

Pengaruh pH Terhadap Rendemen Silika Gel dari Kulit Tebu Tibarau (*Saccharum spontaneum* Linn) Menggunakan Metode Sol-Gel

Rini Ramadhani¹, Syamsi Aini*²

^{1,2}Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang
Jln. Prof. Dr. Hamka Air Tawar Padang, Indonesia

*syamsiaini@fmipa.unp.ac.id

Abstract — Several natural materials containing silica have been widely used to synthesize silica nanoparticles such as bagasse, rice husks, which can be in the form of dry and non consumable strands that function as inner protectors in the form of endospermium and embryos. Tibarau sugarcane is one of the renewable organic materials. The synthesis of silica nanoparticles from sudden sugarcane skin tibarau using the sol-gel method has been carried out, therefore we need to synthesize them from renewable materials as well. One of the renewable materials is organic. Different base materials require different reactions. One of the different synthesis is husk ash wherein, husk ash has amorphous phase characteristics ranging from 20-25°. The results of the synthesis of silica nanoparticles the effect of pH on the yield of silica gel, obtained the optimum pH at pH 8 and the results of the synthesis were characterized by FTIR to determine the functional groups containing silanol and siloxane functional groups and XRD to determine the crystallinity and the formed phase at $2\theta = 31,7$. Silica nanoparticles from sugarcane husk suddenly have a crystalline phase as well as an amorphous phase.

Keywords — Sugarcane Tibarau, Synthesis Nanoparticles Silica, Sol-Gel Method, Reflux

I. PENGANTAR

Sebagian besar penduduk Indonesia menganggap gula salah satu kebutuhan sehari-hari. Tanaman tebu diartikan bahan pokok dalam memproduksi gula. Produksi gula inilah yang akan menghasilkan bahan sisa berupa ampas. Dari beberapa kali dalam memproduksi. Ampas tebu yang dihasilkan industri mencapai 0,8 juta ton per tahunnya.

Beberapa bahan alam yang mengandung silika telah banyak digunakan untuk mensintesis silika nanopartikel seperti ampas tebu, sekam padi dapat berupa helaian yang kering serta tidak dapat dikonsumsi yang berfungsi sebagai pelindung bagian dalam berupa endospermium dan embrio) [1], batu apung adalah bebatuan vulkani berpori memiliki sebagian besar alumina dan SiO₂, serta memiliki kandungan besi yang rendah [2], dan Fly ash merupakan material kompleks, dan produk sampingan dari pembakaran berbagai batubara dengan kandungan mineral yang tinggi [3]. Kulit tebu tibarau menjadi perhatian karena banyak mengandung silika, sifatnya tidak dikonsumsi dan terabaikan di alam begitu saja. Maka dari itu kandungan silika dalam tebu ini banyak ditemukan karena kadar glukosanya yang dianggap rendah.

Ampas dan kulit tebu merupakan limbah pertanian yang banyak digunakan sebagai sumber silika alami. Silika alami dinyatakan aman dalam penanganan dan didapatkan dari sumber daya yang murah. Beberapa penelitian telah dilakukan untuk mengoptimalkan pemanfaatan residu padat ini menjadi

produk yang berharga. Salah satu elemen potensial yang ada didalam limbah padat ini adalah silika yang memiliki aplikasi industri yang luas [4]. Jumlah kandungan silika dalam tanaman tebu bervariasi tergantung pada lingkungan sekitarnya, kondisi tanah, periode panen dan proses perlakuannya. Silika merupakan sekelompok mineral terdiri dari silicon dan oksigen umumnya berstruktur kristal dan jarang sekali dalam keadaan amorf.

Saccharum spontaneum L. Atau tebu tibarau adalah rumput abadi yang terdiri dari tangkai, daun, dan system akar dimana tangkai mengandung air yang digunakan untuk membuat gula. Setelah air diekstraksi limbah padat yang tersisa disebut dengan ampas tebu. (*Saccharum spontaneum* L.) merupakan tanaman abadi yang dapat tumbuh secara alami di habitat ekstrim dan lahan kosong. Hal ini menjadi aspek terpenting dalam pengelolaan lingkungan dan perubahan iklim. Merujuk pada penelitian sebelumnya bahwa tanaman ini memiliki karakteristik anatomi yang mirip dengan tebu [5].

