SINTESIS SILIKA MESOPORI SBA-15 DARI ABU DAUN JAGUNG (*Zea Mays* L)

SYNTHESIS OF MESOPORY SILICA SBA-15 FROM CORN LEAVES ASH (*Zea Mays* L)

Nasri, R.R Dirgarini Julia N. Subagyo*, Rahmat Gunawan

Laboratorium Kimia Fisik dan Anorganik, Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Mulawaran, Jl. Barong Tongkok, Samarinda, Indonesia

*Corresponding Author: dirgarini_julia@yahoo.co.id.

Submit : 29 Oktober 2017 Accepted : 06 November 2017

ABSTRACT

The synthesis and characterization of mesoporous silica Santa Barbara Acid-15 (SBA-15) from the ash of corn have been done. SBA-15 was synthesised using the surfactant template method. SBA-15 from corn leaves ash has a surface area of 592 m² / gram, pore volume of 0.99 cm³ / gram and pore diameter of 3.95 nm with pore size ranging from 4.9 nm - 7.1 nm. The SAXS pattern of the bio-SBA-15 showed three typical peaks of SBA-15 with miller indices [100], [110] and [200]. In the FTIR spectrum of SBA-15, peaks from Si-O-Si, Si-OH and H-O-H from water were observed.

Keywords : *Corn leaves ash, mesoporous silica, SBA-15*

PENDAHULUAN

Limbah sering diartikan buangan yang dihasilkan dari suatu proses produksi baik industri maupun domestik (rumah tangga). Proses penghancuran limbah secara alami berlangsung lambat, sehingga limbah tidak saja mengganggu lingkungan sekitarnya tetapi juga mengganggu kesehatan manusia. Sebagai contoh pada perkebunan jagung, akan selalu kita lihat tumpukan daun jagung sebagai limbah perkebunan tersebut. Saat ini pemanfaatan daun jagung masih sangat sedikit, kebanyakan daun jagung hanya dijadikan sebagai pakan atau makanan sapi, sehingga tanaman jagung tetap menjadi bahan limbah yang mengganggu lingkungan [1].

Santa Barbara Acid-15 (SBA-15) adalah silika mesopori yang memiliki luas permukaan yang besar, biokompatibilitas tinggi dan kestabilan termal dan hidrotermal tinggi yang memungkinkan untuk digunakan dalam proses katalisis dan adsorpsi [2]. Sintesis SBA-15 biasanya menggunakan tetraetilortosilikat (TEOS) sebagai sumber silika [3].

TEOS merupakan sumber silika pada sintesis SBA-15, akan tetapi TEOS memiliki kelemahan dari aspek kimianya dimana dapat merusak kulit jika terkena dan uapnya dapat mengakibatkan kebutaan [4]. Selain itu, dari segi ekonomi, harga TEOS relatif mahal sehingga jika SBA-15 diproduksi dalam skala besar

dengan bahan dasar TEOS, proses produksinya tidak bernilai ekonomis. Oleh karena itu perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk menggantikan peran TEOS dalam pembuatan SBA-15.

Daun jagung mempunyai proporsi sebanyak 20% dari total limbah tanaman jagung. Daun jagung berbentuk memanjang dan muncul pada setiap buku batang. Jumlah daun terdiri dari 8-18 helaian, tergantung varietasnya. Panjang daun bervariasi yaitu antara 30-50 cm dengan lebar mencapai 15 cm [1]. Kandungan silika pada daun jagung 64,62 % dengan kadar abu 12,15 % [5]. Tingginya kandungan SiO₂ menjadikan daun jagung berpotensi sebagai bahan baku pembuatan material silika mesopori. Pada penelitian ini dilakukan sintesis SBA-15 dari abu daun jagung (*Zea mays* L) sebagai sumber silika alternatif. Karakter fisik dan kimia dari material tersebut dianalisis dengan menggunakan *Small Angle X-Ray Diffraction* (SAXS) dan *N₂ adsorption/desorption analyser* dan *fourier transform infra red* (FTIR) *spectrophotometer*.

