SINTESIS DAN KARAKTERISASI SILIKA GEL DARI ABU SEKAM PADI YANG DIIMOBILISASI DENGAN 3-(TRIMETOKSISILIL)-1-PROPANTIOL

Dwi Rasy Mujiyanti*, Nuryono, Eko Sri Kunarti
Program Studi Ilmu Kimia
Sekolah Pasca Sarjana Universitas Gadjah Mada Yogyakarta

ABSTRAK

Telah dilakukan sintesis dan karakterisasi hibrida merkapto silika (HMS) yang diperoleh dari hasil pengolahan abu sekam padi(ASP) dari daerah Jambidan, Banguntapan, Bantul.

HMS dibuat dengan menambahkan HCl 3M pada campuran senyawa 3-(trimetoksilil)-1-propantiol (TMSP) dan larutan Na_2SiO_3 yang dihasilkan dari peleburan ASP dengan NaOH hingga pH 7 (netral). Karakterisasi hasil dilakukan dengan spektroskopi inframerah (FTIR) dan difraktometer sinar-X (XRD).

Hasil karakterisasi dengan FTIR mengindikasikan keberhasilan pembuatan HMS dengan munculnya serapan dari gugus-gugus fungsional seperti : gugus metilen (-CH_2-), silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si). Dari data XRD diketahui bahwa HMS yang terbentuk mempunyai struktur amorf.

Kata kunci : Adsorben, hibrida merkapto-silika (HMS), abu sekam padi (ASP)

ABSTRACT

A mercapto-silica hybrid (MSH) adsorbent has been prepared from rice hull ash (RHA) by product of brick burning process in the village of Jambidan, Banguntapan, Bantul through sol-gel process.

The synthesis of mercapto-silica hybrid (MSH) was carried out by adding 3M hydrochloride acid solution to a mixture of Na_2SiO_3 solution resulted from RHA destruction with NaOH and 3-(trimethoxysilyl)-1-propanthiol (MPTS) till pH 7 (neutral).

The result of characterization FTIR indicated the synthesis of MSH successfully. The functional groups : methylen(-CH_2-), silanol (Si-OH) (Si-O-Si). and siloxane were identified. The identification of XRD showed the structure of MSH was amorphous.

Key words : adsorbent, mercapto-silica hybrid (MSH), rice hull ash (RHA)

* Korespondensi: 0511-4772428
Sekarang Staf Pengajar Program Studi Kimia FMIPA Universitas Lambung Mangkurat, Banjarbaru

PENDAHULUAN

Padi merupakan salah satu hasil utama pertanian, disamping mampu mencukupi kebutuhan pangan, produksi padi juga menghasilkan limbah berupa sekam padi. Pemanfaatan sekam padi masih terbatas sebagai bahan bakar pembuatan batu bata dan pada pembuatan abu gosok. Pembakaran sekam padi akan menghasilkan abu sekam padi. Dari berbagai penelitian (Enymia dkk., 1998; Kalapathy dkk., 2000; Nuryono dkk., 2004) dilaporkan bahwa abu sekam padi mengandung kadar silika cukup tinggi (87-97%). Mengingat tingginya kandungan silika dalam abu sekam padi maka dilakukan suatu upaya untuk memanfaatkan abu sekam padi sebagai bahan dasar pembuatan material berbasis silika yaitu silika gel.

Silika gel dapat disintesis melalui proses sol-gel dengan melakukan kondensasi larutan natrium silikat dalam suasana asam. Silika gel termodifikasi material anorganik dan juga gugus fungsional organik dewasa ini telah menjadi subyek penelitian yang menarik dengan berbagai kemungkinan aplikasinya. Kegunaan dari material sangat tergantung pada sifat permukaannya. Silika gel merupakan substrat yang menarik untuk organosilanisasi sebab permukaannya yang didominasi gugus hidroksil dapat bereaksi cepat dengan agen organosilan. (Cestari, 2000).

Silika gel telah banyak digunakan sebagai adsorben, umumnya digunakan sebagai adsorben untuk senyawa-senyawa polar. Silika gel dapat juga dapat juga digunakan untuk menyerap ion-ion logam dengan prinsip pertukaran ion, namun kemampuannya untuk menyerap logam terbatas. Atom O sebagai situs aktif permukaan silika gel, dalam hal ini sebagai donor pasangan elektron, merupakan spesies yang mempunyai ukuran relatif kecil dan mempunyai polarisabilitas rendah atau bersifat basa keras (*Hard*), sehingga kecenderungannya untuk berinteraksi

dengan logam berat yang pada umumnya memiliki ukuran yang besar dan mempunyai polarisabilitas tinggi atau asam lunak (*Soft*) secara teoritis relatif tidak begitu kuat (Atkins, 1990). Oleh karena itu, modifikasi permukaan aktif silika gel perlu dilakukan.

METODE PENELITIAN

Bahan Penelitian

Abu sekam padi, NaOH, HCl, 3-(trimetoksisilil)-1-propantiol

Peralatan Penelitian

Timbangan analitik (Mettler AE 160), tungku pembakar (Carbolite S302RR), ayakan ukuran 200 *mesh* (Fischer), *oven* (Fischer Scientific), spektrometer inframerah (FTIR 8201 PC Shimadzu), difraktometer sinar-X PW3 710 (Shimadzu XRD 6000).

