

**SILIKA DARIPADA SEKAM PADI MELALUI  
PENGEKSTRAKKAN PELARUT DAN KAEDAH  
SOL GEL**

**OLEH**

**JASON RAJAWAL ROBERT RAJA BIORAI**

**Disertai bagi memenuhi sebahagian daripada keperluan  
kursus KUT 309 - Projek Penyelidikan**

**Pusat Pengajian Sains Kimia  
Universiti Sains Malaysia  
Pulau Pinang**

**Februari 2000**

**ARKIB**

rb  
f QD3  
K4J39  
2000

## **DEDIKASI**

Khas untuk semua kaum keluarga saya dan sahabat handai yang telah memberikan sokongan moral. Terutama untuk ibu bapa saya , yang mengerti dan menolong menghabiskan projek penyelidikan ini.

## PENGHARGAAN

Setinggi-tinggi penghargaan dan terima kasih saya tujukan kepada Universiti Sains Malaysia terutama Pusat Pengajian Sains Kimia atas peluang yang diberikan kepada saya untuk mengikuti program Ijazah Sarjana Muda Sains ini.

Saya ingin mengucapkan jutaan terima kasih kepada penyelia utama, Dr. Farook Adam atas segala nasihat, tunjuk ajar dan bantuan yang tidak bernilai yang telah diberikan kepada saya bagi menjayakan penyelidikan ini. Selain itu, saya ingin mengucapkan terima kasih kepada pelajar sarjana iaitu Encik Ravendran diatas menolong saya semasa penyelidikan ini dijalankan.

Saya juga ingin mengambil kesempatan ini untuk merakamkan ucapan terima kasih kepada kakitangan teknikal terutama Encik Aw Yeong , Encik Oon Liang Gon dan Encik Kanthan yang telah membantu saya dalam menjayakan kajian ini. Selain itu saya ingin mengucapkan jutaan terima kasih kepada Syarikat Grase Davison dalam menganalisis menggunakan FLOWSORB II 2300 ke atas sampel saya tanpa sebarang bayaran. Selain itu saya ingin mengucapkan terima kasih kepada En. Annanda dari Pusat Teknologi Media kerana menolong mengambil gambar bagi sampel-sampel silika .

Akhir sekali saya ingin mengucapkan setinggi-tinggi terima kasih khasnya kepada ibubapa saya yang senantiasa memberi dorongan , semangat dan memahami kepentingan dan keutamaan saya untuk belajar.

## ABSTRAK

Kajian ini menunjukkan silika boleh diekstrak dari sekam padi dengan menggunakan kaedah pengekstrakkan pelarut. Takat optimum kemolaran natrium hidroksida ialah 1 M. Pada mulanya juga menunjukkan jisim silika yang diperolehi adalah lebih daripada 1.00 g bagi setiap 10.0 g sekam padi disebabkan oleh penggunaan radas berkaca. Selain itu, asid nitrik dan kloroform didapati tidak sesuai digunakan sebagai agen peluntur dalam kajian ini

Silika berwarna keputihan telah diperolehi dengan menggunakan hidrogen peroksida (30 %) sebagai agen peluntur. Jisim silika yang diperolehi ialah 0.42 g bagi setiap 10.0 g sekam padi. Luas permukaan spesifik paling besar bagi sampel silika yang diperolehi ialah  $473.02 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$ . Isotherma penjerapan nitrogen menunjukkan klasifikasi ke IV.

## ABSTRACT

This research shows that silica can be extracted from rice husk using solvent extraction method. The optimum concentration of sodium hydroxide was found to be 1 M and the silica sample weight obtained was more than 1.00 g for 10.0 g rice husk because of the use of glass lab ware. In addition, it was found nitric acid and chloroform was found to be not suitable as bleaching agent.

Silica that was white in colour was obtained when hydrogen peroxide ( 30 %) was used as the bleaching agent. The weight of silica obtained was 0.42 g for 10.0 g rice husk. The highest specific surface area was found to be  $473.02 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$ . The nitrogen adsorption isotherms can be classified as type VI.

# SENARAI KANDUNGAN

Muka Surat

TAJUK	i
DEDIKASI	ii
PENGHARGAAN	iii
ABSTRAK	iv
SENARAI KANDUNGAN	vi
SENARAI JADUAL	xi
SENARAI RAJAH	xii

## BAB 1: PENGENALAN

1.1. : PENDAHULUAN	1
1.2. : PENYELIDIKAN DALAM SEKAM PADI	1
1.3. : KOMPOSISI ELEMEN SEKAM PADI	2
1.3.1. : SELULOSA	3
1.3.2. : LIGNIN	3
1.3.3. : HEMISELULOSA	4
1.3.4. : SILIKA	4
1.4. : SILIKA SECARA AM	4
1.4.1. : JENIS-JENIS BENTUK SILIKA	5
1.4.1.1. : KRISTALIT SILIKA	5
1.4.1.2. : MIKROKRISTALIT SILIKA	5
1.4.1.3. : SILIKA BUKAN KRISTALIT	6
1.4.2. : STRUKTUR PERMUKAAN SILIKA	6
1.4.3. : PARAMETER STRUKTUR LIANG SILIKA	8
1.4.3.1. : DIAMETER LIANG SILIKA	9
1.4.3.2. : LUAS PERMUKAAN SPESIFIK SILIKA	10
1.4.3.3. : ISIPADU LIANG SILIKA	10

1.5. : CARA-CARA MENGEKSTRAKKAN SILIKA DARIPADA SEKAM PADI SEHINGGA SEKARANG	10
1.6. : PENGENALAN TEKNIK SOL GEL	11
1.6.1. : PROSES SOL GEL	12
1.6.2. : PENGGUNAAN KONSEP SOL GEL	12
1.7. : TEORI PENJERAPAN BET (FASA GAS)	13
1.7.1. : PENGIRAAN LUAS PERMUKAAN MELALUI KAEDAH BET	14
1.7.2. : KEWUJUDAN GELUNG HISTERESIS	15
1.7.3. : KLASFIKASI GELUNG HISTERESIS	16
1.8 : OBJEKTIF PENYELIDIKAN	17

## **BAB 2 : TATACARA**

2.1 : SEKAM PADI DARI KILANG-KILANG TEMPATAN	19
2.2 : PENYEDIAAN LARUTAN STOK UNTUK ANALISIS	20
2.2.1 : PENYEDIAAN LARUTAN NATRIUM HIDROKSIDA MENGIKUT KEMOLARAN	20
2.2.2 : PENYEDIAAN 500.0 ml 3.0 M ASID NITRIK	20
2.3 : SPEKTRUM INFRA MERAH BAGI SAMPEL-SAMPEL SILIKA DARI EKSPERIMEN I HINGGA EKSPERIMEN VIII	21
2.4: PENENTUAN LUAS PERMUKAAN SPESIFIK DENGAN MENGGUNAKAN ASAP 2000 BAGI SAMPEL SILIKA YANG DI DAPATI DARI EKSPERIMEN VI DAN VIII	21
2.4.1 : PROSEDUR POROSIMETER	21
2.5: PENENTUAN LUAS PERMUKAAN SPESIFIK DENGAN MENGGUNAKAN FLOWSORB II 2300 BAGI SAMPEL SILIKA YANG DI DAPATI DARI EKSPERIMEN VI, VII DAN VIII	22
2.5.1: TEKNIK ANALISIS FLOWSORB II 2300	22

