# SINTESIS SILIKA XEROGEL DARI ABU SEKAM PADI (Oryza sativa L.) UNTUK MENURUNKAN KESADAHAN AIR SUMUR DIKOMBINASIKAN DENGAN ANALISIS KEMOMETRI

#### **SKRIPSI**

Diajukan untuk Memenuhi Sebagian Sebagian Syarat Guna Memperoleh Gelar Sarjana Sains Dalam Ilmu Kimia



Oleh: Titin Wahyuningsih

NIM: 1908036016

PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI WALISONGO
SEMARANG

2023

# SINTESIS SILIKA XEROGEL DARI ABU SEKAM PADI (Oryza sativa L.) UNTUK MENURUNKAN KESADAHAN AIR SUMUR DIKOMBINASIKAN DENGAN ANALISIS KEMOMETRI

#### **SKRIPSI**

Diajukan untuk Memenuhi Sebagian Syarat Guna Memperoleh Gelar Sarjana Sains Dalam Ilmu Kimia

Oleh:

**Titin Wahyuningsih** 

NIM: 1908036016

# PROGRAM STUDI KIMIA FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI UNIVERSITAS ISLAM NEGERI WALISONGO SEMARANG

2023

#### PERNYATAAN KEASLIAN

Yang bertandatangan di bawah ini:

Nama: Titin Wahyuningsih

NIM : 1908036016

Jurusan : Kimia

Menyatakan bahwa skripsi yang berjudul:

# SINTESIS SILIKA XEROGEL DARI ABU SEKAM PADI (Oryza sativa L.) UNTUK MENURUNKAN KESADAHAN AIR SUMUR DIKOMBINASIKAN DENGAN ANALISIS KEMOMETRI

Secara keseluruhan adalah hasil penelitian atau karya saya sendiri, kecuali bagian tertentu yang dirujuk sumbernya.

Semarang, 24 November 2023

Pembuat Pernyataan,



Titin Wahyuningsih NIM. 1908036016



### KEMENTERIAN AGAMA RI UNIVERSITAS ISLAM NEGERI WALISONGO FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI Jl. Prof. Dr. Hamka Ngaliyan, Semarang Telp. (024)7601295 fax. 7615387

#### PENGESAHAN

Naskah skripsi berikut ini:

: Sintesis Silika Xerogel dari Abu Sekam Padi **Iudul** 

> (Oryza sativa L.) untuk Menurunkan Kesadahan Air Sumur Dikombinasikan

dengan Analisis Kemometri

Penulis : Titin Wahyuningsih

NIM : 1908036016

: Kimia **Jurusan** 

Telah diujikan dalam sidang tugas akhir oleh Dewan Penguji Fakultas Sains dan Teknologi UIN Walisongo dan dapat diterima sebagai salah satu syarat memperoleh gelar sarjana dalam Ilmu Kimia.

Semarang, 15 Desember 2023

**DEWAN PENGUJI** 

Ketua Sidang

NIP. 198802262019031007

Sekretaris Sidang

NIP. 198508112019032008

Dyah Fitasari,

NIP. 19850102201903201

401022019032015

Pembimbing II

NIP. 198802262019031007

NIP. 198508112019032008

#### NOTA DINAS I

Semarang, 24 November 2023

Yth. Ketua Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Walisongo Semarang

Assalamu'alaikum wr.wb.

Dengan ini diberitahukan bahwa saya telah melakukan bimbingan, arahan dan koreksi naskah skripsi dengan :

Iudul

: SINTESIS SILIKA XEROGEL DARI ABU SEKAM PADI (*Oryza sativa L*.) UNTUK MENURUNKAN KESADAHAN AIR SUMUR DIKOMBINASIKAN

DENGAN ANALISIS KEMOMETRI

Nama

: Titin Wahyuningsih

NIM

: 1908036016

Iurusan

: Kimia

Saya memandang bahwa naskah skripsi tersebut sudah dapat diajukan kepada Fakultas Sains dan Teknologi UIN Walisongo untuk diujikan dalam Sidang Munaqosyah.

Wassalamu'alaikum wr.wb.

Pembimbing I,

Kustomo, M.Sc

NIP: 198802262019031007

#### NOTA DINAS II

Semarang, 24 November 2023

Yth. Ketua Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Walisongo Semarang

Assalamu'alaikum wr.wb.

Dengan ini diberitahukan bahwa saya telah melakukan bimbingan, arahan dan koreksi naskah skripsi dengan :

Judul

: SINTESIS SILIKA XEROGEL DARI

ABU SEKAM PADI (*Oryza sativa L*.) UNTUK MENURUNKAN KESADAHAN AIR SUMUR DIKOMBINASIKAN

DENGAN ANALISIS KEMOMETRI

Nama

: Titin Wahyuningsih

NIM

: 1908036016

Jurusan

: Kimia

Saya memandang bahwa naskah skripsi tersebut sudah dapat diajukan kepada Fakultas Sains dan Teknologi UIN Walisongo untuk diujikan dalam Sidang Munaqosyah.

Wassalamu'alaikum wr.wb.

Pembimbing II,

Kholidah, M.Sc

NIP: 198508112019032008

Judul: SINTESIS SILIKA XEROGEL DARI ABU SEKAM PADI (*Oryza sativa L.*) UNTUK MENURUNKAN KESADAHAN AIR SUMUR DIKOMBINASIKAN DENGAN ANALISIS KEMOMETRI

Nama: Titin Wahyuningsih

NIM: 1908036016

#### **ABSTRAK**

Penelitian yang telah dilakukan mengenai sintesis silika xerogel dari abu sekam padi dengan metode sol gel menggunakan prekusor natrium silikat untuk adsorpsi kadar kesadahan total pada air sumur dari Sayung Demak telah dilakukan. Tahapan penelitian dimulai dengan abu sekam preparasi mengekstraksi silika dan pembentukan natrium silikat, mensintesis silika xerogel, melakukan aktivasi dengan HCl. karakterisasi menggunakan FTIR Transform Infra Red), XRD (X-Ray Diffraction) dan SEM-EDX (Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray), serta aplikasi silika xerogel untuk menurunkan kesadahan air sumur. Hasil FTIR mengindikasikan silika xerogel pada tiap variasi positif mengandung gugus silanol dan siloksan. Hasil XRD menunjukkan silika memiliki struktur amorf. Hasil xerogel EDX kadar menunjukkan memiliki lebih banyak dibandingkan dengan variasi konsentrasi HCl 1 dan 1,5 M yaitu sebesar 58,78%. silika xerogel teraktivasi HCl 2 M berpengaruh terhadap kadar kesadahan air sumur Sayung Demak mengalami penurunan yaitu 288,00 mg/L; 270,20 mg/L; 267,20 mg/L menjadi kesadahan rendah yaitu 33,40 mg/L; 32,20 mg/L; 31,80 mg/L.

**Kata kunci** : adsorpsi, kesadahan, silika xerogel, abu sekam padi.

#### KATA PENGANTAR

Alhamdulilahirrobbil'alamiin segala puji dan syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat, taufiq dan hidayah-Nya kepada penulis, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik. Sholawat serta salam semoga terlimpah pada junjungan kita Nabi Muhammad SAW yang diutus untuk menyempurnakan akhlaq manusia, dan yang kita nantikan syafaatnya di hari akhir kelak.

Ucapan terimakasih penulis sampaikan kepada semua pihak yang telah memberikan bimbingan, semangat dan bantuan yang sangat berarti bagi penulis sehingga skripsi ini dapat diselesaikan dengan baik. Maka pada kesempatan ini dengan kerendahan hati dan rasa hormat penulis haturkan terimakasih kepada:

- 1. Prof. Dr. H. Nizar Ali, M.Ag, PLT Rektor UIN Walisongo Semarang.
- Dr. H. Ismail, M.Ag, Dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Walisongo Semarang.
- 3. Ibu Dr. Hj. Malikhatul Hidayah, S.T., M.Pd., Ketua Jurusan Kimia UIN Walisongo Semarang.
- 4. Bapak Kustomo, M.Sc dan Ibu Kholidah, M.Sc selaku pembimbing yang dengan sabar memberikan

- bimbingan, masukan, dan koreksi sehingga skripsi ini dapat terselesaikan.
- 5. Ibu Ana Mardliyah, M.Si selaku dosen wali studi yang senantiasa membimbing dan mengarahkan penulis dari awal masa kuliah sampai akhir studi.
- Segenap Dosen FST terkhusus Jurusan Kimia UIN Walisongo Semarang yang telah memberikan berbagai pengetahuan dan pengalaman selama di bangku perkuliahan.
- 7. Kedua orangtua penulis tercinta, Ayahanda Karsan dan Ibunda Rodiyah yang senantiasa memberikan semangat, dukungan mental, kasih sayang, mendidik dengan tulus dan senantiasa mendoakan sehingga penulis dapat menyelesaikan studi di UIN Walisongo Semarang.
- 8. Ketiga kakak kandung penulis tersayang, Dwi Yanto, Andri Budi Kurniawan dan Tri Mulyaningsih yang senantiasa menghibur dan memberikan dukungan kepada penulis saat masa studi di UIN Walisongo Semarang.
- 9. Teman-teman seperjuangan Kimia 2019 terkhusus Audy, Rian, Maya, Annisa, Gebi, Intan, Salza, Fiki yang telah menunjukkan arti dari sebuah persahabatan

dalam perkuliahan dan memberikan motivasi kepada

penulis selama penyusunan skripsi.

10. Keluarga besar Laboratorium Kimia UIN Walisongo Semarang yang telah memberikan bekal ilmu dan

pengalamannya kepada penulis.

11. Last but not least untuk diri saya sendiri, Titin

Wahyuningsih terima kasih sudah menepikan ego dan

memilih untuk kembali bangkit menyelesaikan semua

ini. Terima kasih banyak sudah bertahan sejauh ini.

Kepada semua pihak yang telah memberikan

bantuan, dukungan moral, maupun spiritual penulis

ucapkan terimakasih. Penulis menyadari bahwa skripsi

ini masih jauh dari kata sempurna. Maka dari itu, penulis

mengharapkan kritik dan saran yang membangun agar

bisa lebih baik lagi. Semoga skripsi ini dapat membawa

manfaat khususnya bagi penulis sendiri dan para

pembaca pada umumnya. Aamiin.

Semarang, 24 November 2023

Penulis

Titin Wahyuningsih

NIM: 1908036016

ix

# **DAFTAR ISI**

HALAMAN JUDULi
PERNYATAAN KEASLIANii
PENGESAHANiii
NOTA DINAS Iiv
NOTA DINAS IIv
ABSTRAKvi
KATA PENGANTARvii
DAFTAR ISIx
DAFTAR GAMBARxii
DAFTAR TABELxii
DAFTAR LAMPIRANxiv
BAB I PENDAHULUAN1
A. Latar Belakang1
B. Rumusan Masalah11
C. Tujuan Penelitian
D. Manfaat Penelitian
BAB II TINJAUAN PUSTAKA13
A. Landasan Teori
B. Karakterisasi
C. Kajian Riset yang Relevan
D. Hipotesis53
BAB III METODE PENELITIAN55

A. Waktu dan Tempat Penelitian	55
B. Alat dan Bahan	55
C. Prosedur Kerja	56
BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	67
A. Preparasi Abu Sekam Padi	68
B. Ekstraksi Silika dan Pembentukan Natrium Silikat	69
C. Sintesis Silika Xerogel	72
D. Aktivasi Silika Xerogel	75
E. Uji Karakterisasi Silika Xerogel	76
F. Aplikasi Silika Xerogel Untuk Menurunkan Kesadahan	
Air Sumur	98
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	109
A. Kesimpulan	109
B. Saran	110
DAFTAR PUSTAKA	111
LAMPIRAN-LAMPIRAN	119
DAFTAR RIWAYAT HIDIIP	145

# **DAFTAR GAMBAR**

Gambar	Judul	Halaman
Gambar 2.1	Istilah dalam Adsorpsi	28
Gambar 2.2	Jenis Adsorpsi	32
Gambar 2.3	Sekam Padi	35
Gambar 2.4	Silika Gel Putih	36
Gambar 2.5	Jenis Silika	38
Gambar 2.6	Instrumen XRD	43
Gambar 2.7	Instrumen FTIR	46
Gambar 2.8	Instrumen SEM-EDX	48
Gambar 4.1	Abu Sekam Padi	69
Gambar 4.2	Natrium Silikat	71
Gambar 4.3	Silika Xerogel Variasi Konsentrasi	74
	1 M; 1,5 M; 2 M	
Gambar 4.4	Silika Xerogel Teraktivasi HCl	76
Gambar 4.5	Hasil Spekta IR Silika Xerogel	77
	Teraktivasi HCl Sintesis Variasi 1	
	M	
Gambar 4.6	Hasil Spekta IR Silika Xerogel	78
	Teraktivasi HCl Sintesis Variasi	
	1,5 M	
Gambar 4.7	Hasil Spekta IR Silika Xerogel	79
	Teraktivasi HCl Sintesis Variasi 2	
	M	
Gambar 4.8	Pola Difraksi Sinar-X Silika	86
	Teraktivasi pada Variasi HCl 1 M;	
	1,5 M; 2 M	
Gambar 4.9	Permukaan Silika Variasi 1 M	89
Gambar	Grafik Komposisi Unsur Hasil EDX	90
4.10	1 M	

Gambar	Permukaan Silika 1,5 M	91
4.11		
Gambar	Grafik Komposisi Unsur Hasil EDX	93
4.12	1,5 M	
Gambar	Permukaan Silika 2 M	95
4.13		
Gambar	Grafik Komposisi Unsur Hasil EDX	96
4.14	2 M	
Gambar	Sampel Air Sumur dari Desa	99
4.15	Sayung Demak	
Gambar	Sampel Air Sumur Hasil	101
4.16	Penetapan Kesadahan Total	
Gambar	Sampel Air Sumur Hasil Aplikasi	103
4.17	Kesadahan Air Sumur	

# **DAFTAR TABEL**

Tabel	Judul	Halaman			
Tabel 2.1	Kriteria Kualitas Air Bersih	21			
Tabel 2.2	Klasifikasi Tingkat Kesadahan	25			
Tabel 4.1	Daerah Gugus Fungsi pada	80			
	FTIR				
Tabel 4.2	Komposisi Unsur Hasil EDX	90			
	Silika Xerogel Variasi 1 M				
Tabel 4.3	Komposisi Unsur Hasil EDX	93			
	Silika Xerogel Variasi 1,5 M				
Tabel 4.4	Komposisi Unsur Hasil EDX	95			
	Silika Xerogel Variasi 2 M				
Tabel 4.5	Penurunan Kadar Kesadahan	102			
	dengan Silika Xerogel 2 M				
	Sebelum dan Setelah Aktivasi				
Tabel 4.6	Pengukuran Kapasitas	104			
	Adsorpsi dengan Silika				
	Xerogel 2 M Sebelum Aktivasi				
Tabel 4.7	Pengukuran Kapasitas	104			
	Adsorpsi dengan Silika				
	Xerogel 2 M Setelah Aktivasi				
Tabel 4.8	Pengukuran Efektivitas	105			
	Adsorpsi dengan Silika				
	Xerogel 2 M Sebelum Aktivasi				
Tabel 4.9	Pengukuran Efektivitas	105			
	Adsorpsi dengan Silika				
Xerogel 2 M Setelah Aktivasi					

# **DAFTAR LAMPIRAN**

Lampiran	<b>Judul</b> <b>1</b> Skema Kerja Penelitian		Halaman 123	
Lampiran 1				
Lampiran 2	Perhitungan	Penetapan	129	
	Kesadahan Total			
Lampiran 3	Dokumentasi		146	

#### **BABI**

#### **PENDAHULUAN**

# A. Latar Belakang

Air memiliki peranan yang krusial dalam keberlangsungan hidup, salah satu contohnya dalam aspek rumah tangga. Air digunakan dalam rumah tangga untuk minum dan juga dalam kebersihan. Selain dari aspek rumah tangga, air dapat digunakan dalam aspek industri, yaitu sebagai sumber pembangkit listrik (air terjun, waduk, dan sebagainya). Jika dilihat dari segi kegunaannya, air mempunyai kriteria tersendiri tergantung dari mana sumber air tersebut diperoleh dan untuk apa air tersebut digunakan (Megawati et al., 2016). Air yang dapat dianggap baik untuk digunakan harus memenuhi standar fisik, mikrobiologi dan kimiawi yang ditetapkan. Beberapa parameter fisik yang harus terpenuhi melibatkan ketiadaan bau, warna dan rasa pada air. Parameter mikrobiologi yang harus dipenuhi yaitu melibatkan ketiadaaan Escherichia coli dan bakteri coliform dalam air. Parameter kimiawi yang perlu dipenuhi mencakup ketiadaan zat kimia seperti arsen (Ar), besi (Fe), klorida (Cl) dan kesadahan air dalam bentuk CaCO<sub>3</sub> (Permenkes, 2002).

Kesadahan adalah kondisi di mana air memiliki kandungan kapur yang melebihi batas normal dalam air. Pada dasarnya, kesadahan merujuk pada air yang tercemar oleh unsur kation seperti Na+, Ca²+, dan Mg²+. Kandungan kapur yang tinggi dapat menimbulkan dampak merugikan terhadap peralatan rumah tangga jika kadarnya melebihi 100 mg/L. Sementara itu, tingkat kandungan kapur yang melebihi 300 mg/L dalam periode waktu lama dapat menimbulkan dampak negatif terhadap kesehatan manusia, salah satu contohnya yaitu gangguan pada ginjal (Astuti *et al.*, 2016).

Kesadahan air adalah masalah yang cukup familiar bagi sebagian masyarakat karena kesadahan air ini sering ditemui di daerah yang memiliki kandungan batuan kapur yang tinggi. Batuan kapur atau yang memiliki istilah lain *limestone* merupakan batuan atau endapan yang berasal dari sisa-sisa organisme laut vang telah lama mati dan mengalami proses pembentukan kalsium karbonat (CaCO<sub>3</sub>) (Fathmaulida, 2013). Penyebab utama dari adanya kesadahan air yaitu kadar ion logam Ca<sup>2+</sup> dan Mg<sup>2+</sup> vang tinggi dalam air. Kadar ion logam tersebut jika dibiarkan terus menerus dalam air, akan menimbulkan dampak yang merugikan bagi lingkungan sekitar. Dampak yang dapat dialami

diantaranya kurang efektif untuk mencuci sehingga saat digunakan tidak akan maksimal dan sabun yang digunakan juga boros. Selain itu, dapat juga memberikan efek karat pada perabotan rumah tangga sehingga dapat merusak alat-alat rumah tangga tersebut (Quddus, 2014).

Air sadah yang digunakan dalam penelitian ini yaitu jenis air payau yang berasal dari sumur di daerah Sayung, Demak. Air payau adalah kategori air dengan tingkat salinitas yang berada di bawah tingkat salinitas rata-rata air laut normal (<35 ppm) dan di atas 0,5 ppm, yang diakibatkan oleh campuran antara air laut dan air tawar, baik itu terjadi secara alamiah maupun kegiatan manusia (Husni *et al.*, 2021). Sayung merupakan wilayah yang berada di daerah bibir pantai atau berada di perbatasan antara daratan dan lautan yang mana berhadapan langsung dengan pantai utara.

Salah satu alternatif yang dapat diambil untuk mengatasi isu tersebut adalah dengan membuat adsorben. Limbah organik paling umum digunakan sebagai adsorben yaitu limbah tanaman jagung, tebu, dan sebagainya. Namun, terdapat limbah organik yang paling umum digunakan sebagai adsorben yakni limbah sekam padi. Hal tersebut dikarenakan sekam padi memiliki sifat rendah nilai gizi, tahan terhadap

pelapukan, memiliki kandungan abu sekitar 20%, memiliki sifat abrasif, kandungannya hampir serupa dengan kayu, kandungan karbon dalam sekam padi sekitar 38%, dan kandungan silika dalam sekam padi sekitar 17% - 20% (Danarto & Samun, 2018). Di Indonesia, abu sekam padi masih belum terlalu diminati bahkan belum mendapat perhatian dari pemerintah terkait cara pengolahannya. Abu sekam padi hanya digunakan secara terbatas seperti untuk abu gosok. Namun, banyak masyarakat yang justru membuang abu sekam padi dengan alasan mengganggu lingkungan sekitar. Hal tersebut kurang tepat, karena sebenarnya abu dari sekam padi sangat cocok digunakan sebagai adsorben. Hal ini dikarenakan abu sekam padi memiliki gugus aktif Si-O-Si dan Si-OH. Selain itu, abu sekam padi juga memiliki sifat lain yaitu termasuk dalam material yang berpori (Mujiyanti, 2010).

Penelitian ini menggunakan metode adsorpsi karena melibatkan interaksi antara molekul cair atau gas dengan molekul padatan sebagai hasil dari gaya tarik antar atom atau molekul yang erat kaitannya dengan luas permukaan. Adsorpsi terjadi disebabkan adanya ketidakseimbangan pada permukaan padatan yang dipengaruhi oleh gaya tarik atom atau molekul. Fluida

mengalir menuju partikel, menyebabkan difusi *solute* dari fluida ke lapisan terluar partikel. Selanjutnya, *solute* tersebut terdifusi ke dalam pori dan menempel pada permukaan pori. Sehingga mengakibatkan *solute* tersebut dapat teradsorpsi di permukaan (Hidayati *et al.*, 2016).

Berdasarkan hasil observasi peneliti, masyarakat di Sayung untuk sehari-hari masih menggunakan air galian sumur yang mengandung kadar kesadahan yang cukup tinggi hingga sekarang. Penelitian sebelumnya yang berkaitan dengan penurunan kesadahan air sumur ini yaitu penelitian yang dilakukan oleh Ghanbarizadeh et al., (2022) yang menjelaskan bahwa efisiensi adsorpsi ion kalsium dan magnesium oleh adsorben yang berbeda dan bentuk modifikasinya dengan waktu kontak yang sama dapat menurunkan kesadahan pada air minum.

Indonesia mempunyai kemampuan untuk mengolah biomassa yang cenderung besar salah satunya bersumber dari sekam padi. Jika dilihat dari data statistik, pada tahun 2021 Indonesia mengalami kenaikan jumlah panen yang dihasilkan dari tanaman padi yaitu sebesar 54,42 juta ton (BPS, 2021). Jika dilihat dari jumlah panen tersebut, maka sekam padi yang diperoleh juga banyak sekitar 280 gram per 1 kg padi.