Prosedur Penelitian

Pengolahan abu sekam padi menjadi larutan natrium silikat

Abu sekam padi digerus dan diayak sehingga diperoleh serbuk abu sekam padi yang lolos pada ayakan 200 *mesh*. Selanjutnya sebanyak 20 g sampel abu sekam padi dicuci dengan 150 mL HCl 6M dan dinetralkan dengan akuades. Hasil pencucian dikeringkan dalam *oven*. Abu sekam padi bersih kemudian ditambahkan dengan 158 mL NaOH 4M (stoikiometri), kemudian dididihkan sambil diaduk dengan pengaduk magnet. Setelah agak kering, larutan dituangkan ke dalam cawan porselin dan dilebur pada temperatur 500 ^{o}C selama 30 menit. Setelah dingin ditambahkan 200 mL akuades, dibiarkan semalam, dan disaring dengan kertas saring Whatman 42. Filtrat yang dihasilkan merupakan larutan natrium silikat (Na_2SiO_3) yang siap digunakan sebagai bahan pembuatan adsorben (silika gel atau hibrida merkapto-silika).

Hibridisasi senyawa merkapto pada silika melalui proses sol-gel

Sebanyak 20 mL larutan natrium silikat hasil dari peleburan abu sekam padi dimasukkan ke dalam gelas plastik, ditambahkan senyawa 3-(trimetoksisilil)-

1-propantiol (TMSP) sebanyak 8 mL. Selanjutnya ditambahkan HCl 3M secara bertetes-tetes sambil diaduk dengan pengaduk magnet hingga terbentuk gel dan diteruskan hingga pH netral. Gel yang terbentuk didiamkan semalam, dicuci dengan akuades hingga netral terhadap indikator universal, dan dikeringkan di *oven* dengan pengurangan tekanan pada temperatur 70 ^{o}C. Setelah kering digerus dan diayak dengan ayakan 200 *mesh*. Pada penelitian ini juga dibuat silika gel. Pada dasarnya pembuatan silika gel sama dengan pembuatan hibrida merkapto-silika, hanya saja tidak ada penambahan TMSP pada larutan natrium silikat.

Karakterisasi hasil

Hasil yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer inframerah dan difraktometer sinar-X.

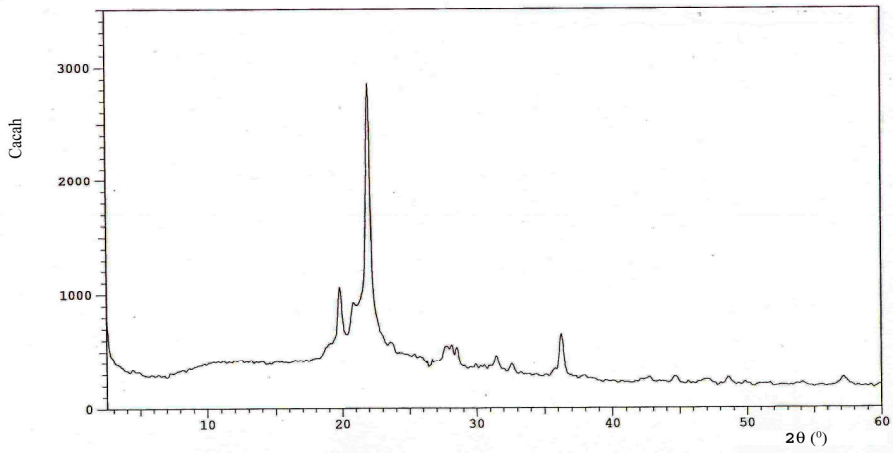
HASIL DAN PEMBAHASAN

Abu sekam padi (ASP) yang digunakan sudah dalam bentuk abu yang merupakan limbah dari pembakaran batu bata di Desa Jambidan, Banguntapan, Bantul. Abu hasil ayakan dikarakterisasi dengan difraktometer sinar-X untuk mengetahui struktur kristalnya.

Hasil difraksi sinar-X dapat dilihat pada Gambar 1, tampak bahwa abu sekam memiliki kristalinitas yang tinggi dengan puncak serapan yang tajam pada 2θ=19,82–21,96^{o} (d=4,04 Å). Pada umumnya fasa kristal dalam ASP sangat bergantung pada temperatur pengabuan, silika dalam sekam terdapat dalam bentuk amorf dan akan tetap dalam keadaan tersebut apabila sekam padi dibakar pada temperatur 500-600 ^{o}C.

Pengabuan pada temperatur 800 ^{o}C diperoleh puncak serapan yang tajam dengan intensitas kristal pada 2θ sekitar 21,76^{o} (d=4,08 Å), diidentifikasi sebagai silika dalam bentuk kristal kristobalit (Nuryono, 2004). Hal ini dikarenakan temperatur pengabuan 800 ^{o}C menghasilkan abu dengan

kekristalan tinggi yang sukar didestruksi sehingga mengakibatkan jumlah silika yang terdestruksi menurun.



Gambar 1 Difraksi sinar-X abu sekam padi

Natrium silikat dari abu sekam padi

Penelitian ini dimulai dengan pembuatan larutan natrium silikat dari ASP didasarkan pada penelitian yang telah dilakukan beberapa peneliti terdahulu (Kalapathy, dkk., 1999; Kalapathy, dkk., 2002; Lingga, 2004; Hidayati, 2005, Khasanah, 2006).

