

Sintesis dan Karakterisasi Silika Berpori dari Natrium Silikat dan Surfaktan Gelatin Kulit Ikan Gabus *Channa Striata*

Erpina, Syamsi Aini*, Miftahul Khair, Sherly Kasuma Warda Ningsih

Chemistry Department Universitas Negeri Padang
Jl. Prof. Hamka, Air Tawar, Padang, Sumatera Barat, Indonesia, 25131

*syamsiaini@fmipa.unp.ac.id

Abstract – Porous silica is a solid silica material for chemical sensors. Porous materials can be divided into 3 categories based on pore size, namely microporous material with pore size less than 2 nm, mesoporous pore between 2 to 50 nm, and macropores with a pore size of more than 50 nm. This research was conducted to synthesize porous silica using sodium silicate with variations of snakehead fish skin gelatin (3% and 4%) using the sol-gel method. Snakehead fish skin gelatin was characterized using FTIR and porous silica was characterized using XRD and SEM. The results of the FTIR test on snakehead fish skin gelatin show that there are indicators that snakehead fish skin gelatin contains amide, carboxyl and carbonyl groups which can interact with sodium silicate. Characterization of porous silica using XRD shows that the resulting porous silica is crystalline. Meanwhile, SEM characterization shows a regular morphology at 4% which has the highest crystallinity and branched tube morphology.

Keywords —Porous silica, gelatin, sol-gel, XRD, SEM

I. PENDAHULUAN

Silika berpori merupakan material solid silika yang dibangun oleh dua bagian penyusun yaitu bagian padat dan bagian rongga yang diisi oleh udara. Silika berpori dapat dibagi menjadi 3 bagian yaitu mikropori dengan ukuran pori <2 nm, mesopori dengan pori antara 2-50 nm dan makropori >50 nm. Silika berpori dapat digunakan sebagai katalis, adsorpsi, sensor, penukar ion dan lain sebagainya. Sintesis silika berpori umumnya menggunakan empat bahan dasar utama yaitu sumber silika, surfaktan, pelarut dan aditif. Sumber silika yang banyak digunakan adalah tetraetilortosilikat (TEOS), tetrametilortosilikat (TMOS), dan natrium silikat (Na_2SiO_3). TEOS dan TMOS merupakan sumber silika yang relatif mahal dan beracun karena menghasilkan produk samping berupa alkohol, sedangkan Na_2SiO_3 merupakan sumber silika yang lebih ekonomis karena disintesis dari bahan alami dan tidak beracun[1]

Natrium silikat dapat disintesis dari bahan alam seperti pasir silika. Berdasarkan informasi dari Badan ESDM, Provinsi Sumatera Barat memiliki potensi mineral non logam yang cukup besar antara lain pasir kuarsa[2]. Pemanfaatan pasir silika di Sumatera Barat sebagai bahan dasar natrium silikat belum optimal. Menurut Pemerintah Provinsi Sumatera Barat cadangan silikanya sebesar 82,59%, sehingga dapat digunakan sebagai bahan dasar pembuatan natrium silikat [3].

Sintesis silika berpori dipengaruhi oleh beberapa faktor antara lain temperatur saat kalsinasi, waktu presipitasi, pH, jumlah penambahan surfaktan, cara pencucian dan pengeringan mempengaruhi ukuran partikel SiO_2 , morfologi dan luas permukaan spesifik silika berpori yang dihasilkan[4]. Metode yang umum digunakan untuk sintesis silika berpori adalah metode sol-gel. Proses sol-gel dipilih karena memungkinkan untuk mengontrol ukuran partikel dan distribusi ukuran serta morfologi yang dihasilkan lebih homogen. Sintesis silika berpori memerlukan surfaktan yang berperan sebagai molekul pengarah dalam struktur pori. Struktur pori dipengaruhi oleh sifat permukaan material dan dapat dibentuk dengan konsentrasi surfaktan[5]. Penelitian tentang sintesis silika berpori menggunakan surfaktan sudah banyak dilakukan yaitu sintesis silika mesopori yang dilakukan peneliti sebelumnya seperti Ananda dan Aini, (2021) menggunakan surfaktan P104 untuk mensintesis silika berpori namun surfaktan tersebut relatif mahal. Sintesis silika mesopori menggunakan surfaktan gelatin komersial juga telah dilakukan seperti Retuert *et al* (2004), dan Setyawan, H dan Balgis, R (2011). Penelitian-penelitian tersebut menggunakan natrium silikat dan gelatin komersial sebagai template dalam pembuatan silika mesopori namun gelatin tersebut relatif mahal.