Sama halnya apabila sekam padi ini diibaratkan dengan solar yaitu untuk 6 kg sekam senilai dengan 1 liter solar. Keduanya memiliki kesetaraan energi yang hampir sama (Mujiyanti, 2010).

Pemanfaatan limbah padi dalam hal ini berupa sekam padi yang diolah menjadi silika xerogel yang berfungsi untuk memanfaatkan hasil alam yang telah melalui proses penggilingan padi atau dapat disebut sebagai hasil samping pengolahan padi.

Selain memiliki manfaat, limbah sekam padi juga menimbulkan bahaya bagi lingkungan jika jumlahnya terlalu banyak atau menumpuk. Bahaya yang ditimbulkan dari adanya lingkungan yang tercemar limbah yaitu dapat merusak dan merugikan bagi kehidupan dalam air. Organisme yang hidup dalam air memiliki kemampuan yang berbeda-beda, ada yang bisa hidup dengan keadaan air yang tercemar, namun ada juga yang tidak dapat bertahan dengan kondisi demikian. Pada hakikatnya, suatu ekosistem harus mampu beradaptasi dengan lingkungannya walau apapun yang terjadi. Akan tetapi, batas adaptasi setiap makhluk hidup beragam, apabila melampaui batas adaptasi maka akan menyebabkan makhluk hidup yang tinggal di air menjadi

mati sehingga dapat terjadi kepunahan biota di perairan (Andarini, 2017).

Silika atau silikon dioksida (SiO2) termasuk salah satu mineral yang menempati jumlah paling banyak di bumi dengan ciri memiliki struktur amorf (tidak teratur). Silika gel memiliki fungsi utama yakni digunakan sebagai pengering atau untuk mencegah terbentuknya kelembaban yang berlebihan. Silika gel termasuk dalam kategori bahan kimia berbentuk padatan yang sering dimanfaatkan sebagai adsorben (Ramadani, 2018). Silika gel dapat digunakan dengan aman untuk menyerap kelembaban makanan, obat-obatan, bahan elektronik, bahan yang bersifat sensitif, dan sebagainya. Pada dasarnya, silika gel menyerap lembab namun tidak merubah keadaan zatnya (jika dipegang, butiranbutirannya tetap kering). Kandungan silika dalam bentuk kompleks pada sekam padi sebesar 17% - 20%, namun berbeda halnya dengan kandungan silika dalam abu sekam padi yaitu sebesar 85% - 95% (dalam bentuk amorf). Apabila nilainya mendekati atau di bawah kisaran persen tersebut, kemungkinan disebabkan sampel sekam padi yang terkontaminasi oleh zat lain, sehingga menyebabkan kandungan silikanya rendah (Danarto & Samun, 2018). Kelebihan yang dimiliki oleh

silika gel sebagai adsorben yaitu memiliki luas permukaan yang besar, stabilitasnya tinggi, tidak mengembang, dan mudah dimodifikasi (Ramadani, 2018).

Penelitian mengenai sintesis silika xerogel dari limbah sekam padi telah banyak dilakukan, namun hanya sebagian peneliti yang telah mengkaji aktivasi untuk meningkatkan sebagai upava kapasitas adsorpsinya. Aktivator yang digunakan adalah HCl dengan konsentrasi 1 M. Pada penelitian ini juga menggunakan aktivator HCl hanya saja berbeda konsentrasinya yaitu 2 M. Tujuan digunakannya HCl sebagai aktivator yaitu karena HCl dapat melarutkan pengotor-pengotor yang menutupi pori silika sehingga pori menjadi terbuka untuk mempermudah proses penyerapan dan gugus silanol yang terikat pada permukaan silika bebas dari kotoran (Sudiarta & Suarya, 2018). Seperti halnya penelitian yang telah dilakukan oleh Susanti (2017) yang mensintesis silika gel yang diaktivasi dari pasir quarsa. Selain itu, ada juga peneliti lain vaitu Ramadani (2018) vang melakukan penelitian berupa sintesis silika gel dari limbah kaca untuk menurunkan kesadahan air.

Inovasi dalam penelitian ini adalah dengan menggunakan jenis silika xerogel, karena silika jenis ini merupakan jenis silika kering yang baik digunakan untuk penyerapan dibanding dengan jenis silika aerogel dan hidrogel yang cenderung basah. Silika xerogel memiliki struktur polimer berbentuk amorf dan memiliki sisi aktif berupa gugus silanol dan siloksan yang sangat baik jika digunakan sebagai bahan untuk dijadikan adsorben. Secara umum, silika xerogel menunjukkan tingkat bervariasi. porositas vang biasanya berkisar antara 15% - 50%, serta memiliki luas permukaan yang sangat luas, yakni antara 150 - 900 m<sup>2</sup>/g, dengan pori-pori yang memiliki ukuran sangat kecil, berkisar 1 - 10 nm. Penggunaan silika xerogel untuk menurunkan kesadahan air sumur diharapkan dapat menjadi solusi dari permasalahan lingkungan yang ada (Priyanto, 2015).

Tujuan utama dari pembuatan silika xerogel ini adalah untuk mengurangi kesadahan air sumur agar masyarakat dapat dengan nyaman menggunakan air sumur dalam memenuhi kebutuhan terutama dari aspek rumah tangga. Menjaga kebersihan air yang bersih merupakan bentuk rasa syukur kita terhadap sang

pencipta yakni Allah SWT. Hal tersebut berkaitan dengan firman Allah yang berbunyi :

Artinya: "Dan (ingatlah) ketika Musa memohon air untuk kaumnya, lalu Kami berfirman: "Pukullah batu itu dengan tongkatmu". Lalu memancarlah daripadanya dua belas mata air. Sungguh tiap-tiap suku telah mengetahui tempat minumnya (masing-masing). Makan dan minumlah rezeki (yang diberikan) Allah, dan janganlah kamu berkeliaran di muka bumi dengan berbuat kerusakan" (Qs Al-Baqarah: 60) (Hajiannor, 2021).

Menurut Syaikh Jalaluddin Muhammad bin Ahmad al-Mahalli dan Syaikh Jalaluddin As-Suyuti dalam kitabnya Tafsir Jalalain menafsirkan bahwa ketika Nabi Musa memohon air untuk kaumnya yaitu ketika mereka telah kehausan di padang Tih, Nabi Musa memukulkan tongkatnya ke atas batu yang kemudian batu tersebut terbelah dan mengeluarkan air. Sebanyak jumlah suku Bani Israel, masing-masing dari mereka mendapatkan tempat minum sehingga mereka tidak saling berebut. Kemudian Allah berfirman yaitu makan dan minum rezeki yang telah Allah berikan tanpa berbuat keributan di muka bumi (merusak lingkungan). Maka dari itu,

perlu adanya sikap untuk menjaga lingkungan terutama kebersihan air (Jalaluddin, 2007).

Berdasarkan uraian tersebut, peneliti ingin mensintesis silika xerogel dari abu sekam padi (*Oryza sativa L.*) sebagai adsorben untuk penurunan kesadahan air sumur dikombinasikan dengan analisis kemometri. Proses sintesis ini terdapat variasi konsentrasi HCl sebagai pengoptimalan silika xerogel, sehingga silika yang terbentuk dapat diaplikasikan dengan maksimal pada sampel air sumur Sayung Demak.

#### B. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah dipaparkan di atas, maka dapat dirumuskan masalah sebagai berikut:

- 1. Bagaimana karakteristik silika xerogel dari sekam padi yang dihasilkan?
- 2. Berapa kapasitas adsorpsi dan efektivitas adsorpsi silika xerogel dari sekam padi terhadap penurunan kesadahan air?
- 3. Bagaimana pengaruh penggunaan adsorben silika xerogel terhadap penurunan kesadahan air secara statistik?

#### C. Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah yang telah dipaparkan di atas, maka tujuandari penelitian ini adalah sebagai berikut:

- 1. Untuk mengetahui karakteristik silika xerogel dari sekam padi yang dihasilkan.
- 2. Untuk menghitung kapasitas adsorpsi dan efektifitas adsorpsi silika xerogel dari sekam padi terhadap penurunan kesadahan air.
- 3. Untuk mengetahui pengaruh penggunaan adsorben silika xerogel terhadap penurunan kesadahan air secara statistik.

#### D. Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan manfaat sebagai berikut :

- Menambah referensi keilmuan baru dalam hal pengurangan kesadahan air menggunakan adsorben ramah lingkungan.
- 2. Memberikan alternatif dalam penanganan limbah sekam padi menjadi produk adsorben yang ramah lingkungan.

#### BAB II

#### TINJAUAN PUSTAKA

#### A. Landasan Teori

#### 1. Air

Air memiliki peran krusial bagi semua makhluk hidup di bumi, terutama bagi manusia, hewan dan tumbuhan. Air merupakan senyawa kimia yang terdiri dari dua atom hidrogen (H) yang terikat secara kovalen pada satu atom oksigen (0) dengan rumus kimia H<sub>2</sub>O. Pada keadaan standar, air tidak memiliki warna, tidak memiliki rasa dan tidak memiliki bau (Iqra, 2013). Sebagian besar permukaan bumi yaitu sebanyak 72% ditutupi oleh air, dengan volume total sekitar 326 juta km<sup>3</sup> (Megawati et al., 2016). Air ada dalam bermacam wujud, termasuk uap air, es, cairan, dan salju. Sumber utama air tawar terdapat di sungai, danau, air tanah (ground water), dan gunung es (glacier). Semua wujud air di daratan saling terhubung dengan laut dan atmosfer melalui siklus hidrologi yang berlangsung secara terus-menerus (Qonita, 2019).

#### 2.1. Sifat Air

Karakteristik air yang tidak dapat ditemukan pada senyawa kimia lainnya. Karakteristik tersebut antara lain:

- a. Pada rentang suhu yang mendukung kehidupan, antara 0°C hingga 100°C, air akan berada dalam bentuk cair. Titik beku air pada suhu 0°C, sementara titik didihnya berada pada suhu 100°C.
- b. Perubahan suhu dalam air terjadi dengan kecepatan yang moderat, sehingga menghasilkan sifat penyimpan panas yang efektif. Karakteristik ini membantu mencegah terjadinya tekanan suhu yang tiba-tiba pada organisme alam.
- c. Proses penguapan air memerlukan penyerapan energi panas yang tinggi. Penguapan merupakan transformasi air menjadi uap air, juga merupakan elemen utama dalam menciptakan panas di permukaan bumi.
- d. Air memiliki kemampuan melarutkan berbagai jenis senyawa kimia, sehingga menjadikannya sebagai pelarut yang efektif.
- e. Daya tahan tinggi pada permukaan air mengakibatkan air bersifat mudah menyebar dan tegangan permukaan yang tinggi memungkinkan

- terbentuknya sistem kapiler, di mana air dapat bergerak melalui pipa kapiler.
- f. Air memiliki sifat merenggang ketika membeku. Saat air membeku dan mengalami perluasan, maka es akan memiliki densitas yang lebih rendah dibandingkan dengan air, sehingga es dapat mengapung di atas air (Qonita, 2019).

#### 2.2. Sumber-sumber Air

#### a. Air Laut

Air laut memiliki asin rasa karena mengandung kadar garam murni (NaCl) yang signifikan. Berdasarkan beberapa penelitian. kandungan garam dalam air laut diperkirakan mencapai sekitar 3% dari keseluruhan volume air laut. Dikarenakan sifatnya yang asin, diperlukan teknologi penyerapan untuk mengonversi air laut menjadi air minum dengan melakukan penyaringan dan destilasi guna menghilangkan tingkat kandungan garam yang tinggi.

# b. Air Hujan

Hujan merupakan hasil dari uap air yang menguap dari permukaan bumi akibat radiasi matahari. Pada kondisi ideal, tanpa adanya pencemaran, air hujan adalah air bersih yang dapat langsung dikonsumsi oleh manusia. Namun, selama proses penguapan, air yang menguap dapat terkontaminasi. Selain itu, air hujan yang turun juga dapat dipengaruhi oleh polusi udara, sehinggga menyebabkan air hujan kehilangan sifat netralnya (pH = 7) dan bersifat asam.

#### c. Air Permukaan

Air permukaan mencakup berbagai bentuk air yang muncul di atas tanah, seperti sumur, sungai, rawa dan danau. Sumber air permukaan berasal dari air hujan yang meresap dan membentuk mata air di pegunungan atau hutan. Air tersebut kemudian mengalir di permukaan bumi, membentuk sungai atau berkumpul di cekungan tanah untuk membentuk danau atau rawa.

#### d. Air Tanah

Berdasarkan definisi yang tertera dalam Undang-Undang Sumber Daya Air No.7 Tahun 2004, air tanah merujuk pada air yang terletak di dalam lapisan tanah atau batuan di bawah permukaan tanah. Air tanah berasal dari presipitasi, yakni air hujan yang meresap ke dalam tanah. Saat menjalani proses peresapan, air tanah melewati beragam lapisan tanah sehingga mengalami penyaringan. Kejernihan air tanah lebih unggul daripada air permukaan, dan memiliki kandungan mineral yang

cenderung tinggi. Sifat dan komposisi mineral air tanah dipengaruhi oleh berbagai lapisan tanah yang dilaluinya, mencakup mineral seperti Na, Mg, Ca, Fe dan O<sub>2</sub>. Air tanah dikelompokkan menjadi tiga kategori, yakni air tanah dangkal, air tanah dalam dan mata air. Klasifikasi ini terkait dengan karakteristik kualitatif, kuantitatif, serta komposisi mineral yang terdapat dalam air tanah (Alamsyah, 2007).

# 2.3. Manfaat Air Bagi Kehidupan

a. Meningkatkan kemampuan dan ketahanan tubuh

Mengonsumsi air dapat bermanfaat terhadap ketahanan tubuh dengan meningkatkan cadangan glikogen, yaitu jenis karbohidrat yang disimpan di otot dan berperan sebagai sumber energi ketika melakukan aktivitas fisik.

# b. Bertahan dari rasa lapar

Perasaan lapar sebenarnya bisa disamarkan oleh rasa haus. Ketika tubuh mengalami dehidrasi atau kekurangan cairan, yang sebenarnya dibutuhkan adalah air, karena air dapat memberikan sensasi kenyang.

c. Menurunkan risiko terkena beberapa jenis penyakit

Air memiliki peran secara efektif dalam mengurangi risiko terkena beberapa penyakit, seperti batu ginjal, kanker saluran kemih, kanker kandung kemih, kanker usus besar (colon), dan masalah sembelit.

# d. Mengatasi gejala masuk angin dan pilek

Antibodi yang terdapat dalam lapisan lendirdi kerongkongan berfungsi untuk menangkap virus penyebab pilek, tetapi kinerjanya dapat menurun saat tubuh mengalami dehidrasi karena menyebabkan pengeringan lendir. Menurut sejumlah ahli kesehatan, air dianggap sebagai agen ekspetoran yang efektif dalam meredakan gejala batuk.

# e. Menjaga kelembaban wajah

Dengan meningkatkan asupan air, dapat membantu menjaga elastisitas dan ketegangan kulit, sekaligus mengurangi kemunculan garisgaris dan kerutan di wajah.

f. Meredakan migrain atau nyeri kepala (Marsidi, 2001).

## 2.4. Pembagian Air

### a. Air Kotor / Air Tercemar

Air yang terkontaminasi dengan satu atau lebih campuran limbah tersebut. Menurut lokasinya, air yang tercemar dapat dibagi menjadi dua ketegori yaitu:

- Pencemaran air di daerah pedesaan berasal dari limbah rumah tangga, tinja hewan dan limbah industri kecil.
- 2. Pencemaran air di daerah perkotaan disebabkan oleh limbah rumah tangga, pusat perbelanjaan, industri kecil, industri besar, hotel, restoran, tempat keramaian lainnya.

#### b. Air Bersih

Air bersih merupakan air yang telah memenuhi kriteria fisik dan kimia, meskipun belum memenuhi standar bakteriologis. Air bersih dapat diperoleh dari berbagai sumber, seperti sumur gali, sumur bor, air hujan, dan mata air.

# c. Air yang dapat Dikonsumsi

Air yang aman untuk dikonsumsi adalah air yang telah memenuhi standar fisik, kimia, bakteriologis dan level kontaminasi maksimum (LKM). Level kontaminasi maksimum melibatkan batasan yang ditetapkan untuk berbagai zat kimia, tingkat kekeruhan dan keberadaan bakteri coliform yang diperbolehkan dalam air dengan batas yang aman. Secara lebih rinci, air minum yang memiliki nilai mutu harus memenuhi persyaratan berikut:

- Harus bersifat jernih, transparan dan bebas dari warna.
- 2. Tidak terkontaminasi oleh bahan organik atau anorganik.
- Tidak memiliki bau dan rasa.
- 4. Mengandung mineral sesuai dengan standar.
- 5. Tidak mengandung kuman/LKM *coliform* melebihi batas aman (Sarkar & Paul, 2016).

#### 2.5. Kriteria Kualitas Air Bersih

Berdasarkan ketentuan standar kualitas air bersih di Indonesia yang telah ditetapkan dalam Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia (Permenkes RI) Nomor 32 Tahun 2017 mengenai higiene sanitasi, kolam renang, solus per aqua dan pemandian umum. Standar ini mencakup parameter fisik, kimia, dan mikrobiologi yang ditunjukkan pada tahel 2.1

Tabel 2.1 Kriteria Kualitas Air Bersih (Permenkes 32/2017)

No.	Parameter	Jenis	Satuan	Baku Mutu
		Warna	TCU	50
1.	Fisik	Rasa	-	Tidak berasa
		Bau	OU	Tidak berbau
		Suhu	°C	Suhu udara ±3
		Kekeruhan	NTU	25
		TDS	mg/L	1000
		Ph	mg/L	6,5-8,5
		Besi	mg/L	1
2.	Kimia	Fluorida	mg/L	1,5
2.		Kesadahan	mg/L	500
		Mangan	mg/L	0,5
		Nitrat, sebagai N	mg/L	10
		Nitrit, sebagai N	mg/L	1
		Sianida	mg/L	0,1
		Deterjen	mg/L	0,05
		Pestisida total	mg/L	0,1
		Sulfat	mg/L	400
		Air raksa	mg/L	0,001
		Arsen	mg/L	0,05
		Kadmium	mg/L	0,005
		Kromium	mg/L	0,05

		Selenium	mg/L	0,01	
		Seng	mg/L	15	
		Timbal	mg/L	0,05	
		Benzene	mg/L	0,01	
		Zat organik	mg/L	10	
3.	Mikrobiologi	Bakteri <i>E-coli</i>	CFU/100 ml	0	
		Total <i>Coliform</i>	CFU/100 ml	50	

#### 2. Kesadahan Air

## 2.1. Pengertian Kesadahan Air

Kesadahan atau yang biasa dikenal dengan *hardness* merupakan sifat kimia pada air yang umumnya disebabkan oleh keberadaan ion-ion Ca<sup>2+</sup> dan Mg<sup>2+</sup> atau ion-ion lain dari logam dengan valensi banyak (*polyvalent metal*), seperti Al, Fe, Mn, Sr, dan Zn. Ion-ion ini hadir dalam bentuk garam sufat, klorida dan bikarbonat dengan kadar yang terbatas (Qonita, 2019).

Penentuan kesadahan pada mulanya yaitu dengan dilakukannya titrasi dengan sabun standar yang dapat berinteraksi dengan ion penyusun kesadahan. Seiring waktu, metode penentuan kesadahan telah berkembang dan menggunakan titrasi dengan EDTA (*Ethylene Diamine Tetraacetic Acid*) atau senyawa lain yang dapat bereaksi dengan kalsium dan magnesium (Qonita, 2019).

Kesadahan biasanya terdapat dalam air yang berasal dari sumber utama atau sumber baku yaitu dari tanah yang memiliki kandungan deposit garam mineral dan kapur. Air dengan jenis tersebut membutuhkan penanganan yang khusus dan biaya purifikasi yang mahal. Penyebab kesadahan air, diantaranya sebagai berikut:

- a. Reaksi antara magnesium dan kalsium dengan bikarbonat.
- b. Interaksi antara magnesium dan kalsium dengan sulfat, nitrat dan klorida.
- c. Senyawa-senyawa besi, seng, dan silika dalam bentuk garam.

Kesadahan dalam air terdiri dari dua jenis, yaitu kesadahan sementara (temporary) dan kesadahan menetap (permanent). Kesadahan sementara disebabkan oleh reaksi antara kalsium dan magnesium dengan bikarbonat. Sementara itu, kesadahan menetap atau permanen terjadi karena adanyareaksi antara kalsium dan magnesium dengan sulfat, nitrat, dan klorida. Kedua jenis kesadahan ini sering disebut sebagai kesadahan total (Rahmasari, 2017).

#### 2.2. Klasifikasi Kesadahan

a. Kesadahan Sementara (temporary)

Air yang mengandung kesadahan sementara adalah air yang mengandung ion bikarbonat (HCO<sup>3-</sup>) dari kalsium (Ca) dan magnesium (Mg) atau garamgaram karbonat (CO<sup>3-</sup>). Air tersebut dinamakan air dengan kesadahan sementara karena kesadahannya dapat dihilangkan dengan memanaskan air, sehingga ion Ca<sup>2+</sup> atau Mg<sup>2+</sup> dapat dieliminasi dari air tersebut.

## b. Kesadahan Menetap (permanent)

Air yang memiliki kesadahan permanen adalah air yang mengandung anion selain ion bikarbonat, seperti ion  $Cl^-$ ,  $NO^{3-}$  dan  $SO_4^{2-}$ . Ini berarti senyawa yang terlarut dapat berupa kalsium klorida ( $CaCl_2$ ), kalsium nitrat ( $Ca(NO_3)_2$ ), kalsium sulfat ( $CaSO_4$ ), magnesium nitrat ( $Mg(NO_3)_2$ ) dan magnesium sulfat ( $MgSO_4$ ). Air yang mengandung senyawa-senyawa ini disebut air dengan kesadahan permanen karena kesadahannya tidak dapat dihilangkan hanya dengan pemanasan. Berikut ini adalah tabel klasifikasi tingkat kesadahan untuk mengetahui kadar atau nilai kesadahan:

**Tabel 2.2** Klasifikasi Tingkat Kesadahan

No.	Jenis Kesadahan	mg/L CaCO <sub>3</sub>	
1.	Kesadahan Rendah	0-50	
2.	Kesadahan Sedang	50-150	
3.	Kesadahan Tinggi	150-300	
4.	Kesadahan Sangat Tinggi	>300	

(Marsidi, 2011).

