

LAPORAN PENELITIAN

KLUSTER

Penelitian Dasar Pengembangan Program Studi

Bantuan Penelitian

DIPA BOPTN LP2M UIN WALISONGO TAHUN 2019

Sintesis Bahan Silika Berbasis Zeolit dan Abu Sekam Padi



DR. HAMDAN HADI KUSUMA, M.SC
NIP. 197703202009121002

**LEMBAGA PENELITIAN DAN PENGABDIAN KEPADA
MASYARAKAT (LP2M)
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI WALISONGO SEMARANG
TAHUN 2019**

ABSTRAK

Silika merupakan senyawa hasil polimerisasi asam silikat, yang tersusun dari rantai satuan SiO_4 tetrahedral dengan formula umum SiO_2 . Silika dapat dimanfaatkan dalam bidang optik dan elektronik. Penelitian ini dilatarbelakangi oleh banyaknya limbah abu sekam padi dan bahan zeolit alami yang dapat disintesis menjadi bahan silika. Tujuan penelitian ini adalah pembuatan serbuk nanosilika dari bahan zeolit dan abu sekam padi. Pembuatan silika dilakukan menggunakan bahan baku zeolit dan sekam padi, zeolit yang disintesis menggunakan metode sol gel dengan variasi suhu kalsinasi sebesar 100 °C, 150 °C, dan 200 °C, sedangkan abu sekam padi disintesis menggunakan metode sol gel dengan variasi KOH 5%, 10%, dan 15%. Karakterisasi yang dilakukan meliputi *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui struktur zeolit. Struktur silika dari zeolit dan abu sekam padi adalah berfasa *quartz*. Nilai *crystallitesize* silika bahan zeolit dengan variasi suhu kalsinasi yaitu 100 °C, 150 °C, dan 200 °C, masing-masing adalah 678.51 nm, 488.16 nm dan 488.13 nm, sedangkan nilai *crystallitesize* pada silika dari bahan abu sekam padi dengan variasi konsentrasi 5% adalah 490,3555nm, pada variasi konsentrasi 10% adalah 700,88195nm, dan pada variasi konsentrasi 15% adalah 490,4453nm.

. **Kata Kunci:** Nanosilika; Zeolit; Abu Sekam Padi.

KATA PENGANTAR

Puji syukur ke hadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat, taufiq, hidayah, dan inayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian ini sesuai rencana. Sebagaimana karya pada umumnya, penulis menyadari bahwa banyak pihak yang telah berbuat baik dalam penelitian ini.

Penulis sangat berterima kasih kepada Rektor UIN Walisongo, Prof. Dr. Imam Taufiq, M.Ag., jajaran pimpinan UIN Walisongo, dan Lembaga Penelitian dan Pengabdian Masyarakat (LP2M) UINWalisongo yang memberikan fasilitas penuh demi terlaksananya penelitian ini. Atas bantuan merekalah penelitian ini dapat ditulis tepat waktu. Mudah-mudahan amal baik mereka mendapat balasan yang setimpal di sisi Allah SWT. Ucapan terima kasih, penulis ucapkan kepada Jurusan Pendidikan Fisika FST UIN Walisongo atas fasilitas yang diberikan sehingga penelitian ini berlangsung dengan baik.

Akhirnya, penulis berharap penelitian ini bisa mengantarkan pembaca untuk lebih mengenal struktur abstrak dalam jurnal Internasional. Penulis menyadari bahwa masih banyak kekurangan di sana-sini. Untuk itu, tegur sapa pembaca sangat penulis harapkan.

Semarang, 3 Nopember 2019

Penulis:

Dr. Hamdan Hadi Kusuma, M.Sc.

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
ABSTRAK	iii
KATA PENGANTAR	iv
DAFTAR ISI	v
DAFTAR TABEL	vii
DAFTAR GAMBAR	viii
BAB I: PENDAHULUAN	
A. Latar Belakang	1
B. Rumusan Masalah	9
C. Tujuan Penelitian	9
D. Signifikansi Penelitian	10
BAB II : LANDASAN TEORI	
A. Kerangka Teori	13
1. Pengertian Silika	13
2. Pembuatan Silika	18
3. Proses Sol Gel	18
4. Aplikasi Silika Gel	23
5. Zeolit	24
6. Sekam Padi	34
B. Kajian Riset Sebelumnya	39
BAB III: METODOLOGI	
A. Sintesis Silika dari bahan Zeolit	43
B. Sintesis Silika dari bahan Abu Sekam Padi	60
C. Karakterisasi XRD Silika	73

BAB IV: DESKRIPSI DAN ANALISIS DATA	
A. Hasil dan Pembahasan Silika dari Zeolit	77
B. Hasil dan Pembahasan Silika dari Abu Sekam Padi	82
BAB V: PENUTUP	
A. Kesimpulan.	87
B. Saran.....	88
DAFTAR PUSTAKA	91

DAFTAR TABEL

Tabel	Judul	halaman
Tabel 2.1	Tabel 2.1 Sifat-sifat Silika (SiO ₂)	12
Tabel 2.2	Tabel 2.2 Bentuk kritsa utama silika	16
Tabel 2.3	Kompisi kimia dan sifat Zeolit	28
Tabel 2.4	Contoh zeolit alam dan komposisinnya	32
Tabel 2.5.	Komposisi Abu Sekam Padi	36
Tabel 4.1	Perhitungan nilai <i>crystallitesize</i> silika dari bahan zeolit.	81
Tabel 4.2	Perhitungan nilai <i>crystallitesize</i> silika dari bahan abu sekam padi	86