Gelatin dapat disintesis dari kulit dan tulang hewan. Hewan yang memiliki gelatin terdapat pada beberapa jenis ikan. Gelatin dapat disintesis dari kulit ikan gabus seperti yang telah dilakukan peneliti Destianto, R (2017) dan A S Kristina

Samosir (2018). Penelitian ini dilakukan bertujuan untuk mensintesis silika berpori menggunakan prekursor Na_2SiO_3 dari pasir silika dengan variasi gelatin kulit ikan gabus dengan metode sol-gel. Selanjutnya silika berpori yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan instrument XRD (*X-Ray Diffraction*) ini berguna untuk mengetahui struktur kristal dan ukuran kristal, kemudian diuji dengan SEM (*Scanning Electron Microscope*) untuk mengidentifikasi morfologi silika berpori.

II. METODE PENELITIAN

A. Alat dan Bahan

Pada penelitian ini, alat yang digunakan yaitu magnetik stirer, corong buncher, spin bar, gelas ukur, erlenmeyer, batang pengaduk, gelas kimia, labu ukur, spatula, neraca analitik, furnace, oven, cawan krusibel, lumpang alu, kertas saring, termometer, pH meter. Instrumen yang digunakan yaitu FTIR, XRD dan SEM. Bahan yang digunakan adalah pasir silika, NaOH, kulit ikan gabus, aquades, dan HCl.

B. Prosedur Kerja

1. Preparasi Gelatin Kulit Ikan Gabus

Sintesis gelatin kulit ikan gabus menggunakan modifikasi sintesis gelatin dari Destianto R,(2017) dan A S Kristina Samosir (2018). Kulit ikan gabus segar akan dilakukan *pre-treatment* terlebih dahulu untuk menghilangkan protein non kolagen. Kulit ikan gabus direndam dalam 0,05 M NaOH dengan perbandingan rasio kulit dan NaOH 1:6 w/v. Campuran diaduk selama 2 jam pada suhu kamar. Larutan alkali diganti setiap jam, setelah itu dicuci dengan aquades sampai pH netral. Kemudian kulit ikan gabus direndam dalam 0,05 M asam asetat selama 1 jam dengan pengadukan lembut sampai kulit membengkak[6]. Kulit ikan yang membengkak kemudian dibilas dengan aquades dan direndam dalam air dengan rasio kulit dan air 1:6 w/v. Perendaman kulit ikan menggunakan suhu 65 °C pada *waterbath* selama 3 jam. Selanjutnya filtrat disaring dan dikeringkan pada oven suhu 55 °C sampai kering. Hasil gelatin padat yang terbentuk digerus hingga halus, diayak dan timbang [7].

2. Sintesis Silika Berpori

Metode percobaan untuk membuat silika berpori dari natrium silikat melibatkan bubuk gelatin dalam air pada 3%, dan 4% dan pH akhir larutan sebelum membentuk gel 8. Sebanyak 19,6 gram atau 0,16 mol natrium silikat dilarutkan dalam 100 ml air, ditambahkan secara bertahap ke larutan gelatin dengan variasi 3%, dan 4% hingga terbentuk sol $\equiv\text{SiOH}$, sol ditambah dengan HCl 2 M untuk menyempurnakan pembentukan asam silikat dipermukaan misel gelatin. Refluks larutan 2 jam pada suhu 85°C untuk pembentukan gel dipermukaan misel gelatin gel yang terbentuk didiamkan selama 24 jam agar terjadi pengendapan sempurna. Setelah terjadi endapan untuk melepaskan surfaktan (misel dari gelatin dalam polimer silika) endapan silika yang terbentuk di furnace pada suhu

300 °C 1 jam naikan suhu 650 °C selama 5 jam hingga terbentuk silika berpori.

