

Sintesis Keramik Silika Daun Bambu Dengan Metode Sol-Gel Dan Karakterisasi Pada Suhu Kalsinasi 800-1000°C

Dini Agustini dan Dwi Asmi

Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung
Jl. Sumantri Brojonegoro No. 1 Bandar Lampung
Email: diniagustini432@yahoo.co.id dan asmid@unila.ac.id

Diterima (19 Agustus 2014), direvisi (20 September 2014)

Abstract. This research was conducted to get silica from bamboo leaf as base material using sol gel method. Silica sol extracted from bamboo leaf by using KOH 1.5% and HCl 10% was added in order to obtain silica gel. Calcination temperatures starting from 800°-1000°C to obtain silica powder. Silica powder was characterized by FTIR, XRD and SEM. The results of FTIR analysis showed the presence of silica ceramic peak wave numbers with the functional group -OH, Si-O-Si and Si-O. FTIR analysis was also performed for the samples calcined. Along with increased calcination temperature, the peak that indicates diminishing OH groups and Si-O groups increased. Characterization of XRD results of samples silica before calcination showed that the pattern of x-ray at silica samples have amorphous structure with phase tridymite whereas silica samples calcined has a crystalline structure with phase cristobalite. Characterization of SEM results samples of silica before calcination showed uneven surface of the sample while the sample calcined silica indicates that the surface of the sample being tested has an increasingly uneven grain size and grain shape look more uniform.

Keywords. silica, bamboo leaf, sol-gel, FTIR, XRD, and SEM.

Abstrak. Penelitian ini dilakukan untuk mendapatkan silika dari bahan dasar daun bambu dengan menggunakan metode *sol-gel*. Silika *sol* dari daun bambu diekstraksi dengan menggunakan KOH 1,5 % dan ditambahkan HCl 10% agar didapatkan silika *gel*. Suhu kalsinasi dimulai dari suhu 800°-1000°C sehingga diperoleh serbuk silika. Serbuk silika dikarakterisasi dengan menggunakan FTIR, XRD dan SEM. Hasil analisis FTIR keramik silika menunjukkan adanya puncak bilangan gelombang dengan gugus fungsi -OH, Si-O-Si dan Si-O. Dilakukan juga analisis FTIR untuk sampel yang telah dikalsinasi. Seiring dengan bertambahnya suhu kalsinasi, puncak yang menunjukkan gugus OH semakin berkurang dan gugus Si-O yang semakin meningkat. Hasil karakterisasi XRD sampel silika sebelum kalsinasi menunjukkan bahwa pola sinar-x memiliki struktur *amorf* dengan fasa *tridymite* sedangkan sampel silika yang telah dikalsinasi memiliki struktur kristal dengan fasa *cristobalite*. Hasil karakterisasi SEM sampel silika sebelum kalsinasi menunjukkan permukaan sampel yang tidak merata sedangkan sampel silika yang telah dikalsinasi menunjukkan bahwa permukaan sampel yang diuji memiliki ukuran butiran yang semakin merata dan bentuk butiran semakin terlihat seragam.

Kata Kunci. silika, daun bambu, sol-gel, FTIR, XRD, dan SEM

PENDAHULUAN

Silika memiliki rumus kimia (SiO_2). Secara kimia silika adalah bahan yang

bersifat stabil, dielektrik yang baik dan mempunyai insulator yang baik (Monalisa, 2013). Unsur silika juga mempunyai sifat menambah kekuatan bahan sehingga silika

banyak dimanfaatkan sebagai bahan keramik (Hanafi dan Nandang, 2010).

Penelitian sebelumnya mengenai silika telah dilakukan dengan menggunakan bahan dasar silika dari TEOS (*tetraethylorthosilicate*) (Chatterjee dan Naskar, 2004). Dari penelitian tersebut, silika disintesis menggunakan bahan fumed silika yaitu dari silika mineral. Dihubungkan dengan sumber tersebut, silika dari sumber mineral memerlukan proses yang panjang sehingga dibutuhkan biaya yang relatif mahal sehingga diperlukan alternatif pencarian sumber silika sebagai penggantinya yaitu silika nabati yang dapat ditemui pada sekam padi (Dahlia, 2013) dan tongkol jagung (Monalisa, 2013). Sumber bahan nabati lain yang akan dilakukan dalam penelitian ini berasal dari daun bambu.

