

Pengaruh Konsentrasi Pati Singkong terhadap Kadar Besi(III)Oksida yang Terimpregnasi dalam Keramik Berpori

Suriati Eka Putri¹, Diana Eka Pratiwi², Nita Magfirah Ilyas³

Universitas Negeri Makassar

Email: ekaputri_chem@unm.ac.id

Abstrak. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh konsentrasi pati singkong yang bertindak sebagai binder terhadap kadar Fe_2O_3 yang terimpregnasi ke dalam keramik berpori. Sintesis keramik berpori yang digunakan adalah metode gelcasting menggunakan clay alam sebagai matriks dan pati singkong sebagai binder. Keramik berpori yang dihasilkan selanjutnya diaplikasikan sebagai penyangga katalis Fe_2O_3 yang diimpregnasi dengan metode coating sol-gel. Konsentrasi pati singkong yang digunakan adalah 2%, 4%, 6%, dan 8%. Analisis kandungan Fe_2O_3 pada keramik berpori menggunakan XRD dan dianalisis menggunakan Rietveld Refinement, adapun rata-rata ukuran kristal menggunakan persamaan Debye-Scherrer. Hasil yang diperoleh menunjukkan kadar katalis Fe_2O_3 terbanyak terdapat pada keramik berpori dengan konsentrasi pati singkong 4% sebanyak 20,9%, adapun rata-rata ukuran kristal terkecil terjadi pada konsentrasi pati singkong 6% yaitu sebesar 22,15 nm. Dengan demikian konsentrasi pati singkong berpengaruh terhadap jumlah katalis Fe_2O_3 yang terimpregnasi ke dalam keramik berpori.

Kata Kunci: pati singkong, katalis Fe_2O_3 , XRD

PENDAHULUAN

Keramik merupakan produk industri yang sangat penting dan berkembang pesat saat ini. Salah satu jenis keramik yang sedang dikembangkan adalah keramik berpori. Sintesis keramik berpori telah banyak dilakukan antara lain dengan metode *dry pressing* (Teng et al., 2020), ekstrusi (Mongkolkachit, Wanakitti, & Aungkavattana, 2010), dan *slip casting* (Nie & Lin, 2015). Metode ini memiliki beberapa kendala karena membutuhkan tekanan yang besar, menggunakan cetakan yang harus berpori, dan cara pembuatannya yang cukup rumit (Yang, Chen, & Qin, 2018). Salah satu metode yang dapat mengatasi keterbatasan tersebut adalah metode gelcasting.

Metode gelcasting adalah metode sintesis keramik koloid yang melibatkan polimerisasi in situ dalam tubuh keramik. Prinsip dasar metode ini adalah polimer terdispersi ke dalam geopolimer silika alumina. Pada proses gelcasting, serbuk keramik didispersikan dalam larutan yang mengandung monomer dan crosslinker (Janney et al., 1998). Penelitian sebelumnya mengkaji pengaruh jumlah polimer terhadap karakteristik keramik berpori (Putri, Pratiwi, Tjahjanto, Mardiana, & Subaer, 2018; Suriati Eka Putri, Diana Eka Pratiwi, Rachmat Triandi Tjahjanto, 2022). Hasil yang

diperoleh menunjukkan jumlah polimer mempengaruhi porositas, kekerasan, dan morfologi keramik berpori.

Penelitian sebelumnya telah melakukan sintesis keramik berpori menggunakan metode gelcasting dengan bahan pengikat polimer poliakrilamida. Namun, poliakrilamid ini bersifat toksik, sehingga saat ini telah dikembangkan penggunaan polimer alam sebagai binder keramik berpori gelcasting, salah satunya adalah pati singkong (Putri et al., 2022). Selain polimer, bahan lain yang digunakan pada proses pembuatan keramik berpori adalah serbuk oksida logam sebagai matriks. Pada penelitian ini, memanfaatkan mineral alam berupa clay yang berasal dari Sulawesi Selatan. Penelitian sebelumnya telah mengkaji kandungan oksida logam dalam clay alam Sulawesi Selatan berupa alumina silika yang menunjukkan layak digunakan sebagai bahan dasar pembuatan keramik berpori (Eka, Rahman, Eka, & Fudhail, 2021; Putri & Pratiwi, 2017; Side & Putri, 2022).

Keramik berpori telah berhasil dibuat dan digunakan sebagai filter dalam penuangan logam cair, digunakan sebagai adsorben limbah organik dan anorganik, juga dapat digunakan sebagai pembawa katalis untuk fotodegradasi zat warna (Putri et al., 2022). Salah satu jenis katalis yang paling banyak digunakan dalam proses fotodegradasi adalah Fe_2O_3 , karena memiliki aktivitas fotokatalitik yang cukup tinggi. Pada penelitian ini mengkaji pengaruh konsentrasi pati singkong terhadap kemampuan keramik berpori gelcasting sebagai penyangga katalis Fe_2O_3 .