METODOLOGI PENELITIAN

Preparasi Sampel Daun Jagung (*Zea Mays* L)

Pada tahap pertama daun jagung dicuci untuk menghilangkan pengotor dan kemudian dikeringkan. Tahap selanjutnya daun jagung dipotong kecil-kecil lalu direndam dengan HCl 1

M selama 1 jam dan dibilas dengan aquades hingga pH netral kemudian dikeringanginkan di bawah sinar matahari lalu diblender. Tahap terakhir sampel biomasa kemudian dimasukan ke dalam *furnace* dan dipanaskan pada suhu 600 °C selama 7 jam. Abu yang diperoleh selanjutnya dikarakterisasi menggunakan X-ray *Flourescence* (XRF).

Ekstraksi Silika Abu Daun Jagung (*Zea mays* L)

Abu daun jagung yang diperoleh dilarutkan dalam NaOH 1 M dan diaduk selama 7,5 jam pada suhu 75 °C. Campuran ini kemudian disaring untuk memisahkan larutan natrium silikat (Na_2SiO_3) dengan residu abu. Larutan Na_2SiO_3 disimpan sebagai bahan baku pembuatan silika mesopori SBA-15.

Sintesis SBA-15 dari Abu Daun Jagung (*Zea mays* L)

6,58 g Pluronic 123 dilarutkan dalam 250 mL HCl 2 M dengan pengadukan pada suhu 37-40 °C. Larutan Na_2SiO_3 hasil ekstraksi dari

abudaun jagung ditambahkan ke dalam campuran lalu pengadukan dilanjutkan pada suhu 37-40 °C selama 20 jam. Setelah 20 jam, campuran dipanaskan pada suhu 100°C selama 24 jam pada kondisi statis, proses ini disebut sebagai proses *aging*. Setelah proses *aging*, campuran didinginkan pada temperatur kamar, dicuci dengan aquades dan disaring untuk mengisolasi produk yang berupa padatan putih. Sampel kemudian dikeringkan lalu dikalsinasi pada suhu 500 °C selama 8 jam. Material SBA-15 selanjutnya dikarakterisasi dengan menggunakan SAXS, N_2 adsorption/desorption analysis dan FTIR.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Preparasi Sampel Daun Jagung

Preparasi sampel daun jagung dilakukan untuk mendapatkan abu dengan kadar SiO_2 yang tinggi, dimana dilakukan proses perendaman menggunakan HCl sebelum proses pengabuan. Komposisi oksida logam abu daun jagung dapat dilihat dari hasil analisis XRF pada tabel 1.

Tabel 1. Komposisi Oksida logam Abu Daun Jagung

Abu Daun Jagung	PARAMETER ANALISA (%)					
	Fe_2O_3	CaO	K_2O	SiO_2	MnO	P_2O_5 TB ₄ O Jumlah
Tanpa perendaman HCl	0,988	10,019	51,946	21,844	1,712	13,329 0,161100
Dengan perendaman HCl	1,262	3,300	1,971	86,673	0,3096	484 - 100

Tabel 1 menunjukkan abu yang dihasilkan dari preparasi dengan perendaman dan tanpa perendaman HCl. Dari tabel tersebut, dapat dilihat bahwa perendaman dengan HCl menghasilkan kadar silika yang lebih tinggi dibandingkan tanpa perendaman HCl. Perendaman dengan HCl 1 M dapat menurunkan kadar oksida logam pada abu daun jagung seperti CaO , K_2O dan MnO dibandingkan dengan preparasi sampel yang tidak menggunakan perendaman dengan HCl 1 M [6].

Hasil ekstraksi silika dari abu daun jagung yakni larutan Na_2SiO_3 yang berwarna kuning kecoklatan sebanyak 120 mL. Larutan Na_2SiO_3 digunakan sebagai bahan baku untuk pembuatan Silika Mesopori SBA-15. Dalam proses ekstraksi terjadi reaksi antara NaOH dan SiO_2 sebagai berikut.

Gambar 1. Reaksi NaOH dengan SiO_2 [7]

Dalam sintesis SBA-15 digunakan modifikasi metode *surfactant template* [8, 9, 10]. Pada proses sintesis SBA-15 diperoleh padatan halus putih.

Karakterisasi material SBA-15

Analisis SAXS bertujuan untuk mengetahui pola difraksi material SBA-15 pada sudut 0-5° 2θ. Pada analisis ini didapatkan 3 puncak khas pola difraksi material SBA-15 pada sudut 0-5° 2θ. Puncak pertama yang memiliki intensitas tinggi muncul pada sudut 0,93° 2θ dan dua puncak yang memiliki intensitas rendah muncul pada sudut 1,69° dan 1,85° 2θ (Tabel 2). Difraktogram SBA-15 abu daun jagung dapat dilihat pada Gambar 3.

