

# Pencangkakan Gugus Amine Pada Permukaan Silika Gel Dari Abu Bagasse Dengan Metode In- Situ

*by* Nanik Astuti Rahman

---

**Submission date:** 18-Apr-2020 10:24AM (UTC+0700)

**Submission ID:** 1300707724

**File name:** P-5\_Pencangkakan\_Gugus\_Amine\_Pada\_Permukaan\_Silika\_Gel.pdf (604.82K)

**Word count:** 1883

**Character count:** 11104



## Pencangkakan Gugus Amine Pada Permukaan Silika Gel Dari Abu Bagasse Dengan Metode In-Situ

Nanik Astuti Rahman, Ahmad Royani, Febrina Harmansyah, Sri Rachmania Juliastuti,  
Minta Yuwana, Heru Setyawan\*

Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri

Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Kampus ITS Sukolilo, Surabaya 60111, Indonesia

\* E-mail: [sheru@chem-eng.its.ac.id](mailto:sheru@chem-eng.its.ac.id)

### ABSTRAK

Pencangkakan gugus amine pada permukaan silika gel telah berhasil dilakukan dengan metode in-situ dalam larutan sodium silikat. Larutan sodium silikat diperoleh melalui proses ekstraksi basa dari abu bagasse. Jumlah amine yang berhasil dicangkakkan pada permukaan silika gel dengan metode in-situ lebih banyak jika dibandingkan dengan proses pencangkakkan konvensional. Metode in-situ lebih menguntungkan karena prosesnya lebih cepat dan penggunaan pelarut dalam jumlah yang lebih sedikit. Amine yang berhasil dicangkakkan sebesar 34.87 % (6.01 mmol/ $\gamma$ -aminopropil/gram), ini jauh lebih besar dibandingkan dengan hasil yang selama ini diperoleh dengan pencangkakkan konvensional (2.3 mmol/g). Luas permukaan silika tercangkok berkisar antara 370 – 676 m<sup>2</sup>/g dengan volume pori antara 0.33 – 0.6 cm<sup>3</sup>/g dan diameter pori antara 3 – 4.5 nm. Dari hasil penelitian yang sudah didapat terlihat bahwa silika gel yang dicangkok dengan gugus amine berpotensi untuk diaplikasikan sebagai adsorben yang selektif terhadap gas asam (CO<sub>2</sub> dan H<sub>2</sub>S) dengan kapasitas adsorben yang tinggi.

*Kata kunci:* abu bagasse, pencangkakan silika gel, gugus amine, metode in-situ

### 1. Pendahuluan

*Bagasse* merupakan limbah padat dari proses pembuatan gula ( $\pm$  30% dari kapasitas giling). *Bagasse* yang berlimpah tersebut umumnya dimanfaatkan sebagai bahan bakar pada boiler. Hasil pembakaran *bagasse* menghasilkan abu. Apabila abu yang jumlahnya banyak tersebut tidak dikelola dengan baik akan menimbulkan masalah lingkungan yang serius.

Belum banyak usaha yang telah dilakukan untuk memanfaatkan abu *bagasse* ini. Hasil analisa menunjukkan bahwa abu *bagasse* kaya akan silika ( $\pm$  51%). Oleh karena itu, bahan ini bisa menjadi bahan baku yang ekonomis untuk

membuat silika gel atau bahan maju berbasis silika.

Affandi dkk [1] telah berhasil mengekstraksi silika dari abu *bagasse* dengan metode ekstraksi basa menjadi silika gel. Silika gel tersebut telah dimanfaatkan sebagai *dessicant* untuk pengering udara dan adsorben untuk menjernihkan air. Ekstraksi tersebut dilakukan dengan memanfaatkan sifat kelarutan silika yang unik. Kelarutan silika sangat rendah pada pH < 10 dan naik dengan tajam ketika pH > 10.