Dampak jika kesadahan air tinggi yaitu dapat menyebabkan beberapa masalah kesehatan, diantaranya penyumbatan pembuluh darah (cardiovasculer deseasae) dan batu ginjal (urolithiasis) (Sutrisno, 2002).

### 2.3. Penentuan Kesadahan

Penentuan kesadahan air selain menggunakan sabun standar dan EDTA, dapat juga dilakukan dengan menjumlahkan ion Ca²+ dan Mg²+ yang dianalisa secara terpisah menggunakan AAS (*Atomic Absorption Specrophotometry*) (Amin & Subri, 2016). Selain itu, penentuan kesadahan juga dapat dilakukan dengan metode titrasi kompleksometri, yang melibatkan reaksi pembentukan ion kompleks atau pembentukan molekul netral yang terisolasi dalam larutan. Identifikasi kalsium dapat dilakukan dengan menambahkan magnesium (Mg) yang ditambah

EDTA sebagai titran dengan tetapan kestabilan EDTA sekitar 1x10<sup>11</sup>, dan Mg-EDTA sekitar 1x10<sup>5</sup>. Indikator *Eriochrome Black T* (EBT) akan menunjukkan warna warna merah muda apabila terdapat ion kalsium dan magnesium dalam larutan pada pH 10 (Mardiana, 2013). Air sadah disebabkan karena adanya senyawa kalsium karbononat, di mana senyawa tersebut terbentuk saat air hujan meresap ke dalam batu kapur yang mengandung senyawa kalsium karbonat (CaCO<sub>3</sub>). Kalsium karbonat tidak larut dalam air, namun dapat larut pada air hujan yang sedikit asam karena mengandung karbon dioksida, sehingga menghasilkan kalsium hidrogen karbonat yang dapat larut dalam air (Widiyanto, 2012). Reaksi yang terjadi, ditunjukkan pada persamaan 2.1

$$CO_{2(g)} + H_2O + CaCO_{3(s)} \rightarrow Ca(HCO_3)_{2(aq)}$$
 (2.1)

Pada umumnya, air yang digunakan untuk keperluan rumah tangga diperoleh dari sungai, danau, atau sumur yang mengandung sejumlah garam, yaitu kalsium karbonat dengan kadar ion natrium yang sedikit, klorida dan sulfat.

Metode umum untuk mengukur kesadahan air adalah menggunakan titrasi dengan anion dari asam poliaminokarboksilat yang dikenal sebagai asam etilendiamintetraasetat (EDTA). EDTA termasuk asam tetraprotik yang telah diberi simbol H<sub>4</sub>Y. Anion H<sub>2</sub>Y<sup>2-</sup> bereaksi dengan Ca<sup>2+</sup> atau Mg<sup>2+</sup> dalam air. Satu mol ion logam bereaksi dengan satu mol EDTA membentuk senyawa kompleks dan dua mol ion H+ yang menunjukkan disosiasi kompleks dipengaruhi pH larutan (Rosvita *et al.*, 2018). Reaksi yang terjadi, ditunjukkan pada persamaan 2.2

$$H_2Y^{2-} + Ca^{2+} \leftrightarrows CaY^{2-} + 2H^+$$
 (2.2)

Penambahan EDTA pada titrasi memiliki tujuan untuk membentuk reaksi dengan semua logam, EDTA akan menggantikan indikator pada ion kompleks logam. Hal ini terjadi karena konstanta kesetimbangan pada pembentukan ion kompleks logam EDTA lebih besar daripada ion kompleks logam. Indikator yang menghasilkan perubahan warna yang lebih tajam adalah indikator yang berubah warna dari Mg²+, yaitu dari indikator kompleks (merah) menjadi indikator (biru) (Fanani, 2019).

Rumus yang digunakan untuk menghitung penentuan kesadahan, ditunjukkan pada persamaan 2.1

mg CaCO<sub>3</sub>/L = 
$$\frac{1000}{V cu}$$
 x V EDTA x M EDTA x 100 (2.1)  
Dimana:

V cu = volume contoh uji (mL)

V<sub>EDTA</sub> = volume rata-rata larutan baku Na<sub>2</sub>EDTA (mL)

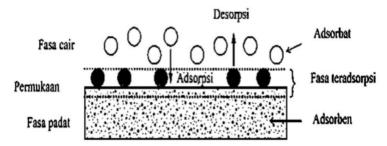
M<sub>EDTA</sub> = molaritas larutan baku Na<sub>2</sub>EDTA (mL)

100 = berat atom CaCO<sub>3</sub> (mg/mmol)

### 3. Adsorpsi

## 2.1. Pengertian Adsorpsi

Adsorpsi adalah proses di mana suatu zat tertentu diserap oleh padatan pada permukaannya tanpa meresap ke dalamnya, yang dipengaruhi oleh gaya tarik antar atom atau molekul pada permukaan padatan. Ketika gas atau uap berinteraksi dengan permukaan padatan yang bersih, maka terjadi adsorpsi di mana gas atau uap tersebut menempel pada permukaan padatan. Istilah-istilah dalam adsorpsi ditunjukkan pada gambar 2.1



Gambar 2.1 Istilah dalam Adsorpsi (Botahala, 2014)

Permukaan padatan disebut adsorben, sementara gas atau uap yang teradsorpsi disebut adsorbat. Peristiwa yang berkebalikan dengan adsorpsi adalah desorpsi, yang artinya proses pelepasan suatu materi dari materi lain. Fase teradsorpsi merupakan zat yang diserap oleh zat lain yang terjadi di permukaan. Fase cair adalah zat berbentuk cair yang dilepas saat proses adsorpsi, sedangkan fase padat adalah zat berbentuk padat yang menjadi objek adsorpsi. Permukaan adalah tempat terjadinya adsorpsi. Setiap jenis padatan memiliki kapasitas untuk menyerap gas atau uap pada permukaannya. Jumlah gas yang teradsorpsi dipengaruhi oleh faktor-faktor seperti suhu, tekanan gas dan luas permukaan padatan. Padatan yang memiliki porositas tinggi, seperti arang dan butiran padatan yang sangat halus cenderung menjadi yang paling efektif dalam proses ini (Aryani, 2019).

Adsorpsi terjadi diakibatkan ketidakseimbangan dalam gaya tarik antara atom atau molekul pada permukaan padatan. Ketidakseimbangan ini menyebabkan padatan menarik molekul-molekul lain bersentuhan dengan permukaannya, baik berupa gas maupun larutan ke arah permukaannya. Akibatnya, konsentrasi molekul pada permukaan meningkat

dibandingkan dengan bentuk gas zat atau zat terlarut dalam larutan. Pada proses adsorpsi, interaksi antara adsorben dan adsorbat hanya terdapat pada permukaan adsorben (Anggriani *et al.*, 2021).

## 2.2. Jenis Adsorpsi

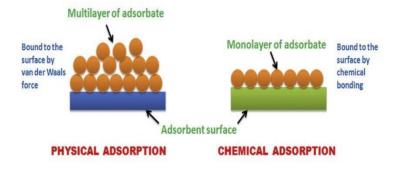
Adsorpsi terdiri dari 2 jenis yang paling umum yaitu:

## a. Adsorpsi Kimia (Chemysorption)

Adsorpsi kimia terjadi karena adanya gaya-gaya kimia yang melibatkan reaksi kimia dengan energi sekitar 100 kJ/mol. Adsorpsi terjadi melalui reaksi molekul-molekul adsorbat antara kimia permukaan adsorben. Jenis adsorpsi ini bersifat irreversible atau tidak dapat dikembalikan dan hanya membentuk satu lapisan tunggal (monolayer). Adsorben yang mengalami adsorpsi kimia biasanya sulit untuk diregenerasi (Taufan, 2008). Pada adsorpsi kimia, terbentuk ikatan yang sangat kuat antara molekul gas atau cairan dengan permukaan padatan, sehingga pelepasan molekul yag terikat pada adsorben dalam adsorpsi kimia sangat sulit (Utami & Suprihadi, 2018).

# b. Adsorpsi Fisik (Physisorption)

Adsorpsi jenis ini terjadi tanpa adanya reaksi antara molekul-molekul adsorbat dan permukaan adsorben. Proses adsorpsi ini relatif cepat dan reversible atau dapat balik. Adsorbat vang terikat dengan lemah pada permukaan adsorben dapat berpindah dari satu bagian permukaan ke bagian lainnya. Peristiwa adsorpsi fisika menyebabkan molekul-molekul gas yang teradsorpsi mengalami kondensasi. Besarnya panas yang dikeluarkan dalam proses adsorpsi fisika setara dengan panas kondensasinya (Utami & Suprihadi, 2018). Adsorpsi fisik berlangsung tanpa memerlukan energi aktivasi, sehingga menghasilkan pembentukan lapisan jamak (multilayers) pada permukaan adsorben. Ikatan yang terbentuk dalam adsorpsi fisik dapat dengan mudah diputus, misalnya melalui proses degassing atau pemanasan pada suhu 150 - 200°C selama 2 - 3 jam (Taufan, 2008). Jenis-jenis adsorpsi yang telah dijelaskan, dapat dilihat pada gambar 2.2



Gambar 2.2 Jenis Adsorpsi (Sarkar & Paul, 2016)

# 2.3. Faktor yang Mempengaruhi Proses Adsorpsi

Kemampuan daya serap adsorpsi dipengaruhi oleh beberapa variabel, termasuk pH, konsentrasi adsorbat, dan luas permukaan adsorben (Anggriani *et al.*, 2021). Selain itu, terdapat faktor-faktor lain yang juga berperan dalam mempengaruhi kemampuan adsorpsi, seperti:

#### a. Ukuran Adsorbat

Pentingnya memiliki ukuran molekul adsorbat yang sesuai menjadi krusial dalam memungkinkan terjadinya proses adsorpsi. Hal ini dikarenakan molekul-molekul yang dapat diadsorpsi adalah molekul-molekul yang memiliki diameter lebih kecil atau setara dengan diameter pori pada adsorben.

#### b. Suhu

Ketika molekul-molekul adsorbat melekat pada permukaan adsorben, maka energi akan dilepaskan, sehingga adsorpsi diklasifikasikan sebagai rekasi eksoterm.

#### Karakteristik Adsorben

Karakteristik penting dari adsorben melibatkan ukuran pori dan luas permukaan. Hubungan antara ukuran pori dan luas permukaan adalah semakin kecil ukuran pori adsorben, maka semakin tinggi luas permukaannya. Akibatnya, jumlah molekul yang dapat teradsorpsi akan meningkat. Selain itu, kemurnian adsorben juga menjadi karakterisasi utama, dimana adsorben yang lebih murni diinginkan karena kemampuan adsorpsi yang lebih baik dalam fungsinya (Putri et al., 2018).

#### 4. Sekam Padi

Sekam padi sering dijelaskan sebagai hasil samping atau residu dari proses penggilingan padi. Proses alami penguraian limbah ini berjalan lambat, menyebabkan limbah tidak hanya mencemari lingkungan sekitarnya, tetapi juga berdampak negatif pada kesehatan manusia. Setiap kali padi digiling, akan

terlihat tumpukan sekam yang terus meningkat seiring berjalannya waktu. Massa jenis sekam padi dalam bentuk briket atau pellet adalah rendah, berkisar antara 70-110 kg/m³ (Huljana *et al.*, 2021).

Pada ruangan terbuka, sekam padi tidak mudah terbakar dengan api atau dapat dikatakan sulit menyala. Sekam padi memiliki ketahanan yang tinggi terhadap dekomposisi alami. Hal ini terjadi karena sekam padi sangat resisten terhadap kelembaban udara dan dekomposisi oleh jamur (Masitho, 2021).

Saat dilakukan pembakaran, sekam padi akan berubah menjadi abu dengan kadar sebesar 17% - 26% jauh lebih tinggi dibanding bahan bakar lain, seperti kayu yang hanya memiliki kadar abu sebesar 0,2% - 2%, dan batu bara sebesar 12,2% (Huljana *et al.*, 2021). Sekam padi kerap kali digunakan sebagai salah satu bentuk energi yang dapat diperbarui dan memiliki nilai kalori yang tinggi mencapai 3410 kkal/kg (Mentari *et al.*, 2018). Sekam padi yang telah dijelaskan, dapat dilihat pada gambar 2.3



Gambar 2.3 Sekam Padi (Shen, 2017)

#### 5. Silika Gel

Silika gel adalah butiran kaca yang tergolong dalam silika padat dengan ciri memiliki struktur yang sangat berpori dibuat secara sintesis dari natrium silikat. Gel sendiri memiliki arti yaitu campuran koloidal antara fase padat dan cair, sementara silika gel merupakan bentuk mineral alami yang telah dimurnikan dan diolah menjadi butiran atau manikmanik. Silika biasanya memiliki sifat berpori dengan ukuran sekitar 2,4 nanometer dan memiliki afinitas yang tinggi terhadap molekul air (Utami & Suprihadi, 2018). Wujud silika gel yang umum dijumpai, dapat dilihat pada gambar 2.4



Gambar 2.4 Silika Gel Putih (Rahman, 2017)

Silika gel adalah hasil dari penggumpalan sol natrium silikat ( $NaSiO_2$ ) yang setelah didehidrasi berubah menjadi padatan atau butiran mirip kaca yang tidak elastis. Kondisi ini membuat silika gel banyak digunakan sebagai zat penyerap, pengering dan penopang katalis (Syauqiah *et al.*, 2020).

## 2.1. Jenis-jenis Silika Gel

Jenis silika berdasarkan bentuknya ada 2, yaitu silika kristal dan silika amorf.

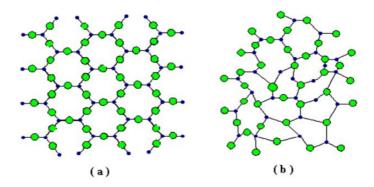
#### a. Silika Kristal

Silika kristalin memiliki variasi bentuk yang bentuk, bergantung pada orientasi dan posisi tetrahedron yang terbentuk. Variasi ini yang dikenal sebagai *polymorphism*. Ada tiga bentuk umum silika kristalin yaitu, kuarsa, tridimit dan kristobalit. Pada

tekanan atmosfer, silika kuarsa terbentuk pada suhu 870°C, trimidit terbentuk pada suhu 870-1470°C, sementara kristobalit terbentuk pada suhu 1470°C. Struktur silika dipengaruhi oleh suhu dan tekanan, sehingga padatan silika membentuk struktur yang berbeda (Fahnur, 2018).

#### b. Silika Amorf

Silika amorf tidak menunjukkan struktur kristalin yang terlihat dalam pengukuran dengan difraksi sinar X (XRD), yang dapat dikenali dari lebar peaknya. Silika amorf memiliki susunan atom dan molekul yang acak dan tidak teratur. Silika amorf dapat muncul baik secara alami maupun sintetis, keduanya memiliki permukaan berhidrat dan anhidrat. Pada tahun 1987, International Agency for Research on Cancer (IARC), lembaga dari World Health Organization (WHO) yaitu Dunia mengevaluasi Kesehatan Organisme menyimpulkan bahwa silika kristalin memiliki sifat karsinogenik bagi manusia, sedangkan silika dalam bentuk amorf tidak memiliki efek karsinogenik. Oleh karena itu, silika amorf dianggap lebih aman dan banyak digunakan dalam industri (Fahnur, 2018). Berdasarkan penjelasan mengenai jenis silika, maka dapat dilihat pada gambar 2.5



**Gambar 2.5**Jenis Silika (a) kristalin (b) amorf (Smallman, 2000)

## 2.2. Fungsi dan Kegunaan Silika Gel

- a. Silika gel berfungsi untuk menghindari terbentuknya kelembaban berlebih. Silika merupakan produk yang dapat digunakan dengan aman untuk menjaga kelembaban pada makanan, obat-obatan, bahan sensitif, perangkat elektronik dan film. Produk ini biasanya digunakan dalam kotak pengiriman dan kemasan untuk film, kamera, teropong, perangkat komputer, sepatu kulit, pakaian, makanan, obat-obatan, dan peralatan lainnya.
- b. Produk anti lembab ini menyerap kelembaban tanpa mengubah sifat bahan. Silika adalah zat yang digunakan untuk menyerap kelembaban dan partikel cairan dari udara lingkungan beriklim.

- Selain itu, silika juga berperan dalam melindungi barang-barang yang disimpan agar tidak mengalami kerusakan.
- c. Produk penyerap kelembaban ini juga memiliki perandalam mencegah pembentukan karat pada logam, mengurangi risiko terjadinya hubungan arus pendek pada perangkat listrik mikro, dan mencegah reaksi oksidasi serta dekomposisi bahan kimia akibat tingginya kelembaban udara (Syauqiah *et al.*, 2020).

## 6. Silika Xerogel

Silika xerogel adalah hidrogel yang mengalami konvensional penghilangan air secara untuk mendapatkan bentuk gel kering. Proses ini dilakukan dengan meningkatkan temperatur atau tekanan sehingga air dapat dikeluarkan yang kemudian membentuk gel dalam keadaan kering (Megasari et al., 2019). Silika xerogel biasanya memilki tingkat porositas yang tinggi (15% - 50%) dan luas permukaan yang sangat besar (150 - 900m<sup>2</sup>/g) dengan ukuran pori yang sangat kecil (1 - 10 nm). Memanaskan silika xerogel pada suhu tinggi akan mengakibatkan sintering yang rapat dan efektif mengubah gel berpori menjadi suatu bentuk kaca padat.

Silika xerogel memiliki beragam aplikasi, termasuk sebagai adsorben, katalis, dalam kromatografi kolom, kosmetik, dan juga pada bidang farmasi. Kelebihan silika xerogel antara lain:

- 1. Lebih mudah dibuat.
- 2. Bahan dasarnya mudah ditemukan.
- 3. Tidak melibatkan bahan organik, sehingga tidak menghasilkan limbah sampingan.
- 4. Proses pembuatannya relatif ekonomis.
- 5. Pengeringan dapat dilakukan pada suhu yang tidak terlalu tinggi (Mardiana, 2013).

Struktur, kepadatan, dan kekuatan mekanik dari silika xerogel sangat tergantung pada nilai pH dan konsentrasi silika (Megasari *et al.*, 2019). Penggunaan nilai pH yang lebih tinggi akan menghasilkan luas permukaan silika xerogel yang lebih besar (Silvia, 2020).

Silika xerogel dibuat melalui metode sol-gel yang mencakup empat langkah utama, yakni hidrolisis, kondensasi, *aging*, dan pematangan (Ramadhani et al., 2021). Sintesis silika xerogel dimulai dengan mengambil silika dari abu sekam padi melalui proses kalsinasi pada suhu 700°C. Silika yang dihasilkan

kemudian diolah dengan mereaksikan bersama NaOH untuk mendapatkan persamaan 2.3

$$2NaOH_{(l)} + SiO_{2(s)} \rightarrow Na_2SiO_{3(s)} + H_2O_{(l)}$$
 (2.3)

Secara umum, silika dibuat dengan mencampur larutan natrium silikat dengan asam mineral tertentu. Hasil reaksi ini membentuk dispersi pekat yang pada akhirnya memisahkan partikel dari silika terhidrat, yang sering dikenal sebagai silika hidrosol atau asam silikat. Proses selanjutnya melibatkan pengeringan pada suhu tinggi untuk membentuk silika xerogel. Reaksi yang terjadi, ditunjukkan pada persamaan 2.4 dan 2.5

$$Na_2SiO_{3(aq)} + 2HCl_{(aq)} \rightarrow H_2SiO_{3(l)} + 2NaCl_{(aq)}$$
 (2.4)

$$H_2SiO_{3(s)} \rightarrow SiO_2.H_2O_{(S)}$$
 (2.5)

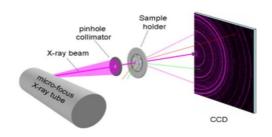
Akibat dari reaksi hidrolisis, terbentuklah gugus aktif silanol (Si-OH) karena adanya interaksi antara natrium silikat dan air. Sebagai katalis digunakan larutan HCl 1 N untuk mempercepat reaksi. Gugus silanol akan terpolimerasi menjadi gugus siloksan (Si-O-Si) selama tahapan kondensasi dan menghasilkan gel. Setelah terbentuk gel, pematangan

gel dilakukan pada suhu 80°C selama 3 jam kemudian dikeringkan dengan dipanaskan pada suhu 100°C untuk mendapatkan xerogel. Beberapa parameter yang berpengaruh pada sintesis silika xerogel adalah pH dan waktu *aging*. pH dan waktu *aging* dapat mempengaruhi luas permukaan dari silika xerogel yang dihasilkan (Silvia, 2020).

#### B. Karakterisasi

### 1. XRD (X-Ray Diffraction)

XRD merupakan alat yang penting untuk karakterisasi padatan kristalin. Metode XRD digunakan untuk menentukan parameter kisi dan struktur kristal, serta untuk menganalisis susunan atom dalam kristal. Setiap unsur dan senyawa yang dianalisis menggunakan teknik difraksi sinar-X akan menghasilkan pola karakteristik. Dengan mengetahui pola difraksi, identifikasi unsur atau senyawa tertentu dapat dilakukan. Instrumen XRD ditunjukkan pada gambar 2.6



**Gambar 2.6** Instrumen XRD (Fahmi, 2019)

Cara kerja XRD didasarkan pada prinsip analisis Bragg. Sinar X disalurkan ke permukaan bidang kristal dengan sudut  $\theta$  dan detektor digunakan untuk merekam sinar yang tersebar pada bidang kristal tersebut. Saat sudut  $\theta$  diubah, detektor akan merekam puncak-puncak yang muncul. Data ini kemudian divisualisasikan dalam bentuk difraktogram dan dianalisis oleh perangkat lunak untuk menginterpretasi data sudut  $2\theta$  (Fahmi, 2019).