Nanosilika merupakan salah satu bahan nanomaterial yang memiliki beberapa kekhasan dalam pemanfaatannya yang sangat luas. Nanopartikel SiO₂ disintesis dengan metode sol-gel dari bahan alam kulit tebu tibarau yang dianggap memiliki sumber silika. Pengaruh proses sintesis serta penggunaan metode pemurnian yang berbeda seperti pada perlakuan kimia, morfologi, struktur dan sifat kimia dari nanopartikel disintesis.

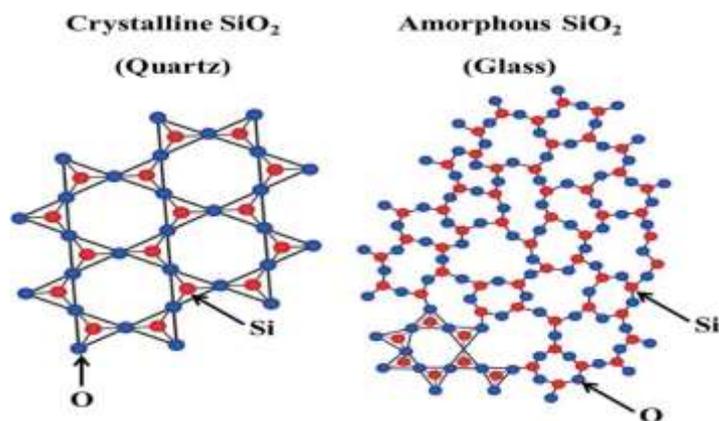
Hasil penelitian menunjukkan bahwa sintesis sol-gel merupakan salah satu metode untuk mendapatkan silika dari

abu dengan kandungan pengotor yang tinggi seperti besi dan aluminium oksida. Nanopartikel SiO₂ amorf dengan ukuran rata-rata ~10 nm diperoleh dengan mengontrol variabel sintesis utama (pH, suhu, temperatur dan SiO₂/H₂O rasio molar). Metode pemurnian yang diselidiki memungkinkan untuk mendapatkan nanosilika dengan tingkat kemurnian yang berbeda, lebih besar dari 96% [6].

Metode sol-gel ini dianggap metode paling sederhana karena memiliki kemampuan dalam mengatur ukuran partikel dan morfologi melalui aspek sistematis parameter reaksi [7]. Beberapa cara yang digunakan untuk mensintesis partikel silika, yaitu kondensasi uap kimia, pelepasan busur, reaksi logam plasma hidrogen, dan pirolisis laser dalam fase uap, mikroemulsi, hidrotermal, serta sol-gel, dll.

Silika yang disintesis pada suhu tinggi akan menghasilkan ukuran partikel yang kecil dibandingkan dengan silika yang disintesis dengan suhu rendah karena, memiliki kemampuan adsorpsi yang baik dan luas permukaan yang dihasilkan tinggi [8].

Silika yang bersumber bahan alam telah meningkatkan minat para peneliti yang dapat diaplikasikan dalam bidang ilmu material dan biomedis, karena biayanya yang relative murah, ramah lingkungan, dan bioaktivitas yang baik.



Gambar 1. Struktur kristal dan silika amorf [4]

Adapun kelebihan dari metode sol gel ini adalah kemurnian hasil yang didapatkan cukup tinggi, suhu relatif rendah serta tingkat stabilitas termal dan mekaniknya yang baik. Sebelumnya juga telah dikerjakan sintesis (SiO₂) oleh (Deviani *et al.*, 2018) silika dari abu ampas tebu dengan sintesis hydrothermal, metode dengan mengekstraks abu ampas tebu dengan NaOH larutan alkali karena, SiO₂ dapat larut dengan NaOH (larutan alkali). Namun metode ini memiliki kelemahan yaitu metode ini kurang tepat untuk material yang tingkat kemurniannya tinggi karena pada metode ini memakai suhu yang sangat tinggi.

Selanjutnya SiO₂ yang dihasilkan dikarakterisasi dengan instrument *X-Ray Diffraction* guna mengetahui ukuran kristal dan struktur kristal, dan *Spektrofotometer Fourier Transform Infra Red* mengetahui gugus fungsi penyusun dari SiO₂.

Berdasarkan penjabaran diatas maka dapat dilakukan penelitian mengenai “Pengaruh pH Terhadap Rendemen Silika Gel Dari Kulit Tebu Tibarau (*Saccharum Spontaneum*

Linn) Menggunakan Metode Sol-Gel”. Penelitian ini diharapkan dapat memberikan edukasi dan solusi tentang pemanfaatan ampas tebu tibarau sebagai silika.

