

KARAKTERISASI SILIKA PADA TONGKOL JAGUNG DENGAN SPEKTROSKOPI INFRA MERAH DAN DIFRAKSI SINAR-X

Gladys Ayu Paramita Kusumah Wardhani

Program Studi Kimia
Universitas Nusa Bangsa
email: gladys.paramita@gmail.com / gladys.unb.ac.id

Received 22 Pebuari 2017

Accepted 9 April 2017

Abstrak

Penelitian ini dilakukan untuk mengisolasi silika pada tongkol jagung menggunakan HCl dengan variasi suhu perendaman. Silika yang diperoleh dikarakterisasi ikatan dan strukturnya menggunakan spektroskopi infra merah dan difraksi sinar-X. Silika dari serbuk tongkol jagung diperoleh dengan cara nontermal melalui perendaman dengan HCl pada suhu kamar dan suhu 60°C selama 3 jam dan cara termal melalui pembakaran pada suhu 800°C. Silika yang diperoleh dikarakterisasi ikatannya dan diperoleh pita serapan karakteristik silika muncul pada bilangan gelombang 1101, 794, dan 468 cm⁻¹. Struktur silika yang dikarakterisasi menggunakan difraktometer sinar-X menunjukkan fase amorf silika pada 2θ = 21 - 25° dan mulai terbentuk fase kristalin pada 2θ = 26°.

Kata kunci: Silika pada tongkol jagung, spektroskopi infra merah, difraksi sinar-X

Abstract

This study was conducted to isolate the silica on a corn cob using HCl with soaking temperature variation. The silica was characterized bonding and structure using infrared spectroscopy and X-ray diffraction. Silica of corn cob powder obtained by nontermal through immersion with HCl at room temperature and at 60 °C for 3 hours and thermal way through burning at 800 °C. The silica was characterized bondage and obtained an absorption band characteristic of silica appears at wave number 1101, 794, and 468 cm⁻¹. Silica structure characterized using X-ray diffraction that showed the amorphous phase silica 2θ° = 21 - 25° and begin to form the crystalline phase in 2θ° = 26°.

Keywords: Silica on corn cobs, infrared spectroscopy, X-ray diffraction

Pendahuluan

Silika merupakan senyawa kimia SiO₂ yang telah banyak dimanfaatkan sebagai zat warna (Ke *et al*, 2016), obat-obatan (Hacene *et al*, 2016), piranti elektronik (Sharma *et al*, 2016), keramik (Nien *et al*, 2016), katalis (Liu *et al*, 2016), dan material pendukung katalis (Ewing *et al*, 2016). Hal ini disebabkan silika memiliki sifat yang terbukti memiliki stabilitas tinggi, fleksibilitas kimia, dan

biokompatibilitas yang berperan penting bagi berbagai lingkup (Nandiyanto *et al*, 2014). Silika di alam dapat diperoleh dari mineral dan bahan nabati. Penelitian tentang silika yang diperoleh dari bahan nabati telah dilakukan oleh Rafiee *et al*, 2012 yang mendapatkan nanosilika dari sekam padi dan Rahman *et al*, 2015 yang mendapatkan silika mesopori dari abu ampas tebu.

Selain sekam padi dan ampas tebu, salah satu alternatif sumber silika dari bahan nabati yaitu tongkol jagung. Tongkol jagung memiliki kandungan selulosa 40 - 45%, hemiselulosa 30 - 35% dan lignin 10-20% (Velmurugan *et al*, 2015) sedangkan abu tongkol jagung mengandung silika lebih dari 60% dengan sejumlah kecil unsur-unsur logam (Adesanya *and* Raheem, 2009). Silika pada serbuk tongkol jagung dapat diisolasi secara termal dan nontermal. Secara nontermal silika dapat diisolasi dengan HCl (Roschat *et al*, 2016). Penelitian ini dilakukan untuk mengisolasi silika pada tongkol jagung menggunakan HCl dengan variasi suhu perendaman. Silika yang diperoleh kemudian dikarakterisasi ikatan dan strukturnya menggunakan spektroskopi infra merah dan difraksi sinar-X.