2.6 :	PROSEDUR EKSPERIMEN I	23
2.7 :	PROSEDUR EKSPERIMEN II	24
2.8 :	PROSEDUR EKSPERIMEN III	25
2.9 :	PROSEDUR EKSPERIMEN IV	26
2.10 :	PROSEDUR EKSPERIMEN V	26
2.11 :	PROSEDUR EKSPERIMEN VI	27
2.12 :	PROSEDUR EKSPERIMEN VII	28
2.13 :	PROSEDUR EKSPERIMEN VIII	29
BAB 3 : KEPUTUSAN DAN PERBINCANGAN		
3.1 :	EKSPERIMEN I	31
3.1.1 :	ANALISIS SPEKTRUM INFRA MERAH BAGI EKSPERIMEN I	32
3.2 :	EKSPERIMEN II	39
3.2.1 :	ANALISIS SPEKTRUM INFRA MERAH BAGI EKSPERIMEN II	39
3.3 :	EKSPERIMEN III	41
3.3.1 :	ANALISIS SPEKTRUM INFRA MERAH BAGI EKSPERIMEN III	42
3.4 :	EKSPERIMEN IV	44
3.4.1 :	ANALISIS SPEKTRUM INFRA MERAH BAGI EKSPERIMEN IV	44
3.5 :	EKSPERIMEN V	45



3.5.1 : ANALISIS SPEKTRUM INFRA MERAH BAGI EKSPERIMEN V	46
3.6 : EKSPERIMEN VI	49
3.6.1: ANALISIS SPEKTRUM INFRA MERAH BAGI EKSPERIMEN VI	49
3.6.2 : ANALISIS LUAS PERMUKAAN DENGAN ASAP 2000	51
3.6.3 : ANALISIS LUAS PERMUKAAN DENGAN FLOWSORB II 2300	53
3.7 : EKSPERIMEN VII	54
3.7.1 : ANALISIS SPEKTRUM INFRA MERAH BAGI EKSPERIMEN VII	55
3.7.2 : ANALISIS LUAS PERMUKAAN DENGAN FLOWSORB II 2300	56
3.8 : EKSPERIMEN VIII	58
3.8.1 : ANALISIS SPEKTRUM INFRA MERAH BAGI EKSPERIMEN VIII	58
3.8.2 : ANALISIS LUAS PERMUKAAN DENGAN ASAP 2000	60
3.8.3 : ANALISIS LUAS PERMUKAAN DENGAN FLOWSORB II 2300	62
 BAB 4 : KESIMPULAN	
4.1 : KESIMPULAN	65
4.2 : CADANGAN	66
 RUJUKAN	68
 LAMPIRAN A1-A8	70-77

RINGKASAN EKSPERIMEN I	LAMPIRAN 1
RINGKASAN EKSPERIMEN II	LAMPIRAN 2
RINGKASAN EKSPERIMEN III	LAMPIRAN 3
RINGKASAN EKSPERIMEN IV	LAMPIRAN 4
RINGKASAN EKSPERIMEN V	LAMPIRAN 5
RINGKASAN EKSPERIMEN VI	LAMPIRAN 6
RINGKASAN EKSPERIMEN VII	LAMPIRAN 7
RINGKASAN EKSPERIMEN VIII	LAMPIRAN 8

## Senarai Jadual

	<b>Muka Surat</b>
Jadual 1.1 :	Komposisi didalam sekam padi mengikut peratus. 3
Jadual 3.1 :	Jisim sampel dan warna sampel bagi kemolaran 1 M, 2 M, 3 M, 4 M, 5 M, 6 M dan 7 M. 32
Jadual 3.2 :	Perbandingan jalur-jalur spektrum infra merah di antara silika dari eksperimen VI dan silika gel tulen. 50
Jadual 3.3 :	Nilai Luas Permukaan, purata isipadu liang dan purata diameter liang sampel silika dari eksperimen VI dan silika gel komersial (Trisyl 300) dengan menggunakan ASAP 2000. 52
Jadual 3.4 :	Perbandingan jalur-jalur spektrum infra merah di antara silika dari eksperimen VIII dan silika gel tulen. 59
Jadual 3.5 :	Nilai Luas Permukaan, purata isipadu liang dan purata diameter liang sampel silika dari eksperimen VIII dan silika gel komersial (Trisyl 300) dengan menggunakan ASAP 2000. 60
Jadual 3.6 :	Nilai luas permukaan spesifik bagi eksperimen VI, VII dan VIII dengan menggunakan FLOWSORB II 2300. 62
Jadual 4.1 :	Nilai Luas Permukaan, purata isipadu liang dan purata diameter liang sampel silika dari eksperimen 8 dan silika gel komersial (Trisyl 300). 65

## Senarai Rajah

	<b>Muka Surat</b>
Rajah 1.1 : Gambarajah bagi tiga jenis kumpulan silanol.	7
Rajah 1.2 : Gambarajah bagi tiga jenis kumpulan hidrosil.	8
Rajah 1.3 : Gambarajah distribusi saiz liang.	9
Rajah 1.4 : Lima jenis isoterma penjerapan.	14
Rajah 1.5 : Gelung histeresis untuk penjerapan secara fizikal.	16
Rajah 1.6 : Bentuk klasifikasi gelung histeresis.	17
Rajah 3.1 : Graf bagi jisim sampel melawan kemolaran natrium hidroksida.	32
Rajah 3.2 : Spektrum infra merah bagi silika gel komersial dan sampel-sampel silika yang didapati dari kemolaran 1 M, 2 M dan 3 M.	34
Rajah 3.3 : Spektrum infra merah bagi silika gel komersial , sampel-sampel silika yang didapati dari kemolaran 4 M, 5 M, 6 M dan 7 M.	35
Rajah 3.4 : Gambar bagi sampel silika dari kemolaran 1 M.	35
Rajah 3.5 : Gambar bagi sampel silika dari kemolaran 2 M.	36
Rajah 3.6 : Gambar bagi sampel silika dari kemolaran 3 M.	36
Rajah 3.7 : Gambar bagi sampel silika dari kemolaran 4 M.	37
Rajah 3.8 : Gambar bagi sampel silika dari kemolaran 5 M.	37
Rajah 3.9 : Gambar bagi sampel silika dari kemolaran 6 M.	38
Rajah 3.10 : Gambar bagi sampel silika dari kemolaran 7 M.	38
Rajah 3.11 : Spektrum sampel silika dari eksperimen II.	40
Rajah 3.12 : Gambar sampel silika dari eksperimen II.	41
Rajah 3.13 : Spektrum sampel silika dari eksperimen III.	43