II. METODE PENELITIAN

A. Alat dan Bahan

Alat yang diperlukan dalam penelitian ini adalah Neraca Analitik, Oven, Batang Pengaduk, Mortal dan Alu, Gelas Kimia, Gelas Ukur, Furnace, Cawan Crucible, pH Meter, Instrument XRD, dan FTIR. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Kulit Tebu Tibarau, HCl 2M, dan NaOH 5M

B. Prosedur Kerja

1. Preparasi sampel kulit tebu tibarau

Kulit tebu tibarau dipisahkan kulit dari isi dan dipotong kecil-kecil. Keringkan dibawah sinar matahari langsung. Kulit tebu yang kering dilakukan kalsinasi pada suhu 700° selama 2 jam, selanjutnya gerus abu dengan mortal dan alu, kemudian abu kulit tebu tibarau diayak dengan ayakan 180 mesh, dan timbang abu ampas tebu yang telah diayak sebanyak 20 gram.

2. Sintesis silika nanopartikel dan optimasi

Abu kulit tebu tibarau direaksikan dengan NaOH 5 M. Campuran dipanaskan sembari di *stirrer* selama 2 jam pada suhu 60-80°C. Larutan hasil penyaringan ditambahkan HCl dengan mengatur pH 6-9. Selanjutnya refluks sambil di *stirrer* selama 2 jam pada suhu 85°C. Saring dan keringkan dalam oven 24 jam pada suhu 120°C. Hasil sintesis dapat dikarakterisasi dengan menggunakan instrument XRD, dan FTIR. Secara keseluruhan optimasi sintesis silika nanopartikel dapat dilihat pada tabel berikut.

TABEL 1.
OPTIMASI SINTESIS SILIKA NANOPARTIKEL

Suhu Kalsinasi	NaOH	pH
700°C	5M	6,7,8,9

Masing-masing kondisi sintesis silika nanopartikel dihitung persentase yang didapatkan dengan rumus:

$$\% \text{SiO}_2 = \frac{\text{Berat Silika nanopartikel}}{\text{Berat Sampel Abu}} \times 100\%$$

3. Karakterisasi Silika

Karakterisasi silika dengan Analisis *X-Ray Diffraction* dilakukan untuk menentukan fasa dari silika serta menentukan tingkat kristalinitas, dan *Spektrofotometer Fourier Transform Infra Red* untuk mengetahui gugus fungsi SiO₂.

III. PEMBAHASAN

A. Pengaruh pH

Pengaruh variasi pH pada proses pembentukan silika pada kulit tebu tibarau dapat kita lihat dari persentase rendemen hasil akhir pada Tabel 2.

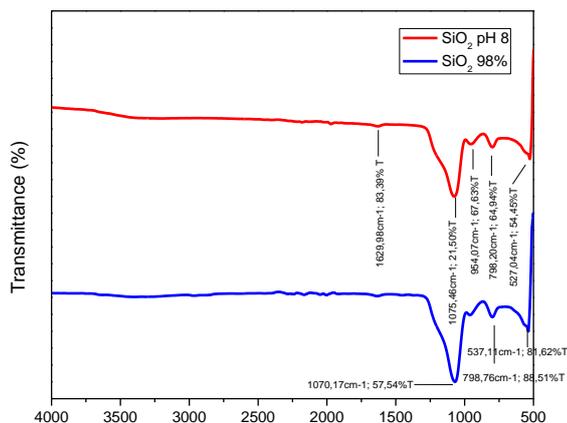
TABEL 2.
PERSENTASI BERAT SiO₂ TERHADAP VARIASI PH

No	Variasi pH			
	6	7	8	9
1.	10,142 %	3,893 %	10,971 %	8,653%

Pengaruh variasi pH pada proses pembentukan silika pada kulit tebu tibarau dapat dilihat bahwa SiO₂ pada pH 8 didapatkan rendemen yang tinggi suasana basa. Silika dapat terbentuk pada suasana asam dan basa. Dilihat bahwa persentase rendemen banyak didapatkan pada pH 6 yaitu asam dan pH 8 yaitu basa pH 8.