Di dunia telah diketahui ada 1250 jenis bambu berasal dari 75 marga. Sedangkan di Indonesia tumbuh berbagai macam dan jenis bambu yang tersebar di seluruh daerah, ada sekitar 143 jenis bambu (Widjaja, 2001). Bambu mengandung silika yang cukup tinggi. Kadar silika yang tinggi terdapat pada epidermis (Suhadirman, 2011). Sehingga untuk memanfaatkan sumber yang melimpah di Indonesia maka digunakan daun bambu sebagai bahan dasar untuk mensintesis silika.

Penelitian yang berkaitan dengan sintesis silika dari daun bambu telah dilakukan, namun silika yang diperoleh dengan metode pengabuan dan digunakan untuk bidang konstruksi (Amu dkk, 2010). Diketahui bahwa metode *sol-gel* memiliki keunggulan dibandingkan dengan metode pengabuan, yaitu memiliki kehomogenan yang lebih baik, kemurnian tinggi, dan suhu yang relatif rendah (Fernandez, 2011).

METODE PENELITIAN

Penelitian kali ini menggunakan empat langkah kerja atau tahapan. Langkah kerja pertama dimulai dengan preparasi sampel.

Preparasi sampel dilakukan dengan memetik daun bambu dari batang bambu. Sebelum daun bambu digunakan, daun bambu terlebih dahulu dibersihkan satu persatu dari kotoran, agar debu-debu atau pasir yang menempel pada daun bambu hilang. Daun bambu yang telah dibersihkan selanjutnya dijemur di bawah sinar matahari sehingga kering dan berwarna kecoklatan. Selama proses penjemuran daun bambu dipisahkan satu sama lain agar daun bambu kering secara merata. Setelah pengeringan dengan sinar matahari, daun bambu kemudian dicuci agar kotoran yang menempel pada daun bambu hilang dan dikeringkan ke dalam oven dengan suhu **120°C** selama 60 menit agar daun bambu benar-benar kering.

Langkah kedua yaitu ekstraksi silika daun bambu. Sintesis silika dilakukan dengan mengekstrak daun bambu yang telah dikeringkan. Sebanyak 50 gram daun bambu dicampur dengan 500 ml larutan KOH 1,5% ke dalam *beaker glass*, kemudian campuran daun bambu dan KOH 1,5% tersebut diaduk menggunakan *spatula* hingga daun bambu terendam seluruhnya dan dipanaskan selama 60 menit dengan menggunakan kompor listrik. Setelah proses pemanasan selesai, filtrat (silika *sol*) dipisahkan dengan menggunakan penyaring dan ditempatkan di *elemeyer*, kemudian *elemeyer* tersebut ditutup menggunakan aluminium foil serta didiamkan selama 24 jam agar terjadi proses penuaan (*aging*). Setelah di *aging* maka akan diperoleh *sol*. Filtrat (silika *sol*) yang dihasilkan pada proses preparasi silika *sol* kemudian diukur dengan menggunakan neraca. Filtrat yang telah dihasilkan dan yang telah diketahui massanya dimasukkan ke dalam *beaker glass*, lalu filtrat (silika *sol*) tersebut ditambahkan HCl 10% secara perlahan-lahan dengan menggunakan pipet tetes dan diaduk menggunakan alat *stirer* sampai terbentuk silika *gel*, setelah itu silika *gel* didiamkan selama 24 jam agar terjadi proses penuaan (*aging*), kemudian disaring

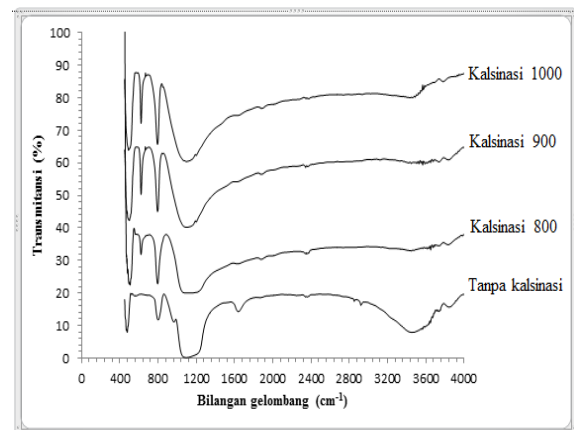
dan dicuci dengan menggunakan air hangat dan pemutih, selanjutnya silika *gel* disaring dengan menggunakan kertas saring, hasil saringan (rendemen) dipanaskan dengan menggunakan oven dengan temperatur pemanasan 110°C selama 8 jam sehingga diperoleh silika dalam bentuk padat. Silika padat selanjutnya ditimbang menggunakan neraca sehingga diketahui massanya. Setelah diketahui massanya, silika padat digerus dengan menggunakan mortar dan pestle selama 3 jam.