Rajah 3.14 :	Gambar bagi sampel silika dari eksperimen III.	43
Rajah 3.15 :	Spektrum sampel silika dari eksperimen IV.	45
Rajah 3.16 :	Gambar bagi sampel silika dari eksperimen IV.	46
Rajah 3.17 :	Spektrum sampel silika dari eksperimen V.	48
Rajah 3.18 :	Gambar bagi sampel silika dari eksperimen V.	48
Rajah 3.19 :	Spektrum infra merah bagi sampel silika didapati dari eksperimen VII dan spektrum infra merah bagi silika gel tulen.	53
Rajah 3.20 :	Gambar sampel silika dari eksperimen VI.	54
Rajah 3.21 :	Spektrum infra merah bagi silika didapati dari eksperimen VII.	57
Rajah 3.22 :	Gambar sampel silika dari eksperimen VII.	57
Rajah 3.23 :	Spektrum infra merah bagi sampel silika didapati dari eksperimen VIII.	63
Rajah 3.24 :	Spektrum infra merah bagi silika gel tulen.	63
Rajah 3.25 :	Gambar sampel silika dari eksperimen VIII	64
Rajah A-1 :	Isoterma penjerapan BET untuk sampel silika dari eksperimen VI.	70
Rajah A-2 :	Isoterma BET Linear untuk sampel silika dari eksperimen VI.	71
Rajah A-3 :	Taburan isipadu liang lawan diameter liang untuk penjerapan keatas sampel silika dari eksperimen VI.	72
Rajah A-4 :	Taburan isipadu liang lawan diameter liang untuk nyahjerapan keatas sampel silika dari eksperimen VI.	73
Rajah A-5 :	Isoterma penjerapan BET untuk sampel silika dari eksperimen VIII.	74
Rajah A-6 :	Isoterma BET Linear untuk sampel silika dari eksperimen VIII.	75

- Rajah A-7 : Taburan isipadu liang lawan diameter liang untuk penjerapan keatas sampel silika dari eksperimen VIII. 76
- Rajah A-8 : Taburan isipadu liang lawan diameter liang untuk nyahjerapan keatas sampel silika dari eksperimen VIII. 77

## BAB 1 : PENGENALAN

### 1.1 PENDAHULUAN

Sekam padi merupakan bahan buangan yang paling banyak dan kurang penting dikebanyakan negara. Sekam padi menyumbang 20 % daripada berat padi [1]. Sekam padi yang tiada nilai kualiti menimbulkan banyak masalah pencemaran. Bagi mengatasi masalah ini, kilang-kilang beras membakar sekam padi. Pembakaran sekam padi secara terbuka menimbulkan lebih banyak masalah pencemaran udara kerana abu sekam padi mempunyai kandungan silika yang tinggi iaitu 95% [1].

Selain itu kawasan persekitaran menjadi berkabus sehingga mengganggu penglihatan penduduk-penduduk tempatan yang tinggal berhampiran dengan kawasan tersebut. Menurut laporan Sacher [2], Sharma dan Wendell [3], penyakit silicosis atau radang paru-paru berpunca daripada abu silika yang disedut secara berterusan. Pembakaran sekam padi juga menyebabkan suhu di sekeliling menjadi lebih panas dan seterusnya mengganggu keseimbangan flora dan fauna tempat itu. Oleh itu pelbagai kajian telah dibuat agar sekam padi boleh digunakan dalam bidang-bidang lain.

### 1.2 PENYELIDIKAN DALAM SEKAM PADI

Ahli-ahli saintis telah membuat beberapa kajian tentang penggunaan sekam padi. Mereka mendapati bahawa sekam padi dapat digunakan dalam beberapa bidang. Antaranya ialah sebagai sumber karbon yang dapat digunakan dalam bidang penyediaan

asid asetik [4]. Sekam padi dihidrolisis dalam keadaan asid sulfurik(1.5%) pada suhu 121°C selama sejam untuk menghasilkan 75% gula penurun. Gula penurun ini digunakan oleh sejenis bakteria yang dipanggil *Clostridium thermoacetium* dalam pengeluaran asid asetik [4].

Sekam padi boleh dicampur dengan habuk papan dalam pembuatan bahan-bahan pembinaan bangunan seperti 'ceiling lines' dan 'partition boards'. Sekam padi adalah sesuai dalam bidang pembinaan kerana ianya murah sekali dan menurunkan kos pembinaan dan mengurangkan masalah pencemaran [5]. Ia juga digunakan sebagai penyediaan berbagai jenis zeolite [6]. Contohnya silika daripada sekam padi boleh menjadi bahan pemula bagi HZSM-5. HZSM-5 adalah sejenis zeolite yang disediakan daripada silika.

Sekam padi digunakan dalam industri tekstil sebagai agen penjerapan kerana mempunyai ciri-ciri penjerapan yang baik [7]. Silika daripada sekam padi juga dapat digunakan dalam pembuatan SiC dan sialon [8].

### 1.3 KOMPOSISI ELEMEN SEKAM PADI

Sekam padi mempunyai komponen-komponen seperti lignin, selulosa, hemiselulosa dan silika [8]. Peratus silika ini bergantung dengan jenis cuaca dan kedudukan geografi. Data yang ditunjukkan di dalam Jadual 1.1 ialah peratus komposisi untuk sekam padi yang diambil dari Seberang Prai, Butterworth. Secara keseluruhan



peratus selulosa, lignin dan hemiselulosa adalah 75%, kandungan silika ialah 15% dan selebihnya ialah wap air dan logam oksida seperti aluminium oksida, magnesium oksida dan kalsium oksida.

Jadual 1.1 : Komposisi didalam sekam padi mengikut peratus [8].

KOMPONEN	PERATUS %
Silika	15.05
Selulosa	32.24
Hemiselulosa	21.34
Lignin	21.44

### 1.3.1 SELULOSA

Komponen utama dalam sekam padi ialah selulosa. Ia tidak larut dalam air dan tidak mempunyai rasa [9]. Selain itu ia mempunyai berat molekul yang tinggi. Selulosa yang terbentuk dalam sekam padi mempunyai struktur  $\alpha$ -selulosa [10].

### 1.3.2 LIGNIN

Lignin adalah suatu bahan yang dijumpai di antara selulosa dan hemiselulosa. Fungsi utama lignin ialah memberi sokongan kepada sel tumbuhan dan sebagai tempat takungan bahan-bahan buangan metabolisme. Ia juga menghalang serangan mikrob [11].

### 1.3.3 HEMISELULOSA

Hemiselulosa ialah suatu bahan yang tersebar di dalam bahagian tumbuhan yang bergabung dengan selulosa serta berpaut silang dengan lignin di dalam lignoselulosa. Heteropolimer D-xilosa, D-arabinosa, D-manosa, D-glukosa, D-galaktosa dan asid D-glukuronik merupakan kandungan hemiselulosa [12].

### 1.3.4 SILIKA

Menurut Shonichi Yoshida [13] kandungan silika adalah tinggi di dalam sekam padi kerana silikon mempunyai tiga fungsi yang penting dalam padi iaitu a) menguatkan struktur daun, b) meningkatkan imuniti terhadap serangga, kulat dan c) memastikan keseimbangan air dalam padi. Selepas itu kajian Yoshida [13] dan Thomas [14] melaporkan bahawa kebanyakan silika diletakkan pada epidermis luar sekam padi dan juga memenuhi ruang antara sel epidermis. Sharma *et. al.* [15] melaporkan bahawa kebanyakan silika berpusat di kawasan berbonggol (protubulence) dalam sekam padi. Kawasan ini adalah disebabkan oleh kesan-bayangan yang disebabkan oleh struktur semulajadi sekam padi. Kajian silika ini dibuat dengan analisis Kaedah Analisis Tenaga Penyebaran Sinar-X (EDAX).