Metode Penelitian

Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi, spektrometer infra merah (Nicolet Avatar 360 FT-IR: *Fourrier Transform Infra Red*), difraktometer sinar-X (PANalytical Empyrean), *magnetic stirrer*, *hot plate*, oven, *furnace*, neraca analitis, ayakan 100 mesh, dan peralatan gelas.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu tongkol jagung (*Zea mays saccharata*) varietas Bonanza yang diperoleh dari daerah Jonggol, Kabupaten Bogor), kertas saring, akuades, dan HCl 37% (Merck).

Prosedur Penelitian

Preparasi serbuk tongkol jagung

Tongkol jagung yang didapat dari daerah Jonggol, Kab.Bogor, dicuci dan dikeringkan di bawah sinar matahari hingga benar-benar kering. Tongkol jagung dicacah dan dioven pada suhu 60°C selama 12 jam. Tongkol jagung kering dihaluskan dan diayak dengan ayakan 100 mesh.

Preparasi silika dengan HCl

Metode preparasi silika diadopsi dari penelitian Roschat *et al*, 2016 dengan beberapa modifikasi. Serbuk halus yang telah kering ditimbang sebanyak 90 gram dan dibagi menjadi tiga bagian yang sama dalam gelas piala 250 mL. Masing-masing serbuk dicuci dengan akuades dan disaring. Endapan dikeringkan dalam oven selama 24 jam dan diberi label STA (serbuk tongkol jagung tanpa perlakuan asam), STB (serbuk tongkol jagung yang direndam dengan HCl pada suhu kamar) dan STC (serbuk tongkol jagung yang direndam dengan HCl pada suhu 60°C). STB dan STC ditambah dengan HCl 3 M masing-masing 200 mL. STB diaduk dengan *magnetic stirrer* pada suhu kamar sedangkan STC diaduk pada suhu 60°C selama 3 jam. Serbuk dicuci dengan akuades dan disaring. Endapan yang diperoleh dikeringkan pada suhu 110°C. STA, STB dan STC dikalsinasi pada suhu 800°C selama 4 jam.

Karakterisasi silika

Karakterisasi struktur silika dilakukan dengan instrumen spektrometer infra merah (*Fourrier Transform Infra Red*: FT-IR) dan Difraksi Sinar-X (*X-Ray Diffraction*: XRD). Pada karakterisasi menggunakan FT-IR, serbuk halus padatan dicampur dengan KBR dan dibuat pelet. Serapan inframerah padatan diukur pada rentang bilangan gelombang 4000 - 300 cm^{-1} . Pada karakterisasi menggunakan XRD, serbuk halus padatan diukur pola difraksinya pada $2\theta = 10 - 80^\circ$.

Hasil dan Pembahasan

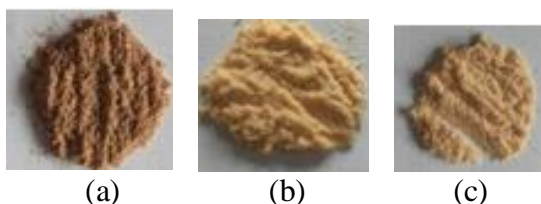
Silika dalam Serbuk Tongkol Jagung

Senyawa-senyawa selain silika yang terkandung dalam tongkol jagung dapat dihilangkan dengan metode termal dan nontermal. Preparasi silika pada serbuk tongkol jagung dilakukan dengan metode perendaman menggunakan larutan HCl. Perlakuan ini termasuk dalam metode nontermal. Asam klorida digunakan dalam penelitian ini karena dapat mereduksi

senyawa-senyawa organik dan senyawa anorganik lain selain silika seperti Mg, Na, K, dan Ca (Umeda *et al*, 2009) yang terdapat dalam tongkol jagung. Serbuk tongkol jagung yang direndam dengan HCl dilakukan pada dua variasi suhu, yaitu suhu kamar dan suhu 60°C. Hal ini untuk mengetahui suhu optimum perendaman dalam mendapatkan silika dari tongkol jagung.