3 Karakterisasi Gelatin

Karakterisasi gelatin yaitu dengan uji FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) untuk mengidentifikasi gugus fungsi Gelatin kulit ikan. Sampel diambil sebanyak 2 mg kemudian dikarakterisasi menggunakan FTIR.

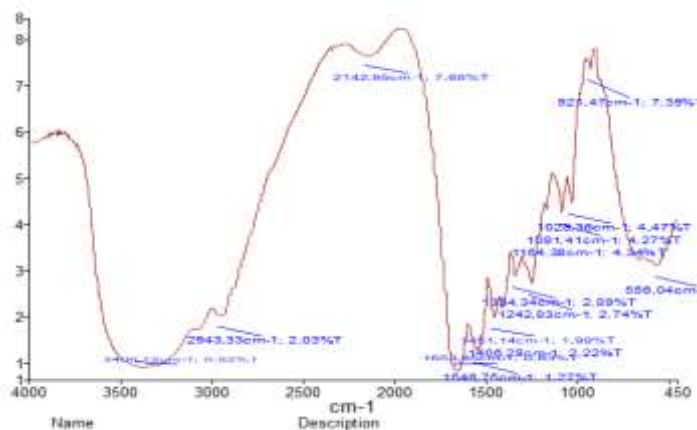
4. Karakterisasi silika berpori

Karakterisasi silika menggunakan *X-Ray Diffraction* dilakukan untuk menentukan kristalinitas dari silika berpori dan karakterisasi silika berpori menggunakan SEM adalah untuk mengetahui morfologi silika berpori.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Karakterisasi Gelatin Kulit Ikan Gabus

Untuk membuktikan bahwa hasil penelitian ini adalah gelatin, serapan gugus fungsi spesifik gelatin dikarakterisasi dengan FTIR. Setiap gugus fungsi yang berbeda dari suatu molekul dapat diidentifikasi dengan adanya pita serapan pada rentang spektrum inframerah tertentu. Gelatin, seperti kebanyakan protein, memiliki struktur yang terdiri dari gugus karbon, hidrogen, hidroksil (OH), karbonil (C=O) dan amina (NH) pada panjang gelombang 4.000 hingga 450 cm^{-1} . Hasil analisis FTIR gelatin kulit ikan gabus ditunjukkan pada gambar 1.



Gambar 1. Hasil karakterisasi FTIR gelatin kulit ikan gabus

Spektra infra merah Gambar.1 menunjukkan bilangan gelombang oleh daerah serapan 3400,12 dan 2943,33 cm^{-1} yang menunjukkan gugus OH yang terdapat dalam senyawa asam karboksilat. Kemudian pita serapan Amida I dengan frekuensi antara 1700-1600 cm^{-1} paling berguna untuk analisis spektroskopi inframerah terhadap struktur sekunder protein, yang disebut kurva serapan Amida I[6]. Hasil analisis FTIR ditunjukkan pada pita serapan 1653,85 cm^{-1} . Penyerapan ini disebabkan oleh regangan ikatan rangkap gugus karbonil C=O, pembengkokan ikatan NH, dan regangan CN.

Daerah serapan Amida I menunjukkan adanya bagian C=O dan gugus OH yang terikat pada gugus karboksil. Daerah

serapan Amida II merupakan daerah dengan puncak serapan berkisar antara 1560 hingga 1335 cm^{-1} [7]. Getaran Amida II disebabkan oleh distorsi ikatan NH pada protein. Daerah serapan ini terlibat dalam deformasi tropokolagen menjadi α -helix. Pada analisis kurva ditunjukkan oleh serapan pada 1546,75, 1451,14, 1406,29 dan 1334,34. Daerah serapan spesifik dari gelatin yang terakhir yaitu Amida III. Puncak serapannya adalah 1240-670 cm^{-1} . Pada Tabel terlihat pada puncak serapan 1242,83, 1081,41, 1028,36, dan 921,47 cm^{-1} .

