

## Pengaruh Konsentrasi Natrium Hidroksida (NaOH) Dalam Sintesis Nanosilika Dari Tongkol Jagung dengan Metode Kopresipitasi

### Effect Of NaOH Concentration In Synthesis Of Nanosilica by Corn Cob With Coprecipitation Method

**Desi Renika<sup>1</sup>, Mohammad Wijaya<sup>2</sup>, Diana Eka Pratiwi<sup>2</sup>**

<sup>1</sup>Mahasiswa Kimia FMIPA Universitas Negeri Makassar

<sup>2</sup>Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Makassar

[Desirenika2@gmail.com](mailto:Desirenika2@gmail.com)

#### ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh konsentrasi NaOH terhadap ukuran nanosilika dan untuk mengetahui konsentrasi NaOH optimum yang digunakan dalam sintesis nanosilika dengan metode kopresipitasi. Sintesis nanosilika menggunakan variasi konsentrasi NaOH 1 M, 2 M, 3 M, 4 M, 5 M. Selanjutnya setelah memperoleh nanosilika, melakukan analisis kandungan silika menggunakan XRF, menentukan ukuran partikelnya menggunakan XRD, dan karakterisasi morfologi menggunakan SEM. Hasil sintesis nanosilika mengandung unsur silika ( $\text{SiO}_2$ ) berturut turut 98,01 %, 97,04 %, 95,60 %, 96,70% dan 96,66 % dan ukuran partikel berturut turut adalah 23,13 nm, 20,96 nm, 15,43 nm 14,74 nm, dan 19,80 nm. Morfologi nanosilika memiliki rongga dan bentuk partikel tidak homogen.

**Kata kunci :** *Tongkol Jagung, Konsentrasi, Kopresipitasi, dan Nanosilika.*

#### ABSTRACT

This study aims to discover the effect of NaOH concentration on the size of nanosilica and to discover the optimum NaOH concentration was used in synthesis of nanosilica with coprecipitation method. Synthesis of nanosilica used variations of NaOH concentration 1 M, 2 M, 3 M, 4 M and 5 M. Furthermore, after obtained nanosilica, analyzed its silica content by XRF, determined its particle sized by XRD and characterizes its morphology by SEM. The results of synthesis of nanosilica contained silica element ( $\text{SiO}_2$ ) in a row are 98.01%, 97.04%, 95.60%, 96.70% and 96.66% and the particle sized in a row are 23.13 nm, 20.96 nm, 15.43 nm, 14.74 nm and 19.80 nm. The nanosilica morphology had cavities and its particle shape is not homogeneous.

**Keywords:** *Corn Cob, Concentration, Coprecipitation, and Nanosilica*

## PENDAHULUAN

Sulawesi Selatan merupakan salah satu daerah penghasil jagung terbanyak di Indonesia. Jagung merupakan sumber daya alam yang dapat diperbaharui dimana keberadaannya sangat melimpah di Indonesia sebagai negara agraris. Jagung terdiri dari jagung berwarna putih dan merah. Produksi jagung dalam skala besar akan menghasilkan limbah yaitu berupa tongkol jagung, yang belum dimanfaatkan secara optimal.

Limbah jagung terutama tongkol jagung memiliki kandungan silika yang cukup tinggi yaitu 67,41 % ( Mujedu, 2014). Silika adalah senyawa kimia dengan rumus molekul  $\text{SiO}_2$  (*silicon dioxida*) yang dapat diperoleh dari silika mineral, nabati dan sintesis kristal. Silika nabati dapat ditemui pada sekam padi dan tongkol jagung (Monalisa, 2013). Tongkol jagung yang banyak mengandung silika berpotensi dikembangkan untuk menjadi nanopartikel silika.

Nanopartikel silika memiliki beberapa sifat diantaranya: luas permukaan besar, ketahanan panas yang baik, kekuatan mekanik yang tinggi dan inert sehingga digunakan sebagai prekursor katalis, adsorben dan filter komposit (Kalapathy, dkk, 2000), juga memiliki kestabilan yang bagus, bersifat biokompatibel yang mampu bekerja selaras dengan sistem kerja

tubuh dan membentuk sperik tunggal (Yuan, dkk, 2010).