B. Analisis gugus fungsi dengan FTIR 10%

Analisis dari FTIR bermaksud untuk mengenal gugus silanol (Si-OH), siloksan (Si-O-Si), dan gugus lain pada silika kulit tebu tibarau. Gugus silanol (Si-OH) dan gugus siloksan (Si-O-Si) yakni tempat dominan pada permukaan SiO₂ yang dimanfaatkan ebagai penyerapan. Hasil analisa dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 1. Pola FTIR pada SiO₂ dari kulit tebu tibarau dan SiO₂ 98% sebagai pembandingan

Berdasarkan gambar terlihat bahwa data spektrum FTIR dari SiO₂ 98% dengan SiO₂ yang disintesis dari kulit tebu tibarau mengalami pergeseran yang tidak begitu signifikan. Puncak yang didapat dari SiO₂ 98% pada rentang bilangan gelombang 4000-500 yaitu ada 3 puncak sedangkan puncak yang didapat SiO₂ dari kulit tebu tibarau yaitu ada 5 puncak. Modifikasi isapan FTIR pada Gambar 2. Yaitu, munculnya serapan baru pada 1629,98 cm⁻¹ yang merupakan serapan O-H tekuk dalam mempertegas gugus -OH terhadap Si-OH. Serapan khas dari silika yaitu serapan asimetrik Si-O-Si di 1075,46 cm⁻¹, serapan simetrik Si-O-Si di 798,20 cm⁻¹, dan serapan Si-O- tekuk dari (Si-O-Si) di 527,04 cm⁻¹.

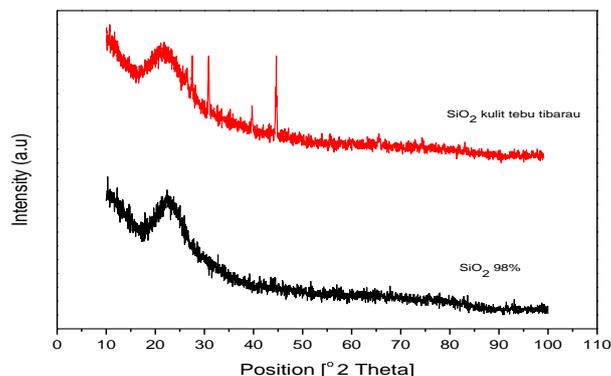
Hasil karakterisasi menggunakan FTIR pola serapan SiO₂ yang muncul adalah, gugus silanol (≡Si-OH) dan siloksan (≡Si-O-Si≡). Bilangan gelombang 798,20 cm⁻¹ merupakan

vibrasi ulur simetris dari Si-O padasiloksan. Vibrasi ulur Si-O pada silanol (≡Si-OH), muncul pada bilangan gelombang 954,07 cm⁻¹. Vibrasi ulur asimetris Si-O pada siloksan (≡Si-O-Si≡) muncul pada bilangan gelombang 1075,46 cm⁻¹. Bilangan gelombang (≡Si-OH) 1629,98 yaitu vibrasi tekuk OH dari Si-OH. Menurut (Ying-Mei et al., 2010) rentangan antara 1500 cm⁻¹ sampai dengan 2000 cm⁻¹ dapat dinyatakan Si-OH dan ikatan O-H yang diserap.

C. Analisis kristalinitas dengan XRD

Analisis metode difraksi sinar-X, memaparkan tentang fasa nanopartikel yang diuraikan adanya pola difraksi sesuai ambang kristalinitasnya. Analisa menggunakan XRD dilakukan untuk lebih meyakinkan struktur SiO₂ yang terbentuk. Hasil karakterisasi menggunakan XRD memberikan informasi mengenai puncak-ppuncak intensitas pada 2θ berkisar 10°-100°. Pola difraksi yang ditunjukkan oleh difraksi sinar-X menyatakan bahwa, puncak memberikan pola difraksi dimana, terdapatnya puncak yang melebar pada 2θ sekitar 22° yang menunjukkan SiO₂ amorf [9].

Hasil spektrum XRD disajikan pada Gambar 3 bahwa bentuk grafik memperlihatkan kemiripan dengan SiO₂ 98% sebagai pembandingan, dimana fasa yang terbentuk adalah kristalin dan amorf dari terciptanya noise pada indeks atau senyawa lain yang. Pada puncak 45 terbentuknya kristal. Hal ini terjadi karena sinar-X yang dipancarkan oleh XRD tidak efektif mendifraksikan secara utama oleh struktur yang bersifat amorf maka itu sudut difraksi sinar-X yang dibaca oleh alat menjadi tidak tertata karena adanya penyebaran. Berikut pola difraksi sinar-X nanopartikel SiO₂ hasil sintesis dari kulit tebu tibarau.



