Yuttapong, S. (2005). Structure of Mesoporus MCM-41 Prepared from Rice Husk Ash. *Asian Symposium on Visualization Chaingmay, Thailand*. Pp. 1-7.
- Suhardiman, M. (2011). Kajian Pengaruh Penambahan Serat Bambu Ori Terhadap Kuat Tekan dan Tarik Beton. *Jurnal Teknik*. Vol 1. No 2.
- Suka, I.G., Simanjuntak, W., Sembiring, S. (2008). Karakterisasi Silika Sekam Padi dari Provinsi Lampung yang Diperoleh dengan Metode Ekstraksi. *MIPA. Tahun 37. Nomor 1*. Hal 47-52.
- Taslimah, S., Nuryono., dan Narsito. (2005). Sintesis Bahan Hibrida Amino-Silika dari Abu Sekam Padi Melalui Proses Sol gel. *No Artikel : JKSA*. Vol VIII. No 1.