Gambar 1. Difraktogram SBA-15 Abu Daun Jagung

Pada difraktogram SBA-15 abu daun jagung, tiga puncak yang terdeteksi adalah puncak yang terindeks sebagai puncak [100], [110] dan [200] (Tabel 2)

Tabel 2. Perbandingan difraktogram SBA-15 TEOS dan SBA-15 Abu Daun Jagung

Puncak	Indeks	°2θ	
		SBA-15 TEOS	SBA-15 Abu Daun Jagung
1100	0,93	0,94	
2	110	1,69	1,61
3200	1,85	1,86	

Tabel 2 menunjukkan pola SAXS SBA-15 abu daun jagung memiliki kemiripan dengan pola SAXS material SBA-15 yang disintesis oleh Rahman [10]. Munculnya 3 puncak [100], [110] dan [200] dapat mengindikasikan simetri heksagonal dengan *space group* p6mm yang merupakan ciri SBA-15. Selain itu, munculnya 3 puncak pada rentang $0^\circ - < 2^\circ$

menunjukkan bahwa material mesopori bersifat *amorf*.

Analisis N_2 adsorpsi/desorpsi digunakan untuk menentukan volume pori, distribusi pori, dan luas permukaan suatu padatan. Perbandingan SBA-15 abu daun jagung dan SBA-15 TEOS dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Perbandingan luas permukaan, diameter pori dan volume pori SBA-15 abu daun jagung dengan SBA-15 TEOS.

Silika Mesopori	Luas permukaan (m^2/g)	Diameter Pori (nm)	Volume Pori (cm^3/g)
SBA-15 Abu daun Jagung	594	3,95	0,99
SBA-15 TEOS	509	2,72	0,50
	[11]	[12]	[11]

Tabel 3 menunjukkan luas permukaan sampel adalah $594 m^2/gram$, volume pori $0,99 cm^3/gram$ yang mendekati parameter SBA-15 dari TEOS Rahman [11] dan diameter pori sampel $3,95 nm$ yang lebih besar dari diameter SBA-15 dari penelitian Ulfa [12]. Hasil yang didapatkan ini menunjukkan bahwa material yang dihasilkan memiliki karakteristik material mesopori SBA-15.

Hasil uji N_2 adsorpsi/desorpsi dari SBA-15 abu daun jagung dapat dilihat pada gambar 4.

Pada gambar 4, kurva isoterm menunjukkan volume N_2 yang diadsorpsi sama dengan volume yang didesorpsi sehingga isoterm adsorpsi SBA-15 abu daun Jagung termasuk dalam isoterm tipe 4 yang memiliki loop histerisis yang lebar pada P/P_0 0,4-0,9 yang menandai terbentuknya multilayer. Menurut Subagyo [10], loop histerisis yang lebar termasuk dalam isoterm tipe 4 yang merupakan isotherm material mesopori.

Gambar 4. Isoterm Adsorpsi/Desorpsi N_2 SBA-15 Abu Daun Jagung

Dari Tabel 3, didapatkan distribusi pori yang ditunjukkan pada Gambar 5.

Gambar 5 menunjukkan bahwa pori-pori pada material SBA-15 yang disintesis tersebut relatif seragam atau homogen. Ukuran pori dari

SBA-15 abu daun jagung berkisar antara 4,9 nm – 7,1 nm.

Analisa FTIR digunakan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada material SBA-15. Hasil analisis dapat dilihat pada Gambar 6.

Gambar 5. Distribusi Pori pada SBA-15 Abu Daun Jagung

Gambar 6. Spektro FTIR SBA-15 Abu daun Jagung

Berdasarkan gambar 6, gugus fungsi Si-O-Si dengan vibrasi ulursimetris Si-O diamati pada panjang gelombang 467 cm^{-1} dan vibrasi ulursimetris O-Si diamati pada panjang gelombang 804 cm^{-1} . Gugus Si-OH muncul pada panjang gelombang 961 cm^{-1} dan gugus Si-O-Si (siloksan) diamati pada panjang gelombang 1092 cm^{-1} . Gugus O-H dari molekul air yang terserap SBA-15 teridentifikasi pada panjang gelombang 1632 cm^{-1} dan adanya gugus O-H dari Si-OH (silanol) muncul pada panjang gelombang 3451 cm^{-1} .