Dengan memanfaatkan sifat kelarutan diatas, silika dapat diekstraksi dengan larutan basa. Pengasaman kembali larutan hasil ekstraksi menghasilkan presipitat silika yang apabila

Diselenggarakan oleh:



Departemen Teknik Kimia  
Fakultas Teknik Universitas Indonesia

Didukung oleh:





## Seminar Nasional Teknik Kimia Indonesia dan Musyawarah Nasional APTEKINDO 2012

*The Challenge of Chemical Engineering Institutions in Product Innovation for a Sustainable Future*

dibiarkan dalam waktu yang cukup lama akan menghasilkan gel. Proses seperti ini umumnya disebut sebagai proses sol-gel. Dengan ekstraksi fasa cair ini jelas bahwa energi yang dibutuhkan jauh lebih rendah daripada proses komersial yang ada, reaksi padat-padat pada 1300 °C.

Permukaan silika gel kaya akan gugus silanol yang memungkinkan silika dimodifikasi dengan gugus fungsi lain untuk tujuan tertentu. Salah satunya adalah modifikasi dengan gugus amine [2-4]. Silika tercangkok gugus amine memiliki potensi yang sangat besar untuk digunakan sebagai adsorben untuk pemisahan gas asam (CO<sub>2</sub> dan H<sub>2</sub>S) dari gas alam dan biogas [2]. Metode yang digunakan untuk modifikasi silika dengan gugus amine adalah dengan mencangkokkan gugus amine setelah silika gel terbentuk (*post-grafting*). Metode ini membutuhkan waktu yang sangat lama, jumlah pelarut yang banyak dan efektifitas rendah [5].

Beberapa peneliti mencoba mengusulkan metode in-situ untuk mengatasi kendala metode *post-grafting* [6,7]. Dalam metode ini modifikasi dilakukan bersamaan dengan reaksi hidrolisis dan kondensasi untuk membentuk gel. Metode ini mudah dilakukan untuk precursor yang menggunakan pelarut alkohol seperti tetraethylorthosilicate (TEOS) karena senyawa pemodifikasi,  $\gamma$ -aminopropiltriethoxysilan (APTS), juga larut dalam alkohol. Akan tetapi, bila digunakan sodium silikat sebagai sumber silika, metode diatas tidak dapat langsung digunakan. Hal ini karena APTS tidak larut dalam air. Oleh karena itu, perlu dilakukan modifikasi proses untuk memodifikasi permukaan silika gel dengan gugus amine menggunakan precursor sodium silikat.

Penelitian ini bertujuan untuk mengembangkan teknik pencangkokkan silika dengan gugus amine dengan metode in-situ menggunakan larutan sodium silikat dari abu *bagasse*. Metode yang diusulkan adalah dengan menggunakan ko-pelarut etanol. Dalam hal ini APTS dilarutkan dalam etanol dan kemudian baru ditambahkan ke dalam larutan sodium silikat.

## 2. Eksperimen

### 2.1. Material

Material yang digunakan pada penelitian ini adalah abu *bagasse* yang merupakan limbah dari PG. Kebon Agung Malang, NaOH (pa, Merck), resin penukar kation,  $\gamma$ -aminopropil-trietoksisilan (APTS)(99%, Aldrich), etanol (pa, Merck).

### 2.2. Prosedur

Proses pembuatan sodium silikat dari abu *bagasse* mengikuti proses yang telah dikembangkan sebelumnya [1]. Secara singkat, silika dalam abu *bagasse* diekstraksi dengan larutan NaOH 2N pada titik didihnya disertai dengan pengadukan selama 1 jam. Setelah itu, campuran didinginkan sampai suhu kamar dan disaring untuk memisahkan residu karbon. Larutan filtrat adalah sodium silikat. Larutan sodium silikat inilah yang akan digunakan sebagai bahan dasar untuk membuat silika gel yang permukaannya dimodifikasi dengan gugus amine agar selektif menyerap gas karbondioksida.

Sodium silikat yang dihasilkan dari proses ekstraksi dilewatkan resin penukar kation dan diaduk selama 30 menit kemudian disaring. Asam silisic (pH  $\pm$  2) yang dihasilkan ditambah dengan APTS dalam etanol (ratio APTS : etanol 0,2 – 1) . Gel yang terbentuk dituangkan selama 18 jam pada suhu kamar. Selama proses penuaan ini terjadi kompetisi antara reaksi kondensasi gugus silanol membentuk SiO<sub>2</sub> dan air dan reaksi penggantian gugus silanol dengan gugus amine. Kemudian gel dicuci, dikeringkan dan dikarakterisasi.