Gambar 1 menunjukkan adanya bending dan stretching OH pada gelatin kulit ikan gabus dengan bilangan gelombang 3400,12, 3300,12 dan NH pada 2943,33 dan pada gelatin standar yaitu 3370 dan 3270 cm^{-1} , CH bending gelatin kulit ikan gabus terdapat pada bilangan gelombang 1546,75, 1451,14, 1406, dan 1334,34 cm^{-1} dan 1446,61, 1323 dan pada gelatin standar terdapat pada bilangan gelombang 1249,87, stretching C=O pada bilangan gelombang 1653,85 cm^{-1} pada gelatin kulit ikan gabus dan 1637 cm^{-1} pada gelatin standar, dan C=C bending pada bilangan gelombang 1081,41,1028,36,36, 921,47 cm^{-1} pada gelatin kulit ikan gabus dan 1032,63 cm^{-1} pada gelatin standar. Gugus fungsi tersebut merupakan indikator terbentuknya gelatin. [8]

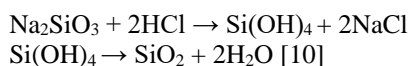
Dari hasil analisa uji FTIR bahwa gelatin kulit ikan gabus mengandung gugus amida karboksil dan karbonil, sehingga gugus tersebut dapat berfungsi sebagai surfaktan karena dapat berinteraksi dengan silikat pada silika.

2. Sintesis dan Karakterisasi Silika Berpori

1. Sintesis Silika Berpori

Sintesis silika berpori dari natrium silikat dan gelatin kulit ikan gabus dengan berbagai variasi konsentrasi. Gelatin yang digunakan merupakan gelatin dari kulit ikan gabus yang telah disintesis sebelumnya. Penambahan larutan natrium silikat ke larutan gelatin dengan variasi 3% dan 4% harus dilakukan secara bertahap, hal ini bertujuan agar sol terbentuk dengan baik dan teratur dengan stirer menggunakan kecepatan konstan agar larutan homogen dengan sempurna, kemudian untuk menyempurnakan pembentukan sol $\equiv\text{SiOH}$ dipermukaan misel gelatin maka di tambahkan HCl 2M secara perlahan sampai pH campuran basa [9]. Proses refluks bertujuan untuk pembentukan gel pada misel gelatin. Gel didiamkan 24 jam berfungsi menghasilkan endapan secara sempurna, dan kalsinasi endapan menggunakan suhu 300 °C selama 1 jam terlebih dahulu berfungsi untuk mengubah rantai panjang menjadi rantai pendek dan dilanjutkan menjadi suhu 650°C untuk mengubah rantai pendek menjadi CO_2 dan H_2O .

Reaksi kimia yang terjadi dalam proses sintesis silika dengan penambahan asam:



Silika berpori menggunakan variasi gelatin kulit ikan gabus dengan variasi 3% dan 4% ditunjukkan oleh gambar 2.



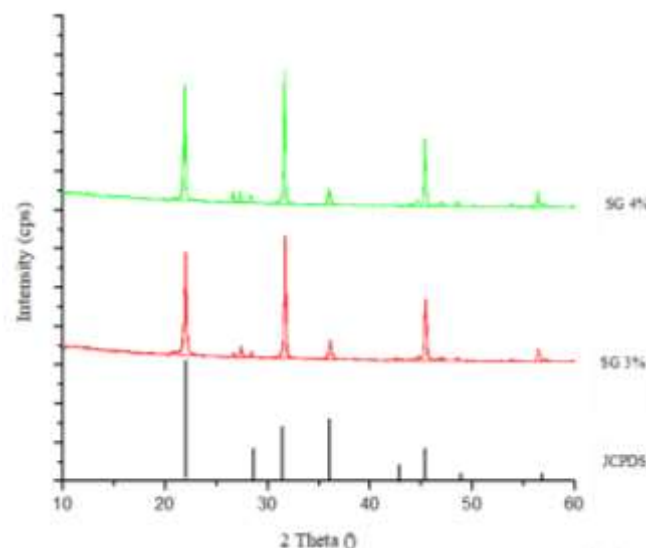
Gambar 2. Silika berpori menggunakan variasi gelatin kulit ikan gabus dengan variasi 3% dan 4%.