Abu sekam mula-mula digerus dan diayak dengan ayakan 200 *mesh*. Hal ini dimaksudkan untuk menghomogenkan ukuran abu dan memperluas permukaan abu agar pencucian yang dilakukan pada tahap berikutnya lebih efektif. Setelah diayak abu sekam dicuci dengan larutan HCl 6M dan dibilas dengan akuades sampai netral. Penggunaan HCl 6M pada proses pencucian ini bertujuan untuk menurunkan kadar pengotor yang berupa oksida-oksida logam seperti Na_2O, K_2O dan Ca_2O dalam abu sekam padi (ASP). Selanjutnya abu sekam yang telah bersih ini dipanaskan dalam oven untuk menghilangkan kandungan air. Proses pencucian menggunakan asam ini dilakukan dengan mengacu pada penelitian yang dilakukan oleh Kalapathy dkk (2000), pencucian abu sekam padi dengan HCl 6M pada pH 1

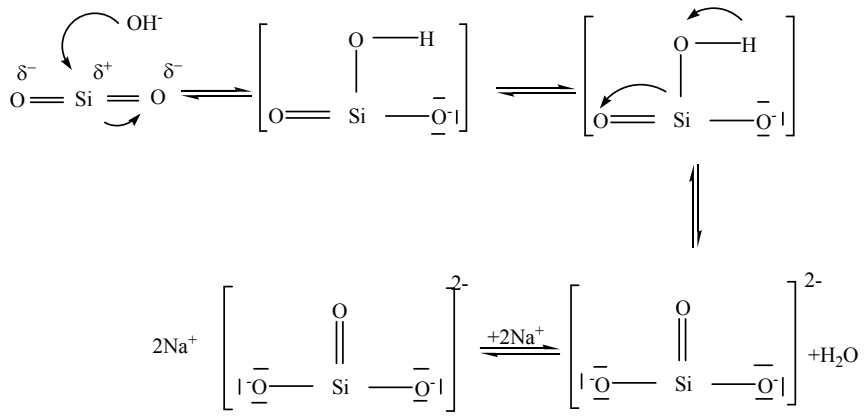
mengakibatkan jumlah oksida yang terlarut akan lebih banyak jika dibandingkan dengan pencucian pH>1.

Setelah diperoleh abu sekam yang kering dan bersih kemudian dilakukan pelarutan basa (destruksi) dalam 158 mL NaOH 4M (secara stoikiometri). Proses pelarutan ini dilakukan di atas kompor listrik sambil diaduk dengan pengaduk magnet, dan proses pelarutan ini dihentikan ketika larutan sudah mendidih dan mengental. Selanjutnya larutan yang sudah mengental dituang ke dalam cawan porselen dan dilakukan peleburan di dalam tungku pemanas (*furnace*) pada temperatur 500 ^{o}C selama 30 menit. Pelarutan yang diikuti dengan peleburan ini bertujuan agar pada proses perubahan abu sekam menjadi natrium silikat (Na_2SiO_3) menjadi lebih optimal. Natrium silikat (Na_2SiO_3) yang terbentuk berwujud padatan berwarna putih kehijauan. Natrium silikat yang diperoleh dari peleburan didinginkan kemudian ditambah dengan 200 mL akuades dan didiamkan selama satu malam agar terbentuk larutan Na_2SiO_3. Larutan yang terbentuk disaring untuk memisahkan endapan yang tidak larut. Larutan natrium silikat yang dihasilkan berwarna kuning kecoklatan.

Reaksi yang terjadi pada proses peleburan abu sekam adalah sebagai berikut :

$$SiO_2 + 2\,NaOH \longrightarrow Na_2SiO_3 + H_2O$$

Mekanisme reaksi yang diperkirakan pada pembentukan natrium silikat tersebut ditampilkan dalam Gambar 2.



Gambar 2. Model mekanisme reaksi pembentukan natrium silikat (Alex, 2005).

Pada temperatur yang tinggi, NaOH meleleh dan terdisosiasi sempurna membentuk ion natrium dan ion hidroksida. Pada SiO_2, elektronegativitas atom O yang tinggi menyebabkan Si lebih elektropositif dan terbentuk *intermediet* $[SiO_2OH]^-$ yang tidak stabil. Di sini akan terjadi dehidrogenasi dan ion hidroksil yang kedua akan berikatan dengan hidrogen membentuk molekul air. Dua ion Na^+ akan menyeimbangkan muatan negatif yang terbentuk dan berinteraksi dengan ion SiO_3^{2-} sehingga terbentuk natrium silikat (Na_2SiO_3).

Natrium silikat (Na_2SiO_3) yang terbentuk larut dalam akuades (H_2O) sehingga menjadi larutan natrium silikat ($Na_2SiO_{3(aq)}$). Larutan natrium silikat yang dihasilkan digunakan sebagai prekursor dalam pembuatan adsorben silika gel (SG) dan hibrida merkapto-silika (HMS).