Nanosilika merupakan salah satu nanoteknologi yang memanfaatkan silika dalam ukuran nano. Ukuran nanopartikel silika yang sudah pernah diteliti menghasilkan ukuran 25-60 nm dengan metode kopresipitasi dalam penelitian (Hayati dan Astuti, 2015), 13,36-50 nm dengan metode sol-gel dalam penelitian (Ardiansyah, 2015). Metode kopresipitasi merupakan salah satu metode sintesis senyawa anorganik yang didasarkan pada pengendapan lebih dari satu substansi secara bersama-sama ketika melewati titik jenuhnya. Beberapa zat yang paling umum digunakan sebagai zat pengendap dalam kopresipitasi adalah hidroksida, karbonat, sulfat dan oksalat (Ardiansyah. A, 2015). Kopresipitasi merupakan metode yang menjanjikan karena prosesnya menggunakan temperatur rendah sehingga waktu yang dibutuhkan relatif lebih singkat, yaitu  $\pm 12$  jam. Selain itu, proses kopresipitasi menggunakan alat dan bahan yang mudah diperoleh, sehingga proses sintesis dapat dilakukan secara fleksibel (Jayanti, 2014).

Kristal silika, terutama kuarsa dibuat dengan metode kristalisasi larutan silika dalam natrium silikat atau natrium karbonat pada temperatur yang lebih tinggi untuk menghasilkan kristal kuarsa. Secara alami silika berbentuk amorf

dan akan tetap bentuknya apabila dibakar pada suhu 500-600 °C. Di atas suhu 600- 720 °C silika berbentuk kristal dan bila terbakar pada suhu 800-900 °C akan berbentuk kuarsa( Fairus, dkk, 2009).

Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis dengan metode kopresipitasi, secara prinsip proses ekstraksi silika dari bahan dasar abu tongkol jagung dimana ada 3 tahap. Pertama preparasi sodium silikat dari abu tongkol jagung dengan menggunakan NaOH. Kedua perparasi Si(OH)<sub>4</sub> pada tahap ini sodium silikat di reaksikan dengan asam kuat seperti HCl hingga terbentuk endapan silika (silika gel) yang masih tercampur dengan NaCl. Di mana penelitian ini bertujuan untuk mengetahui konsentrasi optimum yang diperoleh untuk memperoleh ukuran nanosilika ukuran terkecil.

## METODE PENELITIAN

### A. Alat dan bahan

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah untuk preparasi tongkol jagung dan sintesis nanosilika. adalah pisau, satu set alat gelas, tanur (Stuart), *magnetic stirrer* pompa vakum, corong Buchner, ayakan, corong biasa, neraca analitik (Cheetah@), hotplate (Stuart), krus porselin, buret, oven (Memmet), Sentrifugasi (Flexpy Tomy LC-200) termometer, XRF( Thermo scientific), XRD (Rigaku Miniflex II) dan SEM (EVO MA10).

Bahan yang digunakan dalam penelitian adalah tongkol jagung, HCl 1 M, HCl 2 M, padatan NaOH , indikator universal, kertas saring, tissue, aluminium foil, akuades dan akuabides.

### B. Prosedur penelitian

#### 1. Preparasi Tongkol Jagung

Tongkol jagung diambil dari desa Belo kabupaten Soppeng, dibersihkan dari kotoran. Tongkol jagung yang sudah bersih dijemur di bawah sinar matahari kemudian dipotong-potong kecil. Tongkol jagung kemudian dibakar sampai menjadi arang yang halus. Tongkol jagung yang sudah halus dimasukkan ke dalam tanur dan diabukan pada suhu 650 °C selama 2 jam. Abu yang didapatkan dari tongkol jagung diayak 100 Mesh dan ditambahkan HCl 1 M sambil diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 1 jam kemudian didiamkan selama 6 jam. Larutan yang diperoleh disaring dan dicuci menggunakan akuades sampai pH netral. Residu yang telah disaring dikeringkan dalam oven pada suhu 110 °C selama 2 jam, lalu ditimbang berat abu dan dilakukan analisis kandungan silika menggunakan XRF.

#### 2. Sintesis Nanosilika dari tongkol jagung dengan variasi konsentrasi NaOH

Sebanyak 3 g abu tongkol jagung yang telah dihasilkan, ditambahkan NaOH dengan masing masing konsentrasi 1 M , 2 M, 3 M, 4 M, dan 5 M, sambil diaduk

dengan *magnetic stirrer* secara konstan selama 3 jam. Larutan yang diperoleh didiamkan selama 24 jam kemudian disaring. Filtrat yang diperoleh diaduk dengan *magnetic stirrer* sambil dititrasi dengan HCl 2 M sampai pH 6. Gel putih yang merupakan  $\text{Si(OH)}_4$  didiamkan selama 24 jam lalu disentrifugasi dengan kecepatan 6000 rpm selama 15 menit kemudian dicuci dengan akuades. Endapan dikeringkan pada suhu kamar kemudian dipanaskan pada suhu  $900\text{ }^\circ\text{C}$  selama 4 jam