Menurut Setiabudi *et al* (2012), bagian-bagian utama pada XRD mencakup tabung elektron, monokromator, filter, sampel *holder*, detektor, dan perangkat lunak analisis. Adapun penjelasan untuk setiap bagian tersebut sebagai berikut :

- a. Tabung elektron berperan sebagai tempat terjadinya pembentukan elektron yang dapat digunakan untuk menumbuk plat logam dan menghasilkan sinar X.
- b. Monokromator berfungsi mengubah sinar polikromatis menjadi sinar monokromatis.
- Filter digunakan untuk menyaring berkas cahaya yang tidak terpakai agar tidak menggangu analisis data.
- d. Sampel *holder* berfungsi sebagai tempat untuk penempatan sampel yang akan dianalisis.
- e. Detektor bertugas mendeteksi berkas cahaya yang melewati sampel dan merekamnya pada pita.
- f. Software analisis, perangkat lunak ini digunakan untuk menerjemahkan rekaman pada pita menjadi nilai 2θ kemudian membentuk pola difaktogram, dan menginterpretasikan data sudut 2θ.

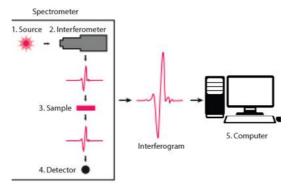
Menurut Munasir *et al* (2012), dari data difraksi sinar X dapat diperoleh :

- a. Posisi puncak difraksi sinar X memberikan informasi mengenai kisi kristal, jarak antar bidang, dan struktur kristal.
- b. Intensitas puncak difraksi menyediakan informasi mengenai letak atom dalam sel satuan.

 Menyajikan informasi mengenai ukuran kristalit dan ketidaksempurnaan kisi berdasarkan karakteristik puncak difraksi yang dihasilkan.

# 2. FTIR (Fourier Transform Infra Red)

Spektroskopi *Fourier* **Transform** Infra Red merupakan teknik analisa yang digunakan dalam proses penentuan struktur molekul dari suatu senyawa. Komponen vital instrumen ini adalah inferometer Michelson. komponen di mana tersebut memecah radiasi inframerah menjadi komponen frekuensi. Michelson lebih direkomendasikan daripada spektroskopi inframerah yang lain, karena struktur informasi molekul dapat dibentuk secara akurat dan dipancarkan dengan resolusi yang lebih tinggi (Sankari, 2010).



**Gambar 2.7** Instrumen FTIR (Meilia, 2019)

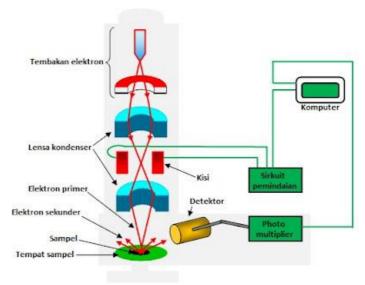
Sinar infrared dipancarkan dari sumber cahaya menuju interferometer untuk dilakukan pengkodean spektral. Kemudian berkas sinar memasuki bagian sampel untuk ditransmisikan atau dipantulkan dari permukaan sampel. Berkas berakhir di detektor untuk dilakukan pengukuran sinyal interferogram. Sinyal yang diukur, selanjutnya didigitalkan dan dikirim menuju komputer tempat *fourier transformation* berlangsung (Meilia, 2019).

Teknik pengoprasian FTIR tidak sama dengan Spektrometer inframerah lainnya, Inferometer Michelson pada FTIR digunakan sebagai pengganti monokromator yang berada di depan monokromator, dengan fungsi mengarahkan sinyal detektor agar sesuai dengan frekuensi yang terukur (Khopkar, 2008).

# 3. SEM-EDX (Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray)

SEM merupakan alat mikroskop elektron yang memiliki kemampuan untuk memeriksa objek padat dalam tiga dimensi. SEM digunakan untuk mengamati permukaan sel atau struktur bahan padat lainnya. Versi modern dari SEM memiliki resolusi hingga 1 nm dan mampu melakukan perbesaran hingga 400.000 kali. Dalam SEM, gambar yang dihasilkan melalui

pendeteksian dua jenis elektron, yaitu elektron sekunder dan elektron pantul yang timbul dari permukaan sampel ketika disorotoleh sinar elektron (Setianingsih, 2017). Intrumen SEM-EDX dapat dilihat pada gambar 2.8



Gambar 2.8 Instrumen SEM-EDX (Wijaya, 2019)

Elektron yang dihasilkan oleh SEM berasal dari sumber elektron, di mana pancaran elektronnnya akan diteruskan ke anoda. Anoda berfungsi untuk membatasi pancaran elektron yang melewati sudut hambur yang terlalu besar. Kemudian, berkas elektron tersebut diteruskan menuju lensa magnetik, sirkuit pemindaian dan akhirnya menembak spesimen. Berkas elektron

kemudian difokuskan oleh lensa magnetik sebelum sampai pada permukaan sampel. Lensa magnetik memiliki lensa kondensor yang berfungsi memfokuskan sinar elektron. Hasil akhirnya berupa elektron terhambur balik dan sekunder yang bergerak menuju sampel yang kemudian dihasilkan gambar pada monitor (Boldin, 2010).

SEM Prinsip dasar dari adalah elektron ditembakkan ke sampel dan lensa akan memfokuskan elektron tersebut. Selanjutnya, probe elektron akan melakukan pemindaian menyeluruh pada sampel berdasarkan sumbu scanning. Selama interaksi antara *probe* elektron dan sampel, berbagai jenis emisi dihasilkan dan emisi tersebut kemudian dideteksi oleh sensor. Data hasil deteksi selanjutnya ditransmisikan ke layar monitor CRT(Cathode Ray Tube) (Wibisono, 2017).

## C. Kajian Riset yang Relevan

Penelitian yang dilakukan oleh Susanti (2017) mengenai sintesis silika gel teraktivasi dari pasir quarsa untuk menurunkan kadar ion  $Cu^{2+}$  dalam air menunjukan hasil analisis menggunakan XRD, dengan puncak pada  $2\theta$ =21,64° yang mengindikasikan keberadaan *tridymite* dan fasa *monoclinic*. Analisis dengan metode BET menunjukan bahwa silika gel kering teraktivasi memiliki

luas permukaan dan pori-pori yang besar, dengan luas permukaan mencapai 222,068 m²/g. Dalam proses penurunan kadar ion Cu²+ digunakan variasi pH, waktu kontak, dan konsentrasi awal larutan Cu²+. Hasil penelitian menunjukan bahwa penurunan kadar ion Cu²+ oleh silika gel teraktivasi optimal pada pH 6, dengan waktu kontak 80 menit dan konsentrasi awal larutan Cu²+ sebesar 30 ppm menghasilkan kapasitas adsorpsi sebesar 0,0074 mg/g.

Penelitian yang dilakukan oleh Ramadani (2018) mengenai sintesis dan karakterisasi silika gel dari limbah kaca untuk menurunkan kesadahan air, bertujuan untuk mengetahui sifat dan kemampuan silika gel dalam mengurangi tingkat kesadahan air sumur. Hasil penelitian menunjukan bahwa karakteristik silika gel dengan variasi konsentrasi 0,5 M HCl; 0,75 M; 1 M yang dianalisis menggunakan XRD,menunjukkan struktur amorf dengan kandungan SiO<sub>2</sub> masing-masing sebesar 96,1%, 92,1%, dan 89,%, serta diameter kristal (D) berturut-turut 3,803 nm; 2,653 nm; dan 2,204 nm. Uji kesadahan menunjukkan penurunan pada sumur I, II, dan III sebesar 38,09%.

Penelitian yang dilakukan oleh Megasari *et al.* (2019) mengenai sintesis silika xerogel dari abu daun bambu sebagai adsorben uranium, memiliki tujuan untuk

mengetahui pengaruh pH dan waktu *aging* serta mengetahui karakteristik silika xerogel, model isoterm adsorpsi, dan termodinamika adsorpsi uranium oleh silika xerogel. Hasil penelitian menunjukan bahwa sintesis silika xerogel mencapai kondisi optimum pada pH 7 dengan waktu *aging* optimal selama 3 jam. Karakterisasi silika xerogel hasil sintesis mengindikasikan keberadaan gugus silanol (Si-O) dan siloksan (Si-O-Si), sedangkan data XRD menunjukan bahwa silika xerogel memiliki struktur amorf.

Penelitian yang dilakukan oleh Nazriati *et al.* (2018) terkait pengaruh kondisi *aging* terhadap karakteristik silika xerogel melibatkan proses sintesis memnggunakan metode sol-gel melalui beberapa tahap yaitu hidrolisis, kondensasi, *aging*, dan *drying*. Hasil analisis FTIR menunjukan keberhasilan silika gel dengan terdeteksinya serapan khas gugus silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si). Analisis BET mengindikasikan bahwa luas permukaan silika gel dipengaruhi oleh temperatur *aging* dan penambahan konsentrasi monomer dengan temperatur *aging* optimum ditemukan pada suhu 40°C dan penambahan konsentrasi monomer pada volume 4 mI.

Penelitian yang dilakukan oleh Meyori *et al* (2018) mengenai sintesis dan karakterisasi xerogel hasil kopresipitasi dari pasir pantai Panjang bertujuan untuk mensintesis dan mengkarakterisasi xerogel hasil sintesis. Proses pembuatan xerogel terdiri dari dua tahap yaitu, pembentukan larutan natrium silikat dan pembentukan gel. Pembuatan larutan natrium silikat melibatkan penggunaan larutan NaOH dengan variasi konsentrasi 5, 6, Μ. Pembentukan gel dilakukan menambahkan larutan HCl 10 M ke larutan natrium silikat, diikuti oleh proses penyaringan, pencucian. dan pengeringan dalam oven. Hasil penelitian menunjukan bahwa kondisi optimum sintesis xerogel, seperti yang terindikasi oleh XRD menunjukan bahwa struktur kristal silika pada xerogel hasil sintesis bersifat amorf. Analisis SEM-EDS menunjukan bahwa xerogel yang hasilkan memiliki tekstur halus dengan ukuran tidak homogen, dan unsur Si dan O merupakan unsur dengan kandungan tertinggi. Pengukuran PSA menunjukan bahwa partikel xerogel hasil sintesis memiliki ukuran rata-rata sebesar 191.4 nm.

Penelitian yang dilakukan oleh Huljana et al. (2021) mengenaisilica-rice husk as adsorbent of Cr(VI) ions prepared through sol-gel method, bertujuan untuk mengetahui karakteristik silika yang disintesis menggunakan metode sol-gel guna mencapai homogenitas

dan kemurnian yang optimal. Silika yang dihasilkan kemudian mengalami proses kalsinasi pada 700°C selama 4 jam. Adanya gugus –OH dari silanol (-Si-OH) terdeteksi pada bilangan gelombang 3367,70 cm<sup>-1</sup>, sementara gugus fungsi siloksan teridentifikasi pada 1056,99 cm<sup>-1</sup> dan 784,38 cm<sup>-1</sup>, yang mewakili peregangan asimetris O-Si-O dan getaran Si-O. Kondisi optimum untuk silika dalam mengadsorpsi ion Cr(VI) terjadi pada pH 2 dengan waktu kontak selama 90 menit, menunjukkan efisiensi adsorpsi sebesar 75,65% dan mengikuti pola isoterm *Freundlich*.

## D. Hipotesis

Silika memiliki kemampuan untuk mengadsorpsi logam pada air karena silika memiliki luas permukaan yang besar, stabilitasnya tinggi dan mudah dimodifikasi. Silika yang berperan sebagai adsorben ini akan menyerap kadar logam dalam hal ini adalah kesadahan total (CaCO<sub>3</sub>). Sehingga kadar kesadahan yang semula tinggi akan terserap ke permukaaan silika dan akan terjadi penurunan kadar kesadahan.

#### BAB III

#### METODE PENELITIAN

## A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan mulai bulan Mei sampai dengan bulan September 2023. Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia. Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Walisongo Semarang sebagai perlakuan awal antara lain preparasi abu sekam padi, ekstraksi silika dan pembentukan natrium silikat, sintesis silika xerogel, aktivasi silika xerogel, dan penetapan kesadahan total. Adapun karakterisasi FTIR dilakukan di Laboratorium Fisika. Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Walisongo Semarang. Karakterisasi XRD dilakukan di Laboratorium Kimia, Universitas Negeri Surakarta, dan karakterisasi SEM-EDX dilakukan di Laboratorium Kimia, Universitas Diponegoro.

#### B. Alat dan Bahan

#### 1. Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya adalah pipet tetes, kaca arloji, spatula, batang pengaduk, cawan porselin, erlenmeyer (*pyrex*), gelas ukur (*pyrex*), labu ukur (*pyrex*), lumpang alu, gelas beaker (*pyrex*), buret, statif dan klem, ayakan 100 mesh, kertas saring whatman, *magnetic stirrer* (SP131320-33Q), pH meter, neraca (*pudak scientific*), furnace, oven (*memmert IN55 incubator*). Adapun instrumen yang digunakan adalah spektrofotometer FTIR (Alpha II bruker) di UIN Walisongo Semarang, XRD (bruker D8 Advance) di Universitas Sebelas Maret, dan SEM-EDX (JEOL JSM-6510LA) di Universitas Diponegoro.

#### 2. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan meliputi: sekam padi hasil pengolahan dari pabrik beras di Bumiayu Brebes, air sumur dari Sayung Demak, HCl 32% (Merck), aquades, NaOH 4%, pH Universal, buffer pH 10, indikator EBT (*Eriocrom Black T*), Na-EDTA (*Etylenediaminetetraacetic acid*) 0,01 M.

## B. Prosedur Kerja

# 1. Preparasi Abu Sekam Padi (Aryani, 2019)

Sekam padi sebanyak 100 g dicuci menggunakan aquades kemudian dilakukan pengeringan menggunakan oven pada suhu 100°C selama 2 jam. Sekam padi yang telah kering selanjutnya dikalsinasi

pada suhu 700°C selama 2 jam. Kemudian abu sekam padi yang diperoleh dari furnace dihaluskan dengan cara ditumbuk, selanjutnya abu diayak dengan ayakan ukuran 100 mesh untuk didapatkan abu yang lebih halus.

# 2. Ekstraksi Silika dan Pembentukan Natrium Silikat (Meyori et al., 2018)

Sebanyak 5 g abu sekam padi ditambahkan dalam larutan NaOH 4% dan diaduk menggunakan magnetic stirrer pada suhu 80°C selama 3 jam sambil dipanaskan di atas pemanas listrik dengan kecepatan 150 rpm. Selanjutnya, dilakukan penyaringan menggunakan kertas saring Whatman no. 42. Hasil dari penyaringan tersebut berupa filtrat yang selanjutnya digunakan untuk sintesis.

## 3. Sintesis Silika Xerogel (Susanti, 2017)

Asam klorida (HCl) dengan variasi konsentrasi 1; 1,5 dan 2 M ditambahkan ke dalam 50 mL larutan natrium silikat tetes per tetes hingga pH netral. Larutan diaduk perlahan hingga membentuk gel. Kemudian didiamkan selama 18 jam pada suhu ruang dan dicuci dengan aquades (H<sub>2</sub>O) hingga pH netral. Setelah itu, dioven pada suhu 100°C selama 4 jam kemudian dihaluskan dan diayak untuk selanjutnya dikarakterisasi dengan FTIR, XRD dan SEM-EDX (Susanti, 2017) .

## 4. Aktivasi Silika Xerogel (Susanti, 2017)

Sebanyak 4 g silika xerogel dimasukkan dalam 100 mL larutan asam klorida (HCl) 2 M kemudian dipanaskan sambil diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 60 menit. Setelah itu, dicuci dengan aquades hingga pH netral. Kemudian dari hasil tersebut disaring residu (silika xerogel), kemudian dioven pada suhu 120°C selama 3 jam.

## 5. Uji Karakterisasi Silika Xerogel

## a. XRD (X-Ray Diffraction) (Silvia, 2020)

Silika xerogel yang telah dihasilkan kemudian dianalisis menggunakan XRD(X-Ray) Diffraction) untuk mengidentifikasi dan menganalisis fasa dari silika xerogel. Pengujian silika xerogel dilakukan dengan instrumen XRD pada jangkauan sudut  $2\theta$  dengan sudut  $15^{\circ}$  -  $65^{\circ}$ , hasil yang diperoleh selanjutnya dianalisis.

# b. FTIR (Fourier Transform Infra Red) (R.T. Savana & Maharani, 2017)

Silika xerogel yang telah dihasilkan kemudian dikarakterisasi dengan FTIR (*Fourier Transform InfraRed*) untuk menganalisis gugus fungsi dan sisi aktif dari silika xerogel. Pengujian silika xerogel dilakukan dengan instrumen FTIR pada bilangan gelombang 400 cm<sup>-1</sup> - 4000 cm<sup>-1</sup>, hasil yang diperoleh selanjutnya dianalisis.

# c. SEM-EDX(Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray) (Setianingsih, 2017)

Silika xerogel yang telah dihasilkan kemudian dianalisis menggunakan SEM-EDX (*Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray*) untuk menganalisis bentuk dan morfologi permukaan dari silika xerogel. SEM modern dapat mencapai resolusi hingga 1 nm atau memperbesar gambar 400.000 kali.

## 6. Aplikasi Silika Xerogel untuk Menurunkan Kesadahan Air Sumur

a. Preparasi Sampel Air Sumur (berdasarkan SNI 6989.57:2008)

Metode pengambilan sampel dalam penelitian ini dilakukan dengan cara *random sampling* atau pengambilan sampel secara acak. Pengambilan sampel dilakukan pada 3 sumur di Sayung Demak. Selanjutnya, sampel air tersebut dimasukkan ke dalam jerigen steril sebanyak 3 L untuk selanjutnya diuji kesadahannya. Sampel air

yang diambil dari 3 titik sumur di Sayung Demak masing-masing diambil sebanyak 1 kali berdasarkan perbedaan tempat, sehingga total sampel air sumur ada 3 jerigen.

## b. Penetapan Kesadahan Total (berdasarkan SNI 6989.12:2004)

Sebanyak 50 mL sampel air diuji secara duplo, dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL, kemudian diencerkan dengan aquades hingga Setelah itu sampel tersebut batas. tanda dimasukkan dalam erlenmeyer 250 Selanjutnya, ditambahkan 1 mI. larutan penyangga dengan pH 10. Langkah selanjutnya, indikator EBT sebanyak seujung spatula 30 mg ditambahkan, lalu dilakukan titrasi perlahan dengan larutan baku Na<sub>2</sub>EDTA 0,01 M hingga terjadi perubahan warna dari merah keunguan menjadi biru. Na<sub>2</sub>EDTA vang digunakan telah distandarisasi terlebih dahulu yaitu dengan memasukkan 10 mL larutan CaCO<sub>3</sub> 0,01 M ke dalam erlenmeyer 250 mL. Kemudian, ditambahkan sebanyak 40 mL air suling dan 1 mL larutan penyangga pH 10, dan ditambahkan juga 30 mg indikator EBT. Berikutnya, dilakukan

titrasi menggunakan larutan Na<sub>2</sub>EDTA hingga terjadi perubahan warna dari merah keunguan menjadi biru.

Volume larutan  $Na_2EDTA$  yang telah digunakan untuk standarisasi kemudian dicatat untuk selanjutnya dihitung molaritasnya dengan persamaan 3.1:

$$M_{EDTA} = \frac{M CaCO3 \cdot V CaCO3}{V EDTA} (mmol/ml) (3.1)$$

Dimana:

 $M_{CaCO3} = molaritas CaCO_3 (M)$ 

 $V_{CaCO3}$  = volume  $CaCO_3$  (mL)

 $V_{EDTA}$  = volume EDTA (mL)

 $M_{EDTA} = molaritas EDTA (mmol/ml)$ 

Catat volume larutan baku  $Na_2EDTA$  yang digunakan, titrasi diulangi sebanyak dua kali dan hitung rata-rata volume  $Na_2EDTA$  yang digunakan.

c. Aplikasi Silika Xerogel terhadap Sampel Air Sumur

Sebanyak 50 mL sampel air sumur dicampurkan dengan 0,1 g silika xerogel 2 M sebelum dan setelah aktivasi pada sampel air sumur yang telah diberi perlakuan sebelumnya dengan waktu kontak 2 jam. Selanjutnya, campuran tersebut diaduk menggunakan magnetic stirrer, disaring dan diuji untuk menentukan tingkat kesadahannya sesuai dengan metode yang sama dengan prosedur (b) dilakukan secara duplo (Susanti, 2017).

#### d. Kapasitas Adsorpsi

Kapasitas adsorpsi mendefinisikan jumlah maksimum adsorbat yang dapat terkumpul pada permukaan adsorben. Kapasitas adsorpsi tertinggi dapat dicapai setelah melakukan penyesuaian parameter yang mempengaruhi proses adsorpsi seperti massa adsorben, struktur molekul, dan pH larutan (Kurniawan, 2010). Berikut ini perhitungan kapasitas adsorpsi berdasarkan persamaan 3.2:

$$Q = \frac{(Co - Ce).V}{W}$$
 (3.2)

Di mana:

Q = Kadar logam yang teradsorpsi (mg/g)

V = Volume larutan (L)

Co = Konsentrasi awal logam dalam larutan (mg/L)

Ce = Konsentrasi akhir logam dalam larutan (mg/L)

W = Berat/massa adsorben yang digunakan (g) e. Efektivitas Adsorpsi

Adsorben yang baik adalah adsorben yang memiliki nilai efektivitas yang tinggi, di mana nilai efektivitas adsorpsi tersebut dapat dihitung menggunakan persamaan 3.3 (Meila, 2021):

% E = 
$$\frac{(Ci - Ce)x \, 100\%}{Ci} x \, 100\%$$
 (3.3)

Di mana:

%E = Efektifitas adsorpsi

Ci = Konsentrasi awal logam dalam larutan (mg/L)

Ce = Konsentrasi akhir logam dalam larutan (mg/L)

#### f. Analisis Data

#### 1. Perhitungan Kesadahan Total

Perhitungan dalam penelitian ini sesuai dengan persamaan 3.4

mg CaCO<sub>3</sub>/L = 
$$\frac{1000}{V cu}$$
 x V <sub>EDTA</sub> x M <sub>EDTA</sub> x 100 (3.4)

Dimana:

V cu = volume contoh uji (mL)

 $V_{EDTA}$  = volume rata-rata larutan baku Na<sub>2</sub>EDTA (mL)

 $M_{EDTA}$  = molaritas larutan baku Na<sub>2</sub>EDTA (mL) 100 = berat atom CaCO<sub>3</sub> (mg/mmol)

#### 2. Uji Normalitas Shapiro-Wilk

Langkah pertama, dibuka program SPSS versi 23, kemudian diklik variabel view. Pada bagian name, kolom pertama diisi A (sampel air sumur sebelum perlakuan) sedangkan pada kolom kedua diisi A\* (sampel air sumur setelah perlakuan). Kemudian pada kolom label pertama, diisi "sebelum" dan pada kolom kedua diisi "setelah". Selanjutnya klik data view dan akan muncul kolom A dan A\* untuk tempat menginput data dari hasil perhitungan penentuan kesadahan. Kemudian klik analyze, klik descriptive statistics, klik explore hingga muncul kotak untuk variabel A dan A\*. Kemudian dipindahkan ke kotak sebelah kanan yaitu dependent list . Selanjutnya pilih plots, klik tanda ceklis pada normality plots with tests, klik continue dan pada bagian display pilih both lalu klik OK. Maka akan muncul hasil data yang telah diinput.