Karakterisasi produk untuk luas permukaan, ukuran pori dan distribusi pori digunakan BET (Nova 1200, Quantachrome), morphology dengan *Scanning Electron Microscopy* (SEM S-5000 Hitachi), ikatan kimia dan gugus fungsi dengan FTIR (Shimadzu 8400s) dan menentukan amine yang berhasil dicangkok dengan *Thermal Gravimetric – Differential Thermal Analysis* (TGDTA) (Shimadzu).

Diselenggarakan oleh:



Departemen Teknik Kimia  
Fakultas Teknik Universitas Indonesia

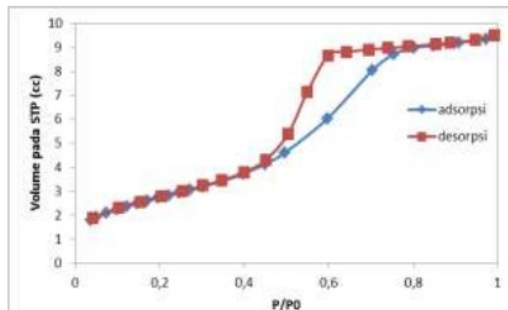
Didukung oleh:





### 3. Hasil dan Diskusi

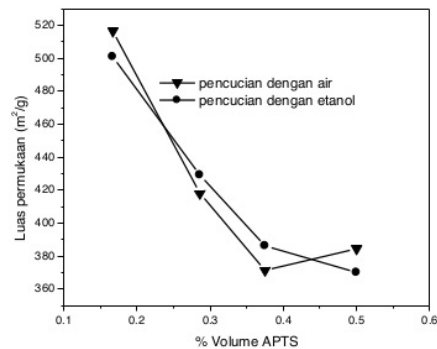
Gambar 1 menunjukkan adsorpsi/desorpsi isothermis typical nitrogen pada  $-156^{\circ}\text{C}$  pada silika gel yang dihasilkan dari abu *bagasse*. Pada gambar tersebut terlihat bahwa pada  $P/P_0$  yang rendah, kurva mengalami peningkatan yang cukup tajam dan kemudian cenderung stabil. Hal ini menandakan bahwa silika gel tercangkok gugus amine tersebut merupakan material berpori. Dari gambar tersebut juga ditunjukkan pula adanya histeresis/percabangan. Percabangan yang terjadi pada grafik adsorpsi menunjukkan adanya mesopori pada material tersebut. Hal ini disebabkan oleh kondensasi kapiler adsorbat dengan dinding pori adsorben. Dengan demikian, proses desorpsinya terjadi pada tekanan dibawah tekanan adsorpsinya. Dari penjelasan tersebut, dapat disimpulkan bahwa kurva adsorpsi/desorpsi isothermis pada silika xerogel tergrafting gugus amine yang dihasilkan mengacu pada tipe empat IUPAC, dimana materialnya adalah bersifat mesopori.



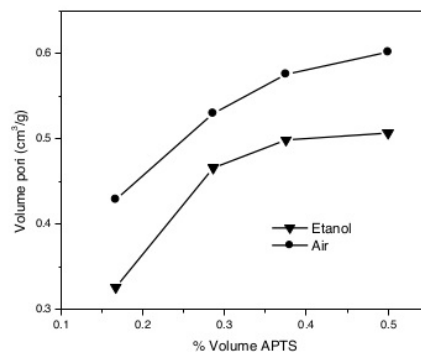
Gambar 1. Kurva adsorpsi-desorpsi isotherm

Dari kurva adsorpsi/desorpsi isothermis, luas permukaan dihitung dengan menggunakan metode BET, volume pori total diukur berdasarkan jumlah gas yang teradsorpsi pada  $P/P_0$  mendekati 1 dan diameter pori dihitung berdasarkan metode BJH (Barrett, Joyner dan Halenda). Metode ini berlaku jika partikel memiliki properti fisik mesopori. Gambar 2 menunjukkan luas permukaan silika gel tercangkok gugus amine semakin kecil ketika APTS

yang ditambahkan semakin banyak. Hal ini terjadi karena pada proses modifikasi dengan metode in-situ terjadi 2 proses yang berlangsung bersamaan, yaitu proses pembentukan gel dan proses penggantian gugus silanol dengan gugus amine. Semakin banyak gugus amine yang ditambahkan ke dalam sodium silikat akan mengganggu proses pembentukan jaringan gel karena banyak gugus silanol yang berikatan dengan APTS.