Silika gel dan hibrida merkapto-silika melalui proses sol-gel

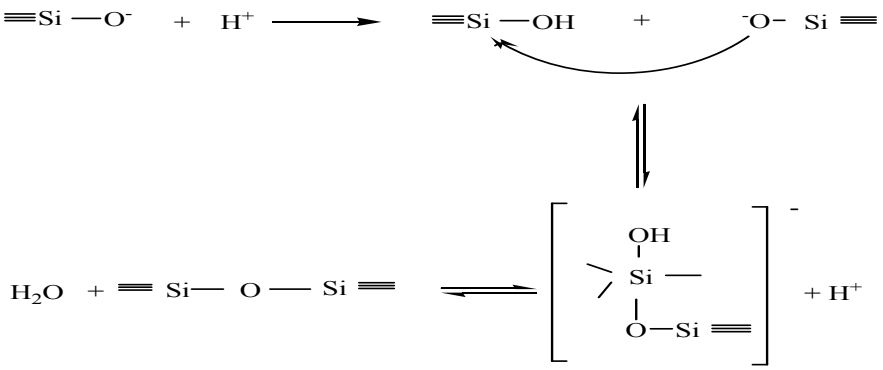
Pembuatan HMS dilakukan melalui proses sol-gel. Menurut Schubert dan Husing (2000) proses sol-gel memungkinkan sintesis hibrida organik-anorganik melalui cara yang sederhana dan pada kondisi yang lunak (*soft*). Proses sol-gel melibatkan transisi sistem dari fasa cair sol ke fasa padat gel pada temperatur kamar. Hal ini memungkinkan untuk pembuatan hibrida organik-anorganik yang

memerlukan kondisi reaksi pada temperatur kamar karena pada temperatur tinggi gugus organik akan bersifat labil dan akan terdekomposisi sehingga tidak dimungkinkan untuk reaksi lebih lanjut menghasilkan hibrida.

Pada pembuatan HMS ini dilakukan penambahan senyawa organik aktif 3-(trimetoksisilil)-1-propantiol (TMSP) pada larutan Na_2SiO_3 hasil peleburan abu sekam padi sebelum ditambah HCl 3M untuk memodifikasi silika gel yang akan terbentuk menjadi hibrida merkapto-silika (HMS).

Penggunaan HCl 3M pada larutan Na_2SiO_3 dilakukan secara tetes demi tetes sampai pH 7 (netral). Penambahan asam klorida pada prekursor menyebabkan terjadinya protonasi gugus siloksi ($Si-O^-$) menjadi silanol (Si-OH). Gugus silanol yang terbentuk kemudian diserang lanjut oleh gugus siloksi ($Si-O^-$) dengan bantuan katalis asam untuk membentuk ikatan siloksan (Si-O-Si). Proses ini terjadi secara cepat dan terus-menerus untuk membentuk jaringan silika yang amorf. Penyerangan $Si-O^-$ terhadap Si-OH membentuk Si-O-Si sama dengan kondensasi larutan *sol* yang terkatalisis oleh asam. Mekanisme reaksi yang diperkirakan pada pembentukan silika gel dari pengasaman larutan natrium silikat ditunjukkan pada Gambar 3.

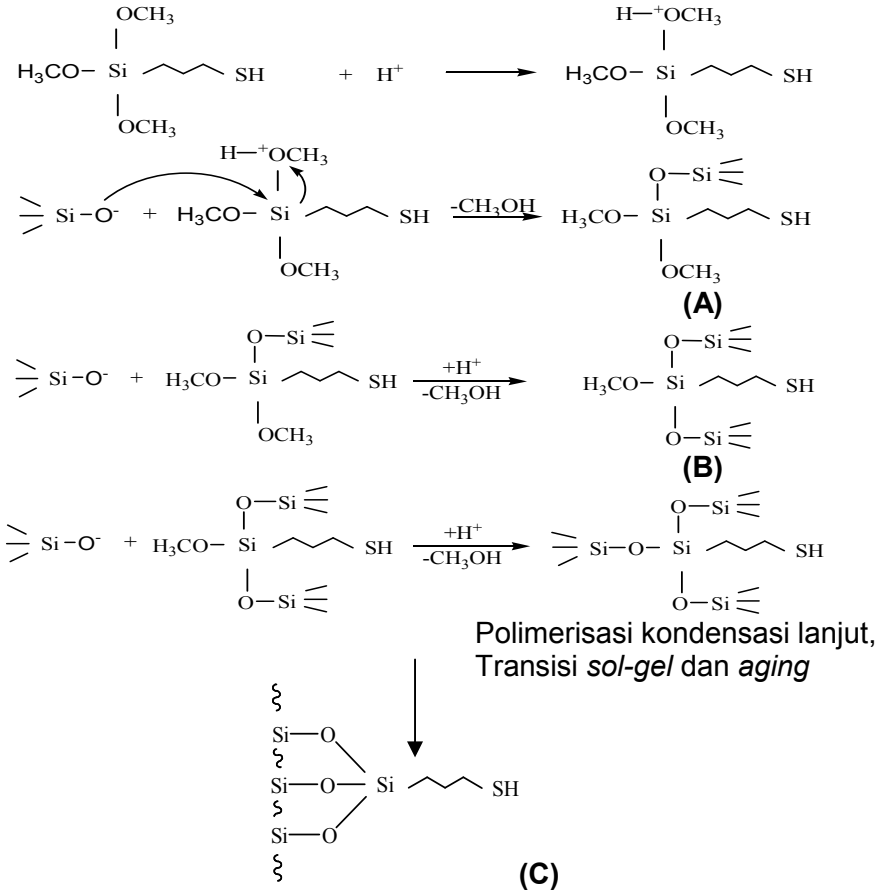
Reaksi kondensasi melibatkan mekanisme reaksi substitusi nukleofilik (SN_2) dari atom O pada spesies anion silikat terhadap atom silikon pada gugus silanol. Spesies anion silikat akan menggantikan ^-OH pada Si-OH sehingga terbentuk siloksan (Si-O-Si) dan ^-OH yang lepas akan berikatan dengan H^+ membentuk molekul air. Reaksi ini, sebagaimana telah disebutkan dalam landasan teori akan menghasilkan *alkogel* yang akan mengalami *sinerisis* bila didiamkan (*aging*) dan menjadi *hidrogel*. *Hidrogel* yang dicuci dan dipanaskan dengan pengurangan tekanan pada akhirnya akan membentuk *xerogel*.