### 1.4 SILIKA SECARA AM

Silikon merupakan unsur yang penting, paling banyak dan mudah didapati. Apabila silikon bergabung dengan dua atom oksigen ia membentuk satu sebatian

yang dikenali sebagai silikon dioksida,  $\text{SiO}_2$ . Saling gabungan  $\text{SiO}_2$  untuk membentuk struktur gergasi di panggil silika. Silika ialah sebatian polimorphic yang dapat berubah kepada beberapa bentuk walaupun mempunyai formula empirik yang sama [16].

#### **1.4.1 JENIS-JENIS BENTUK SILIKA**

##### **1.4.1.1 KRISTALIT SILIKA**

Silika wujud dalam pelbagai bentuk kristalit dalam keadaan amorfus dan cecair [16]. Disebabkan bentuk silika berubah dengan suhu, maka terdapat tiga jenis bentuk silika mengikut suhu tertentu. Pada suhu kurang dari  $870\text{ }^\circ\text{C}$  ia dipanggil quartz, manakala tridimite adalah di antara suhu  $870\text{ }^\circ\text{C}$  hingga  $1470\text{ }^\circ\text{C}$  dan akhir sekali ialah kristobalit yang wujud pada suhu lebih daripada  $1723\text{ }^\circ\text{C}$ .

##### **1.4.1.2 MIKROKRISTALIT SILIKA**

Silika yang wujud dalam keadaan ini senang didapati di permukaan bumi. Contohnya seperti 'flint' dan 'chert'. Tempoh geologi yang panjang dan kepadatan atau tekanan yang tinggi diperlukan agar silika boleh wujud dalam keadaan amorfus [16].

### **1.4.1.3 SILIKA BUKAN KRISTALIT**

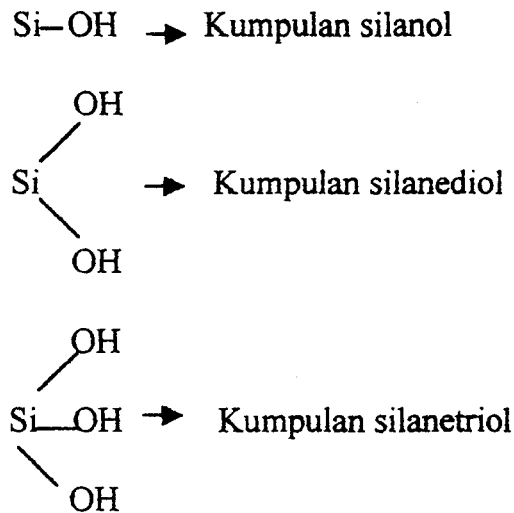
Jenis silika ini sangat penting kerana banyak digunakan dalam kajian penjerapan contohnya seperti silika kaca dan silika amorfus [17]. Silika kaca adalah cecair silika sejuklampau yang dihasilkan dari penyejukan silika kristalit. Silika amorfus mempunyai dua bentuk iaitu silika gel dan silika sol. Penyediaan kedua-kedua bentuk ini adalah berbeza [17]. Silika sol selalunya dipanggil silika koloid yang mempunyai luas permukaan yang tinggi. Silika sol disediakan dengan mengalir ion hidrogen penukar resin keatas larutan natrium silikat. Apabila ion natrium diekstrak keluar, larutan silikat ini menjadi tidak stabil dan mengalami proses pempolimeran.

Gel silika boleh terbahagi kepada tiga jenis iaitu hidrogel, xerogel dan aerogel. Penyediaan gel silika ialah dengan mengasidkan larutan pekat natrium silikat [16]. Silika gel juga boleh disedia dengan hidrolisis atau polikondensasi silikon alkoksida; contohnya tetraetilorthosilikat dan proses ini dipanggil sol-gel [16].

### **1.4.2 STRUKTUR PERMUKAAN SILIKA**

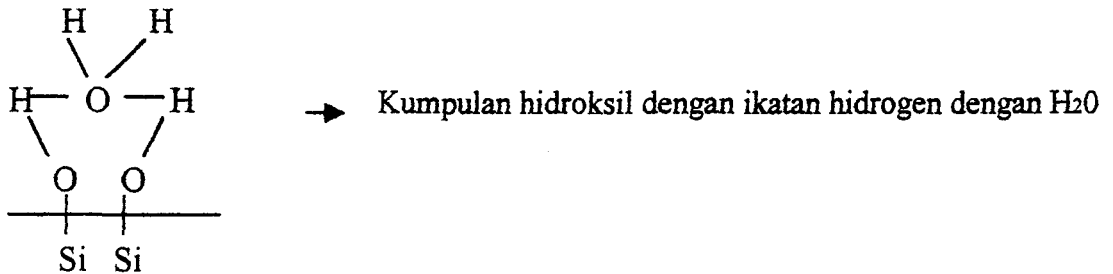
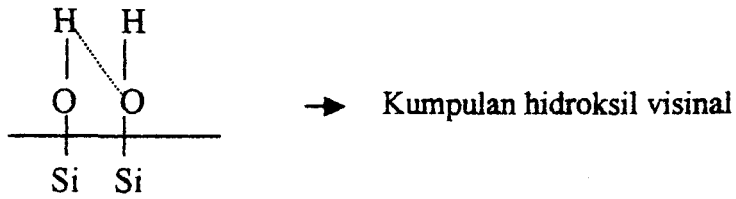
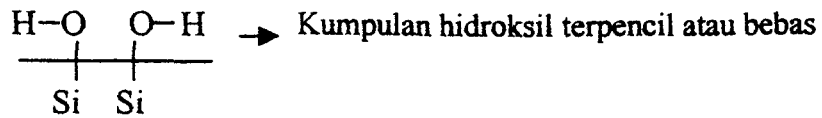
Secara teori terdapat tiga jenis kumpulan hidroksil dalam silika. Jenis kumpulan pertama ialah kumpulan silanol iaitu hanya satu molekul hidroksil

terikat dengan silikon. Manakala jenis kumpulan kedua dan ketiga ialah ikatan dua atau tiga hidroksil dengan silikon [18]. Rajah 1.1 menunjukkan gambarajah bagi tiga jenis kumpulan hidroksil ini.



Rajah 1.1 : Gambarajah bagi tiga jenis kumpulan.

Pada amnya kumpulan silanediol tidak wujud pada permukaan silika. Anggapan telah dibuat bahawa kumpulan hidroksil wujud secara bebas atau secara hidroksil yang terpencil dalam kristal silika. Jika permukaan silika itu beramorfus, ikatan hidrogen terbentuk dengan dua cara iaitu hidroksil yang terpencil dan kumpulan hidroksil visinal [18]. Rajah 1.2 menunjukkan gambarajah bagi tiga jenis kumpulan hidroksil.



Rajah 1.2 : Gambarajah bagi tiga jenis kumpulan hidrosil.