Persyaratan untuk uji Shapiro-Wilk, diantaranya:

- a. Data harus berupa skala interval atau rasio (variabel kuantitatif)
- b. Data disajikan sebagai data tunggal dan belum dikelompokkan dalam tabel distribusi frekuensi.
- c. Data berasal dari sampel acak.

Uji signifikan sistatistik dapat dievaluasi dengan membandingkan nilai probabilitasnya (p) dengan nilai yang terdapat dalam tabel distribusi Shapiro-Wilk. Berikut ini adalah hipotesis uji normalitas Sahpiro-Wilk:

- a. Apabila p > 5%, maka Ho diterima maka Ha ditolak, artinya populasi berdistribusi normal.
- b. Apabila p < 5%, maka Ho ditolak maka Ha diterima, artinya populasi tidak berdistribusi normal.

### 3. Uji t Berpasangan

Langkah pertama, dibuka program SPSS versi 23, kemudian diklik variabel *view*. Pada bagian *name*, kolom pertama diisi A (sampel air sumur sebelum perlakuan) sedangkan pada kolom kedua diisi A\* (sampel air sumur setelah perlakuan). Kemudian pada kolom label pertama, diisi

"sebelum" dan pada kolom kedua diisi "setelah". Selanjutnya klik data view dan akan muncul kolom A dan A\* untuk tempat menginput data dari hasil perhitungan penentuan kesadahan. Kemudian klik analyze, klik compare means, klik paired samples t test. Lalu muncul kotak yang berisi data sebelum dan sesudah, yang dipindahkan ke kotak sebelah kanan (paired variables), lalu klik OK. Maka akan muncul hasil data yang telah diinput.

Kriteria dari uji statistik uji t berpasangan (Ghozali, 2016) sebagai berikut:

- Apabila nilai signifikansi uji t > 0,05 maka Ho diterima dan Ha ditolak. Artinya tidak ada perbedaan nilai kesadahan air sumur antara sebelum dan sesudah proses adsorpsi silika xerogel.
- 2. Apabila nilai signifikansi uji t < 0,05 maka Ho ditolak dan Ha diterima. Artinya ada perbedaan nilai kesadahan air sumur antara sebelum dan sesudah proses adsorpsi silika xerogel.

#### **BAB IV**

#### HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui penurunan kadar kesadahan air sumur dari Sayung Demak menggunakan adsorben silika xerogel. Silika xerogel adalah material berbahan dasar silika yang memiliki struktur amorf, yang berarti tidak memiliki susunan yang teratur. Sekam padi dipilih sebagai bahan baku sintesis silika xerogel karena mengandung 85% -95% silika Apabila nilainya mendekati atau di bawah kisaran persen tersebut, kemungkinan disebabkan sampel sekam padi yang terkontaminasi oleh zat lain, sehingga menyebabkan kandungan silikanya rendah (Danarto & Samun, 2008). Hasil sintesis dikarakterisasi Diffraction) menggunakan XRD (X-Ray untuk mengetahui struktur dan ukuran kristal dalam silika xerogel, FTIR (Fourier Transform Infra Red) untuk mengidentifikasi gugus aktif yang ada dalam silika xerogel, dan SEM-EDX (Scanning Electron Microscope -Energy Dispersive X-Ray) untuk mengamati morfologi permukaan silika xerogel.

#### A. Preparasi Abu Sekam Padi

Adsorben yang digunakan diperoleh dari sekam padi yang telah diproses menjadi abu. Sekam padi didapat dari pabrik penggilingan padi di wilayah Brebes. Sekam padi yang telah diperoleh kemudian dibersihkan menggunakan aquades yang bertujuan untuk menghilangkan kotoran dan kontaminan yang ada. Setelah itu. sekam padi dikeringkan menggunakan oven pada suhu 100°C selama 2 jam. Kemudian, sekam padi dikalsinasi pada suhu 700°C selama 2 jam, dengan suhu tersebut terjadi pengurangan berat sekam padi karena proses kalsinasi tersebut (Aziz et al., 2019). Selain itu, pada suhu tersebut silika akan berbentuk amorf. Akan tetapi pada suhu yang lebih besar dari 1000°C akan berbentuk silika kristalin (Katsuki et al., 2005). Hasil dari kalsinasi berupa abu yang kemudian ditumbuk sampai halus (Aryani, 2019) dan diayak dengan ayakan 100 mesh sehingga menghasilkan serbuk abu sekam padi yang halus. Abu sekam padi diayak sampai halus agar memperbesar luas permukaan dan ukuran yang terbentuk homogen. Abu sekam padi yang telah diperoleh, ditujukkan pada gambar 4.1



Gambar 4.1 Abu Sekam Padi

#### B. Ekstraksi Silika dan Pembentukan Natrium Silikat

Silika atau silikon dioksida (SiO<sub>2</sub>) menjadi komponen utama dalam terbentuknya silika xerogel, sehingga perlu dilakukan ekstraksi silika dari abu sekam padi sebelumnya. Proses ekstraksi silika dilakukan dengan menambahkan natrium hidroksida (NaOH) 4% ke dalam 5 g abu sekam yang dimasukkan dalam gelas kimia 200 mL kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 3 jam. Mekanisme pembentukan natrium silikat adalah senyawa NaOH terpisah menjadi Na<sup>2+</sup> dan OH-, dimana ion hidroksil (OH-) akan mengikat ion Si pada SiO<sub>2</sub> sehingga membentuk SiO<sub>2</sub>OH-, kemudian ion H+ dilepas sehingga pada atom O akan terjadi pemutusan ikatan rangkap dan kembali menjadi SiO<sub>3</sub><sup>2-</sup>. Ion hidroksil yang kedua (OH-) akan berikatan dengan ion

hidrogen (H+) akan membentuk molekul  $H_2O$ . Molekul  $SiO_3^{2-}$  yang terbentuk akan diseimbangkan dengan dua ion Na+ akan membentuk natrium silikat (Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) (Siswanto, 2020). Mekanisme tersebut ditunjukkan pada persamaan 4.1

$$SiO_{2(s)} + 2NaOH_{(aq)} \rightarrow Na_2SiO_{3(s)} + H_2O_{(l)}$$
 (4.1)

Tujuan dilakukan penambahan NaOH yaitu dikarenakan NaOH termasuk basa kuat yang memiliki sifat sangat reaktif dan merupakan pereaksi yang kuat. Larutan natrium silikat dilarutkan dalam NaOH menggunakan kombinasi pemanasan dan pengadukan. Tujuan dari proses ini adalah untuk meningkatkan interaksi molekuler di dalam larutan, sehingga mempercepat proses pelarutan. Campuran yang dihasilkan dari pemanasan tersebut kemudian disaring, sehingga menghasilkan filtrat berupa larutan natrium silikat (Maulana et al., 2014).

Selanjutnya, campuran yang telah diperoleh disaring menggunakan kertas saring Whatman dan hasil yang diambil berupa filtrat (Meyori *et al.*, 2018). Tujuan dilakukan penyaringan yaitu untuk memisahkan hasil atau filtrat dengan residu dari

hasil pengadukan menggunakan *magnetic stirer* sebelumnya. Warna dari filtrat yaitu bening kekuningan yang mengandung senyawa Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>. Semakin encer larutan natrium silikat, maka akan berpengaruh terhadap ketersediaan gugus siloksan yaitu menjadi semakin sedikit, sehingga silika xerogel yang dihasilkan juga akan berkurang (Sujoto *et al.*, 2023). Natrium silikat yang telah diperoleh, ditunjukkan pada gambar 4.2





Gambar 4.2 Natrium Silikat

### C. Sintesis Silika Xerogel

Sintesis silika xerogel dilakukan dengan menambahkan larutan asam klorida secara tetes pertetes yang telah divariasi konsentrasinya yakni 1; 1,5; dan 2 M. Penambahan HCl pada larutan natrium silikat dilakukan untuk membentuk senyawa asam silikat (Si(OH)<sub>4</sub>). Asam silikat ini kemudian mengalami polimerisasi yang cepat, membentuk dimer, trimer, dan bahkan polimer lebih lanjut melalui pembentukan ikatan siloksan (Si-O-Si), sehingga membentuk hidrogel (Maulana *et al.*, 2014). Reaksi yang terjadi, ditunjukkan pada persamaan 4.2

$$Na_2SiO_{3(aq)} + 2HCl_{(aq)} \rightarrow SiO_{2(s)} + 2NaCl_{(s)} + H_2O_{(l)} (4.2)$$

Secara umum, proses pembentukan silika dibuat dengan melakukan penambahan asam mineral dalam hal ini adalah HCl pada natrium silikat. Reaksi ini menghasilkan suatu dispersi pekat yang akhirnya memisahkan partikel dari silikat terhidrat yang dikenal dengan silika hidrosol atau asam silikat (Yuliana, 2018).

Tujuan dilakukan variasi konsentrasi HCl yaitu untuk membandingkan variasi mana yang mengandung silika paling banyak dilihat dari hasil karakterisasinya. Penggunaan HCl dalam sintesis silika xerogel dinilai lebih efektifdari pada penggunaan asam sulfat  $(H_2SO_4)$ , asam oksalat  $(C_2H_2O_4)$  atau asam sitrat  $(C_6H_8O_7)$ , karena terkait dengan pembentukan garam natrium. Natrium sulfat,

natrium oksalat dan natrium sitrat memiliki ukuran partikel besar, yang dapat menyumbat pori-pori silika. Di sisi lain, natrium klorida memiliki ukuran partikel vang lebih kecil sehingga lebih mudah dihilangkan melalui pencucian menggunakan proses  $H_2O$ (Maulana et al., 2014). Semakin tinggi konsentrasi HCl yang ditambahkan, intensitas serapan IR menjadi semakin besar. menunjukkan peningkatan jumlahgugus -OH. Hal ini terjadi karena penggunaan konsentrasi asam yang tinggi pada saat pembentukan gel mengakibatkan peningkatan jumlah gugus -Si-O vang terprotonasi. sehingga menvebabkan pembentukan Si-OH meningkat pula. Peningkatan jumlah gugus Si-OH yang mengalami polimerisasi menjadi Si-O-Si berkontribusi pada peningkatan kapasitas penyerapan air (Sujoto et al., 2023). Asam klorida ditambahkan tetes pertetes ke dalam natrium silikat yang sebelumnya telah diekstraksi sampai terbentuk gel atau endapan berwarna putih.

Kemudian, endapan atau gel silika yang sudah terbentuk dipanaskan dengan cara di oven pada suhu 100°C selama 4 jam. Selanjutnya, hasil oven ditumbuk sampai halus dan diayak dengan ayakan 100 mesh. Karakteristik silika xerogel yang paling membedakan

dari jenis silika aerogel dan hidrogel dari segi fisik yaitu serbuk berwarna putih. Silika xerogel yang telah disintesis, ditunjukkan pada gambar 4.3 berikut ini







Silika HCl 1 M

Silika HCl 1,5 M

Silika HCl 2 M

**Gambar 4.3** Silika Xerogel Variasi HCl Konsentrasi 1 M; 1,5 M; 2 M

Silika xerogel dengan variasi HCl sebelum teraktivasi, memiliki sifat fisik berwarna putih sedikit kekuningan dan berbentuk serbuk yang sedikit kasar. Silika xerogel yang digunakan pada tahap selanjutnya yaitu silika dengan variasi konsentrasi 2 M. Hal ini berdasarkan hasil uji EDX yang menunjukkan pada variasi konsentrasi 2 M terdapat kandungan silika lebih banyak yaitu sebesar 58,78%.

#### D. Aktivasi Silika Xerogel

Proses aktivasi silika xerogel dilakukan secara kimia menggunakan aktivator HCl yang akan mengikat zat-zat pengotor di dalam silika xerogel. Aktivator yang digunakan dalam penelitian ini adalah HCl dengan konsentrasi 2 M yang bertujuan agar zat-zat pengotor lebih mudah larut sehingga pori-pori silika menjadi lebih besar dan meningkatkan proses adsorpsi. Penggunaan HCl dalam proses aktivasi pada penelitian ini dapat berdampak pada jumlah komposisi unsur silika (Si) dan oksigen (O) sebagai penyusun senyawa SiO<sub>2</sub> pada saat analisis EDX (Setiawan *et al.*, 2022).

Sebanyak 4 g silika xerogel dimasukkan dalam larutan HCl 2 M, kemudian diaduk menggunakan magnetic stirrer selama 60 menit. Selanjutnya, dinetralkan menggunakan aquades hingga pH netral dan disaring residu silika xerogel menggunakan kertas saring. Kemudian, dipanaskan menggunakan oven pada suhu 120°C selama 3 jam (Susanti, 2017). Hasil aktivasi dilanjutkan dengan karakterisasi menggunakan FTIR, XRD, dan SEM-EDX. Silika xerogel yang telah diaktivasi, ditunjukkan pada gambar 4.4



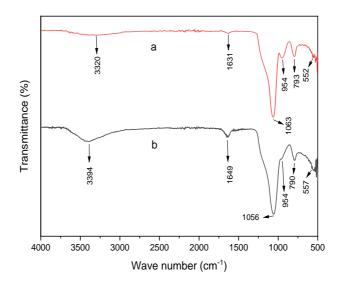
Gambar 4.4 Silika Xerogel Teraktivasi HCl

Silika xerogel yang teraktivasi memiliki sifat fisik berupa serbuk berwarna putih dengan berbentuk serbuk yang sangat halus.

#### E. Uji Karakterisasi Silika Xerogel

#### 1. FTIR (Fourier Transform Infra Red)

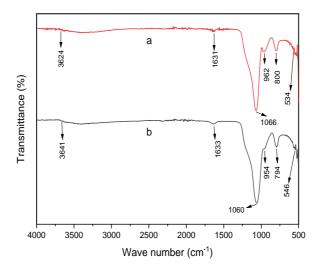
Karakterisasi silika xerogel menggunakan FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) adalah untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat dalam material silika. Karakterisasi FTIR dilakukan pada rentang bilangan gelombang 4000 cm<sup>-1</sup> - 400 cm<sup>-1</sup>.



Gambar 4.5 Hasil Spektra FTIR
(a) silika xerogel 1 M teraktivasi HCl 2 M
(b) silika xerogel 1 M tanpa aktivasi HCl 2 M

#### Keterangan:

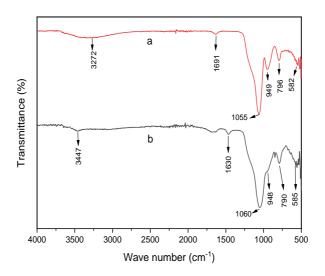
- Silika xerogel tanpa aktivasi
- Silika xerogel teraktivasi



**Gambar 4.6** Hasil Spektra FTIR (a) silika xerogel 1,5 M teraktivasi HCl 2 M (b) silika xerogel 1,5 M tanpa aktivasi HCl 2 M

## Keterangan:

- Silika xerogel tanpa aktivasi
- Silika xerogel teraktivasi



Gambar 4.7 Hasil Spektra FTIR
(a) silika xerogel 2 M teraktivasi HCl 2 M
(b) silika xerogel 2 M tanpa aktivasi HCl 2 M

#### Keterangan:

- Silika xerogel tanpa aktivasi
- Silika xerogel teraktivasi

Berdasarkan gambar serapan FTIR pada ketiga variasi menunjukkan bilangan gelombang yang tidak terlalu berbeda secara signifikan antara silika xerogel sebelum aktivasi dan setelah aktivasi. Gambar 4.5, 4.6, dan 4.7 menunjukkan gugus fungsi pada setiap variasi silika xerogel

yang lebih dijelaskan pada tabel 4.1, berupa daerah gugus fungsi FTIR

**Tabel 4.1** Daerah Gugus Fungsi Pada FTIR Sebelum dan Setelah Aktivasi

			Variasi	Si	lika	Xeroge		
Gugus	Tipe	Rentang Bil.	1 M		1,5 M		2 M	
fungsi	vibrasi	Gel. (cm <sup>-1</sup> )	seb.	set.	seb.	set.	seb.	set.
0-H dari	Ulur	3200-	3394	3320	3641	3624	3447	3272
Si-OH atau		3700	cm <sup>-1</sup>					
air		(Prasetiya						
(silanol		nto, dkk.,						
dan air)		2009)						
0-H	Tekuk	1635-	1649	1631	1663	1631	1630	1691
(silanol		1659	cm <sup>-1</sup>					
dan air)		(Prima						
		Astuti						
		H,dkk.,						
Si-O	Ulur	2015) 1030-	1056	1063	1060	1066	1055	1060
(siloksan)	asimetris	1200	cm <sup>-1</sup>					
(SHOKSAII)	asimetris	(Prima	CIII -	CIII -	CIII -	CIII	CIII -	CIII -
		Astuti						
		H,dkk.,						
		2015)						
Si-OH	Ulur	950-970	954	954	954	962	948	949
(silanol)	simetris	(Prima	cm <sup>-1</sup>					
(		Àstuti						
		H,dkk.,						
		2015)						
Si-O	Ulur	779-800	790	793	794	800	790	792
(siloksan)	simetris	(Prima	cm <sup>-1</sup>					
		Astuti						
		H,dkk.,						
		2015)						
Si-O-Si	Tekuk	561-590	557	552	546	543	582	585
(siloksan)		(Prima	cm <sup>-1</sup>					
		Astuti						
		H,dkk.,						
		2015)						

Ket tabel 4.1:

Seb : Sebelum aktivasi Set : Setelah aktivasi

Pada gambar 4.5, 4.6, 4.7 dapat dilihat bahwa karakteristik FTIR terhadap setiap variasi silika xerogel sebelum dan setelah teaktivasi HCl. Perbedaan antara silika xerogel sebelum dan setelah aktivasi dilihat dari adanya perubahan pergeseran bilangan gelombang dari tiap variasi konsentrasi.

#### a. Silika Xerogel 1 M

Spektrum silika xerogel variasi 1 M memperlihatkan keberadaan puncak serapan pada bilangan gelombang 3394 cm<sup>-1</sup> dan 3320 cm<sup>-1</sup> yang merupakan gugus vibrasi ulur -OH dari Si-OH. Rentang 3200 cm<sup>-1</sup> - 3700 cm<sup>-1</sup> pada spektrum inframerah menunjukkan keberadaan gugus OH, mengindikasikan pembentukan kelompok ikatan silanol bersama dengan gugus hidroksil lain dari molekul H<sub>2</sub>O dengan jenis vibrasi ulur.

Pada silika xerogel sebelum dan setelah teraktivasi terdapat puncak serapan 1649 cm $^{-1}$  dan 1631 cm $^{-1}$  yang merupakan gugus vibrasi tekuk -OH dari H $_2$ O (silanol dan air). Pada silika xerogel sebelum dan setelah teraktivasi terdapat puncak serapan 1056 cm $^{-1}$  dan 1063 cm $^{-1}$  yang menunjukkan adanya gugus silanol dengan

vibrasi ulur asimetris Si-O (siloksan) dari Si-OH. Pada silika xerogel sebelum dan setelah teraktivasi terdapat puncak serapan 954 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan adanya vibrasi ulur simetris Si-O (silanol) dari Si-OH. Pada silika xerogel sebelum dan setelah teraktivasi terdapat puncak serapan 790 cm<sup>-1</sup> dan 793 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan adanya vibrasi ulur simetris Si-O (siloksan) dari Si-O-Si dan puncak serapan. Pada silika xerogel sebelum dan setelah teraktivasi terdapat puncak serapan 557 cm<sup>-1</sup> dan 552 cm<sup>-1</sup>. Jika berdasarkan referensi pada tabel daerah gugus fungsi FTIR, vibrasi tekuk siloksan (Si-O-Si) terdapat pada rentang 561 cm<sup>-1</sup> - 590 cm<sup>-1</sup>, sedangkan serapan tersebut tidak menunjukkan adanya vibrasi tekuk Si-O-Si (siloksan) yaitu pada panjang gelombang 557 cm<sup>-1</sup> dan 552 cm<sup>-1</sup>.

#### b. Silika Xerogel 1,5 M

Spektrum silika xerogel variasi 1,5 M memperlihatkan keberadaan puncak serapan pada rentang bilangan gelombang 3641 cm<sup>-1</sup> dan 3624 cm<sup>-1</sup> yang merupakan gugus vibrasi ulur -OH dari Si-OH. Rentang 3200 cm<sup>-1</sup> - 3700 cm<sup>-1</sup> pada spektrum inframerah menunjukkan keberadaan gugus OH, mengindikasikan pembentukan kelompok ikatan silanol

bersama dengan gugus hidroksil lain dari molekul H<sub>2</sub>O dengan jenis vibrasi ulur.

silika xerogel sebelum dan setelah Pada teraktivasi terdapat puncak serapan 1663 cm-1 dan 1631 cm<sup>-1</sup> yang merupakan gugus vibrasi tekuk -OH dari H<sub>2</sub>O (silanol dan air). Pada silika xerogel sebelum dan setelah teraktivasi terdapat puncak serapan 1060 cm<sup>-1</sup> dan 1066 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan adanya gugus silanol dengan vibrasi ulur asimetris Si-O (siloksan) dari Si-OH. Pada silika xerogel sebelum dan setelah teraktivasi terdapat puncak serapan 954 cm-1 dan 962 cm-1 yang menunjukkan adanya vibrasi ulur simetris Si-O (silanol) dari Si-OH. Pada silika xerogel sebelum dan setelah teraktivasi terdapat puncak serapan 794 cm<sup>-1</sup> 800 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan adanya vibrasi ulur Si-O (siloksan) dari Si-O-Si. Pada silika xerogel sebelum dan setelah teraktivasi terdapat puncak serapan 546 cm<sup>-1</sup> dan 543 cm<sup>-1</sup>. Jika berdasarkan referensi pada tabel daerah gugus fungsi FTIR, vibrasi tekuk siloksan (Si-O-Si) terdapat pada rentang 561 cm<sup>-1</sup> - 590 cm<sup>-1</sup>, sedangkan serapan tersebut tidak menunjukkan adanya vibrasi tekuk Si-O-Si (siloksan) yaitu pada panjang gelombang 546 cm<sup>-1</sup> dan 543 cm<sup>-1</sup>.