Gambar 3. Model mekanisme reaksi pembentukan ikatan siloksan pada proses pembentukan jaringan gel.

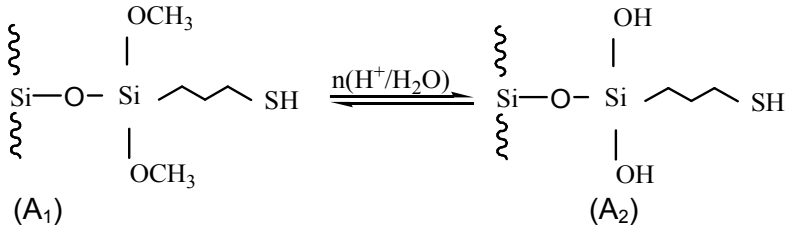
Dalam penelitian ini, pembuatan silika gel (SG) digunakan sebagai pembanding dari hibrida merkapto-silika (HMS). Pada dasarnya pembuatan SG menggunakan metode yang sama dengan pembuatan HMS. Perbedaannya hanya pada pembuatan SG tidak ditambahkan senyawa organik aktif TMSP pada larutan Na_2SiO_3. Gel yang terbentuk kemudian dikeringkan, digerus dan diayak 200 *mesh.* Proses pengeringan berlangsung pada temperatur 120 ^oC selama 2 jam.

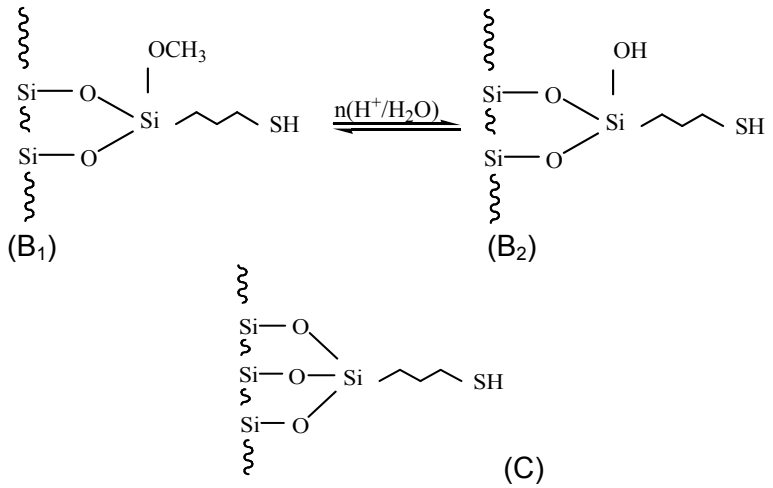
Pada saat penambahan HCl terjadi proses pembentukan gel yang diduga diawali dengan protonasi terhadap oksigen, O pada gugus metoksi ($^-OCH_3$) dari senyawa TMSP dan dilanjutkan dengan serangan siloksi, $Si\text{-}O^-$ terhadap atom Si pada senyawa TMSP yang telah terprotonasi atom oksigen pada gugus metoksinya. Secara sederhana reaksi tahapan proses sol-gel ini dapat digambarkan sebagai berikut :



Gambar 4. Gambaran reaksi pembentukan hibrida merkapto-silika (Alex, 2005).

Pada reaksi kondensasi yang disertai pelepasan metanol tersebut tidak selalu berlanjut pada reaksi berikutnya hingga menghasilkan C tetapi dapat terhenti menghasilkan A atau B sehingga terbentuk berbagai variasi permukaan yang digambarkan pada Gambar 5.





Gambar 5. Model kemungkinan variasi permukaan hibrida merkapto-silika (Alex, 2005).

Pada Gambar 5 terlihat bahwa A_1 dan B_1 masih dapat mengalami reaksi hidrolisis menghasilkan hibrida masing-masing A_2 dan B_2. Pada hibrida A_2, transisi sol-gel yang terjadi melibatkan kondensasi satu gugus ≡Si-O^- dan gugus metoksi menghasilkan dua gugus silanol dan satu gugus merkapto (-SH) sehingga menambah jenis dan jumlah situs aktif pada HMS relatif terhadap silika gel. Hibrida B_2 menunjukkan bahwa transisi sol-gel tidak mempengaruhi jumlah situs aktif yang ada, tetapi hanya menvariasi jenis dari situs aktif tersebut sedangkan pada hibrida C transisi sol-gel justru akan mengurangi jumlah situs aktif yang ada, di mana terjadi pertukaran 3 gugus silanol (Si-OH) menjadi 1 gugus merkapto (-SH). Adanya variasi permukaan pada produk HMS ini mengakibatkan adanya kemungkinan tidak homogennya distribusi jumlah dan jenis situs aktif pada adsorben yang digunakan pada proses adsorpsi.