### 1.4.3 PARAMETER STRUKTUR LIANG SILIKA

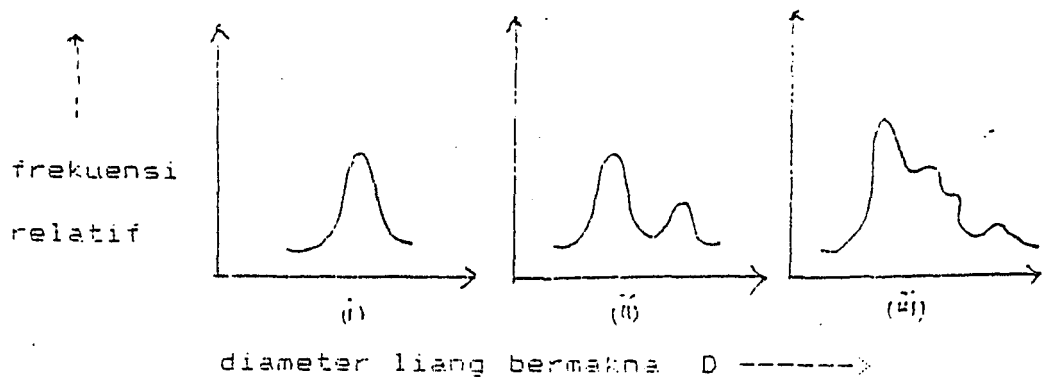
Struktur liang silika dapat dicirikan kepada beberapa parameter iaitu diameter liang  $D$ , luas permukaan spesifik  $S$ , dan isipadu liang spesifik  $V$ .

### 1.4.3.1 DIAMETER LIANG, D

Menurut kerja Dubinin [19], beliau telah mengklasifikasi saiz liang kepada tiga jenis liang:

- $D < 2 \text{ nm}$  → mikroliang
- $2 \text{ nm} < D < 50 \text{ nm}$  → mesoliang
- $D > 50 \text{ nm}$  → makroliang

Taburan saiz terbahagi kepada tiga jenis iaitu a) homogeneous b) bimodal dan c) heterogeneous. Ini dapat digambarkan seperti berikut: Rajah 1.3 menunjukkan gambarajah taburan saiz liang.



Rajah 1.3 : Gambarajah taburan saiz liang (a) homogeneous, (b) bimodal dan (c) heterogeneous.

### 1.4.3.2 LUAS PERMUKAAN SPESIFIK, S

Luas permukaan spesifik pepejal porous bersamaan dengan jumlah luas permukaan dalaman dan luaran. Luas permukaan luaran adalah bersamaan dengan permukaan geometri pepejal porous per gram. Manakala bagi luas permukaan dalaman adalah setara dengan dinding liang dan bukan bagi liang yang tertutup. Luas permukaan dalaman adalah lebih besar daripada luas permukaan luaran bagi silika berporos. Hubungan luas permukaan spesifik dan diameter adalah berkadar songsang.

### 1.4.3.3 Isipadu Liang Silika, V

Isipadu liang spesifik ialah jumlah isipadu di dalam liang tersebut. Ini bergantung kepada bentuk liang tersebut. Selalunya liang yang berbentuk seperti botol dakwat mempunyai isipadu liang spesifik yang besar [18].

## 1.5 CARA-CARA MENGEKSTRAKKAN SILIKA DARIPADA SEKAM PADI SEHINGGA SEKARANG.

Menurut Borthakur dan Saikia, silika aktif dapat disediakan daripada sekam padi dengan melarut dalam pelarut inorganik pada 100 °C diantara 10 min hingga 12 jam [20]. Selepas itu, sekam padi dituras, dikering dan dibakar pada suhu 750 °C. Pada tahun 1981 Reddy *et al* [21] menunjukkan bahawa silika dapat diekstrakkan daripada sekam padi. Mereka mencadangkan bahawa sekam padi dibakar pada suhu 750 °C untuk mendapat



abu yang dipercayai mempunyai 90% silikon oksida. Selepas itu, abu dilarutkan dalam kalium hidroksida pada 105 °C selama 7 minit. Mereka juga melaporkan bahawa larutan natrium hidroksida adalah lebih baik daripada kalium hidroksida.

Acharya dan rakannya [22] telah melaporkan bahawa silika yang mempunyai ketulenan yang tinggi dapat disediakan daripada sekam padi. Mereka telah membakar sekam padi pada suhu 300°C hingga 600 °C dan melarutresap dengan abu tersebut dengan asid hidroklorik. Selepas itu, ia dibasuh dengan air suling untuk menetralkan hasil tersebut. Pada tahun 1986, Riveros mendapat silika yang mempunyai ketulenan yang tinggi dari sekam padi [23]. Untuk mendapat ketulenan yang tinggi beberapa faktor yang perlu diambil kira iaitu masa optimum, jumlah bilangan kitaran, pembasuhan sekam padi, suhu persekitaran dan kepekatan larutan.

## 1.6 PENGENALAN TEKNIK SOL GEL

Kajian tentang penyelidikan sol gel mendapat perhatian saintis seramik dan kaca. Perkataan sol gel merujuk kepada penyediaan kaca yang tidak melibatkan peleburan. Sol ialah penyerakan koloid di dalam cecair. Manakala koloid telah didefinisikan sebagai zarah-zarah pepejal yang berdiameter di antara 10-1000 angstrom. Apabila kelikatan sol telah mencapai takat optimum maka suatu bahan tegar terbentuk. Bahan tegar ini dikenali sebagai gel [25].

Gel terbahagi kepada dua sistem iaitu sol berkoloid dan sol bermakromolekul. Sol berkoloid ialah penyerakan stabil zarah pepejal didalam cecair. Manakala bagi sol bermakromolekul terbentuk dari hasil hidrolisis alkoksida logam [26].

### 1.6.1 PROSES SOL-GEL

Proses sol-gel melibatkan lima peringkat iaitu hidrolisis, kondensasi, pembentukan gel dan pengeringan gel dan peringkat akhir ialah pengkalsinan iaitu untuk mendapat gel. Kelima-lima peringkat ini bergantung kepada beberapa faktor iaitu a) nisbah air kepada alkoksida. b) suhu, tekanan, pH dan tegangan permukaan pada medium cecair yang dikeluarkan dari liang semasa pengewapan. c) Nilai pH, kepekatan garam dan suhu semasa pertumbuhan gel. d) Kepekatan zarah awal dalam larutan dan akhir sekali ialah jenis mangkin yang digunakan [25].

### 1.6.2 PENGGUNAAN KONSEP SOL GEL

Konsep sol gel digunakan dalam banyak bidang contohnya seperti dalam bidang kolum kromatografi gel silika berfungsi sebagai agen penjerapan berpilihan[27]. Silika gel dipilih kerana mempunyai taburan saiz butiran yang kecil agar dapat menghasilkan puncak tajam di spektrum kromatografi. Selain itu gel silika digunakan sebagai penapis penyokong mangkin dan penyokong molekul organik [18]. Manakala silika hidrogel digunakan dalam bidang penyuling minyak untuk penjerapan fosfolipid, logam dan sabun [25]. Kekuatan penjerapan bergantung kepada penghidrogen zat penjerap.