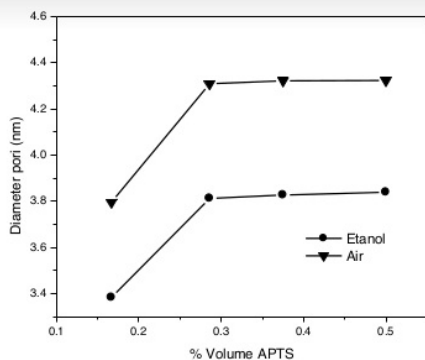


Gambar 2. Hubungan luas permukaan silika gel tercangkok gugus amine dan % volume APTS



Gambar 3. Hubungan volume pori silika gel tercangkok gugus amine dan % volume APTS

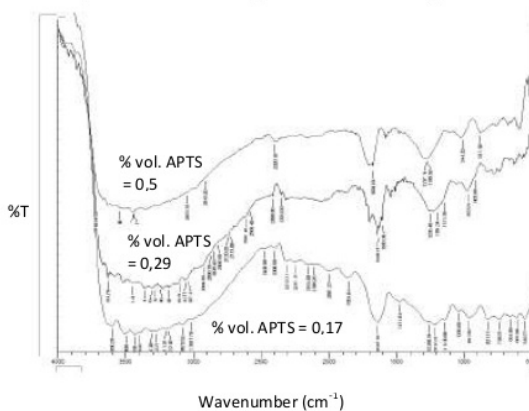




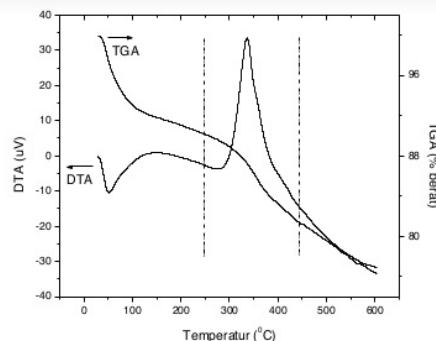
Gambar 4. Hubungan diameter pori silika gel tercangkok gugus amine dan % volume APTS

Penambahan APTS ke dalam sodium silikat juga mempengaruhi ukuran pori partikel. Gambar 3 dan 4 menunjukkan hubungan volume pori dan diameter pori bertambah besar pada % volume APTS yang makin besar.

Hasil analisa FTIR membuktikan proses modifikasi telah berhasil dilakukan. Pada spektra FTIR (gambar 5) menunjukkan adanya puncak pada band  $2800\text{ cm}^{-1}$  sampai  $3400\text{ cm}^{-1}$  sesuai dengan getaran peregangan  $\text{NH}_3^+$  dan adanya puncak pada range  $1600$  sampai  $1660\text{ cm}^{-1}$  karena adanya vibrasi bending simetris dari  $\text{NH}_2$ .



Gambar 5. Spektra FTIR



Gambar 6. Profil TGDTA

Pemuatan amine yang berhasil tercangkok ke permukaan silika gel dihitung dengan menggunakan TGDTA. Data TGA bisa digunakan untuk mengetahui perubahan massa dari silika tercangkok akibat adanya penguapan zat-zat organik yang ada pada silika gel.

Dari profil TG-DTA pada gambar 6 tersebut, dapat dibagi dalam tiga zona untuk dapat mengetahui seberapa besar dan macam zat yang teruapkan.

- ✓  $T = 0 - 300\text{ }^{\circ}\text{C}$  : air yang teradsorp dan pelarut seperti etanol
- ✓  $T = 300 - 400\text{ }^{\circ}\text{C}$  : dekomposisi aminopropil (amine yang tercangkok)
- ✓  $T = 400 - 600\text{ }^{\circ}\text{C}$  : penguapan organik yang lain

Amine terdekomposisi pada suhu  $300-400\text{ }^{\circ}\text{C}$  karena pada suhu tersebut dibutuhkan energi yang tinggi untuk menurunkan massa dari silika gel. Hal ini bisa ditandai dengan adanya puncak pada data DTA dan juga terjadinya penurunan massa yang signifikan ditandai dengan penurunan slope yang tajam dari data TGA.