#### c. Silika Xerogel 2 M

Spektrum silika xerogel variasi 2 M memperlihatkan keberadaan puncak serapan pada bilangan gelombang 3447 cm<sup>-1</sup> dan 3272 cm<sup>-1</sup> yang merupakan gugus vibrasi ulur -OH dari Si-OH. Rentang 3200 cm<sup>-1</sup> - 3700 cm<sup>-1</sup> pada spektrum inframerah menunjukkan keberadaan gugus OH, mengindikasikan pembentukan kelompok ikatan silanol bersama dengan gugus hidroksil lain dari molekul H<sub>2</sub>O dengan jenis vibrasi ulur.

silika xerogel sebelum dan Pada setelah teraktivasi terdapat pergeseran puncak serapan dari 1630 cm<sup>-1</sup> menjadi 1691 cm<sup>-1</sup> yang merupakan gugus vibrasi tekuk -OH dari H<sub>2</sub>O (silanol dan air). Pada silika xerogel sebelum dan setelah teraktivasi terdapat puncak serapan 1055 cm<sup>-1</sup> dan 1060 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan adanya gugus silanol dengan vibrasi ulur asimetris Si-O (siloksan) dari Si-OH. Pada silika xerogel sebelum dan setelah teraktivasi terdapat puncak serapan 948 cm<sup>-1</sup> dan 949 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan adanya vibrasi ulur asimetris Si-O (silanol) dari Si-O-Si. Pada silika xerogel sebelum dan setelah teraktivasi terdapat puncak serapan 790 cm<sup>-1</sup> dan 792 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan adanya vibrasi ulur simetris Si-O (siloksan) dari Si-O-Si. Pada silika xerogel yang telah teraktivasi terdapat puncak serapan 582 cm<sup>-1</sup> dan 585 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan adanya vibrasi tekuk Si-O-Si (siloksan).

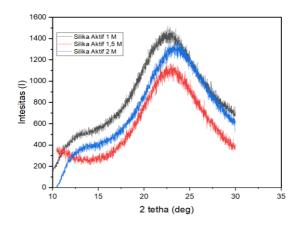
Pergeseran serapan FTIR pada silika sebelum dan setelah aktivasi menunjukkan adanya interaksi antara silika xerogel dengan aktivator yaitu HCl (Nurhadini et al., 2019).

Karakteristik silika xerogel yang dianalisis menggunakan FTIR menunjukkan adanya pita serapan yang secara umum mengindikasikan keberadaan gugus fungsional pada silika, termasuk gugus silanol (Si-OH) dan gugus siloksan (Si-O-Si). Pita serapan pada bilangan gelombang 1056 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya gugus Si-O, menandakan vibrasi SiO<sub>4</sub> dan polimerisasi Si-O-Si selama pembentukan silika xerogel (Sujoto *et al.*, 2023).

Hasil FTIR tidak dapat menunjukkan silika xerogel yang paling optimal, melainkan hanya dapat menunjukkan gugus fungsi dengan rentang gelombang tertentu. Berdasarkan ketiga hasil uji tersebut, mengindikasikan bahwa silika xerogel pada tiap variasi telah mengandung gugus siloksan dan silanol yang menandakan positif mengandung silika.

#### 2. XRD (X-Ray Diffraction)

Penggunaan metode XRD (*X-ray Diffraction*) merupakan pendekatan analisis kualitatif yang memberikan informasi mengenai sifat kristalin dari mineral tertentu dalam sampel. Dalam spektrum XRD, informasi diperoleh dari puncak-puncak intensitas pada sudut 2θ tertentu, karena masing-masing mineral memiliki pola difraktrogram yang khas (Tmacl & Tunggal, 2018). Analisis menggunakan *X-ray Diffraction* digunakan untuk mengetahui struktur, sistem kristal dan fasa suatu material, yang menghasilkan analisis berupa pola-pola difraksi yang ditunjukkan pada gambar 4.8



Gambar 4.8 Pola difraksi sinar-X silika xerogel

Pola XRD dari sampel silika xerogel menunjukkan ciri-ciri pola amorf. Terdapat tiga syarat yang harus

terpenuhi untuk mengidentifikasi fasa menggunakan XRD, yaitu sampel harus kristal sempurna, berkas sinar sejajar dan monokromatik. Pada sampel silika xerogel ini bersifat amorf dikarenakan difraksi *Bragg* tidak terjadi, sehingga tidak menghasilkan puncak-puncak difraksi (kristalin) (Umah *et al.*, 2012).

Gambar 4.8 menunjukan hasil karakterisasi difraksi sinar-x silika xerogel dari abu sekam padi yang telah diaktivasi menggunakan HCl yang saat proses sintesis divariasi dengan konsentrasi menunjukkan pola difraksi yang identik atau hampir sama antar variasi satu dengan yang lain. Pola difraksi yang menunjukkan puncak atau bukit dengan daerah 20 yang luas mengindikasikan struktur amorf pada analisis XRD. Silika amorf dapat teridentifikasi pada kisaran  $2\theta = 15-25^{\circ}$ , sementara karbon amorf dapat diidentifikasi pada rentang  $2\theta = 17,23^{\circ}$ . Pola difraksi sinar-x yang dihasilkan pada variasi 1 M yaitu  $2\theta$  = 22,64°. Pola difraksi sinar-x yang dihasilkan pada variasi 1,5 M yaitu  $2\theta = 23,03^{\circ}$ . Pola difraksi sinar-x yang dihasilkan pada variasi 2 M yaitu  $2\theta = 23,58^{\circ}$ . Pada analisis XRD, terjadi pergeseran puncak silika amorf yang disebabkan karena adanya interaksi antara silika (Si) dan karbon (C) pada sampel silika xerogel 2 M yang teraktivasi. Sampel silika xerogel dengan variasi konsentrasi 1 M; 1,5 M; dan 2

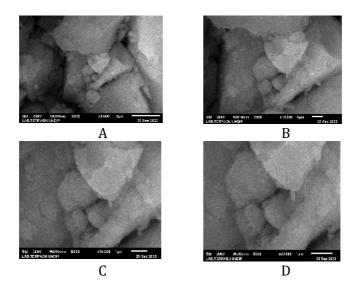
M menunjukkan bahwa sampel yang telah di uji menggunakan XRD benar mengandung silika dilihat dari sudut  $2\theta$  dan intensitasnya (Safitri *et al.*, 2022).

# 3. SEM-EDX (Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray)

Karakterisasi silika xerogel menggunakan SEM-EDX dilakukan dengan tujuan menganalisis morfologi permukaan dan komposisi unsur penyusun dari silika setelah mengalami proses sintesis dan aktivasi. Karakterisasi hasil SEM pada silika xerogel variasi konsentrasi HCl 1 M; 1,5 M dan 2 M dengan perbesaran 5000x, 10000x, 15000x, ataupun 20000x dapat dilihat pada gambar 4.9, 4.11 dan 4.13

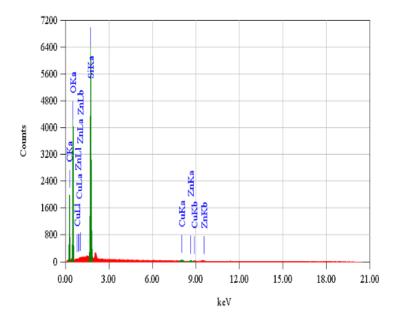
#### a. Silika Xerogel 1 M

Berdasarkan gambar 4.9 menunjukkan adanya bentuk morfologi permukaan pada silika xerogel. Silika xerogel dengan variasi konsentrasi 1 M menunjukkan jumlah pori yang terbatas karena adanya gumpalan-gumpalan pada permukaannya. Menurut Ramadhani dkk (2021), keberadaan gumpalan pada permukaan silika xerogel disebabkan oleh adanya pengotor yang menyumbat poripori. Hasil SEM silika xerogel variasi konsentrasi HCl 1 M, ditunjukkan pada gambar 4.8



**Gambar 4.9** Permukaan Silika (a) perbesaran 5000x (b) perbesaran 10000x (c) perbesaran 15000x (d) perbesaran 20000x

Selanjutnya, dilakukan uji analisis EDX pada silika xerogel variasi konsentrasi HCl 1 M dapat dilihat pada gambar 4.10 dan tabel 4.2



**Gambar 4.10** Grafik komposisi unsur hasil EDX silika xerogel 1 M

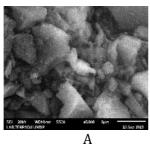
Berdasarkan gambar komposisi unsur hasil EDX menunjukkan kadar silika (Si) lebih melimpah dibandingkan dengan unsur lain yang tercantum dalam hasil EDX. Hal ini dapat dilihat pada penjelasan tabel 4.2 berikut ini :

Tabel 4.2 Komposisi Unsur Hasil EDX Silika Xerogel 1 M

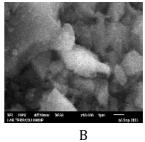
Unsur	(keV)	Massa%	Sigma	Atom%
С	0,277	10,64	0,16	5,63
0	0,525	38,68	0,25	46,32
Si	1,739	49,87	0,64	47,86
Cu	8,040	0,53	0,09	0,12
Zn	8,630	0,28	0,07	0,06

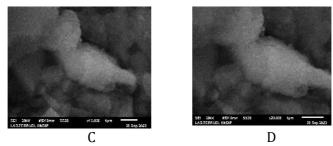
Total	1	00,00	10,00			
Komposisi	unsur	hasil	peng	ujian	dengan	EDX
menunjukkan	bahwa	keber	adan	unsur	kimia	yang
terkandung da	alam silil	ka xero	gel ab	u seka	m padi a	antara
lain karbon (C) 5,63%, oksigen (O) 46,32%, silikon (Si)						
47,86%, dan tembaga (Cu) 0,12% dan zink (Zn) 0,06%.						
Data pada tabel 4.2 menunjukkan bahwa terdapat unsur						
tambahan s	sebagai	pengo	otor	(impu	rities)	pada
permukaan silika xerogel selain dari unsur Si dan O.						
Meskipun demikian, Si dan O tetap menjadi unsur utama						
yang mendo	minasi	karena	a ke	duanya	meru	pakan
komponen ut	ama dar	i senya	awa S	SiO <sub>2</sub> (Se	etiawan	et al.,
2022).						

## b. Silika Xerogel 1,5 M





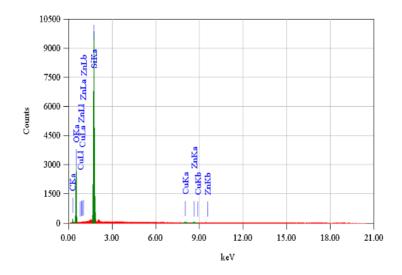




**Gambar 4.11** Permukaan Silika (a) Perbesaran 5000x (b) Perbesaran 10000x (c) Perbesaran 15000x (d)

Perbesaran 20000x

Berdasarkan gambar 4.11 menunjukkan adanya bentuk morfologi permukaan pada silika xerogel. Silika xerogel dengan variasikonsentrasi 1,5 M menunjukkan jumlah pori yang terbatas karena adanya gumpalangumpalan pada permukaannya. Menurut Ramadhani dkk (2021), keberadaan gumpalan pada permukaan silika xerogel disebabkan oleh adanya pengotor yang menyumbat pori-pori. Analisis EDX pada silika xerogel variasi konsentrasi HCl 1,5 M dapat dilihat pada gambar 4.12 dan tabel 4.3



**Gambar 4.12** Komposisi unsur hasil EDX silika xerogel 1,5 M

Berdasarkan gambar komposisi unsur hasil EDX menunjukkan kadar silika (Si) lebih melimpah dibandingkan unsur lain yang tercantum dalam tabel hasil EDX. Hal ini dapat dilihat pada penjelasan tabel 4.3 berikut ini :

Tabel 4.3 Komposisi Unsur Hasil EDX Silika Xerogel 1,5 M

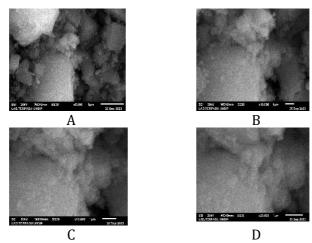
Unsur	(keV)	Massa%	Sigma	Atom%
С	0,277	15,70	0,17	20,53
0	0,525	32,38	0,31	23,28
Si	1,739	49,99	0,41	55,66
Cu	8,040	0,89	0,07	0,25
Zn	8,630	1,04	0,09	0,28
Total		100,00	•	100,00

Komposisi unsur hasil pengujian dengan EDX menunjukkan bahwa keberadan unsur kimia yang terkandung dalam abu sekam padi antara lain karbon (C) 20,53%, oksigen (O) 23,28%, silikon (Si) 55,66%, tembaga (Cu) 0,25% dan zink (Zn) 0,28%.

Data pada tabel 4.3 menunjukkan bahwa terdapat unsur tambahan sebagai pengotor (*impurities*) pada permukaan silika xerogel selain dari unsur Si dan O. Meskipun demikian, Si dan O tetap menjadi unsur utama yang mendominasi karena keduanya merupakan komponen utama dari senyawa SiO<sub>2</sub> (Setiawan *et al.*, 2022).

#### c. Silika Xerogel 2 M

Berdasarkan gambar 4.13 menunjukkan adanya bentuk morfologi permukaan pada silika xerogel. Silika xerogel dengan variasikonsentrasi 2 M menunjukkan jumlah pori yang terbatas karena adanya gumpalangumpalan pada permukaannya. Menurut Ramadhani dkk (2021), keberadaan gumpalan pada permukaan silika xerogel disebabkan oleh adanya pengotor yang menyumbat pori-pori. Analisis EDX pada silika xerogel variasi konsentrasi HCl 2 M dapat dilihat pada gambar 4.13 dan tabel 4.4.

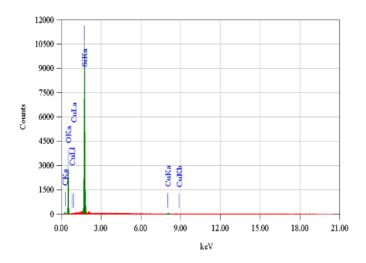


**Gambar 4.13** Permukaan Silika (a) Perbesaran 5000x (b) Perbesaran 10000x (c) Perbesaran 15000x (d) Perbesaran 20000x

Berdasarkan gambar komposisi unsur hasil EDX menunjukkan kadar silika (Si) lebih melimpah dibandingkan dengan unsur lain yang tercantum pada tabel EDX. Hal ini dapat diihat pada penjelasan tabel 4.4 berikut ini :

Tabel 4.4 Komposisi Unsur Hasil EDX Silika Xerogel 2 M

Unsur	(keV)	Massa%	Sigma	Atom%
С	0,277	11,56	0,28	17,59
0	0,525	35,78	0,19	23,28
Si	1,739	51,45	0,42	58,78
Cu	8,040	1,22	0,09	0,35
Total		100,00	•	100,00



**Gambar 4.14** Grafik komposisi unsur hasil EDX silika xerogel 2 M

Komposisi unsur hasil pengujian dengan EDX menunjukkan bahwa keberadaan unsur kimia yang terkandung dalam abu sekam padi antara lain karbon (C) 17,59%, oksigen (O) 23,28%, silikon (Si) 58,78%, tembaga (Cu) 0,35%.

Data pada tabel 4.4 menunjukkan bahwa terdapat unsur tambahan sebagai pengotor (*impurities*) pada permukaan silika xerogel selain dari unsur Si dan O. Meskipun demikian, Si dan O tetap menjadi unsur utama yang mendominasi karena keduanya merupakan

komponen utama dari senyawa  $SiO_2$  (Setiawan *et al.,* 2022).

Menurut Oktaviani dkk. (2017), adsorben yang mengandung senyawa SiO<sub>2</sub> (silika) memiliki sifat hidrofilik yang berarti dapat berinteraksi dengan air. Oleh karena itu, penurunan kesadahan air sumur melalui proses adsorpsi dapat mencapai hasil yang lebih optimal. Proses aktivasi menggunakan HCl pada penelitian ini berpotensi mempengaruhi komposisi unsur dalam silika xerogel, sebagaimana terindikasi oleh peningkatan kandungan unsur Si dan O, serta keberadaan unsur Cl yang terlarut.

Berdasarkan hasil uji SEM-EDX dari ketiga variasi konsentrasi, dapat disimpulkan bahwa silika xerogel teraktivasi yang paling optimal dilihat dari kandungan silikanya adalah silika dengan konsentrasi 2 M. Sehingga silika xerogel dengan variasi 2 M ini yang digunakan untuk uji adsorpi pada air sumur untuk menurunkan kadar kesadahan totalnya. Hal ini dikarenakan kandungan silikon (Si) lebih banyak yaitu sebesar 58.78% dibandingkan dengan silika variasi konsentrasi 1 M dan 1,5 M. Semakin meningkatnya konsentrasi HCl yang ditambahkan, maka intensitas serapan (%T) juga semakin meningkat, yang menunjukkan adanva peningkatan kandungan gugus -OH. Penyebabnya adalah pada saat pembentukan gel, penggunaan konsentrasi asam yang tinggi mengakibatkan lebih banyak gugus -Si-O yang terprotonasi, sehingga pembentukan Si-OH semakin banyak pula. Semakin banyak gugus Si-OH yang terpolimerisasi menjadi Si-O-Si, maka berpengaruh pada peningkatan kapasitas adsorpsi (Sujoto *et al.*, 2023).

## F. Aplikasi Silika Xerogel untuk Menurunkan Kesadahan Air Sumur

# 1. Preparasi Sampel Air Sumur (berdasarkan SNI 6989.57:2008)

Sampel air sumur yang digunakan bersumber dari Sayung Demak yang diambil dari 3 titik sumur. Sampel air tersebut diambil menggunakan teknik *random sampling* atau sampel acak. Masingmasing air sumur diberi perlakuan yaitu dengan menambahkan sillika xerogel variasi konsentrasi HCl 2 M teraktivasi dan tanpa aktivasi. Sampel air sumur yang telah dilakukan preparasi, ditunjukkan pada gambar 4.15



Gambar 4.15 Sampel Air Sumur Sayung Demak

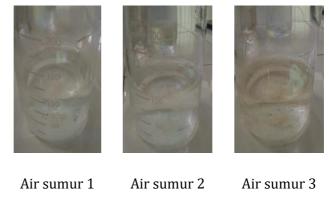
# 2. Penetapan Kesadahan Total (berdasarkan SNI 6989.12:2004)

Penetapan kesadahan pada sampel air sumur dilakukan secara duplo, di mana sebanyak 50 mL sampel air dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL, kemudian diencerkan dengan aquades hingga mencapai tanda batas. Selanjutnya, dimasukkan sampel tersebut ke erlenmeyer dan ditambahkan 1 mL larutan penyangga pH 10. Tahap berikutnya, menambahkan 30 mg indikator EBT, kemudian dilakukan titrasi dengan larutan baku Na<sub>2</sub>EDTA 0,01 M secara perlahan hingga terjadi perubahan warna dari merah keunguan menjadi biru.

Berdasarkan proses titrasi yang telah dilakukan, didapatkan hasil untuk volume ratarata  $Na_2EDTA$  pada air sumur percobaan kedua

yaitu sampel  $A_1$  (sumur pertama) sebanyak 13,50 mL, sampel  $A_2$  (sumur kedua) sebanyak 13,24 mL, sampel  $A_3$  (sumur ketiga) sebanyak 13,14 mL. Selain volume rata-rata  $Na_2EDTA$ , pada penetapan kesadahan total ini juga didapatkan kadar kesadahan dari masing-masing sampel air sumur, yaitu sampel  $A_1$  menunjukkan kadar kesadahan sebesar 270,00 mg/L, sampel  $A_2$  menunjukkan kadar kesadahan sebesar 264,80 mg/L, sampel  $A_3$  menunjukkan kadar kesadahan sebesar 262,80 mg/L.

Berdasarkan proses titrasi yang telah dilakukan, didapatkan hasil untuk volume ratarata Na<sub>2</sub>EDTA pada air sumur percobaan kedua yaitu sampel A<sub>1</sub> (sumur pertama) sebanyak 14,40 mL, sampel A<sub>2</sub> (sumur kedua) sebanyak 13,51 mL, sampel A<sub>3</sub> (sumur ketiga) sebanyak 13,36 mL. Selain volume rata-rata Na<sub>2</sub>EDTA, pada penetapan kesadahan total ini juga didapatkan kadar kesadahan dari masing-masing sampel air sumur, yaitu sampel A1 menunjukkan kadar kesadahan sebesar 288,00 mg/L, sampel A2 menunjukkan kadar kesadahan sebesar 270,20 mg/L, sampel A<sub>3</sub> menunjukkan kadar kesadahan sebesar 267,20 mg/L. Air sumur dari Sayung Demak, ditunjukkan pada gambar 4.16



**Gambar 4.16** Sampel Air Sumur Hasil Penetapan Kesadahan Total

## 3. Aplikasi Silika Xerogel terhadap Sampel Air Sumur

Sebanyak 50 mL air sumur ditambahkan dengan 0,1 g silika xerogel yang telah diberi perlakuan sebelumnya. Selanjutnya, campuran diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 1 jam, kemudian disaring menggunakan kertas saring dan dilakukan pengujian kadar kesadahannya sesuai dengan metode pada prosedur (b) dilakukan secara duplo.