METODE PENELITIAN

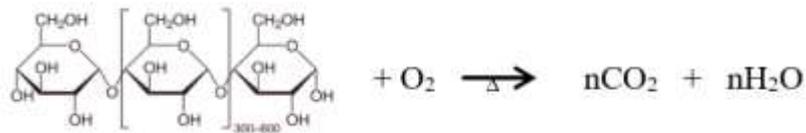
Penelitian ini terdiri dari tiga tahap yaitu sintesis keramik berpori secara gelcasting, impregnasi katalis Fe_2O_3 ke dalam keramik berpori dengan metode coating sol-gel, dan analisis kadar Fe_2O_3 yang terimpregnasi menggunakan XRD. Sintesis keramik berpori, 5 g clay alam dan 0,1 g CMC ditambahkan ke dalam 1,5 mL akuades. Suspensi tersebut dicampur dan ditambahkan pati singkong dengan variasi konsentrasi 2%, 4%, 6%, 8%. Suspensi dicetak, diangin-anginkan hingga kering dan dipanaskan pada suhu 70 °C selama 2 jam. Setelah itu, badan keramik mentah dipanaskan melalui proses sintering pada suhu 600 °C dengan laju 60 °C/jam dan hingga 1100 °C dengan laju 300 °C/jam.

Impregnasi katalis Fe_2O_3 ke dalam keramik berpori gelcasting, pertama-tama ditambahkan larutan NH_4OH dan $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ dengan perbandingan 1:1 (v/v) untuk membuat larutan campuran, selanjutnya FeCl_3 ditambahkan ke dalam larutan campuran dengan perbandingan 1:5 (b/v), dan larutan diaduk selama 6 jam pada suhu 85 °C. Selanjutnya, semua badan keramik berpori dicelupkan ke dalam larutan campuran sambil diaduk selama 5 jam, dan kemudian keramik yang sudah disiapkan dipindahkan dari larutan selanjutnya, keramik basah dikeringkan pada suhu 60 °C selama 12 jam, dan diikuti oleh kalsinasi pada suhu 600 °C selama 3 jam. Selanjutnya dilakukan analisis kadar Fe_2O_3 yang berhasil terimpregnasi ke dalam badan keramik berpori menggunakan X-Ray Difraktometer (XRD) Shimadzu 7000) dengan radiasi

CuK α ($\lambda = 1.5405 \text{ \AA}$) dengan rentang $15^\circ \leq 2\theta \leq 80^\circ$, dan dioperasikan pada 30 kV dan 10 mA. Analisis kadar Fe₂O₃ menggunakan software Rietveld Refinement.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pati singkong digunakan sebagai binder karena merupakan polimer alami yang bila dipanaskan akan melepaskan molekul-molekul kecil yang berfungsi sebagai cetakan pori. Pati singkong akan melepaskan molekul CO₂ dan air dari badan keramik saat proses sintering, sesuai dengan persamaan (1).



cassava starch

(1)