Gel silika juga digunakan dalam bidang industri penyalutan dan cat untuk mengurangkan lapisan yang berkilat [25]. Saiz butiran dan darjah penukaran gel silika adalah penting dalam bidang ini. Selain itu silika hidrogel dengan campuran alumina

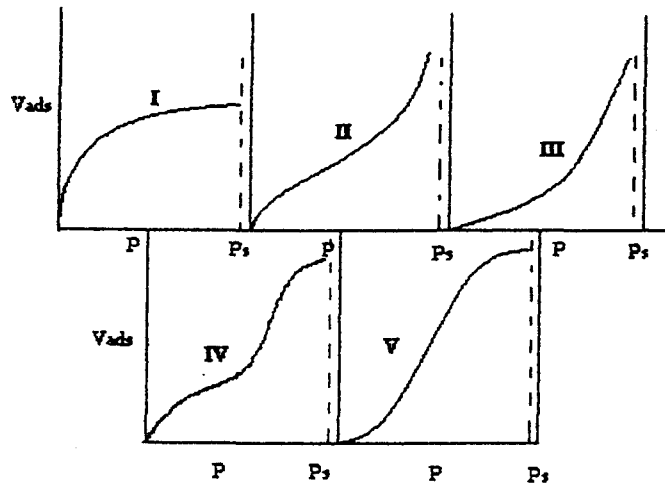
dapat digunakan dalam proses penulenan minyak masak bagi memanjangkan jangka hayat sekali gus meningkatkan kualiti minyak masak tersebut [28].

Kajian kaedah sol gel ini juga telah memberikan suatu pendekatan yang paling baru iaitu dalam penyelidikan kaca dan seramik seperti silika zirkonia dan silika titania. Selain itu kaedah ini banyak digunakan untuk mengkaji gel tak organik termasuk silika dan gel silikat. Dalam penyelidikan saya ini, silika didapati dalam bentuk gel.

### **1.7 TEORI PENJERAPAN BET (FASA GAS)**

Model teori penjerapan fassa gas BET diperkembangkan oleh Brunauer *et al.* pada tahun 1938 [29]. Mengikut teori ini proses penjerapan dalam fasa gas membentuk multilapisan. Penjerapan multilapisan dianggap akan berlaku di atas molekul-molekul bahan penjerap yang telah terjerap terlebih dahulu. Di samping itu, terdapat lima jenis isoterma penjerapan yang dikenalpasti berlaku dalam penjerapan fasa gas. Kelima-lima klasifikasi isoterma tersebut ditunjukkan dalam Rajah 1.4.

Teori penjerapan BET menerangkan proses penjerapan pada permukaan secara kinetik. Kadar pengkondensasian permukaan luar penjerap dianggap sama dengan kadar penyejatan lapisan pertama permukaan. Maka penerbitan persamaan BET telah menggunakan konsep ini sebagai asas permulaan



Rajah 1.4 : Lima jenis isoterma penjerapan.

### 1.7.1 PENGIRAAN LUAS PERMUKAAN MELALUI KAEDAH BET

Persamaan linear BET di beri dalam persamaan ( 1.1 ).

$$\frac{P}{V(P_0 - P)} = \frac{1}{V_m C} + \frac{(C - 1)P}{V_m C P_0} \quad (1.1)$$

Di mana:  $V$  = Isipadu zat penjerap pada keseimbangan ( $\text{cm}^3 \text{g}^{-1}$  STP)

$V_m$  = Isipadu zat penjerap yang diperlukan untuk membentuk ekalapisan ( $\text{cm}^3 \text{g}^{-1}$  STP)

$C$  = pemalar

$P$  = tekanan keseimbangan (mm Hg)

$P_0$  = tekanan wap bahan penjerap (mmHg)

Graf  $P/V (P_0 - P)$  terhadap  $P/P_0$  diplot dengan menggunakan data-data penjerapan gas nitrogen. Dari graf garis lurus yang diplot nilai pintasan  $1/V_m C$  dan kecerunan diperolehi serta digunakan dalam pengiraan luas permukaan,  $S_{BET}$  [29]:

$$S_{BET} (m^2/g) = V_m A_m N \cdot 10^{-18} \quad (1.2)$$

Di mana:  $A_m$  = luas keratan rentas molekul nitrogen ( $nm^2$ )

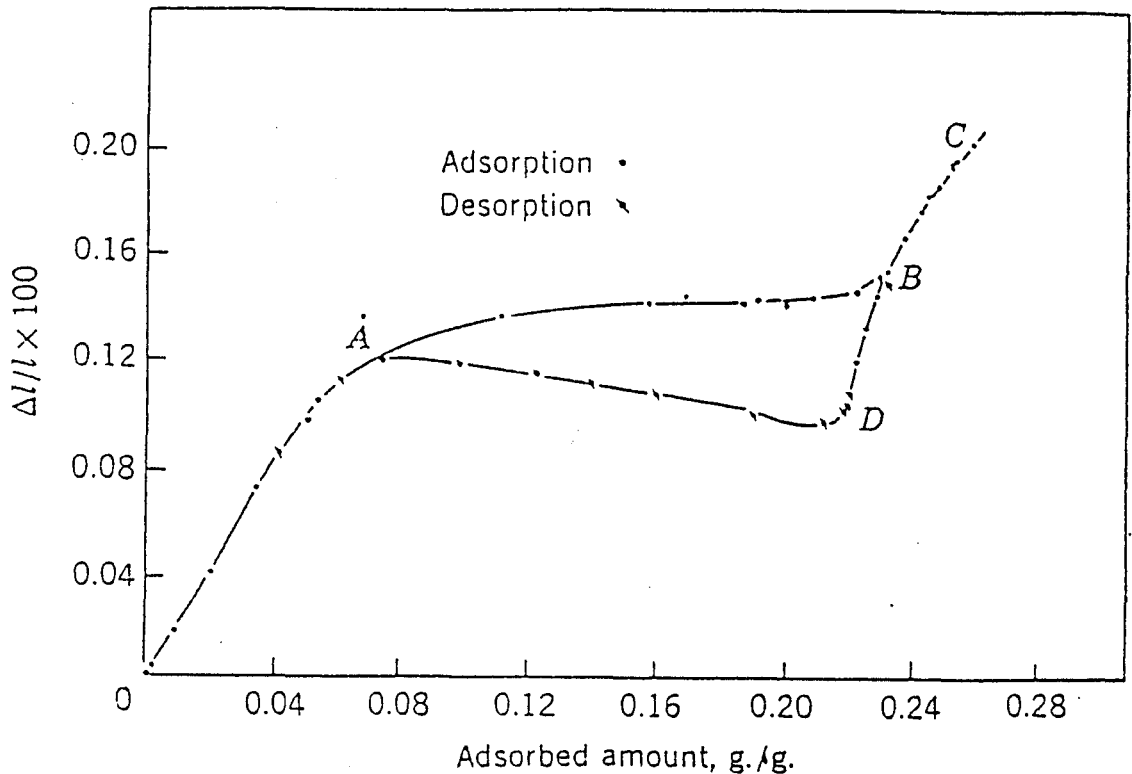
$N$  = Nombor Avogadro

Selain itu, graf isipadu gas nitrogen terjerap per gram zat penjerap ( $V_{ads} / ml g^{-1}$ ) terhadap tekanan relatif ( $P/P_0$ ) juga boleh diplot untuk mengetahui bentuk isoterma yang terbentuk.