Masing-masing reaksi kondensasi terus berlangsung membentuk trimer, tetramer, oligomer dan akhirnya membentuk bola-bola polimer. Bola-bola polimer baik yang berasal dari reaksi kondensasi 3-(trimetoksisilil)-1-propantiol dengan anion silikat maupun dari reaksi kondensasi anion silikat dan silanol

akan saling bergabung melalui reaksi kondensasi lebih lanjut membentuk gel hibrida. Terbentuknya gel hibrida tersebut juga menunjukkan bahwa pada larutan Na_2SiO_3 hasil peleburan abu sekam padi terdapat anion silikat yang cukup reaktif yang dapat berkondensasi dengan senyawa organik 3-(trimetoksisilil)-1-propantiol dengan proses pengasaman membentuk ikatan siloksan yang selanjutnya membentuk gel hibrida merkapto-silika (HMS).

Dalam pembuatan adsorben silika gel (SG) dan hibrida merkapto-silika (HMS) dihasilkan berat adsorben masing-masing seperti terlihat pada Tabel 1.

Tabel 1 Berat Adsorben

Jenis adsorben	Larutan Na_2SiO_3 (mL)	Volume senyawa 3-(trimetoksisilil)-1-propantiol (mL)	Volume HCl 3M (mL)	Berat adsorben (gram)
SG	20	-	16	4,3591
HMS	20	8	19	7,5362

Dari tabel 1 terlihat bahwa berat HMS semakin bertambah besar seiring dengan semakin besarnya pula volume senyawa TMSP yang digunakan. Hal ini diduga karena adanya penambahan gugus merkapto pada permukaan gel.

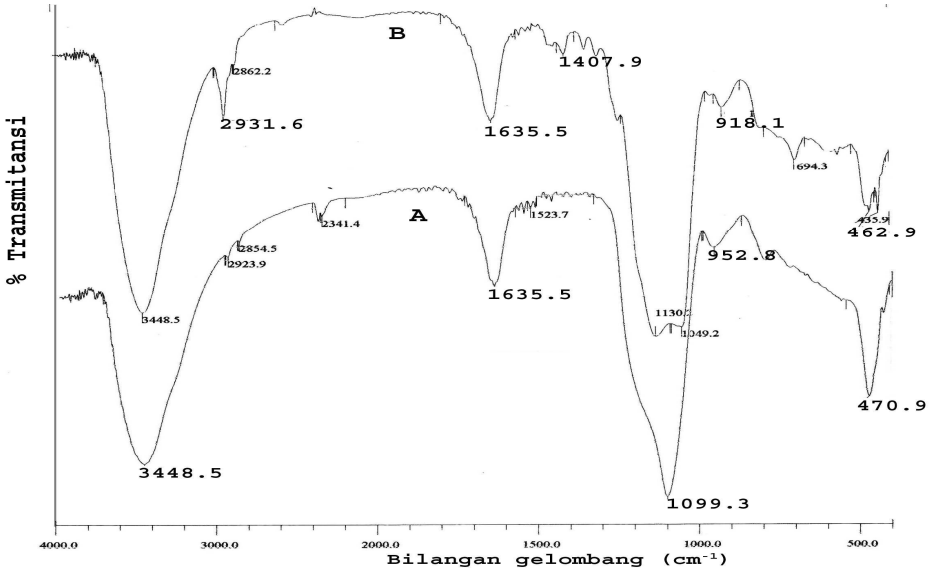
Karakteristik silika gel dan hibrida merkapto-silika

Karakterisasi adsorben silika gel (SG) dan hibrida merkapto-silika (HMS) dilakukan dengan metode spektroskopi inframerah (FTIR) dan difraksi sinar-X (XRD) yang masing-masing untuk identifikasi gugus fungsional dan struktur dari masing-masing adsorben.

Gugus fungsional. Untuk mengidentifikasi gugus-gugus fungsional yang terdapat dalam SG dan HMS digunakan spektroskopi inframerah (FTIR). Setiap gugus fungsional pada SG maupun HMS mempunyai serapan inframerah yang karakteristik pada bilangan gelombang

tertentu, sehingga karakteristik ini diharapkan dapat digunakan sebagai indikasi kualitatif keberhasilan sintesis HMS melalui munculnya atau perubahan serapan karakteristik untuk gugus-gugus fungsional pada adsorben. Spektra hasil identifikasi untuk SG dan HMS ditunjukkan pada Gambar 6