Gambar 2. Pola difraksi sinar-X untuk SiO₂ 98% sebagai pembandingan dan SiO₂ dari kulit tebu tibarau

Pola difraksi silika dari tebu tibarau gambar diatas menunjukkan tanaman tebu tibarau memiliki struktur kristalin dan amorf mengandung SiO₂. Pada tanaman tebu tibarau terdapat pita dengan puncak tertinggi pada dimana pada puncak merupakan silika berfasa trydimite serta beberapa puncak lainnya dari oksida-oksida logam pengotor yang terdapat pada tebu tibarau. Puncak-puncak ini sama dengan kode referensi 01-079-1913.

IV. KESIMPULAN

Berdasarkan data hasil pembahasan diatas dapat disimpulkan bahwa:

1. Didapatkan pH optimum rendemen silika gel dari kulit tebu tibarau pada pH 8 sebanyak 10,971 %.
2. Struktur kristal dan ukuran kristal silika dari kulit tebu tibarau yang disintesis dapat dilihat melalui Teknik karakterisasi XRD bersifat kristal dan juga amorf serta didapatkan gugus fungsi dari nanopartikel silika menggunakan bahan alam tebu tibarau melalui teknik karakterisasi FTIR berupa ($\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$), ($\equiv\text{Si-OH}$).

UCAPAN TERIMA KASIH

Atas berjalannya penelitian ini penpenelitian ini penulis mengucapkan terima kasih pada Laboratorium Kimia Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Padang yang telah bersedia dan memberikan fasilitas laboratorium. Terima kasih kepada Bapak/Ibu tenaga akademik maupun non akademik atas kritikan dan saran sehingga penelitian penulis terlaksana dengan baik.

REFERENSI

- [1] Le, V. H., Thuc, C. N. H., & Thuc, H. H. (2013). Synthesis of silica nanoparticles from Vietnamese rice husk by sol-gel method. *Nanoscale Research Letters*, 8(1), 1–10. <https://doi.org/10.1186/1556-276x-8-58>.
- [2] Mourhly, A., Khachani, M., El Hamidi, A., Kacimi, M., Halim, M., & Arsalane, S. (2015). The synthesis and characterization of low-cost mesoporous silica SiO₂ from local pumice rock. *Nanomaterials and Nanotechnology*, 5. <https://doi.org/10.5772/62033>.
- [3] Miricioiu, M. G., & Niculescu, V. C. (2020). Fly ash, from recycling to potential raw material for mesoporous silica synthesis. *Nanomaterials*, 10(3), 1–14. <https://doi.org/10.3390/nano10030474>.
- [4] Prabha, S., Durgalakshmi, D., Rajendran, S., & Lichtfouse, E. (2021). Plant-derived silica nanoparticles and composites for biosensors, bioimaging, drug delivery and supercapacitors: a review. *Environmental Chemistry Letters*, 19 (2), 1667–1691. <https://doi.org/10.1007/s10311-020-01123-5>.
- [5] Ferdous, T., Quaiyyum, M. A., Salam, A., & Jahan, M. S. (2020). Pulping of bagasse (*Saccharum officinarum*), kash (*Saccharum spontaneum*) and corn stalks (*Zea mays*). *Current Research in Green and Sustainable Chemistry*, 3(July), 100017. <https://doi.org/10.1016/j.crgsc.2020.100017>.
- [6] Falk, G., Shinhe, G. P., Teixeira, L. B., Moraes, E. G., & de Oliveira, A. P. N. (2019). Synthesis of silica nanoparticles from sugarcane bagasse ash and nano-silicon via magnesiothermic reactions. *Ceramics International*, 45(17), 21618–21624. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.07.157>.
- [7] Azlina, H. N., Hasnidawani, J. N., Norita, H., & Surip, S. N. (2016). Synthesis of SiO₂ nanostructures using sol-gel method. *Acta Physica Polonica A*, 129(4), 842–844. <https://doi.org/10.12693/APhysPolA.129.842>.
- [8] Ratanathavorn, W., & Phimthong-ngam, Y. (2021). Synthesis of Silica Nanoparticles by Ultrasonic Spray Pyrolysis Technique for Cream Perfume Formulation Development Synthesis of Silica Nanoparticles by Ultrasonic Spray Pyrolysis Technique for Cream Perfume Formulation Development. September 2018, 3–8.
- [9] Vaibhav, V., Vijayalakshmi, U., & Roopan, S. M. (2015). Agricultural waste as a source for the production of silica nanoparticles. *Spectrochimica Acta - Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 139, 515–520. <https://doi.org/10.1016/j.saa.2014.12.083>.