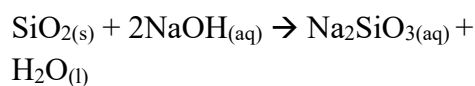
## HASIL DAN PEMBAHASAN

Tongkol jagung dikeringkan di bawah sinar matahari agar mempermudah proses pembakaran. Tongkol jagung yang telah kering dibakar sampai menjadi arang dan digerus terlebih dahulu agar lebih mudah diperkecil ukuran partikelnya. Arang tongkol jagung pada diabukan dalam tanur pada suhu  $650\text{ }^\circ\text{C}$  selama 2 jam, digunakan suhu  $650\text{ }^\circ\text{C}$  karena pada suhu ini paling banyak menghasilkan silika (Okoronknow, 2016). Abu tongkol jagung yang telah dimurnikan dianalisis kandungan kimianya menggunakan XRF dan diperoleh kadar  $\text{SiO}_2$  sebesar 68,55 % dengan sejumlah sekecil unsur –unsur yang ada di dalamnya yaitu K, Ca, P, Fe dan Zn.

Abu tongkol jagung yang telah dimurnikan dengan HCl selanjutnya disintesis menjadi nanosilika. Abu selanjutnya

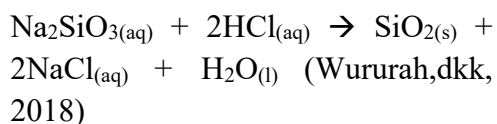
direaksikan dengan NaOH untuk melarutkan  $\text{SiO}_2$  yang terkandung dalam abu, karena  $\text{SiO}_2$  hanya dapat larut dalam alkali hidroksida seperti NaOH yang bertindak sebagai penyedia ion  $\text{Na}^+$  sehingga menghasilkan natrium silikat.

Silika dalam abu tongkol jagung ketika direaksikan dengan larutan NaOH akan mengalami pembentukan ion intermediet  $(\text{SiO}_2\text{OH})^-$  yang tidak stabil. Pada senyawa  $\text{SiO}_2$  elektronegatifitas O lebih tinggi dibanding Si sehingga menyebabkan Si lebih elektropositif. Selanjutnya akan terjadi proses hidrogenasi, hidrogen yang terdapat pada gugus hidroksil ion intermediet  $(\text{SiO}_2\text{OH})^-$  bereaksi dengan gugus hidroksil yang terikat pada NaOH membentuk molekul air dan dua ion  $\text{Na}^+$  pada NaOH akan menetralkan muatan negatif ion intermediet  $(\text{SiO}_2\text{OH})^-$  yang terbentuk, kemudian berinteraksi dengan ion  $\text{SiO}_2$  hingga terbentuk natrium silikat ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ) (Munasir, dkk, 2013). Reaksi yang terjadi pada tahap ini adalah



Natrium silikat yang diperoleh berbentuk larutan yang berwarna bening kekuningan. Larutan natrium silikat inilah yang berfungsi sebagai prekursor pada pembentukan silika  $\text{Si(OH)}_4$ . Larutan natrium silikat diaduk dengan pengaduk magnetik pada suhu  $70\text{ }^\circ\text{C}$  sambil dititrasi dengan larutan HCl 2

M hingga pH 6. Digunakan HCl 2 M, karena untuk mendapatkan pengendapan silika optimum setelah proses ekstraksi, maka dilanjutkan proses pengendapan pada pH rendah menggunakan larutan asam. Pada Proses ini terjadi peristiwa pembentukan gugus siloksi dan gugus silanol. Selanjutnya gugus silanol berinteraksi dengan siloksan sehingga membentuk silika dengan produk sampingan NaCl selanjutnya pada proses *aging* dan penetralan atau penghilangan NaCl dengan akuades (Munasir, dkk, 2013). Reaksi yang terjadi pada tahap ini (Wururah, 2018):



Penghilangan NaCl dilakukan dengan pencucian gel dengan akuades sampai filtrat yang awalnya keruh menjadi jernih dan digunakan AgNO<sub>3</sub> untuk mengetahui masih terdapat keberadaan NaCl pada gel. Gel silika yang diperoleh dikeringkan pada suhu kamar dan diperoleh serbuk nanosilika. Nanosilika yang terbentuk kemudian ditimbang. serbuk nanosilika yang diperoleh dari hasil sintesis tertinggi terjadi pada konsentrasi 3 M yaitu sebesar 0,8174 g sehingga diperoleh rendemen sebesar 27,22 %