Silika berpori menggunakan gelatin dengan variasi gelatin kulit ikan gabus 3% dan 4% memiliki warna putih yang merupakan sifat fisik dari silika pada umumnya.

2. Karakterisasi Silika Berpori

a. XRD

Silika berpori hasil sintesis dianalisis menggunakan XRD untuk memberikan informasi yang terdapat pada puncak $2\theta=21-30^\circ$. Analisa XRD menunjukkan adanya pola difraksi yang terbentuk pada puncak tajam $2\theta=21-30^\circ$ pada masing-masing variasi 3% dan 4%. Difraksi sinar X yang ditunjukkan menentukan kristalinitas suatu material dengan pola difraksi tertentu sehingga menunjukkan struktur kristal dalam suatu padatan. Melalui difraktogram dapat diperoleh data berupa sudut difraksi 2θ dan intensitas puncak. Pola difraktogram silika berpori ditunjukkan oleh Gambar 3 dibawah ini.



Gambar 2. Pola difraktogram silika berpori dengan variasi 3% dan 4%

TABEL 1
PERBANDINGAN DATA SILIKA STANDAR DAN SILIKA BERPORI

Silika standar	3%	4%	NaCl
21.985	21,9874	21,9121	27,367
28.439	28,4518	28,3670	31,704
36.080	36,1215	36,0549	45,449

Berdasarkan hasil uji XRD silika berpori yang dihasilkan merupakan silika jenis kristobalit, hal ini sesuai dengan data silika kristobalite standar dengan sistem kristal tetragonal dan *space group* P41212. Kemudian pada sampel silika berpori yang dihasilkan masih terdapat pengotor berupa NaCl hal ini dikarenakan setelah silika berpori di furnace pencucian dengan air tidak dilakukan namun langsung dikarakterisasi menggunakan XRD sehingga muncul pada puncak difraktogram. Puncak NaCl yang muncul sesuai dengan data NaCl standar, dengan 3 puncak besar pada posisi 2θ 27,367, 31,704, dan 45,449 yang terjadi pada seluruh sampel.

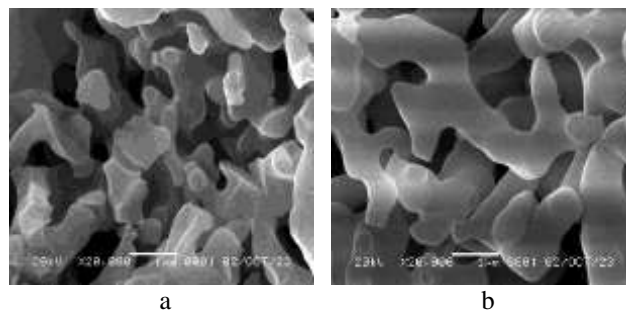
Sampel variasi 3% dan 4% menunjukkan intensitas puncak tajam pada sudut $2\theta=21-30^\circ$ yang menunjukkan bahwa silika berpori yang terbentuk berupa kristalin. Silika berpori dengan fasa kristalin ini terbentuk karena suhu yang digunakan adalah suhu 650°C dan range pH yang digunakan adalah pH basa maka susunan atom pada silika kristalin teratur, seragam, dan morfologinya lebih teratur dibandingkan pada silika amorf. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh peneliti Dipowardhani *et al*, (2008).