Langkah kerja ketiga yaitu kalsinasi. Proses kalsinasi dilakukan dengan menggunakan *furnace*. Kalsinasi dilakukan pada serbuk sampel dengan suhu kalsinasi 800°C , 900°C , dan 1000°C dalam waktu 180 menit. Proses kalsinasi ini dilakukan dengan memasukkan sampel ke dalam *furnace*, *furnace* dihubungkan dengan jaringan listrik, mengatur suhu kalsinasi, setelah proses kalsinasi selesai *furnace* dimatikan dan sampel dikeluarkan dari *furnace*.

Langkah kerja keempat yaitu karakterisasi sampel. Karakterisasi dilakukan pada sampel keramik silika sebelum kalsinasi dan setelah kalsinasi. Dimana karakterisasi pada penelitian ini yaitu *Fourier Transform Infra Red Spectroscopy* (FTIR), *X-Ray Diffraction* (XRD), dan *Scanning Elektron Microscopy* (SEM).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Daun bambu yang telah dipreparasi sebanyak 50 gram dicampur kedalam 500 ml KOH 1,5 % yang selanjutnya dipanaskan selama 60 menit dan diaduk. 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 silika *sol* dengan rata-rata sebanyak 273,3 ml dan filtrat yang telah ditetesi HCl 10% menghasilkan silika



Gambar 1. Spektrum FTIR keramik silika dari daun bambu.

padat rata-rata sebanyak 2,18 gr. Dari hasil yang didapatkan dapat diketahui bahwa daun bambu terdapat silika namun silika yang diperoleh sedikit. Hal ini memberikan informasi pula bahwa dalam 50 ml *sol* silika daun bambu didapatkan 0,27 gram silika padatan.

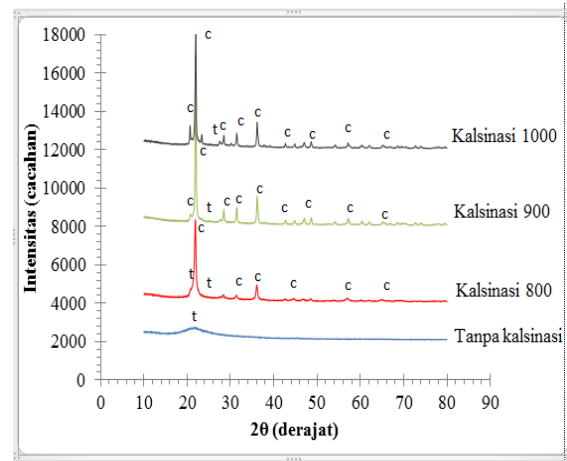
Gambar 1 menunjukkan hasil spektrum FTIR masing-masing sampel. Sampel sebelum kalsinasi terdapat puncak bilangan gelombang $3443,61\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya gugus $-\text{OH}$ atau gugus hidroksil dari molekul air yang terhidrasi (Essien *et al*, 2012). Pita serapan yang kuat dan tajam adalah daerah pada bilangan gelombang $1094,87\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya gugus fungsi siloksan Si-O-Si (Adam *et al*, 2006). Adanya puncak pada bilangan gelombang $477,90\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan Si-O (Hai le *et al*, 2013) dan puncak pada bilangan gelombang $800,15\text{ cm}^{-1}$, yang timbul akibat deformasi ikatan Si-O pada SiO_4 (Adam *et al*, 2011). Puncak lain dengan intensitas yang cukup signifikan terdapat pada daerah $1637,55\text{ cm}^{-1}$. Puncak ini menunjukkan vibrasi regang $-\text{OH}$ yang kemungkinan masih ikut terlarut pada saat ekstraksi dan teradsorpsi pada silika (Dominic *et al*, 2013). Sedangkan pada sampel yang telah dikalsinasi suhu 800°C ,

Tabel 1. Puncak spektrum gugus fungsi.