KESIMPULAN

Sintesis SBA-15 dari limbah biomassa, abu daun jagung, telah berhasil dilakukan. SBA-15 abu daun jagung memiliki luas permukaan $592\text{ m}^2/\text{gram}$, volume pori $0,99\text{ cm}^3/\text{gram}$ dan diameter pori $3,95\text{ nm}$. Pola SAXS SBA-15 abu daun jagung menunjukkan 3 serapan khas dengan indeks Miller (100), (110) dan (200). Spektrum FTIR SBA-15 menunjukkan adanya gugus fungsi hidroksil (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si).

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terimakasih disampaikan kepada Prof. Alan L. Chaffee dari School of Chemistry, Faculty of Science, Monash University, Australia yang telah membantu karakterisasi material SBA-15.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Sudjana, A., Rifin, A., dan Sudjadi, M. 1991. *Jagung*. Buletin Teknik No.3 Balitbang Pertanian. Balai Penelitian Tanaman Pangan, 41.
- [2] Fedeyko, J. M., Vlachos, D. G., dan Lobo, R. F. 2006. *Understanding the differences between microporous and mesoporous synthesis through the phase behavior of silica*. *Microporous and Mesoporous Materials*, 90(1-3 SPEC. ISS.), 102-111.
- [3] Cui, H., Zhang, Y., Qiu, Z., Zhao, L., dan Zhu, Y. 2010. *Applied Catalysis B: Environmental Synthesis and characterization of cobalt-substituted SBA-15 and its high activity in epoxidation of styrene with molecular oxygen*. "Applied Catalysis B, Environmental," 101(1-2), 45-53.
- [4] Balgis, R., S. Affandi., H. Setyawan., S. Winardi., A. Purwanto. 2009. *A Facile Method for the Production of*

High Purity Silica Xerogels from Bagasse Ash. *Journal. Adv. Powder Tech.* 20 : 468-472.

- [5] Zhao, D., Huo, Q., Feng, J., Chemelka, B. F., dan Stucky, G. D. 1998. *Nonionic Triblock and Star Diblock Copolymer and Oligomeric Surfactant Syntheses or Highly Ordered, Hydrothermally Stable, Mesoporous Silica Structure*, 120, 6024-6036.
- [6] Putra, Angke Rienhar. 2017. *sintesis Silika Mesopori SBA-15 Abu Daun Bambu Petung (Dendrocalamus Asper (Schult Backer Ex Heyne) dan Pemanfaatannya sebagai Adsorben Metilen Biru*. Samarinda: FMIPA Unmul.
- [7] Vogel. 1985. *Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semi Mikro*. Jakarta : PT. Kalman Media Pustaka.
- [8] Margolese, D., J. A. Melero, S. C. Christiansen, B. F. Chmelka, & G. D. Stucky. 2000. *Direct Syntheses of Ordered SBA-15 Mesoporous Silica Containing Sulfonic Acid Groups*. *Chemistry of Materials* 12: 2448-2459.
- [9] Ding, T. P., X. Zhou, J., F. Wan, D., Y. Chen, Z., Y. Wang, C., & Zhang, F. 2008. *Silicon isotope fractionation in bamboo and its significance to the biogeochemical cycle of silicon*, *Geochimica et Cosmochimica Acta*, No. 72.
- [10] Subagyo, Dirgarini J. N, Zhijian Liang, Gregory P. Knowles & Alan L. Chaffe. 2011. *Amine Modified Mesocellular Siliceous Foam (MCF) as a Sorbent for CO₂*. *Chemical Engineering Research and Design*. CRC for Greenhouse Gas Technologies, School of Chemistry, Monash University, Clayton Campus, Wellington Road, Victoria 3800.
- [11] Rahman, Nurul Barakah A.B, Hamizah Md. Rasid, Hashazirah Mohammad Hassan, and Mohammad Noor Jalil. 2016. *Synthesis and Characterization of Mesoporous Silica*. Published by The Malaysian Analytical Sciences Society.
- [12] Ulfa, M., Trisunaryanti, W., Falah, and Kartini. 2014. *Studies of kinetic on thermal decomposition of mesoporous carbon of gelatin by thermogravimetric technique*. *Int. J. Innov. Appl. Stud.*, 7, 849-856.