Dari data TGDTA dapat diketahui jumlah amine berhasil dicangkok. Pada penelitian ini, massa amine terbesar yang bisa tergrafting adalah sebesar  $34,87\%$  massa atau  $6,01\text{ mmol } \gamma\text{-aminopropil/gram sampel}$ . Selama ini amine yang





berhasil dicangkok ke silika gel dengan metode *post-synthesis grafting* sebesar 2.3 mmol/gram sampel [2].

#### 4. Kesimpulan

Sintesis silika gel tercangkok gugus amine dengan ekstraksi basa menggunakan metode in-situ telah dipelajari. Hasil penelitian menunjukkan bahwa tidak ada perbedaan yang signifikan terhadap properti fisik silika gel yang dihasilkan pada pencucian dengan air dan etanol.

Silika gel yang sudah dicangkok gugus amine mempunyai luas permukaan antara 370 – 676 m<sup>2</sup>/g, diameter pori antara 3 – 4,5 nm dan termasuk dalam kategori mesopori dengan volume pori antara 0,33 – 0,6 cm<sup>3</sup>/g. Jumlah amine terbesar yang berhasil dicangkok pada permukaan silika gel adalah 6,01 mmol γ-aminopropil/gram sampel.

#### Ucapan Terima Kasih

Penelitian ini dibiayai oleh Hibah Strategi Nasional. Salah satu penulis (N.A.R) berterima kasih kepada Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi Kementerian Pendidikan dan Kebudayaan Indonesia melalui beasiswa BPPS.

#### 1

#### Daftar Pustaka

- [1] Affandi, S., Setyawan, H., Winardi, S., Purwanto, A., Balgis, R. 2009. "A Facile Method for Production of High Purity Silica Xerogel from Bagasse Ash", *Advanced Powder Technology*. **20**:468-472.
- [2] Huang H.Y. and Yang R.T., "Amine-Grafted MCM-48 and Silica Xerogel as Superior Sorbents for Acidic Gas Removal from Natural Gas", *Ind. Eng. Chem. Res.* 2003, **42**, 2427 – 2433.

- [3] Knowles, G.P., Graham, J.V., Delaney, S.W., Chaffee, A.L., "Aminopropyl-functionalized mesoporous silicas as CO<sub>2</sub> adsorbents", *Fuel Process. Technol.*, **86**, 1435-1448 (2005).
- [4] Harlick, P.J.E., Sayari, A., "Applications of pore-expanded mesoporous silicas. 5. Triamine Grafted Material with Exceptional CO<sub>2</sub> Dynamic and Equilibrium Adsorption Performance", *Ind. Eng. Chem. Res.* **2007**, **46**, 446-458
- [5] Hoffman F., Cornelius M., Morell J., Froba M., "Silica-based mesoporous organic-inorganic hybrid materials", *Angew. Chem. Int. Ed.* **45** (2006) 3216 – 3251.
- [6] Rahman I.A., Jafarzadeh M., Sipaut C.S., "Synthesis of organo-functionalized nanosilica via a co-condensation modification using γ-aminopropyltriethoxysilane (APTES)", *Ceramics International* **35** (2009) 1883–1888
- [7] Lou L.L, Jiang S, Yu K, Gu Z, Ji R, Dong Y, Liu S, "Mesoporous silicas functionalized with aminopropyl via co-condensation: Effective supports for chiral Mn(III) salen complex", *Microporous and Mesoporous Materials* **142** (2011) 214–220

Diselenggarakan oleh:



Departemen Teknik Kimia  
Fakultas Teknik Universitas Indonesia

Didukung oleh:



# Pencangkakan Gugus Amine Pada Permukaan Silika Gel Dari Abu Bagasse Dengan Metode In-Situ

---

## ORIGINALITY REPORT

---

2%

SIMILARITY INDEX

2%

INTERNET SOURCES

0%

PUBLICATIONS

0%

STUDENT PAPERS

---

## PRIMARY SOURCES

---

1

[eprints.undip.ac.id](http://eprints.undip.ac.id)

Internet Source

2%

---

Exclude quotes On

Exclude matches < 2%

Exclude bibliography On