Gugus fungsi	Sampel sebelum kalsinasi	Sampel kalsinasi 800°C	Sampel kalsinasi 900°C	Sampel kalsinasi 1000°C
-OH	3443,61 1637,55	-	-	-
Si-O-Si	1094,87	1089,70	1100,43	1101,98
Si-O	477,90	507,81	500,07	490,82
Si-O	800,15	795,66	794,38	793,80
Si-O	-	621,22	621,90	621,88

dikalsinasi suhu 800°C, 900°C dan 1000°C puncak spektrum yang menunjukkan gugus fungsi -OH semakin mengecil dan menunjukkan gugus hidroksil yang semakin berkurang seiring peningkatan suhu kalsinasi (Hindryawati dkk, 2010). Sampel yang telah dikalsinasi suhu 800°C, 900°C dan 1000°C juga terdapat serapan baru yang menunjukkan adanya gugus fungsi Si-O yang semakin meningkat yaitu pada puncak 621,22 cm^{-1} , 621,90 cm^{-1} dan 621,88 cm^{-1} (Stuart, 2004).

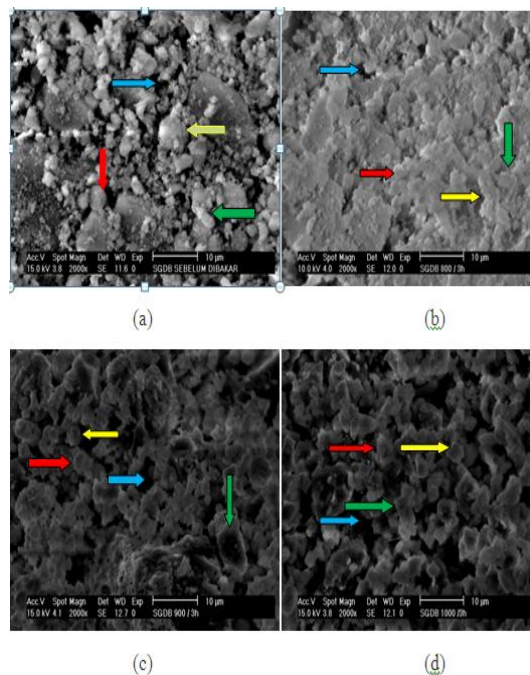
Gambar 2 menunjukkan hasil pola difraksi sinar-X. Sampel keramik silika sebelum kalsinasi terlihat pola difraksi yang menunjukkan silika yang terbentuk adalah *amorf* dengan puncak tertinggi pada $2\theta = 22,738^\circ$, yang kemungkinan terbentuknya fasa *tridymite* (t). Hasil penelitian XRD silika nanopartikel dengan puncak tertinggi $2\theta = 22^\circ$ dalam bentuk *amorf* telah dilakukan (Hai le et al, 2007). Sedangkan pada sampel yang dikalsinasi 800°C, 900°C, dan 1000°C hasil analisis XRD menunjukkan perubahan yang signifikan yakni dari fasa *amorf* menjadi fasa kristal dan yang terkandung dalam sampel berupa fasa *crystobalite* (c), dan *tridymite* (t).



Gambar 2. Struktur kristal sampel keramik silika dari daun bambu.

Hasil XRD silika sekam padi dalam bentuk kristal telah dilakukan dalam penelitian (Adam et al, 2006).

Gambar 3 menunjukkan hasil analisis SEM semua sampel perbesaran 2000X. Dari Gambar 3 (a) terlihat dengan jelas bahwa permukaan sampel tidak merata dan terdiri dari gumpalan (*cluster*) dan butiran yang berbentuk batang (panah hijau) yang menunjukkan butiran-butiran kecil yang belum menyatu dan terlihat menumpuk (panah merah), mengindikasikan adanya ukuran butir yang cukup beragam dengan distribusi yang tidak merata pada permukaan. Batas butir atau *grain boundary* juga tidak terlihat dengan cukup jelas (panah kuning) dan pori yang cukup banyak (panah biru). Dengan perlakuan variasi pada suhu kalsinasi (Gambar 3 (b), (c), dan (d)) menunjukkan bahwa ukuran butir yang semakin merata dan bentuk butiran yang semakin terlihat seragam dengan batas butir (panah kuning) yang terlihat jelas dan jumlah pori (panah biru) yang semakin sedikit sehingga butiran-butiran lebih menyatu dan merata.



Gambar 3. Mikrostruktur sampel keramik silika dari daun bambu (a) sebelum kalsinasi (b) kalsinasi 800°C, (c) kalsinasi 900°C, (d) kalsinasi 1000°C.