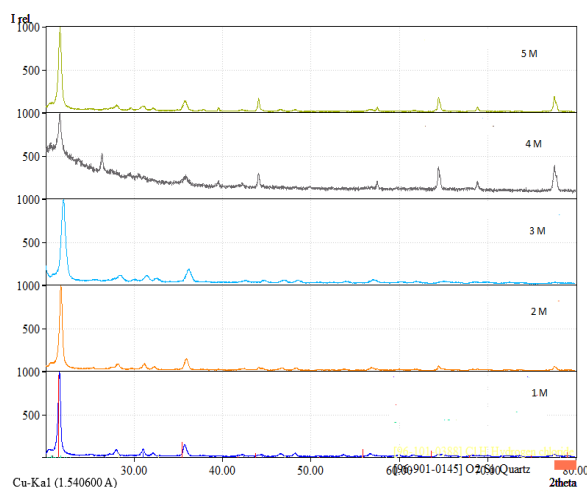
**Gambar 1.** Nanosilika hasil sintesis

Silika kering dipanaskan pada suhu 900<sup>0</sup>C selama 4 jam, untuk memperoleh silika kristal. Hal ini dilakukan karena semakin tinggi suhu yang diberikan maka semakin besar energi termal yang diterima oleh serbuk, sehingga energi ini digunakan untuk bertransformasi dari amorf ke kristal (Wardhani, 2017). Pemanasan silika juga bertujuan memutuskan ikatan antara Si-O-Si sehingga membentuk kristal. Pemanasan dilakukan pada suhu 900<sup>0</sup>C selama 4 jam, silika yang diperoleh dari hasil sintesis berbentuk padatan putih, setelah proses pemanasan silika yang diperoleh tetap berbentuk padatan putih, hal ini sesuai sifat fisik silika yaitu mineral yang berbentuk padatan berwarna putih. . Kemurnian nanosilika dapat diketahui dengan menganalisis silika hasil sintesis menggunakan XRF.

**Tabel 1.** Tabel hasil XRF nanosilika dari tongkol jagung

Konsentrasi NaOH (M)	silika oksida (%)
1	98,01
2	97,04
3	95,60
4	96,70
5	96,66

Serbuk silika yang diperoleh dari hasil sintesis selanjutnya dilakukan karakterisasi menggunakan instrumen XRD

**Gambar 2.** Perbandingan pola XRD nanosilika pada variasi konsentrasi.

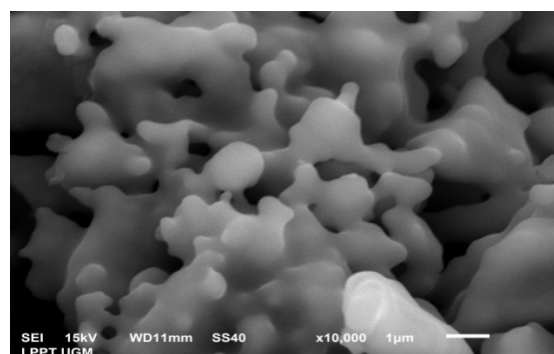
Berdasarkan hasil analisis XRD dapat diketahui dua karakteristik silika yakni fasa kristal yang terbentuk dan ukuran partikel silika. Berdasarkan Gambar 3 dapat diketahui silika yang diperoleh merupakan kristal dengan fasa kribalit karena adanya puncak  $2\theta$

yaitu  $21,56^{\circ}$ ,  $35,84^{\circ}$  dan  $56,97^{\circ}$ .

**Tabel 2.** Hasil XRD ukura nanosilika

konsentrasi NaOH (M)	Ukuran Rata-Rata Partikel (nm)
1	23,1396
2	20,9604
3	15,4319
4	14,7475
5	19,8019

Selanjutnya nanosilika konsentrasi NaOH 1 M dilanjutkan dengan karakterisasi menggunakan SEM untuk membuktikan adanya aglomerasi (penggabungan) partikel sehingga menyebabkan ukuran partikel silika lebih besar dibandingkan ukuran partikel silika pada konsentrasi NaOH 2 M, 3 M, 4 M, dan 5

**Gambar 3.** Hasil Analisis SEM Nanosilika 1 M Perbesaran 10.000x.

Berdasarkan karakterisasi menggunakan SEM dapat dilihat pada Gambar 3 dengan perbesaran 10.000x menunjukkan bahwa sebaran partikel tidak seragam atau tidak homogen karena terlihat ada

sebagian partikel yang berukuran besar dari ukuran partikel lainnya. Partikel besar tersebut merupakan partikel yang tersusun atas partikel - partikel kecil yang mengalami proses aglomerasi. Terlihat juga partikel nanosilika memiliki rongga (Erlinda, 2015). Hasil SEM memperlihatkan bahwa partikel yang dihasilkan berbentuk tidak beraturan. Bentuk partikel yang tidak beraturan disebabkan karena proses nukleasi yang terjadi bersifat heterogen akibat adanya pengotor (Qisti, 2017).