Berdasarkan hasil pengujian kadar kesadahan menggunakan adsorben silika xerogel 2 M antara sebelum dan setelah aktivasi, didapatkan penurunan kadar kesadahan. Sampel air sumur awal sebelum ditambah silika xerogel memiliki kadar kesadahan tinggi, dikatakan tinggi apabila kadar kesadahan berkisar 150-300 mg/L (Marsidi, 2011). Sampel air sumur yang telah diaplikasikan dengan silika xerogel 2 M sebelum dan setelah aktivasi mengalami penurunan kadar kesadahan seperti pada tabel 4.5

**Tabel 4.5** Penurunan Kadar Kesadahan dengan Silika Xerogel 2 M Sebelum dan Setelah Aktivasi

Sampel	Sebelum		Setelah	
	Aktivasi		Aktivasi	
	(mg/L)		(mg/L)	
	Kadar	Hasil	Kadar	Hasil
	Awal		Awal	
$A_1$	270,00	252,80	288,00	33,40
$A_2$	264,80	262,60	270,20	32,20
$A_3$	262,80	250,40	267,20	31,80

Sampel air sumur yang telah diberi perlakuan dengan silika xerogel HCl 2 M, ditunjukkan pada gambar 4.17



Air Sumur 1 Air sumur 2 Air sumur 3

**Gambar 4.17** Sampel Air Sumur Hasil Aplikasi Kesadahan Air Sumur

Berdasarkan hasil perhitungan penetapan kesadahan total dan aplikasi silika xerogel terhadap sampel air sumur, didapatkan hasil penurunan kadar kesadahan pada air sumur Sayung Demak. Silika xerogel 2 M yang berperan sebagai adsorben yang paling baik adalah silika xerogel 2 M setelah aktivasi. Hal ini sesuai dengan data penurunan kesadahan, air sumur yang ditambahkan dengan silika xerogel 2 M teraktivasi lebih mengalami penurunan kadar kesadahan yang signifikan

dibandingkan dengan silika xerogel 2 M sebelum aktivasi.

### 4. Kapasitas Adsorpsi

Hasil yang diperoleh dari pengukuran kapasitas adsorpsi silika xerogel dari abu sekam padi untuk menurunkan kesadahan air sumur dapat dilihat pada tabel 4.6 dan 4.7

**Tabel 4.6** Pengukuran Kapasitas Adsorpsi dengan Silika Xerogel 2 M Sebelum Aktivasi

Sampel	Sampel	Sampel	Kapasitas
-		*	-
awal	akhir	awal- akhir	(mg/g)
(mg/L)	(mg/L)	(mg/L)	
270,00	252,80	17,20	8,60
264,80	262,60	2,20	1,10
262,80	250,40	12,40	6,20

**Tabel 4.7** Pengukuran Kapasitas Adsorpsi dengan Silika Xerogel 2 M Setelah Aktivasi

Sampel	Sampel	Sampel	Kapasitas
awal	akhir	awal-akhir	(mg/g)
(mg/L)	(mg/L)	(mg/L)	
288,00	33,40	254,60	127,30
270,20	32,20	238,00	119,00
267,20	31,80	235,40	117,70

Berdasarkan tabel tersebut dapat dilihat bahwa kadar kesadahan pada air sumur dari Sayung Demak mengalami penurunan setelah ditambahkan dengan adsorben berupa silika xerogel.

## 5. Efektivitas Adsorpsi

Hasil yang diperoleh dari pengukuran efektivitas adsorpsi silika xerogel dari abu sekam padi untuk menurukan kesadahan air sumur dapat dilihat pada tabel 4.8 dan 4.9

**Tabel 4.8** Pengukuran Efektivitas Adsorpsi dengan Silika Xerogel 2 M Sebelum Aktivasi

Sampel	Sampel	Sampel	Efektivitas
awal	akhir	awal-akhir	(%)
(mg/L)	(mg/L)	(mg/L)	
270,00	252,80	17,20	6,37
264,80	262,80	2,20	0,83
262,80	250,40	12,40	4,72

**Tabel 4.9** Pengukuran Efektivitas Adsorpsi dengan Silika Xerogel 2 M Setelah Aktivasi

Sampel	Sampel	Sampel	Efektivitas
awal	akhir	awal-akhir	(%)
(mg/L)	(mg/L)	(mg/L)	
288,00	33,40	254,60	88,40
270,20	32,20	238,00	88,08
267,20	31,80	235,40	88,10

#### 6. Uji Normalitas Shapiro-Wilk

Uji Normalitas dilakukan bertujuan untuk mengetahui apakah data penelitian berdistribusi normal atau tidak. Sebab. dalam statistik parametrik distribusi data yang normal adalah suatu keharusan dan merupakan syarat mutlak yang harus terpenuhi. Uji normalitas berbagai cara salah satunya yaitu uji normalitas Shapiro-Wilk Shapiro-Wilk. Uii normalitas merupakan salah satu metode uji normalitas yang efektif dan valid digunakan untuk sampel berjumlah sedikit yaitu kurang dari 50 data atau sampel (Ouraisy, 2022). Uji Shapiro-Wilk dilakukan pada dua kelompok, yakni data sebelum penambahan adsorben dan setelah penambahan adsorben. Pengujian menggunakan Statistical Product and Services Solution (SPSS), yang diawali dengan input data, proses data dan output atau hasil. Berdasarkan hasil pengujian SPSS, diperoleh data sebelum adsorben, menunjukkan penambahan signifikansi sebesar 0,256. Sedangkan untuk data setelah penambahan adsorben, menunjukkan data signifikansi sebesar 0,463.

Berdasarkan hasil uji tersebut, disimpulkan bahwa keduanya bernilai lebih besar dari 0,05, yang menandakan Ho diterima dan Ha ditolak, artinya data kesadahan total sebelum dan setelah penambahan adsosrben berdistribusi normal.

#### 7. Uji t Sampel Berpasangan

Uji t berpasangan (paired t-test) adalah salah satu metode pengujian hipotesis dimana data yang digunakan tidak bebas (berpasangan). Ciri-ciri data yang berpasangan yaitu satu objek penelitian dikenai dua perlakuan yang berbeda, walaupun menggunakan individu yang sama peneliti tetap memperoleh 2 macam data (sebelum perlakuan dan setelah perlakuan) (Dwi, 2015). Uji t berpasangan digunakan untuk membandingkan nilai rata-rata dua variabel pada satu kelompok sampel tunggal. Uji semacam ini dilakukan pada subjek vang diuji untuk mengindetifikasi perbedaan antara kondisi sebelum dan setelah suatu proses atau pada subjek yang berpasangan.

Pengujian ini menggunakan *Statistical Product* and *Services Solution* (SPSS), yang diawali dengan input data, proses data dan output atau hasil. Berdasarkan hasil uji SPSS, diperoleh data nilai

signifikansi (2-tailed) adalah 0,001, di mana hasil tersebut lebih kecil dari 0,05 yang menandakan Ho ditolak, artinya terdapat perbedaan yang signifikan antara data sebelum dan setelah penambahan adsorben silika xerogel.

#### **BARV**

#### KESIMPULAN DAN SARAN

#### A. Kesimpulan

Berdasarkan data hasil penelitian dan pembahasan dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

- Hasil FTIR mengindikasikan bahwa silika xerogel pada tiap variasi telah mengandung gugus siloksan dan silanol yang menandakan positif mengandung silika. Hasil dari XRD menunjukkan bahwa xerogel bersifat amorf pada 2θ=23,58°. Hasil SEM-EDX menunjukkan bahwa silika xerogel dengan variasi 2 M mengandung lebih banyak silika yaitu sebesar 58,78% dibanding dengan varisi 1 dan 1,5. Oleh karena itu, silika xerogel paling baik adalah variasi konsentrasi 2 M yang dibuktikan dari hasil karakterisasi SEM-EDX.
- Kapasitas adsorpsi dari silika xerogel dengan variasi 2 M yaitu pada sumur pertama 127,30 mg/g, sumur kedua 119 mg/g, sumur ketiga 117,70 mg/g. Sedangkan untuk efektivitas adsorpsi dari silika xerogel dengan variasi 2 M yaitu pada sumur pertama 88,40%, sumur kedua 88,08%, sumur ketiga 88,10%.

3. Adsorben yang digunakan berupa silika xerogel yang memiliki pengaruh terhadap penurunan kadar kesadahan total air sumur dari Sayung Demak. Hal ini dibuktikan dengan berkurangnya kadar kesadahan yang semula tergolong tinggi, setelah mendapat perlakuan dari silika xerogel menjadi rendah. Berdasarkan uji normalitas pada SPSS, bernilai lebih besar dari 0,05 yang menandakan Ho diterima dan Ha ditolak, artinya data kesadahan total sebelum dan setelah penambahan adsosrben berdistribusi normal. Sedangkan untuk uji t berpasangan pada SPSS, menunjukkan hasil lebih kecil dari 0,05 yang menandakan Ho ditolak, artinya terdapat perbedaan yang signifikan antara data sebelum dan setelah penambahan adsorben silika xerogel.

#### B. Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut dengan variasi konsentrasi yang lebih tinggi, penggunaan aktivator selain HCl, serta arang aktif dengan kandungan silika tinggi selain abu sekam padi untuk melihat perbedaan kapasitas dan efektivitas adsorpsi pada kadar kesadahan total air sumur

#### DAFTAR PUSTAKA

- A.S. Dwi Saptati Nur Hidayati, Juliananda, & Bambang Ismuyanto. (2016). Adsorpsi Kesadahan (Ca) Menggunakan Adsorben Berbasis Sekam Padi. *Jurnal Teknik Kimia USU*, 5(3), 1–6. https://doi.org/10.32734/jtk.v5i3.1537
- Alamsyah, S. (2007). Merakit Sendiri Alat Penjernihan Air Untuk Rumah Tangga. *Kawan Pustaka*.
- Amin, M., & Subri, M. (2016). Uji Performa Filter Gas Emisi Kendaraan Bermotor Berbasis Keramik Porous Dengan Aditif Tembaga, TiO2 Dan Karbon Aktif Dalam Penurunan Kadar Gas Carbon Monoksida. *Mekanika*, 15(2), 24–30.
- Andarini, N. (2017). Penentuan Kapasitas Adsorpsi Seluosa Terhadap Rhodamin B Dalam Sistem Dinamis. 2(1), 23– 29.
- Anggriani, U. M., Hasan, A., & Purnamasari, I. (2021). *Kinetic Adsorpstion of Activated Carbon in Decreasing Concretations of Copper (Cu) and Lead (Pb) Metals.* 12(02), 29–37.
- Aryani, F. (2019). Aplikasi Metode Aktivasi Fisika dan Aktivasi Kimia pada Pembuatan Arang Aktif dari Tempurung Kelapa (Cocos nucifera L). *Indonesian*

- Journal of Laboratory, 1(2), 16. https://doi.org/10.22146/ijl.v1i2.44743
- Astuti, D. W., Fatimah, S., & Anie, S. (2016). Analisis Kadar Kesadahan Total Pada Air Sumur Di Padukuhan Bandung Playen Gunung Kidul Yogyakarta. *Analit: Analytical and Environmental Chemistry*, 1(1), 69–73.
- Danarto, Y. C., & Samun, D. (2008). Pengaruh Aktivasi Karbon dari Sekam Padi pada Proses Adsorpsi Logam Cr(VI). *Ekuilibrium*, 7(1), 13–26.
- Dwi, I. (2015). Uji T-Test (Pengantar Statistik Lanjut). *Dasar-Dasar Statistik Penelitian*. 95–116.
- Fahnur, Y. (2018). Studi Variasi Konsentrasi Asam Klorida (HCl) Terhadap Karakteristik Silika Gel Dari Limbah Kaca Bening dengan Metode Kalsinasi. Skripsi Fakultas Sains Dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Alauddin Makassar, 1–71.
- Fanani, Z. (2019). Penentuan Kesadahan Air Metode Titrasi Kompleksometri. *Indonesia Jurnal Farmasi*, 4(Ii), 2–3.
- Fathmaulida. (2013). Pengertian batuan kapur. *Universitas Muhammadiyah Semarang*, 1(1), 1.
- Ghanbarizadeh, P., Parivazh, M. M., Abbasi, M., Osfouri, S., Dianat, M. J., Rostami, A., Dibaj, M., & Akrami, M. (2022). Performance Enhancement of Specific Adsorbents for Hardness Reduction of Drinking Water and

- Groundwater. *Water* (*Switzerland*), 14(17). https://doi.org/10.3390/w14172749
- Hajiannor, H. (2021). Upaya Menumbuhkan Karakter Cinta Lingkungan dalam Perspektif Pemikiran Pendidikan Islam. *Tarbiyah Islamiyah: Jurnal Ilmiah Pendidikan Agama Islam*, 11(2), 143–156. https://doi.org/10.18592/jtipai.v11i2.6137
- Huljana, M., Rodiah, S., Luthfi, J., Jabbar, A., & Ichsan, C. (2021). Silica-Rice Husk as Adsorbent of Cr (VI) Ions Prepared through Sol-Gel Method. 4(1), 65–73.
- Husni, M., Usman, M., Maimun, T., & Nasrullah. (2021).

  Pengolahan Air Payau Menjadi Air Domestik

  Menggunakan Adsorben Bentonit. *Jurnal Inovasi Ramah ..., 2*(3), 3–7.
- Iqra, A. S. (2013). Chemical process technology. In *Choice Reviews Online* (Vol. 51, Issue 04). https://doi.org/10.5860/choice.51-2107
- Mardiana, I. (2013). Pengaruh pH dan Wktu Aging Dalam Sintesis Silika Xerogel Berbasis Sekam Padi. 2(1), 337–343.
- Marsidi, R. (2001). Zeolit untuk mengurangi kesadahan air.

  \*\*Jurnal Teknologi Lingkungan, 2(1), 1–10.

  https://doi.org/10.1523/JNEUROSCI.3476-13.2014
- Marsidi, R. (2011). Klasifikasi Tingkat Kesadahan. Universitas

- Diponegoro, 1–11.
- Masitho Dessy, R. Mustopa, Brata Bieng, S. D. (2021). Analisa Kualitas Limbah Cair Industri Tahu dan Strategi Pengelolaan Penanganan Limbah Cair Industri Tahu Wilayah Kabupaten Rejang Lebong. *Naturalis*, 10(2), 410–415.
- Maulana, R. S. D., Rudiyansyah, & Wahyuni, N. (2014). Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Limbah Kaca Termodifikasi Asam Stearat. *Jkk*, *3*(3), 36–42.
- Megasari, K., Herdiyanti, H., Nurliati, G., Kadarwati, A., Yogyakarta, K. B., Puspiptek, K., Gedung, S., & Selatan, T. (2019). Sintesis Silika Xerogel Dari Abu Daun Bambu Sebagai Adsorben Uranium. 13, 27–36.
- Megawati, Arman, Y., & Triyanto, D. (2016). Prototipe Alat Penjernih Air Sumur Otomatis Berbasis Mikrokontroler Atmega 8535. *Jurnal Coding, Sistem Komputer Untan,* 4(1), 11–20.
- Mentari, A. V., Handika, G., & Maulina, S. (2018). The Comparison of Function Group and Surface Morphology of Activated Carbon from Oil Palm Frond Using Phosporic Acid (H3PO4). *Jurnal Teknik Kimia USU*, 7(1), 16–20.
- Meyori, F., Elvia, R., & Candra, I. N. (2018). Sintesis Dan Karakterisasi Xerogel Hasil Kopresipitasi Dari Pasir

- Pantai Panjang Bengkulu. *Alotrop*, 2(1), 46–51. https://doi.org/10.33369/atp.v2i1.4646
- Nur Qonita, H. (n.d.). Penurunan Kesadahan Air.
- Nurhadini, Asriza, R. O., Ayu, K., & Anggraeni. (2019).

  Pengaruh Metode Aktivasi Kimia Terhadap Sifat Kaolin.

  Prosiding Seminar Nasional Penelitian & Pengabdian

  Pada Masyarakat, 2–4.
- Priyanto, A. (2015). Sintesis Dan Aplikasi Silika Dari Abu
  Daun Bambu Petung (Dendrocalamus Asper (Schult,F,)
  Backer Ex Heyne) Untuk Mengurangi Kadar Ammonium
  Dan Nitrat Pada Limbah Cair Tahu. *Universitas Islam*Negeri Walisongo Semarang, 1(1), 1–6.
- Putri, T. S., Jalaluddin, A., & Fajaroh, F. (2018). *Efek Kondisi Aging terhadap Karakteristik Silika Xerogel*.

  10(November), 176–181.
- Quddus, R. (2014). Teknik Pengolahan Air Bersih Dengan Sitem Saringan Pasir Lambat (Downflow) yang Bersumber dari Sungai Musi. *Jurnal Teknik Sipil Dan Lingkungan*, 2(4), 669–675.
- Quraisy, A. (2022). Normalitas Data Menggunakan Uji Kolmogorov-Smirnov dan Saphiro-Wilk. *J-HEST Journal of Health Education Economics Science and Technology*, 3(1), 7–11. https://doi.org/10.36339/jhest.v3i1.42
- Rahmasari, B. (2017). Kebersihan dan Kesehatan Lingkungan

- dalam Perspektif Hadis. *UIN Syarif Hidayatullah Institutional Repository*, 13-Sep-2017, 1-84.
- Ramadani, K. (2018). Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Limbah Kaca untuk Menurunkan Kesadahan Air. Saintifik, 4(2), 179–185. https://doi.org/10.31605/saintifik.v4i2.183
- Ramadhani, I., Oktavia, B., Putra, A., & Sanjaya, H. (2021).

  Penentuan Kondisi Optimum Pembentukan Natrium Silikat (Na2SiO3) Menggunakan Material Dasar Silika Alam dan Natrium Hidroksida (NaOH). *Jurnal Periodic Jurusan Kimia UNP*, 10(2), 22. https://doi.org/10.24036/p.v10i2.112351
- Rosvita, V., Fanani, Z., & Pambudi, I. A. (2018). Analisa Kesadahan Total (Caco3) Secara Kompleksometri Dalam Air Sumur Di Desa Clering Kabupaten Jepara. *Indonesia Jurnal Farmasi*, 3(1), 16. https://doi.org/10.26751/ijf.v3i1.661
- Safitri, D. I., Sembiring, S., & Rumiyanti, L. (2022). Karakteristik Struktur Mikro, Struktur Fasa dan Sifat Fisis Komposit Silika Sekam Padi dengan Aspal. *Jurnal Teori Dan Aplikasi Fisika*, 10(02), 251–258. https://doi.org/10.23960/jtaf.v10i2.2658
- Sarkar & Paul. (2016). *Physical and Chemical Adsorption* (p. 1). Serdar, D. (2019). Pengaruh Model Pembelajaran Kooperatif

- Tipe SFE (Student Faciliator and Explaining) Terhadap Minat Belajar Peserta Didik Pada Mata Pelajaran IPA Kelas IV SDN 3 Branti Raya. *Sustainability (Switzerland)*, 11(1), 1–14.
- Setiawan, A., Fatoni, A., & Azis Ramadani, T. (2022). Pemurnian Bioetanol Menggunakan Adsorben Silika Gel dari Limbah Botol Kaca di Industri Kecap Purification of Bioethanol Using Silica Gel Adsorbent from Waste Glass Bottles in the Soy Sauce Industry. *Jurnal Pengendalian Pencemaran Lingkungan (JPPL)*, 4(2), 74–83.
- Silvia, L. (2020). Analisis Silika (SiO2) Hasil Kopresipitasi Berbasis Bahan Alam menggunakan Uji XRF dan XRD.
- Sudiarta, W., & Suarya, D. P. (2018). Modifikasi Silika Gel Melalui Reaksi Heterogen Dengan Difenilkarbazon. Cakra Kimia (Indonesian E-Journal of Applied Chemistry, 6(2), 131–137.
- Sujoto, V. S. H., Tangkas, I. W. C. W. H., Astuti, W., Sumardi, S., Jenie, N. A., Pangihutan, A., Tampubolon, C., Utama, A. P., Tri, H., Murti, B., & Kusumastuti, Y. (2023). Penentuan kondisi optimum pembuatan silica gel menggunakan silika geothermal dengan metode sol-gel. *Jurnal Rekayasa Proses*, 17, 1–7. https://doi.org/10.22146/jrekpros.77696
- Susanti. (2017). Sintesis Silika Gel Teraktivasi dari Pasir

- Kuarsa untuk Menurunkan Kadar ION Cu2+ dalam Air. *Jurnal Mipa*, 40(1), 39–42.
- Syauqiah, I., Nurandini, D., Prihatini, N. S., & Simanjuntak, R. A. (2020). Analysis of The Effect of Rice Husk Activated Charcoal Dose In Adsorption Of Cadmium Metals (Cd) From Sasirangan Liquid Waste. *Prosiding Seminar Nasional Lingkungan Lahan Basah*, 5(April), 84–87.
- Taufan, A. (2008). Jenis Adsorpsi. *Universitas Indonesia*, 5–16.
- Tmacl, K., & Tunggal, B. (2018). Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi Sintesis Silika Kristalin Menggunakan Surfaktan Cetiltrimetilamonium Bromida ( CTAB ) dan Trimetilamonium. 11(1), 20–28.
- Totok Sutrisno. (2002). Air Untuk Masa Depan. *Universitas Muhammadiyah Semarang*, 1(1), 1–9.
- Umah, S., Prasetyo, A., & Barroroh, H. (2012). Kajian Penambahan Abu Sekam Padi Dari Berbagai Suhu Pengabuan Terhadap Plastisitas Kaolin. *Alchemy*, 1(2). https://doi.org/10.18860/al.v0i0.1671
- Utami, L. A., & Suprihadi, A. (2018). Pemanfaatan Limbah Tahu sebagai Media Pertumbuhan Aspergillus flavus DUCC-K225 untuk Produksi Enzim Protease. *Berkala Bioteknologi*, 1(1), 1–6.

#### LAMPIRAN-LAMPIRAN

### Lampiran 1. Skema Kerja Penelitian

### A. Preparasi Abu Sekam Padi

Sekam Padi

- → dicuci sekam padi menggunakan aquades untuk menghilangkan pengotor.
- →dikalsinasi pada suhu 600°C selama 2 jam.
- → dihaluskan abu sekam padi yang telah dikalsinasi dengan cara ditumbuk menggunakan lumpang alu.
- →diayak abu sekam padi yang telah ditumbuk sebelumnya.