Pola serapan dari silika gel pada Gambar 6(A) dapat diinterpretasikan sebagai berikut: serapan dengan pita lebar pada daerah bilangan gelombang 3448,5 cm^{-1} merupakan pita serapan dari vibrasi gugus hidroksi (-OH) pada gugus silanol (Si-OH), pita serapan yang kuat dan tajam di daerah 1099,3 cm^{-1} merupakan pita serapan dari vibrasi ulur asimetri dari gugus Si-O pada gugus siloksan (Si-O-Si) (Sastrohamidjojo, 1992). Serapan di sekitar 952,8 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi ulur dari gugus Si-O pada silanol (Si-OH). Vibrasi tekuk gugus –OH pada silanol ditunjukkan pada bilangan gelombang 1635,5 cm^{-1} dan vibrasi tekuk dari gugus siloksan (Si-O-Si) ditunjukkan dengan pita serapan pada bilangan gelombang 470,6 cm^{-1}. Adanya pita serapan pada 1635,5 cm^{-1} menunjukkan vibrasi tekuk gugus –OH dari Si-OH. Secara umum pita serapan yang muncul pada spektra silika gel menunjukkan bahwa gugus-gugus fungsional yang terdapat pada silika gel hasil pembuatan dari abu sekam padi adalah gugus silanol (Si-OH) dan gugus siloksan (Si-O-Si).



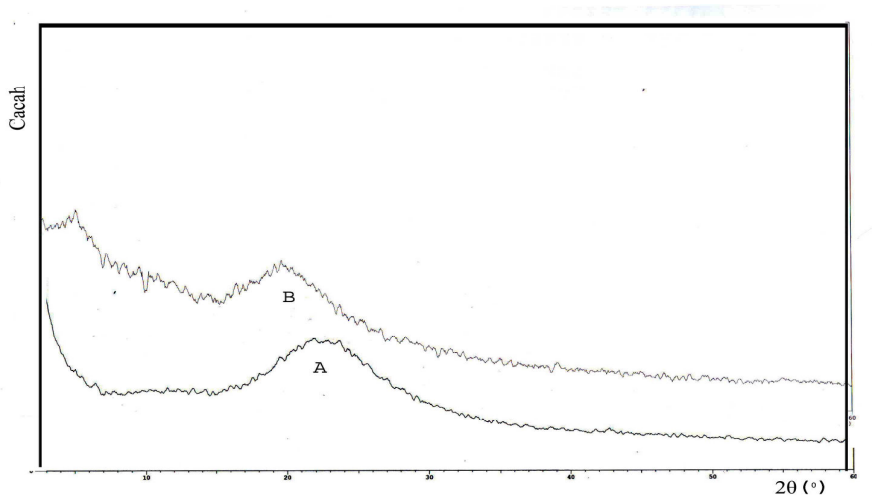
Gambar 6 Spektra FTIR silika gel (A) dan hibrida merkapto-silika (B)

Gambar 6(B) merupakan spektra dari HMS hasil sintesis. Adanya perubahan pola serapan pada spektra yang dihasilkan menunjukkan keberhasilan proses imobilisasi senyawa 3-(trimetoksisilil)-1-propantiol melalui proses sol-gel menghasilkan HMS. Pita serapan HMS pada bilangan gelombang di sekitar 3448,5 cm^{-1} yang merupakan vibrasi ulur gugus –OH dari Si-OH dan pita serapan pada bilangan gelombang di sekitar 918,1 cm^{-1} yang merupakan vibrasi ulur Si-O dari Si-OH terlihat mengalami penurunan intensitas jika dibandingkan dengan spektra silika gel. Hal ini menunjukkan bahwa jumlah gugus silanol berkurang akibat terjadinya kondensasi dengan senyawa organik TMSP melalui proses sol-gel. Vibrasi tekuk dari gugus siloksan (Si-O-Si) pada silika gel ditunjukkan serapan pada bilangan gelombang 462,9 cm^{-1} dan mengalami pergeseran ke bilangan gelombang yang lebih rendah pada HMS, hal ini diduga disebabkan adanya perubahan lingkungan gugus siloksan (Si-O-Si) hasil kondensasi antara anion silikat dengan gugus silanol akibat terbentuknya gugus siloksan hasil

kondensasi gugus silanol dan senyawa TMSP.

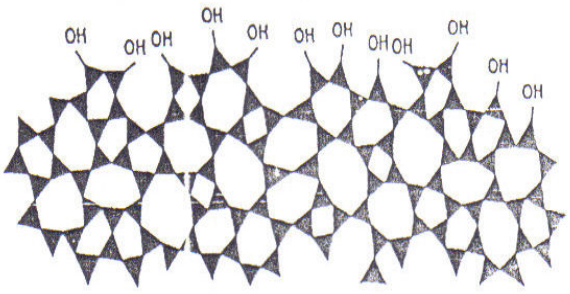
Keberhasilan sintesis HMS diindikasikan dengan munculnya pita serapan pada bilangan di sekitar 2931,6 cm^{-1} yang merupakan serapan akibat vibrasi –CH dan juga pita serapan di daerah 1407,9 cm^{-1} yang merupakan serapan akibat vibrasi –C-C- dari gugus metilen (-CH_2-). Pita serapan –SH yang diharapkan muncul pada semua gel hibrida, ternyata tidak muncul. Vibrasi dari gugus aktif –SH yang diharapkan muncul pada daerah 2600-2450 cm^{-1} ternyata tidak teramati. Menurut William dan Fleming pada Taslimah (2004), gugus –SH menghasilkan pita serapan yang lemah pada spektra inframerah, lebih lemah dari gugus –OH , tetapi memberikan serapan yang kuat di dalam spektra Raman. Vibrasi-vibrasi yang aktif di dalam Raman dapat tidak aktif di dalam inframerah, demikian juga sebaliknya. Hal serupa terjadi pada beberapa peneliti terdahulu yang mengkarakterisasi gugus fungsional –SH dengan spektroskopi inframerah (Nuzula, 2004; Alex, 2005; Hidayati, 2005; Khasanah, 2006).