### 1.7.2 KEWUJUDAN GELUNG HISTERESIS.

Menurut Bemmelen fenomena gelung histeresis adalah biasa dalam kajian isoterma penjerapan. Secara teori gelung histeresis terbentuk apabila proses nyahjerapan tidak mengikuti jejak keterbalikkan proses penjerapan. Walaupun terdapat beberapa konsep mengilustrasikan fenomena histeresis tetapi hanya konsep kesan pembasahan Zsigmody [30] adalah yang paling sesuai. Menurutnya, semasa penjerapan, liang pada permukaan penjerap akan terisi sepenuhnya dengan zat penjerap membentuk meniskus.

Apabila nyahjerapan berlaku, tekanan menjadi semakin berkurangan menyebabkan tarikan terhadap meniskus pembersihan. Pada masa yang sama benda asing dalam atmosfera akan mengikat zat penjerap di atas penjerap dengan kuat. Jadi nilai zat penjerap semasa tidak sama dengan nilai zat terbebas dari permukaan penjerap dalam proses penyahjerapan. Rajah 1.5 menunjukkan keadaan histeresis yang biasa di temui dalam penjerapan fizikal.

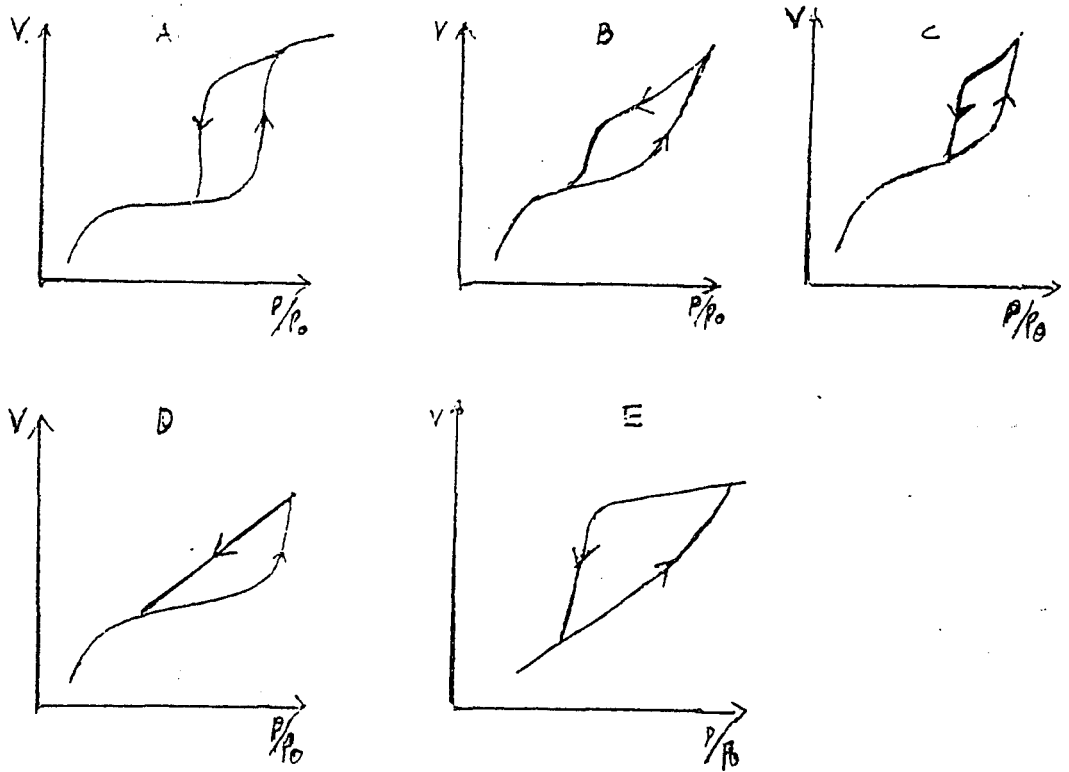


Rajah 1.5 : Gelung histeresis untuk penjerapan secara fizikal.

### 1.7.3 KLASIFIKASI GELUNG HISTERESIS.

De boer telah mengkelaskan bentuk histeresis kepada lima jenis umum. Kelima-lima jenis ini memudahkan perangkapan idea tentang bentuk dan struktur sistem liang

pada permukaan [Gregg]. Rajah 1.6 menunjukkan gelung klasifikasi gelung histeresis yang dicadangkan oleh De Boer.



Rajah 1.6 : Bentuk klasifikasi gelung histeresis.

## 1.8 OBJEKTIF PENYELIDIKAN

Penyelidikan ini bertujuan untuk mendapat silika tanpa melibatkan pembakaran sekam padi. Ini merupakan lanjutan daripada kajian Kamath dan Proctor [27]. Oleh sebab kajian Kamath dan Proctor menggunakan tenaga terma yang banyak untuk mendapat abu sekam padi, projek ini telah menunjukkan bahawa penyelidikan ini dapat menjimatkan tenaga elektrik dan risiko penyakit paru-paru .

Selain itu kajian sampingan dilakukan untuk mendapat agen peluntur yang dapat meluntur warna silika dari warna keperangan atau coklat kepada warna keputihan.



## BAB 2 : TATACARA

### 2.1 SEKAM PADI DARI KILANG-KILANG TEMPATAN.

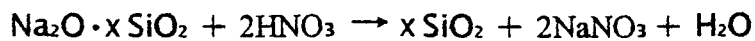
Sekam padi yang digunakan dalam kajian ini diambil dari Seberang Prai, Pulau Pinang. Mula-mula sekam padi di cuci dengan air paip sebanyak lima kali untuk mengeluarkan kekotoran pada sekam padi. Ini kerana kita perlu mengasingkan tangkai sekam padi daripada sekam padi. Selepas itu, sekam padi dicuci dengan air suling. Hanya sekam padi yang berada di bawah tabung cuci digunakan di dalam penyelidikan ini. Ini adalah untuk mendapat sekam padi yang mempunyai komposisi dan ketumpatan yang sama [31].

Kesemua eksperimen yang dijalankan melibatkan pengekstrakkan pelarut. Terdapat tiga proses iaitu pengekstrakkan silika daripada sekam padi, tindakbalas peneutralan dengan menggunakan asid dan proses sol-gel. Silika diekstrak daripada sekam padi dengan menggunakan larutan natrium hidroksida. Persamaan tindak balas ialah



Dimana  $x$  ialah nilai nisbah di antara  $\text{SiO}_2$  dan  $\text{Na}_2\text{O}$  dalam natrium silikat [24].

Dalam tindak balas peneutralan, natrium silikat bertindak balas dengan asid nitrik sehingga pH neutral. Persamaan tindak balas ialah;



Selepas pentitratan, ia disimpan mengikut jangka masa tertentu untuk membentuk gel.