Perbedaan intensitas yang terdapat pada masing masing sampel dikarenakan jumlah bidang kristal yang dihasilkan berbeda, sehingga jumlah sinar yang dipantulkan bidang kristal juga akan berbeda [11]. Sampel yang memantulkan cahaya lebih banyak akan menghasilkan intensitas yang lebih tinggi, sehingga kristalinitas yang dihasilkan juga akan lebih tinggi[11]. Intensitas puncak tertinggi dari kedua sampel terdapat pada sampel variasi 4%, hal ini disebabkan oleh peningkatan jumlah surfaktan, yang memungkinkan misel berpori bertambah besar seiring dengan semakin banyak misel yang terbentuk. Jumlah misel yang lebih banyak akan membentuk struktur kristal yang lebih kuat karena jumlah unitnya lebih banyak SiO_4^{4-} yang berinteraksi dengan misel gelatin. Struktur kristal padat berarti pori-pori kristal tidak menyusut ketika molekul surfaktan dipecah selama kalsinasi [9].

b. SEM

Analisa SEM digunakan untuk mengetahui morfologi dari silika berpori yang dihasilkan. Perbesaran yang digunakan adalah 20.000 kv dengan *scale bar* $1\mu\text{m}$ atau 1000 nm. Morfologi dari silika berpori menggunakan gelatin kulit ikan gabus memiliki bentuk aglomerat dan beraturan. Hasil analisa SEM silika berpori menggunakan variasi gelatin kulit ikan gabus 3%, dan 4% Hasil analisa SEM silika berpori

menggunakan variasi gelatin kulit ikan gabus 3%, dan 4% ditunjukkan oleh gambar 4.



Gambar 3. Hasil analisa SEM silika berpori menggunakan variasi gelatin kulit ikan gabus 3%, dan 4%

Berdasarkan hasil analisa SEM variasi 3%, dan variasi 4% morfologi yang ditunjukkan berbentuk tabung bercabang. Sampel dengan variasi 4% memiliki morfologi yang lebih teratur dibandingkan variasi 3% yang menunjukkan ukuran partikel besar dan kecil pada hasil SEM, sehingga menunjukkan morfologi yang tidak beraturan. Hal ini dikarenakan sampel variasi 4% memiliki tingkat kristalinitas tinggi dan tingkat homogenitas paling tinggi Hasil analisa SEM ini sesuai dengan hasil analisa XRD dimana sampel variasi 4% memiliki puncak jelas, tajam dan memiliki intensitas yang paling tinggi yang menandakan susunan kristal variasi 4% yang semakin teratur sehingga morfologi yang dihasilkan juga lebih teratur [12]. Berdasarkan hasil analisa SEM tersebut menandakan kecenderungan penggunaan konsentrasi surfaktan yang digunakan semakin banyak jumlah surfaktan yang digunakan maka akan menghasilkan ukuran partikel silika yang lebih besar [13].

IV. KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Sintesis silika berpori dengan variasi gelatin kulit ikan gabus telah berhasil dilakukan, dimana semakin banyak konsentrasi gelatin yang digunakan menghasilkan morfologi yang teratur dan ukuran silika lebih besar.
2. Berdasarkan hasil analisa XRD, silika berpori yang dihasilkan kristalin dengan jenis kristal kristobalit. Sampel yang memiliki kristalinitas paling tinggi SG 4%. Berdasarkan hasil analisa SEM silika berpori yang memiliki morfologi yang teratur dihasilkan oleh SG 4% dengan bentuk tabung bercabang.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terimakasih atas sarana dan dukungannya kepada seluruh analis Laboratorium Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang.