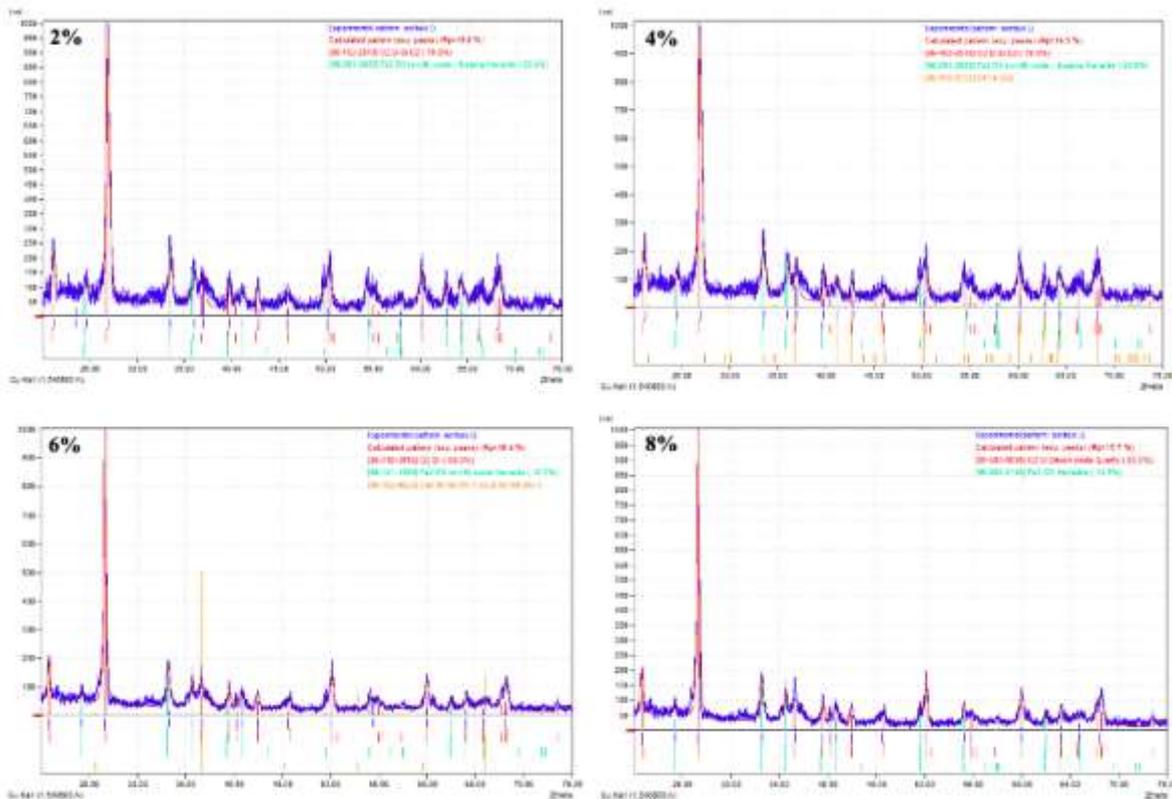
Adapun pemanfaatan clay alam Sulawesi sebagai matriks keramik berpori karena tingginya kandungan alumina silika yang terdapat di dalamnya (Side & Putri, 2022). Dengan demikian selain analisis kandungan katalis Fe₂O₃ juga dikaji kadar kandungan SiO₂. Kandungan katalis Fe₂O₃ dan SiO₂ menggunakan XRD dan dianalisis menggunakan software Rietveld Refinement ditunjukkan pada Gambar 1 dan hasil interpretasi ditunjukkan pada Tabel 1. Puncak difraksi katalis berdasarkan PDF 96-591-0083 adalah α -Fe₂O₃ hematite dengan sistem kristal adalah rombohedral, dengan $a = b = 5,0079 \text{ \AA}$ dan $c = 13,6467 \text{ \AA}$. Puncak difraksi SiO₂ yang terdapat pada clay alam berdasarkan PDF 96-153-2513 menunjukkan fase kuarsa dengan sistem kristal trigonal, dengan $a = b = 4,8915 \text{ \AA}$ dan $c = 5,3885 \text{ \AA}$.

Tabel 1. Kandungan SiO₂, Fe₂O₃, dan rata-rata ukuran kristal keramik berpori dengan variasi konsentrasi pati singkong (interpretasi dari Gambar 1)

Konsentrasi pati singkong (%)	Kandungan SiO ₂ (%)	Kandungan Fe ₂ O ₃ (%)	Rata-rata ukuran kristal (nm)
2	79,6	20,4	22,43
4	79,1	20,9	23,81
6	89,3	10,7	22,15
8	85,5	14,5	22,84

Berdasarkan Tabel 1, kadar katalis Fe₂O₃ meningkat dari konsentrasi pati singkong 2% ke 4% dan mengalami penurunan pada konsentasi pati singkong 6%, selanjutnya akan mengalami peningkatan Kembali pada konsentrasi pati singkong 8%. Dengan demikian, kadar katalis Fe₂O₃ maksimum terjadi pada keramik berpori dengan konsentrasi pati singkong 4% sebesar 20,9%. Hal ini diduga terjadi karena pada kondisi tersebut ukuran pori yang dihasilkan bersesuaian dengan ukuran partikel katalis yang terimpregnasi dan ukuran pori yang dihasilkan adalah mikropori sebagaimana yang telah dilaporkan sebelumnya (Putri et al., 2022).

Rata-rata ukuran kristal yang dihitung berdasarkan persamaan Debye-Scherre ditunjukkan pada Tabel 1. Hasil perhitungan menunjukkan rata-rata ukuran kristal untuk setiap konsentrasi pati singkong hampir sama untuk setiap variasi konsentrasi. Hal ini diduga karena karakteristik pori yang dihasilkan berdasarkan penelitian sebelumnya untuk seluruh konsentrasi pati singkong adalah sama yaitu mikropori (Putri et al., 2022). Rata-rata ukuran kristal terkecil terjadi pada konsentrasi pati singkong 6% yaitu sebesar 22,15 nm.