## KESIMPULAN DAN SARAN

### A. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan bahwa :

1. Konsentrasi NaOH berpengaruh terhadap ukuran partikel nanosilika, semakin besar konsentrasi NaOH yaitu 4 M yang digunakan maka semakin kecil ukuran partikel yaitu 14,74 nm.
2. Konsentrasi NaOH optimum yang diperoleh pada penelitian ini adalah 4 dengan ukuran partikel terkecil adalah 14,74 nm

### B. Saran

Berdasarkan hasil yang telah diperoleh melalui penelitian ini, maka penulis menyarankan kepada peneliti selanjutnya untuk melakukan variasi pH dalam sintesis nanosilika, memakai stabilizer, menggunakan alat DTA serta peneliti selanjutnya untuk menggunakan sampel yang banyak mengandung silika.

## DAFTAR PUSTAKA

- Ardiansyah. A. 2015. Sintesis Nanosilika Dengan Metode Sol-Gel Dan Uji Hidrofobitasnya Pada Cat Akrilik, *Skripsi*, Universitas Negeri Semarang.
- Erlinda,Novi, D,R,. 2015. Sintesis Nanosilika Dari Abu Ketel Industri Gula Menggunakan Metode Kopersipitasi Dengan Template Pati. *Skripsi*. Institut Pertanian Bogor.
- Fairus,S.,Haryono.,M.H Sugito & Agus, S. 2009. Proses Pembuatan Waterglass Dari Pasir Silika Dengan Pelebur Natrium Hidroksida. *Jurnal Teknik Kimia Indonesia* 8(2) : 56-62
- Jayanti. D.N, 2014. Optimalisasi Parameter pH Pada Sintesis Nanosilika Dari Pasir Besi Merapi Dengan Ekstraksi Magnet Permanen Menggunakan Metode Kopersipitasi, *Skripsi*, UIN Sunan Kalijaga.
- Kalapathy, U., Proctor, A., Shultz, J., 2002, A Simple Method for Production of Pure Silica from Corncob, *J. Bioresour. Technol.*,73, 257-262.
- Monalisa, Y., Djamas, D., Ratnawulan. 2013. Pengaruh Variasi Suhu Annealing Terhadap Struktur Dan Ukuran Butiran Silika Dari Abu

- Tongkol Jagung Menggunakan X-Ray Diffractometer. *Pillar Of Physics*. Vol. 1
- Mujedu., K.A., S.A Adebara, I.O Lamidi. 2014. The Use Corn Cob And Saw Dust Ash As Cement Replace In Concrete Works. *The internasional Journal Of EGINEERING And Science*. Vol 3(4)
- Munasir.,Triwikantoro.,Zainur,M.,Darminto. 2012. Ekstraksi Dan Sintesis Nanosilika Berbasis Pasir Bancar Dengan Metode Kopersipitasi. *Jurnal Pendidikan Fisika Dan Aplikasinya (JPFA)*. ISSN : 2087-9946.
- Munasir., Sulton A, Triwikantoro., M. Zainuri., Darminto. 2013. Synthesis Of Silica Nanopowder From Slope Sands Via Alkalifussion Route, *AIP Conf. Procciding*. 155,28
- Okoronkwo, E, A., Imoisili, P.E., Olu Bayodo, S. A., Olusunle, S.O.O. 2016. Devolopment Of silica Nanoparticle from Corn Cob ash. *Advances In Nanoparticles*. 5, 135-139
- Qisti, Nurul. 2017. Optimasi Kondisi Proses dan pengandaan Produksi Nanosilika Menggunakan metode Hidrotermal . *Skripsi*. Institut Pertanian Bogor.
- Wardani, G. A. P. K. 2017. Karakterisasi Silika Pada Tongkol Jagung Dengan Spektroskopy Infra Merah Dan Difraksi Sinar-X. *Jurnal Kimia Riset*. Volume 2 No. 1
- Wururah, T.S.G., Dewi.V., Sapai, L. 2018. Sintesis Nanosilika Dari Black Liquor Sekam Padi Melalui Teknik RamahLingkungan.*Seminar Nasional teknik kimia*.
- Yuan, H., Gao, F., Zhang, Z., Miao, L., Yu, R., Zhao, H., Lan, M., 2010. Study of Controllable Preparation of Silica Nanoparticles with Multi-sized and