Metode termal dilakukan melalui pembakaran pada suhu tinggi untuk menghasilkan abu tongkol jagung sebagai sumber silika. Penelitian oleh Rafiee *et al* (2012) mengenai optimasi dan sintesis nanosilika dari sekam padi, menggunakan variasi suhu pembakaran 500 dan 700°C menunjukkan bahwa sekam padi yang dibakar pada suhu 700°C lebih putih daripada suhu 500°C. Sedangkan pada penelitian ini, serbuk tongkol jagung diberi perlakuan termal dengan cara dikalsinasi pada suhu 800°C selama 4 jam. Proses ini merupakan tahap penting karena selama proses termal, zat-zat selain silika dapat terdekomposisi dan hilang.

Serbuk dari ketiga sampel yang dihasilkan berbeda penampakan warnanya. STA berwarna coklat keabuan, STB coklat terang (keputih-putihan) dan STC warnanya coklat terang (keputih-putihan) namun lebih terang daripada STB (Gambar 1). Warna serbuk yang masih terlihat kecoklatan ini disebabkan oleh residu lain seperti karbon dan beberapa jenis oksida lain yang masih tertinggal. Berdasarkan penampakan warnanya, silika yang diperoleh pada penelitian ini bukan merupakan silika yang murni.



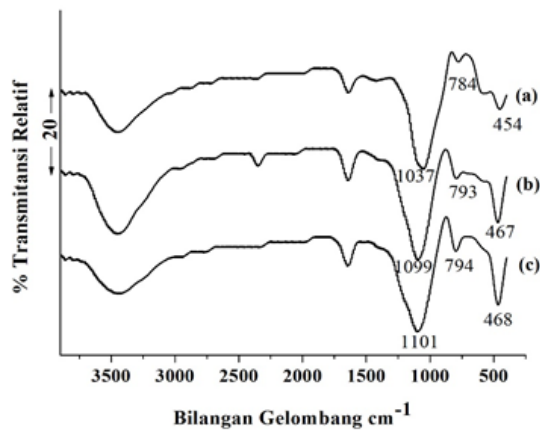
Gambar 1. Foto Sampel Serbuk (a) STA, (b) STB dan (c) STC

Spektra Infra Merah Silika

Serbuk tongkol jagung yang telah dipreparasi, diamati pita serapan silikanya menggunakan spektrometer FT-IR pada bilangan gelombang 4000 - 300 cm^{-1} . Ketiga serbuk tongkol jagung memberikan hasil spektra yang ditunjukkan pada Gambar 2. Spektra tersebut menunjukkan gugus kimia utama yang muncul pada STA, STB dan STC. Pita serapan yang melebar pada daerah 3400 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ulur ikatan O-H pada gugus silanol (Si-OH) dan diikuti dengan spektra tekuk ikatan O-H pada daerah 1630 cm^{-1} pada matriks silika (Dang *et al*, 2013). Pita serapan ikatan O-H pada STA, STB dan STC masing-masing 3435, 3452, dan 3441 cm^{-1} . Intensitas pita serapan pada STC lebih rendah jika dibandingkan dengan STA dan STB. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Amin *et al* (2016) tentang silika pada abu dasar pada industri gula menunjukkan vibrasi ulur asimetri ikatan siloksana (Si-O-Si) muncul pada 1060–1100 cm^{-1} . Sedangkan vibrasi ulur asimetri Si-O-Si muncul pada 630 - 920 cm^{-1} . Vibrasi tekuk kerangka struktur O-Si-O ditunjukkan pada pita serapan 460 - 480 cm^{-1} . Hasil penelitian ini menunjukkan, pita serapan vibrasi ulur asimetri Si-O-Si pada STA 1037 cm^{-1} , STB 1099 cm^{-1} dan STC 1101 cm^{-1} . Sedangkan vibrasi ulur simetri Si-O-Si pada STA 784 cm^{-1} , STB 793 cm^{-1} dan STC 794 cm^{-1} . Vibrasi tekuk O-Si-O pada STA, STB dan STC masing-masing 454, 467 dan 468 cm^{-1} .