Abu Sekam Padi

#### B. Ekstraksi Silika dan Pembentukan Natrium Silikat

Abu Sekam Padi

- ditambahkan sebanyak 5 gram abu sekam padi dengan larutan NaOH 4% dan diaduk menggunakan magnetic stirrer pada suhu 80°C selama 3 jam.
- dilakukan penyaringan menggunaka kertas saring Whatman no.42

Filtrat

#### C. Sintesis Silika Xerogel

Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> (filtrat)

- → divariasi HCl dengan konsentrasi 1; 1,5 ; 2 M dan ditambahkan ke dalam larutan natrium silikat tetes per tetes hingga pH netral.
- → diaduk larutan secara perlahan hingga membentuk gel.
- → didiamkan selama 18 jam pada suhu ruang dan dicuci dengan aquades.
- → dioven pada suhu 100°C selama 6 jam kemudian dihaluskan dan diayak.

Silika Xerogel

### D. Aktivasi Silika Xerogel

Silika Xerogel

- → dimasukkan ke dalam larutan HCl 2 M kemudian dipanaskan sambil diaduk dengan magnetic stirrer selama 60 menit.
- → dicuci dengan aquades hingga pH netral.
- →disaring residu kemudian dioven pada suhu 120°C.

Silika Xerogel Teraktivasi

#### Uji Karakterisasi

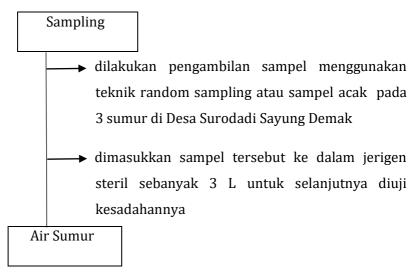
→ FTIR

**→**XRD

→ SEM-EDX

## E. Aplikasi Silika Xerogel Untuk Menurunkan Kesadahan Air Sumur

1. Aplikasi Sampel Air Sumur (berdasarkan SNI 6989.57:2008)



## 2. Penetapan Kesadahan Total (berdasarkan SNI 6989.12:2004)

Air Sumur

- → diuji sebanyak 25 ml sampel air secara duplo, kemudian dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 ml dan diencerkan dengan aquades sampai volume 50 ml
- → ditambahkan 1 2 ml laruran penyangga pH 10±0,1
- → ditambahkan seujung spatula 30 50 mg indikator EBT, kemudian dilakukan titrasi dengan larutan Na₂EDTA 0,01 M secara perlahan sampai terjadi perubahan warna dari merah keunguan menjadi biru

Kadar Kesadahan Total

## 3. Aplikasi Silika Xerogel Terhadap Sampel Air Sumur

Sampel Air Sumur + Adsorben

- dicampurkan 50 ml sampel air sumur dengan
   0,1 gram silika xerogel pada sampel air yang
   telah diberi perlakuan sebelumnya
- diaduk menggunakan magnetic stirer, kemudian disaring dengan kertas saring dan dilanjutkan dengan pengujian kadar kesadahannya

Air Sumur Teradsorpsi

## Lampiran 2. Perhitungan Penetapan Kesadahan Total

### A. Menghitung Standarisasi Na<sub>2</sub>EDTA

$$\mathbf{M}_{\mathrm{EDTA}} = \frac{M \, CaCO3 \cdot V \, CaCO3}{V \, EDTA} (\mathbf{mmol/ml})$$

$$=\frac{10,50 \, mL + 10,01 \, mL + 9,00 \, mL}{3} = 9,83 \, \text{mL}$$

$$M_{EDTA} = \frac{0.01 \frac{mmol}{mL}.10 \ mL}{9.83 \ mL} = 0.01 \ M$$

#### B. Mencari rata-rata Volume Na<sub>2</sub>EDTA

#### 1. Silika Xerogel 2 M Sebelum Aktivasi

•  $(A_1) \rightarrow Air dari sumur pertama$ 

$$V_{\text{Na2EDTA}} = \frac{V1+V2}{2} = \frac{13,50+13,50}{2} = \frac{27,00}{2} = 13,50$$

ml

•  $(A_2) \rightarrow Air dari sumur kedua$ 

$$V_{\text{Na2EDTA}} = \frac{V1+V2}{2} = \frac{13,24+13,25}{2} = \frac{26,49}{2} = 13,24$$

ml

•  $(A_3) \rightarrow Air dari sumur ketiga$ 

$$V_{\text{Na2EDTA}} = \frac{V1+V2}{2} = \frac{13,14+13,15}{2} = \frac{26,29}{2} = 13,14$$

ml

•  $(A_1^*) \rightarrow Air$  sumur pertama setelah penambahan adsorben

$$V_{\text{Na2EDTA}} = \frac{V1+V2}{2} = \frac{12,63+12,65}{2} = \frac{25,28}{2} = 12,64$$
 ml

•  $(A_2^*) \rightarrow Air$  sumur kedua setelah penambahan adsorben

$$V_{\text{Na2EDTA}} = \frac{V1+V2}{2} = \frac{13,13+13,14}{2} = \frac{26,17}{2} = 13,13$$
 ml

•  $(A_3^*) \rightarrow Air$  sumur ketiga setelah penambahan adsorben

V<sub>Na2EDTA</sub> = 
$$\frac{V1+V2}{2} = \frac{12,52+12,53}{2} = \frac{25,04}{2} = 12,52$$
  
ml

### 2. Silika Xerogel 2 M Setelah Aktivasi

•  $(A_1) \rightarrow Air dari sumur pertama$ 

$$V_{\text{Na2EDTA}} = \frac{V1+V2}{2} = \frac{14,4+14,41}{2} = \frac{28,81}{2} = 14,40 \text{ ml}$$

•  $(A_2) \rightarrow Air dari sumur kedua$ 

$$V_{\text{Na2EDTA}} = \frac{V1+V2}{2} = \frac{13,51+13,52}{2} = \frac{27,03}{2} = 13,51 \text{ ml}$$

•  $(A_3) \rightarrow Air dari sumur ketiga$ 

$$V_{\text{Na2EDTA}} = \frac{V1+V2}{2} = \frac{13,36+13,36}{2} = \frac{26,72}{2} = 13,36 \text{ ml}$$

•  $(A_1^*) \rightarrow Air$  sumur pertama setelah penambahan adsorben

$$V_{\text{Na2EDTA}} = \frac{V1+V2}{2} = \frac{1,67+1,68}{2} = \frac{3,35}{2} = 1,67 \text{ ml}$$

•  $(A_2^*) \rightarrow Air$  sumur kedua setelah penambahan adsorben

$$V_{\text{Na2EDTA}} = \frac{V1+V2}{2} = \frac{1,62+1,62}{2} = \frac{3,22}{2} = 1,61 \text{ ml}$$

•  $(A_3^*) \rightarrow Air$  sumur ketiga setelah penambahan adsorben

$$V_{\text{Na2EDTA}} = \frac{V1+V2}{2} = \frac{1,59+1,59}{2} = \frac{3,18}{2} = 1,59 \text{ ml}$$

#### C. Mencari Kadar Kesadahan Total

1. Silika Xerogel 2 M Sebelum Aktivasi

mg CaCO<sub>3</sub>/L = 
$$\frac{1000}{V_{CM}}$$
 x V EDTA x M EDTA x 100

• (A<sub>1</sub>)

Diketahui:

$$V_{CU} = 50 \text{ ml}$$

$$V_{EDTA} = 13,50 \text{ ml}$$

$$M_{EDTA} = 0.01 M$$

mg CaCO<sub>3</sub>/L = 
$$\frac{1000}{50 \ ml}$$
 x 13,50 ml x 0,01 M x 100  
= 270,00 mg/L

• (A<sub>2</sub>)

Diketahui:

 $V_{CU} = 50 \text{ ml}$ 

 $V_{EDTA} = 13,24 \text{ ml}$ 

 $M_{EDTA} = 0.01 M$ 

mg CaCO<sub>3</sub>/L =  $\frac{1000}{50 \text{ ml}}$  x 13,24 ml x 0,01 M x 100 = 264,80 mg/L

• (A<sub>3</sub>)

 $V_{CU} = 50 \text{ ml}$ 

 $V_{EDTA} = 13,14 \text{ ml}$ 

 $M_{EDTA} = 0.01 M$ 

mg CaCO<sub>3</sub>/L =  $\frac{1000}{50 \text{ ml}}$  x 13,14 ml x 0,01 M x 100 = 262,80 mg/L

#### 2. Silika Xerogel 2 M Setelah Aktivasi

mg CaCO<sub>3</sub>/L = 
$$\frac{1000}{V cu}$$
 x V EDTA x M EDTA x 100

• (A<sub>1</sub>)

Diketahui:

$$V_{CU} = 50 \text{ ml}$$

$$V_{EDTA} = 14,40 \text{ ml}$$

$$M_{EDTA} = 0.01 M$$

mg CaCO<sub>3</sub>/L = 
$$\frac{1000}{50 \text{ ml}}$$
 x 14,40 ml x 0,01 M x 100  
= 288,00 mg/L

• (A<sub>2</sub>)

Diketahui :

$$V_{CU} = 50 \text{ ml}$$

$$V_{EDTA} = 13,51 \text{ ml}$$

$$M_{EDTA} = 0.01 M$$

mg CaCO<sub>3</sub>/L = 
$$\frac{1000}{50 \ ml}$$
 x 13,51 ml x 0,01 M x 100  
= 270,20 mg/L

• (A<sub>3</sub>)

$$V_{CU} = 50 \text{ ml}$$

$$V_{EDTA} = 13,36 \text{ ml}$$

$$M_{EDTA} = 0.01 M$$

mg CaCO<sub>3</sub>/L = 
$$\frac{1000}{50 \text{ ml}}$$
 x 13,36 ml x 0,01 M x 100

$$= 267,20 \text{ mg/L}$$

# D. Perhitungan Kesadahan Aplikasi Silika Xerogel

#### 1. Silika Xerogel 2 M Sebelum Aktivasi

mg CaCO<sub>3</sub>/L = 
$$\frac{1000}{V cu}$$
 x V EDTA x M EDTA x 100

$$V_{CU} = 50 \text{ ml}$$

$$V_{EDTA} = 12,64 \text{ ml}$$

$$M_{EDTA} = 0.01 M$$

mg CaCO<sub>3</sub>/L = 
$$\frac{1000}{50 \text{ ml}}$$
 x 12,64 ml x 0,01 M x 100  
= 252,80 mg/L

$$V_{CU} = 50 \text{ ml}$$

$$V_{EDTA} = 13,13 \text{ ml}$$

$$M_{EDTA} = 0.01 M$$

mg CaCO<sub>3</sub>/L = 
$$\frac{1000}{50 \text{ ml}}$$
 x 13,13 ml x 0,01 M x 100  
= 262,60 mg/L

$$V_{CU} = 50 \text{ ml}$$

$$V_{EDTA} = 12.52 \text{ ml}$$

$$M_{EDTA} = 0.01 M$$

mg CaCO<sub>3</sub>/L = 
$$\frac{1000}{50 \text{ ml}}$$
 x 12,52 ml x 0,01 M x 100  
= 250,40 mg/L

## 2. Silika Xerogel 2 M Setelah Aktivasi

mg CaCO<sub>3</sub>/L = 
$$\frac{1000}{V cu}$$
 x V <sub>EDTA</sub> x M <sub>EDTA</sub> x 100

• 
$$(A_1^*)$$

$$V_{CU} = 50 \text{ ml}$$

$$V_{EDTA} = 1,67 \text{ ml}$$

$$M_{EDTA} = 0.01 M$$

mg CaCO<sub>3</sub>/L = 
$$\frac{1000}{50 \ ml}$$
 x 1,67 ml x 0,01 M x 100

$$= 33,40 \text{ mg/L}$$

$$V_{CU} = 50 \text{ ml}$$

$$V_{EDTA} = 1,61 \text{ ml}$$

$$M_{EDTA} = 0.01 M$$

mg CaCO<sub>3</sub>/L = 
$$\frac{1000}{50 \text{ ml}}$$
 x 1,61 ml x 0,01 M x 100  
= 32,20 mg/L

## • (A<sub>3</sub>\*)

$$V_{CU} = 50 \text{ ml}$$

$$V_{EDTA} = 1,59 \text{ ml}$$

$$M_{EDTA} = 0.01 M$$

mg CaCO<sub>3</sub>/L = 
$$\frac{1000}{50 \text{ ml}}$$
 x 1,59 ml x 0,01 M x 100  
= 31,80 mg/L

#### E. Perhitungan Kapasitas Adsorpsi

## 1. Silika Xerogel 2 M Sebelum Aktivasi

$$Q = \frac{V(Co - Ci)}{m}$$

A<sub>1</sub>

Diketahui

$$V = 50 \text{ ml} = 0.05 \text{ L}$$

$$Co = 270,00 \text{ mg/L}$$

$$Ci = 252,80 \text{ mg/L}$$

$$m = 0.1 gram$$

$$Q = \frac{0.05 L (270.00 \frac{mg}{L} - 252.80 \frac{mg}{L})}{0.1 \ gram} = 8,60 \ \text{mg/L}$$

• A<sub>2</sub>

Diketahui

$$V = 50 \text{ ml} = 0.05 \text{ L}$$

$$Co = 264,80 \text{ mg/L}$$

$$Ci = 262,60 \text{ mg/L}$$

$$m = 0.1 gram$$

$$Q = \frac{0.05 L (264.80 \frac{mg}{L} - 262.60 \frac{mg}{L})}{0.1 gram} = 1.10 \text{ mg/L}$$

• A<sub>3</sub>

$$V = 50 \text{ ml} = 0.05 \text{ L}$$

$$Co = 262,80 \text{ mg/L}$$

$$Ci = 250,40 \text{ mg/L}$$

$$m = 0.1 gram$$

$$Q = \frac{0.05 L (262.80 \frac{mg}{L} - 250.40 \frac{mg}{L})}{0.1 \ gram} = 6.20 \ \text{mg/L}$$

#### 2. Silika Xerogel 2 M Setelah Aktivasi

$$Q = \frac{V(Co - Ci)}{m}$$

#### • A<sub>1</sub>

Diketahui

$$V = 50 \text{ ml} = 0.05 \text{ L}$$

$$Co = 288,00 \text{ mg/L}$$

$$Ci = 33,40 \text{ mg/L}$$

$$m = 0.1 gram$$

$$Q = \frac{0.05 L (288.00 \frac{mg}{L} - 33.40 \frac{mg}{L})}{0.1 gram} = 127.3 \text{ mg/L}$$

## • A<sub>2</sub>

$$V = 50 \text{ ml} = 0.05 \text{ L}$$

$$Co = 270,20 \text{ mg/L}$$

$$Ci = 32,20 \text{ mg/L}$$

$$m = 0.1 gram$$

$$Q = \frac{0.05 L (270.20 \frac{mg}{L} - 32.20 \frac{mg}{L})}{0.1 gram} = 119 \text{ mg/L}$$

#### • A<sub>3</sub>

Diketahui

$$V = 50 \text{ ml} = 0.05 \text{ L}$$

$$Co = 267,20 \text{ mg/L}$$

$$Ci = 31,80 \text{ mg/L}$$

$$m = 0.1 gram$$

$$Q = \frac{0.05 L (267.20 \frac{mg}{L} - 31.80 \frac{mg}{L})}{0.1 \ aram} = 117.7 \ mg/L$$

## F. Perhitungan Efektifitas Adsorpsi

## 1. Silika Xerogel 2 M Sebelum Aktivasi

$$\%E = \frac{(Ci - Ce)}{Ci} \times 100\%$$

• A<sub>1</sub>

$$Ci = 270,00 \text{ mg/L}$$

%E = 
$$\frac{(270,00\frac{mg}{L} - 252,80\frac{mg}{L})}{270,00\frac{mg}{L}}$$
 x 100%= 6,37%

• A<sub>2</sub>

Diketahui

$$Ci = 264,80 \text{ mg/L}$$

$$Ce = 262,60 \text{ mg/L}$$

%E = 
$$\frac{(264.80\frac{mg}{L} - 262.60\frac{mg}{L})}{264.80\frac{mg}{L}} \times 100\% = 0.83\%$$

• A<sub>3</sub>

Diketahui

$$Co = 262,80 \text{ mg/L}$$

$$Ci = 250,40 \text{ mg/L}$$

%E = 
$$\frac{(262,80\frac{mg}{L} - 250,40\frac{mg}{L})}{262,80\frac{mg}{I}} \times 100\% = 4,72\%$$

## 2. Silika Xerogel 2 M Setelah Aktivasi

$$\%E = \frac{(Ci - Ce)}{Ci} \times 100\%$$

• A<sub>1</sub>

$$Ci = 288,00 \text{ mg/L}$$

%E = 
$$\frac{(288,00\frac{mg}{L} - 33,40\frac{mg}{L})}{288,00\frac{mg}{L}}$$
x 100% = 88,40%

• A<sub>2</sub>

Diketahui

$$Ci = 270,20 \text{ mg/L}$$

$$Ce = 32,20 \text{ mg/L}$$

%E = 
$$\frac{(270.20\frac{mg}{L} - 32.20\frac{mg}{L})}{270.20\frac{mg}{L}}$$
x 100%= 88,08%

• A<sub>3</sub>

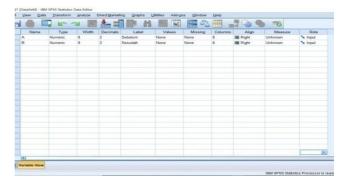
$$Co = 267,20 \text{ mg/L}$$

$$Ci = 31,80 \text{ mg/L}$$

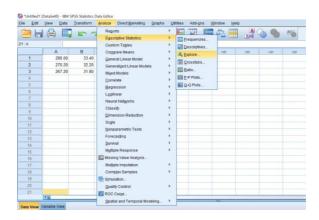
%E = 
$$\frac{(267,20\frac{mg}{L} - 31,80\frac{mg}{L})}{267,20\frac{mg}{I}}$$
x 100%= 88,10%

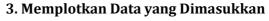
## G. Hasil Uji Normalitas menggunakan SPSS

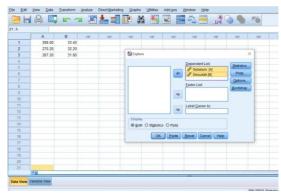
## 1. Langkah Awal



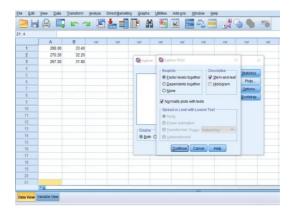
# 2. Memasukkan Data Kesadahan Sebelum dan Setelah Perlakuan







## 4. Tahapan Akhir



## 5. Hasil SPSS

	Kolmogorov-Smirnov <sup>a</sup>			Shapiro-Wilk		
	Statistic	df	Sig.	Statistic	df	Sig.
Α	.336	3		.856	3	.256
A*	.292	3		.923	3	.463

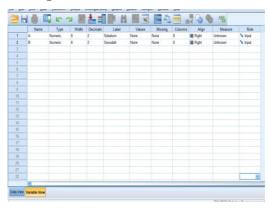
## Keterangan:

A = Data sebelum penambahan Silika Xerogel

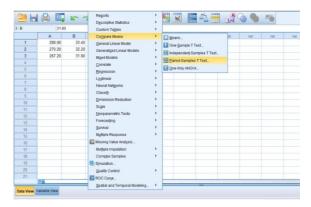
A\* = Data setelah Penambahan Silika Xerogel

## H. Hasil Uji t Berpasangan

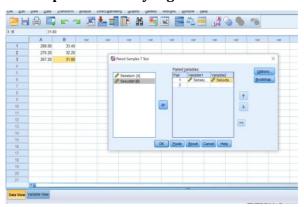
## 1. Langkah Awal



# 2. Memasukkan Data Kesadahan Sebelum dan Setelah Perlakuan



#### 3. Memplotkan Data yang Dimasukkan

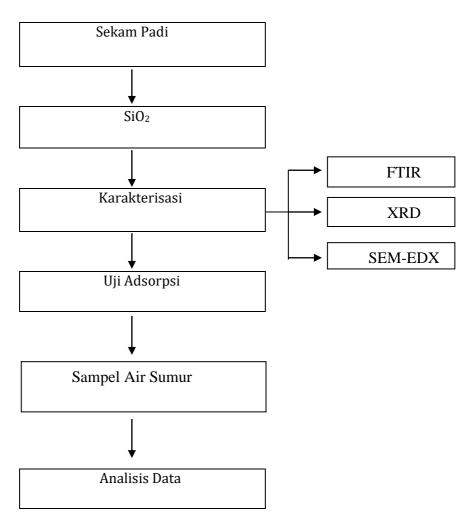


#### 4. Hasil SPSS

#### **Paired Samples Test**

		Paired Differences							
			95% Confidence Interval of the Std. Error Difference						
		Mean	Std. Deviation	Mean	Lower	Upper	t	df	Sig. (2-tailed)
Pair 1	A - A*	242.66667	10.41601	6.01369	216.79186	268.54148	40.352	2	.001

## **Bagan Alur Penelitian**



## Lampiran 3. Dokumentasi

No.	Aktivitas	Gambar
1.	Preparasi sekam padi	
2.	Hasil kalsinasi sekam padi	
3.	Proses ekstraksi silika	# 150

4.	Hasil ekstraksi	
5.	Sintesis silika xerogel	
6.	Titrasi kesadahan	

#### **DAFTAR RIWAYAT HIDUP**

#### A. Identitas Diri

1. Nama : Titin Wahyuningsih

2. Tempat&TglLahir : Brebes, 27 Oktober 2000

3. Alamat Rumah :Ds.Karangjati,Kel. Kalierang

RT 08 RW 07, Bumiayu,

Brebes, Jawa Tengah

4. Nomor HP : 082322738659

5. E-mail :titinwahyun27@gmail.com

## B. Riwayat Pendidikan

1. SD Negeri Kalierang 05 Lulus 2013

2. SMP Negeri 3 Bumiayu Lulus 2016

3. MA Negeri 2 Brebes Lulus 2019