KESIMPULAN

Hasil analisis keramik silika dengan FTIR menunjukkan beberapa puncak bilangan gelombang yang memiliki gugus fungsi diantaranya gugus -OH, gugus Si-O-Si, dan gugus Si-O. Dari hasil analisis FTIR setelah kalsinasi suhu 800°C, 900°C, dan 1000°C diketahui bahwa senyawa -OH telah menguap dan berkurang karena peningkatan suhu kalsinasi yang digunakan dan memiliki serapan panjang gelombang yang baru, yang menunjukkan adanya gugus Si-O yang meningkat. Analisis dari pola sinar X menunjukkan bahwa sampel sebelum kalsinasi memiliki struktur *amorf* dan memiliki fasa *tridymite*. Sedangkan sampel setelah kalsinasi suhu 800°C, 900°C, dan 1000°C memiliki struktur kristal dan memiliki fasa *tridymite* dan *crystobalite*. Hasil analisis SEM sebelum kalsinasi menunjukkan bahwa permukaan sampel yang tidak merata dan bentuk butiran yang masih menumpuk. Hasil analisis SEM setelah kalsinasi pada suhu 800°C, 900°C,

dan 1000°C menunjukkan bentuk butiran yang lebih besar dan lebih homogen.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Kepala Laboratorium Fisika Material UNILA, Kepala Laboratorium Teknik Mesin ITB Bandung dan Kepala Laboratorium Material UIN Jakarta.

DAFTAR PUSTAKA

- Adam, F. Balakhrisnan, S and Wong, P.L. (2006). Rice Husk Ash Silica AS a Support Material for Ruthenium Based Heterogenous Catalyst. *Journal of Physical Science*. Vol. 17, No.2: Pp 1-13.
- Adam, F. Chew, T.S and Andas, J. (2011). A Simple Template Free Sol-Gel Synthesis of Spherical Nanosilica from Agricultural Biomass. *Journal Sol-Gel Science Technology*. Vol. 59: Pp 580-583.
- Amu, O. O and Adetuberu, A. A. (2010). Characteristics Of Bamboo Leaf Ash Stabilization On Lateritic Soil In Highway Construction. *International Jurnal of Engineering and Technology*. Vol. 2, No. 4: Pp 212-219.
- Chatterjee, M and Naskar M.K. (2004). Sol-Gel Synthesis of Lithium Aluminium Silicate Powders; The Effect of Silica Sources. *Ceramic International*. Vol.32: Pp 623-632.
- Dahlia, D. (2012). *Pengaruh Suhu Sintering Terhadap Karakteristik Fisis Komposit MgO-SiO₂ Berbasis Silika Sekam Padi*. (Skripsi). Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- Dominic, C.D. Begum, P.M. Joseph, R. Joseph, D. Kumar, P and Ayswarya, E.P.

- (2013). Synthesis Characterization and Application of Rice Husk Nanosilica in Natural Rubber. *Journal of international and Science, Environment and Technology*. Vol. 2, No.5: Pp 1027-1035.
- Essien, E.R. Oluyemi, A. Olaniyi. Adams, L.A and Shaibu. (2012). Sol-Gel Derived Porous Silica: Economic Synthesis and Characterization. *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering*. Vol. 11: Pp 976-981.
- Fernandez, B.R. (2012). Sintesis Nanopartikel SiO_2 Menggunakan Metode Sol-Gel Dan Aplikasinya Terhadap Aktifitas Gel.(Review Jurnal). Universitas Andalas. Padang. Hal 1-23.
- Hai Le, V. Ha Thuc, C.N and Ha Thuc, H. (2013). Synthesis of Silica Nanoparticles from Vietnamese Rice Husk by Sol-Gel Method. *Journal Nanoscale Research Letters*. Vol. 8, No. 1: Pp 1-10.
- Hanafi, A.S dan Nandang, A.R. (2010). Studi Pengaruh Bentuk Silika dari Abu Ampas Tebu Terhadap Kekuatan Produk Keramik. *Jurnal Kimia Indonesia*. Vol. 5, No.1: Hal 35-38.
- 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: Pp 1693-5616.
- Monalisa, L. (2013). Pengaruh Suhu Variasi Annealing Terhadap Struktur dan Ukuran Butir Silika dari Abu Tongkol Jagung Menggunakan X-Ray Diffractometer. (Skripsi). Universitas Negeri Padang. Padang.
- Stuart, B. (2004). *Infrared Spectroscopy: Fundamentals and Applications*. Wiley. New York.
- Suhadirman, M. (2011). Kajian Pengaruh Penambahan Serat Bambu Ori Terhadap Kuat Tekan Dan Tarik Beton. *Jurnal Teknik*. Vol. 1, No.2: Pp 1-8.
- Widjaja E.A. (2001). *Identifikasi Jenis-jenis Bambu di Pulau Jawa*. Puslitbang Biology LIPI. Bogor.