Pita serapan senyawa-senyawa organik pada daerah bilangan gelombang 1500 - 1700 cm^{-1} muncul pada STA yaitu pada bilangan gelombang 1500 cm^{-1} dengan intensitas yang kecil. Pita serapan ini tidak terlihat pada STB dan STC. Pita serapan senyawa-senyawa organik pada STA masih muncul karena tidak dilakukan ekstraksi HCl terhadap serbuk tongkol jagung, meskipun sudah dilakukan pemanasan pada suhu 800°C. Hal ini menunjukkan bahwa penghilangan senyawa-senyawa selain silika tidak cukup

hanya dengan metode termal namun diperlukan juga metode nontermal.



Gambar 2. Spektra Infra Merah (a) STA, (b) STB dan (c) STC

Difraktogram Sinar-X Silika

Karakterisasi dengan XRD dilakukan untuk mengetahui struktur silika dari serbuk tongkol jagung. Gambar 3 menunjukkan difraktogram silika pada STC. Berdasarkan difraktogram tersebut terlihat bahwa silika pada STC yang dikalsinasi pada suhu 800°C memiliki struktur amorf yang ditunjukkan pada daerah $2\theta = 21 - 25^\circ$ namun, terdapat puncak yang tajam pada $2\theta = 26^\circ$. Puncak yang tajam ini menunjukkan fase kristalin yang mulai muncul pada silika STC. Fase kristal tersebut merupakan silika dalam bentuk kuarsa (NIOSH Manual of

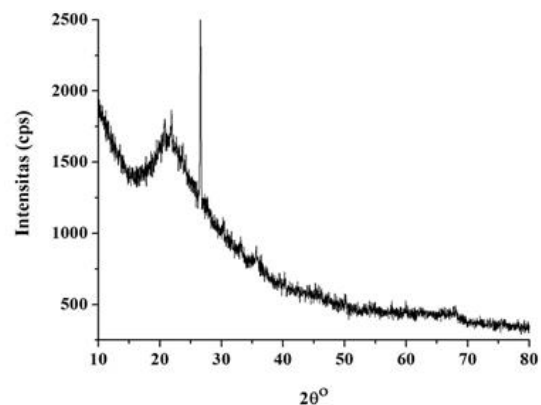
Kesimpulan

Silika pada tongkol jagung dapat diperoleh dengan mengisolasi menggunakan HCl pada suhu perendaman 60°C selama 3 jam dan mengkalsinasinya pada suhu 800°C.

Berdasarkan karakterisasinya menggunakan FT-IR, pita serapan karakteristik silika muncul pada bilangan gelombang 1101, 794, dan 468 cm^{-1} . Sedangkan karakterisasi menggunakan XRD menunjukkan fase amorf silika pada $2\theta = 21 - 25^\circ$ dan mulai terbentuk fase kristalin pada $2\theta = 26^\circ$.

Analytical Methods, 2003). Struktur amorf SiO_2 dapat diperoleh melalui pembakaran abu pada suhu 750°C (Mohanraj *et al*, 2012). Di atas suhu tersebut terjadi penataan struktur silika dari fase amorf menjadi fase kristalin seperti yang terjadi pada penelitian ini. Silika yang mendominasi pada hasil penelitian ini berupa silika amorf.

Diameter kristal silika yang terbentuk dapat dihitung menggunakan formulasi berdasarkan metode Scherrer. Fase kristalin silika pada sudut $2\theta = 26^\circ$ memiliki nilai FWHM (lebar setengah puncak) = 0,0646 rad. Hasil perhitungan diperoleh nilai diameter kristal silika sebesar 235,39 nm.



Gambar 3. Pola Difraksi Sinar-X STC

Ucapan Terimakasih

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Kepala Laboratorium Kimia, Universitas Nusa Bangsa yang memberikan ijin untuk melaksanakan penelitian di laboratorium, Drs. Agus Taufik, M.Si yang telah meluangkan waktu untuk berdiskusi dengan penulis, Laboratorium pengujian Universitas Islam Indonesia, Yogyakarta untuk analisis FT-IR, dan Laboratorium pengujian Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju, BATAN, Serpong untuk analisis XRD.