REFERENSI

- [1] S. Nuri, A dan Aini, "Pengaruh Massa Surfaktan P104 dalam Sintesis Silika Berpori dengan Metoda Sol-Gel," vol. 10, no. 1, pp. 66–68, 2021.
- [2] W. Septia, M. Z. Mafakhir, N. M. Rieziq, S. N. Adila, T. A. Putri, and W. Sasongko, "Potensi Sumber Daya Mineral Logam Dan Non Logam Di Provinsi Sumatera Bara," *J. Georafflesia Artik. Ilm. Pendidik. Geogr.*, vol. 5, no. 1, p. 87, 2020, doi: 10.32663/georaf.v5i1.1282.
- [3] A. Ananda and S. Aini, "Sintesis Silika Berpori Menggunakan Bahan Dasar Na₂SiO₃ yang Dihasilkan dari Pasir Silika dengan Metoda Sol-Gel," *J. Period. Jur. Kim. UNP*, vol. 10, no. 1, p. 37, 2021, doi: 10.24036/p.v10i1.110482.
- [4] M. Abou Rida and F. Harb, "Synthesis and Characterization of Amorphous Silica Nanoparticles from Aqueous Silicates Using Cationic Surfactants," *J. Met. Mater. Miner.*, vol. 24, no. 1, pp. 37–42, 2014.
- [5] W. P. Dewi, T. Haryati, S. Suwardiyanto, Y. A. Sulistiyo, and N. Andarini, "Variasi Penambahan CTABr Sebagai Template Terhadap Pembentukan TiO₂ Anatase Dari Senyawa Natrium Titanat dan Aplikasinya Sebagai Fotokatalis," *Berk. Sainstek*, vol. 7, no. 2, p. 43, 2019, doi: 10.19184/bst.v7i2.12857.
- [6] "ARTIKEL_SKRIPSI-RYAN_DESTIANTO-125080307111013-THP.pdf."
- [7] A. S. K. Samosir, N. Idiawati, and L. Destiarti, "Ekstraksi Gelatin Dari Kulit Ikan Toman (*Channa Micropelthes*) Dengan Variasi Konsentrasi Dari Asam Asetat," *J. Kim. Khatulistiwa*, vol. 7, no. 3, pp. 104–108, 2018.
- [8] P. Suptijah, S. H. Suseno, and C. Anwar, "Analisis Kekuatan Gel (Gel Strength) Produk Permen Jelly dari Gelatin Kulit Ikan Cucut dengan Penambahan Karaginan dan Rumput Laut," *J. Pengolah. Has. Perikan.*, vol. 16, no. 2, pp. 183–191, 2013.
- [9] B. T. Dipowardani, Sriatun, and Taslimah, "Sintesis Silika Kristalin Menggunakan Surfaktan Cetiltrimetilamonium Bromida (CTAB) dan Trimetilamonium Klorida (TMACl) sebagai Pencetak Pori," vol. 11, no. 1, pp. 20–28, 2008.
- [10] L. Silvia and M. Zainuri, "Analisis Silika (SiO₂) Hasil Kopesipitasi Berbasis Bahan Alam menggunakan Uji XRF dan XRD," *J. Fis. dan Apl.*, vol. 16, no. 1, p. 12, 2020, doi: 10.12962/j24604682.v16i1.5322.
- [11] A. Hamid, D. Prasetyo, T. Esti Purbaningtiyas, F. Rohmah, and I. D. Febriana, "Pengaruh Tahap Kristalisasi pada Sintesis ZSM-5 Berpori dari Kaolin Alam," *IJCA (Indonesian J. Chem. Anal.)*, vol. 3, no. 2, pp. 40–49, 2020, doi: 10.20885/ijca.vol3.iss2.art1.
- [12] Hartanto et al, "Karakterisasi Struktur Pori dan Morfologi ZSM-2 Berpori yang Disintesis dengan Variasi Waktu Aging," *J. Ilmu Dasar*, vol. 12, no. 1, pp. 80–90, 2011.
- [13] W. et Al, "Pengaruh Penambahan Surfaktan Cetyltrimethylammonium Bromide (n-CTMABr) pada Sintesis Zeolit-Y," *Kim. Anorg. Jur. Kim. Fak. MIPA Univ. Diponegoro, Semarang*, no. January 2008, 2012.