Gambar 1. Difraktogram keramik berpori terimpregnasi Fe_2O_3

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil analisis menggunakan instrumen XRD dan Rietveld Refinement, menunjukkan kadar katalis Fe_2O_3 terbanyak terdapat pada keramik berpori dengan konsentrasi pati singkong 4% sebanyak 20,9%. Adapun rata-rata ukuran kristal menggunakan persamaan Debye-Scherrer menunjukkan rata-rata ukuran kristal terkecil terjadi pada konsentrasi pati singkong 6% yaitu sebesar 15,65 nm. Dengan demikian konsentrasi pati singkong berpengaruh terhadap jumlah katalis Fe_2O_3 yang terimpregnasi ke dalam keramik berpori.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penelitian ini didukung oleh Direktorat Riset, Teknologi, dan Pengabdian Kepada Masyarakat, Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi, Riset, dan Teknologi

Kementrian Pendidikan, Kebudayaan, Riset, dan Teknologi dalam skema Penelitian Dasar Unggulan Perguruan Tinggi (PDUPT) nomor kontrak 109/UN36.11/LP2M/2021 dan Kontrak Pelaksanaan Program Penelitian Lanjutan Tahun Anggaran 2022 Nomor: 033/E5/PG.02.00.PT/2022. dan Lembaga Penelitian dan Pengabdian Masyarakat (LP2M) Universitas Negeri Makassar yang telah membantu penyelesaian penelitian ini.

REFERENSI

- Eka, S., Rahman, A., Eka, D., & Fudhail, A. (2021). *Analisis Kandungan Oksida Logam Clay Alam Sulawesi Selatan sebagai Bahan Dasar Pembuatan Keramik Berpori Gelcasting*. 6(2), 171–176. <https://doi.org/10.37033/fjc.v6i2.339>
- Janney, M. A., Omatete, O. O., Walls, C. A., Nunn, S. D., Ogle, R. J., & Westmoreland, G. (1998). Development of low-toxicity gelcasting systems. *Journal of the American Ceramic Society*, 81(3), 581–591. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1998.tb02377.x>
- Mongkolkachit, C., Wanakitti, S., & Aungkavattana, P. (2010). Investigation of Extruded Porous Alumina for High Temperature Construction. *Materials Technology*, 20(3), 123–125.
- Nie, Z., & Lin, Y. (2015). Fabrication of porous alumina ceramics with corn starch in an easy and low-cost way. *Ceramics - Silikat*, 50(4), 348–352.
- Putri, S. E., & Pratiwi, D. E. (2017). *Analisis Kandungan Mineral dalam Tanah Liat Alam Sulawesi Selatan sebagai Bahan Dasar Sintesis Keramik Analysis of Mineral in South Sulawesi Natural Clay as Basic Material of Ceramic Synthesis*. 35–38.
- Putri, S. E., Pratiwi, D. E., Tjahjanto, R. T., Andi, I., Rahman, A., Wulan, I., ... Fudholi, A. (2022). *The Renewable of Low Toxicity Gelcasting Porous Ceramic as Fe₂O₃ Catalyst Support on Phenol Photodegradation*. 17(4), 503–511.
- Putri, S. E., Pratiwi, D. E., Tjahjanto, R. T., Mardiana, D., & Subaer. (2018). On the effect of acrylamide and methylenebicacrylamid ratio on gelcasted ceramic pore character. *Journal of Chemical Technology and Metallurgy*, 53(5), 841–844.
- Side, S., & Putri, S. E. (2022). Characterization of Natural Clay from Gowa Regency, South Sulawesi Province, Indonesia. *Jurnal Akademika Kimia*, 11(2 SE-), 72–76. <https://doi.org/10.22487/j24775185.2022.v11.i2.pp72-76>
- Suriati Eka Putri, Dlna Eka Pratiwi, Rachmat Triandi Tjahjanto, A. R. (2022). The Effect of Binder Concentration on the Ability of Gelcasting Porous Ceramics as TiO₂ Support Catalyst. *Indonesian Journal of Fundamental Sciences*, 8(1), 51–60.
- Teng, H. De, Wei, Q., Wang, Y. L., Cui, S. P., Li, Q. Y., & Nie, Z. R. (2020). Asymmetric porous cordierite ceramic membranes prepared by phase inversion tape casting and their desalination performance. *Ceramics International*, 46(15), 23677–23685. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.06.141>
- Yang, Z., Chen, N., & Qin, X. (2018). Fabrication of porous Al₂O₃ ceramics with submicron-sized pores using awater-based gelcasting method. *Materials*, 11(9). <https://doi.org/10.3390/MA11091784>