Daftar Pustaka

- Adesanya, D.A., and Raheem, A., 2009, Development of Corn Cob Ash Blended Cement, *Construction and Building Materials*, 23 (1); 347–352
- Amin, N., Khattak, S., Noor, S., and Ferroze, I., 2016, Synthesis and Characterization of Silica from Bottom Ash of Sugar Industry, *Journal of Cleaner Production*, 117; 207-211
- Dang, T.H, Bing-Hung C., Duu-Jong L., 2013, Application of Kaolin-Based Catalysts in Biodiesel Production Via Transesterification of Vegetable Oils in Excess Methanol, *Bioresource Technology*, 145; 175–181
- Ewing, C., Vesper, G., McCarthy, J., Lambrecht, D., Johnson, J., 2016, Predicting Catalyst-Support Interactions between Metal Nanoparticles and Amorphous Silica Supports, *Surface Science*
- Hacene, Y., Singh, A., Van den Mooter, G., 2016, Drug Loaded and Ethylcellulose Coated Mesoporous Silica for Controlled Drug Release Prepared Using a Pilot Scale Fluid Bed System, *International Journal of Pharmaceutics*, 506 (1); 138-147
- Ke, S., Pan, Z., Wang, Y., Ning, C., Zheng, S., 2016, Synthesis of a Pigment of Monodisperse Spherical Silica Particles Coated with Neodymium Disilicate, *Ceramics International*, 42 (9); 11500-11503
- Liu, S., You, K., Jian, J., Zhao, F., Zhong, W., 2016, Mesoporous Silica Gel as an Effective and Eco-Friendly Catalyst for Highly Selective Preparation of Cyclohexanone Oxime by Vapor Phase Oxidation of Cyclohexylamine with Air, *Journal of Catalysis*, 338; 239-249
- Mohanraj K, Kannan S, Barathan S, Sivakumar G, 2012, Preparation and Characterization of Nano SiO₂ from Corn Cob Ash by Precipitation Method, *Optoelectronics and Advanced Materials*, 6, (3-4); 394-397
- Nandiyanto, A., Suhendi, A., Ogi, T., Umemoto, R., Okuyama, K., 2014, Size- and Charge-Controllable Polystyrene Spheres for Templates in The Preparation of Porous Silica Particles with Tunable Internal Hole Configurations, *Chemical Engineering Journal*, 256; 421-430
- Nien, Y., You, J., 2016, Improved Thermal Quenching of Y₃Al₅O₁₂: Ce Phosphor Ceramics with Silica Addition, *Journal of Alloys and Compounds*, 678; 1-4
- NIOSH Manual of Analytical Methods (NMAM), 2003, Silica Crystalline, by XRD: *METHOD 7500, Fourth Edition*, 4; 5
- Rafiee, E., Shabnam S., Mostafa F., Mahdi S., 2012, Optimization of Synthesis and Characterization of Nanosilica Produced from Rice Husk (a Common Waste Material), *International Nano Letters*, 2 (29); 2-8
- Rahman N.A., Ika W., Sri R.J., Heru S., 2015, Synthesis of Mesoporous Silica with Controlled Pore Structure from Bagasse Ash as a Silica Source, *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, 476; 1–7
- Roschat, W., Theeranun S., Boonyawan W., Vinich P., 2016, Rice Husk-Derived Sodium Silicate as a Highly Efficient and Low-Cost Basic Heterogeneous Catalyst for Biodiesel Production, *Energy Conversion and Management*, 119; 453–462
- Sharma, H., Pulgurtha, M., Tummala, R., 2016, Chemical Synthesis of Low-Coercivity, Silica/Co Composites for High-Frequency Magnetic Components, *Materials Chemistry and Physics*, 175; 46-53
- Umeda, J., Imai H., Kondoh K., 2009, Polysaccharide Hydrolysis and Metallic Impurities Removal Behavior of Rice Husks in Citric Acid Leaching Treatment, *Transactions of JWRI*, 38 (2); 13-18.

Velmurugan, P., Shim, J., Lee, K.J., Cho, M., Lim, S. S., Seo, S. K., Cho, K. M., K. Bang, S., Oh, B. T., 2015, Extraction, Characterization, and Catalytic Potential of Amorphous Silica from Corn Cobs by Sol-Gel Method, *J. Ind. Eng. Chem*, 29 (25); 298-303