Struktur silika gel dan hibrida merkapto-silika. Informasi mengenai struktur padatan diberikan oleh difraktogram sinar-X melalui analisis pola difraksi sesuai dengan tingkat kristalinitasnya. Pola difraksi yang dianalisis yaitu silika gel (SG) dan hibrida merkapto-silika (HMS). Beberapa pola difraksi tersebut ditunjukkan pada Gambar 7



Gambar 7 Difraksi sinar-X silika gel (A) dan hibrida merkapto-silika (B)

Pola difraksi dari SG dan HMS menunjukkan pola yang melebar di sekitar 2θ = 21-23^o. Menurut Kalaphaty (2000) silika dengan puncak melebar di sekitar 2θ = 20-22^o menunjukkan struktur amorf. Dengan demikian, hasil karakterisasi menggunakan XRD menunjukkan bahwa SG dan HMS hasil sintesis mempunyai struktur amorf bukan kristal. Adanya proses sol-gel dalam pembentukan SG dan modifikasi SG dengan ligan organik menyebabkan perubahan struktur dari abu sekam padi yang semula berstruktur kristal. Dan proses modifikasi dari SG dengan ligan organik tidak menyebabkan perubahan struktur dari SG yaitu sama-sama amorf.



Gambar 8 Model struktur amorf silika (Brinker dan Scherer, 1990)

Struktur amorf permukaan silika dapat digambarkan sebagai suatu jaringan acak yang tersusun dari cincin-cincin siloksan. Setiap cincin siloksan berisikan rata-rata 6 gugus silanol. Pada Gambar 8 disajikan skema yang mewakili struktur amorf permukaan silika yang tersusun dari cincin-cincin baik terbuka maupun tertutup dalam ukuran bervariasi. Pada ujung cincin-cincin yang terbuka terdapat gugus hidroksil (Brinker dan Scherer, 1990).

Kesimpulan

Dari hasil penelitian dan pembahasan dapat diambil kesimpulan sebagai berikut :

1. Abu sekam padi dapat digunakan sebagai sumber silika untuk membuat hibrida merkapto-silika (HMS) melalui proses sol-gel.
2. Karakterisasi silika gel dan hibrida merkapto silika menggunakan spektrofotometri inframerah menunjukkan perubahan spektrum bilangan gelombang antara keduanya, sedangkan identifikasi struktur silika gel dan menunjukkan memiliki stuktur yang sama, amorf.

DAFTAR PUSTAKA

Alex, 2005, *Kinetika Adsorpsi Logam Zn(II) dan Cd(II) Pada Bahan Hibrida Merkapto-silika dari Abu Sekam Padi*, Skripsi, FMIPA UGM, Yogyakarta.

Arakaki, L.N.N., dan Airoldi, C., 2000, Ethilenimine in the Synthetic Routes of a New Silytating Agent : Chelating Ability of Nitrogen and sulfur Donor Atoms After Anchoring Onto Surface of Silica Gel, *Polyhedron*, 19, 367-373

Brinker, C.J., dan Scherer, W.J., 1990, *Sol-Gel Science : The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*, Academic Press, San Diego

Cestari, A.R., Vieira, E.F.S., Simoni, J.A., dan Airoldi, C., 2000, Thermochemical Investigation on the Adsorption of Some Divalent Cations on Modified Silicas obtained from Sol-Gel Process, *Thermochimica Acta*, 348, 25-31

Enymia, Suhanda, dan Sulistarihani, N., 1998, Pembuatan Silika Gel Kering dari Sekam Padi untuk Pengisi Karet Ban, *Jurnal Keramik dan Gelas Indonesia,* 7 (1&2)

Irawati, F., 2004, *Pengaruh Penggunaan H_2SO_4, HCl dan Asam Sitrat pada Sifat Silika Gel Hasil Sintesis dari Abu Sekam Padi,* Skripsi, FMIPA UGM, Yogyakarta

Kalapathy, U., Proctor, A., dan Shultz, J., 2000, A Simple Method for Production of Pure Silica from Rice

Hull Ash, *Bioresource Technology*, 73, 257-262

Nuryono, 2004, *Pengaruh Konsentrasi NaOH pada Peleburan Abu Sekam Padi Cara Basah,* Prosiding Seminar Hasil Penelitian MIPA 2004, Semarang 4 Desember 2004

Sastrohamidjoho, H., 1992, *Spektroskopi Inframerah*, Liberty, Yogyakarta

Schubert, U., dan Hüsing, N., 2000, *Synthesis of Inorganic Material*, Willey-VCH Verlag Gmbh, D-69469 Wernbeim, Federal Republic of Germany

Wahyuningsih, 2000, *Modifikasi Permukaan Silika Gel 60 secara Impregnasi Langsung dengan 2,5-dimerkapto-1,3,4-Tiadiazol untuk Adsorpsi Selektif Ion Logam Tembaga (II) dan Besi (III*), Tesis Program Pascasarjana UGM, Yogyakarta