## **2.2 PENYEDIAAN LARUTAN STOK UNTUK ANALISIS.**

### **2.2.1 PENYEDIAAN LARUTAN NATRIUM HIDROKSIDA MENGIKUT KEMOLARAN.**

Sebanyak 8.0g pepejal natrium hidroksida dilarutkan dengan 250.0 ml air suling dengan menggunakan kelalang volumetrik 250 ml bagi penyediaan 1 M natrium hidroksida. Langkah penyediaan bagi kemolaran yang lain adalah sama kecauli berat pepejal natrium hidroksida mestilah bersesuaian dengan kemolaran yang dikehendaki. Pastikan penyimpanan natrium hidroksida didalam kelalang volumetrik kaca dielakkan. Sebaliknya ia harus disimpan di dalam menggunakan kelalang volumetrik plastik kerana natrium hidroksida dapat menghakis silika dari radas yang berkaca.

### **2.2.2 PENYEDIAAN 500.0 ML 3.0 M ASID NITRIK.**

Penyediaan 3.0 M asid nitrik ialah dengan mencairkan 15.4 M asid nitrik pekat (LR). Dalam kelalang volumetrik 500 ml, tuangkan 200.0 ml air suling dan secara perlahan tuangkan isipadu sebanyak 97.0 ml dari 15.4 M asid nitrik pekat ke dalamnya dan jadikan sehingga isipadunya 500.0 ml.

### **2.3 SPEKTRUM INFRA MERAH BAGI SAMPEL-SAMPEL SILIKA DARI EKSPERIMEN I HINGGA EKSPERIMEN VIII.**

Teknik piring KBr digunakan bagi mengambil spektrum infra merah sampel silika gel komersial dan sampel silika dari eksperimen I, II, III, IV, V, VI, VII dan VIII. Kesemua sampel tersebut dikeringkan pada suhu 110 °C selama 2 jam dan disejukkan di dalam balang pengering sebelum spektrum infra merah di ambil. Alat infra merah yang digunakan ialah Model FT-IR Perkin Elmer System 2000.

### **2.4 PENENTUAN LUAS PERMUKAAN SPESIFIK DENGAN MENGGUNAKAN ASAP 2000 BAGI SAMPEL SILIKA YANG DIDAPATI DARI EKSPERIMEN VI DAN VIII.**

Sampel silika yang di dapati dari eksperimen VI dan VIII dicirikan dengan menggunakan porosimeter. Alat porosimeter yang telah digunakan adalah Micromeritics ASAP 2000 (Accelerated Surface Area And Porosimetry System ) Micromeritics

Instrument Corporation, Norcross, Germany. Teknik penjerapan gas nitrogen menggunakan konsep Brunauer, Emmett dan Teller [29] atau dikenali dengan singkatan BET dijalankan pada suhu 77 K ke atas sampel silika dari eksperimen VI dan VIII.

#### **2.4.1 PROSEDUR POROSIMETER.**

Di dalam kaedah porosimetri, sampel-sampel dikeringkan pada suhu 110 °C terlebih dahulu. Selepas itu, sampel dimasukkan ke dalam sel porosimetri yang bersih serta yang telah ditimbang beratnya. Sel yang mengandungi sampel disambung kepada alat porosimetri dan mula dinyah gas dalam vakum selama 24 jam. Selepas itu, sel porosimetri ditimbang untuk mengetahui jisim silika dan disambung kepada saluran alat porosimetri. Pada masa ini suhu dinaikkan secara perlahan-lahan sehingga mencapai 110 °C iaitu suhu pengaktifan sampel pada tekanan rendah. Gas nitrogen dilalukan ke sel sampel dan segala bacaan perubahan tekanan akan direkodkan oleh komputer secara automatik [32].

#### **2.5 PENENTUAN LUAS PERMUKAAN SPESIFIK DENGAN MENGGUNAKAN FLOWSORB II 2300 UNTUK SAMPEL SILIKA DARI EKSPERIMEN VI, VII DAN VIII.**

Sampel silika dari eksperimen VI, VII dan VIII telah di hantar ke Grace Davison di Gembek, Pahang. Alat yang digunakan ialah FLOWSORB II 2300, Micromeritics

Instrument Corporation, Norcross, Germany. Teknik yang digunakan ialah pengaliran gas secara berterusan ke atas sampel pada tekanan atmosfera [33].

### **2.5.1 TEKNIK ANALISIS FLOWSORB II 2300**

Sebelum menggunakan Flowsorb II 2300, sampel-sampel perlu dikering pada suhu 200 °C. Selepas itu sampel di letak di dalam tiub sampel dan gas dilalukan ke dalam tiub sampel, Selalunya campuran gas 30% nitrogen dan 70 % helium digunakan bagi analisis mencari luas permukaan spesifik. Penjerapan ke atas sampel di analisis oleh alat dikenali sebagai pengesan konduktiviti terma (TCD). Selepas gas dialirkan ke dalam tiub sampel, suhu sampel dikurangkan untuk menggalakkan proses penjerapan dan sebarang perubahan dalam konduktiviti terma akan dicatat sebagai penjerapan.

### **2.6 PROSEDUR EKSPERIMEN I.**

Sebanyak 10.0 g sekam padi ditimbang dan 200.0 ml 1 M natrium hidrosida disediakan. Selepas itu 10.0 g sekam padi dimasukkan ke dalam bikar yang mengandungi 200.0 ml 1 M natrium hidrosida dan dipanaskan secara sekata dengan menggunakan magnet selama 30 minit. Selepas 30 minit campuran sekam padi dan natrium hidrosida dituras dan dibasuh dengan 250.0 ml air panas. Penurasan dilakukan dengan menggunakan penuras vakum dan corong bersinter. Hasil turasan disimpan dan baki turasan dibuang. Hasil turasan disejukkan kepada suhu bilik. Hasil turasan itu dititrat dengan 3.0 M asid nitrik sehingga pH 7. Semasa pentitratan, larutan dikacau dengan

sekata dengan menggunakan magnet. Hasil titrat disimpan selama 18 jam pada suhu bilik. Selepas 18 jam hasil titrat dicuci dengan air suling secara penyingkiran larutan secara penyirangan. Selepas itu hasil titrat itu diturunkan dengan menggunakan penuras vakum dan corong bersinter.

Hasil turasan dibuang dan baki turasan disimpan didalam oven selama 6 jam. Selepas 6 jam sampel ditimbang dan dianalisis dengan mengambil FTIR. Analisis FTIR adalah untuk membezakan silika gel komersial dengan silika yang dapat dari tatacara ini. Langkah-langkah ini diulangi bagi kemolaran natrium hidrosida 2 M, 3 M, 4 M, 5 M, 6 M dan 7 M. Rujuk lampiran 1 untuk ringkasan eksperimen I.

## **2.7 PROSEDUR EKSPERIMEN II .**

Sebanyak 10.0 g sekam padi ditimbang dan 200.0 ml 5.0 M natrium hidrosida disediakan. Selepas itu 10.0 g sekam padi dimasukkan kedalam bikar yang mengandungi 200 ml 1 M natrium hidrosida dan dipanaskan secara sekata dengan menggunakan magnet selama 30 minit. Selepas 30 minit campuran sekam padi dan natrium hidrosida dituras dan dibasuh dengan 250.0 ml air panas. Penurasan dilakukan dengan menggunakan penuras vakum dan corong bersinter. Hasil turasan disimpan dan baki turasan dibuang. Hasil turasan disejukkan pada suhu bilik. Hasil turasan dititrat dengan 3.0 M asid nitrik sehingga pH 7.