DAFTAR GAMBAR

Tabel	Judul	halaman
Gambar 2.1	Struktur silika tetrahedral	14
Gambar 2.2	Sudut ikat Si-O-Si	15
Gambar 3.1	<i>Magnetic Strirer</i>	44
Gambar 3.2	Oven	45
Gambar 3.3	<i>Furnace</i>	46
Gambar 3.4	Belas Beker	47
Gambar 3.5	Ayakan	48
Gambar 3.6	Neraca Digital	49
Gambar 3.7	Cawan Keramik	50
Gambar 3.8	Indikator Uiversal	51
Gambar 3.9	Kertas Saring	52
Gambar 3.10.	Pipet Tetes	53
Gambar 3.11.	Mortar	54
Gambar 3.12.	Zeolit	55
Gambar 3.13.	Diagram alir pembuatan nanosilika Zeolit	60
Gambar 3.14.	Furnace	61
Gambar 3.15.	<i>Magnetic Stirrer</i>	62
Gambar 3.16.	<i>Oven</i>	63
Gambar 3.17.	Indikator <i>Ph meter</i>	64
Gambar 3.18.	Termometer	65
Gambar 3.19.	Gelas Ukur	66
Gambar 3.20.	Mortar	67
Gambar 3.21.	Sekam padi dari Purwokerto Jawa Tengah	68
Gambar 3.22.	Diagram alir pembuatan nanosilika abu sekam padi	72
Gambar 3.23	Prinsip difraksi sinar X	75

Gambar 4.1	Hasil karakterisasi sampel silika dari bahan zeolit	78
Gambar 4.2	Hasil Karakterisasi Silika Abu Sekam Padi	82

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Indonesia merupakan negara agraris terbesar di dunia. Sebagai negara agraris terbesar, Indonesia memiliki sumber daya alam yang melimpah terutama di bidang pertanian. Adanya sumber daya alam yang melimpah tentunya karena didukung oleh iklim tropis yang bagus dan lahan tanah yang subur. Negara Indonesia menduduki peringkat ketiga sebagai produsen beras terbesar di dunia setelah setelah Cina dan India. Kebutuhan konsumsi nasional belum dapat dipenuhi hasil produksi dalam negeri, oleh karena itu Indonesia masih memerlukan impor beras untuk memenuhi kebutuhan tersebut. Sumber

impor beras berasal dari Vietnam, Thailand, India, Pakistan dan Myanmar (Sulaimana, dkk, 2018).

Padi merupakan tanaman budidaya yang terpenting bagi kehidupan manusia terutama di benua asia. Tanaman ini tersebar luas disemua belahan dunia yang memilikicukup air dan suhu udara yang hangat. Padi merupaka sumber karbohidrat utama bagi mayoritas penduduk dunia termasuk Indonesia.

Beras didapatkan dari hasil penggilingan padi. Beras merupakan tanaman biji-bijian. Hal ini telah dijelaskan pada Al Qur'an surat Al An'am ayat 95 dan surat Al Qaaf Ayat 9, Allah SWT menjelaskan tentang biji-bijian tanaman termasuk padi:

إِنَّ اللَّهَ فَالِقُ الْحَبِّ وَالنَّوَىٰ ۗ يُخْرِجُ الْحَيَّ مِنَ الْمَيِّتِ
وَمُخْرِجُ الْمَيِّتِ مِنَ الْحَيِّ ۗ ذَٰلِكُمْ اللَّهُ فَالِقَانِي ۗ تُوَفَّكُونَ

“Sesungguhnya Allah menumbuhkan butir tumbuh-tumbuhan dan biji buah-buahan. Dia mengeluarkan yang hidup dari yang mati dan

mengeluarkan yang mati dari yang hidup. (Yang memiliki sifat-sifat) demikian ialah Allah, maka mengapa kamu masih berpaling? ”
(Q S : A l A n ' a m a y a t 9 5) .

وَنَزَّلْنَا مِنَ السَّمَاءِ مَاءً مُّبْرُكًا فَأَنْبَتْنَا بِهِ جِبْتًا وَحَبَّ
الْحَصِيدِ

“Dan Kami turunkan dari langit air yang banyak manfa’atnya lalu Kami tumbuhkan dengan air itu pohon-pohon dan biji-biji tanaman yang diketam ” (QS. Al Qaaf ayat 9)

Dari kedua ayat tersebut Allah SWT menyebutkan secara khusus butir tumbuhan dan biji tanaman. Padi merupakan tumbuhan berbutir atau tanaman yang memiliki karakteristik biji-bijian seperti yang disebutkan oleh Allah SWT. Padi merupakan bahan makanan yang mengandung gizi dan penguat yang cukup bagi tubuh manusia, sebab di dalam padi terkandung bahan karbohidrat yang tinggi sebagai bahan energi. Beras mengandung berbagai zat makanan antara lain: karbohidrat, protein, lemak, serat kasar, abu, vitamin, dan unsur mineral antara lain: kalsium, magnesium, sodium, fosfor

(Amirullah, 2008). Proses penggilingan padi menjadi beras dengan memisahkan beberapa bagian yakni menir (5%) yang merupakan bagian beras yang hancur, dedak atau bekatul (8-12%) yang merupakan kulit ari, dan sekam (15-20%) yang merupakan kulit luar padi.

Sekam padi adalah kulit luar yang membungkus beras. Sekam padi bisa dikategorikan sebagai limbah atau produk samping dari penggilingan padi. Sebagian besar pemanfaatan sekam padi hanya untuk media tanam. Jika sekam padi dibakar dapat menghasilkan abu sekam padi yang mengandung silika. Kulit sekam terdiri 75% bahan mudah terbakar dan 25% berat akan berubah menjadi abu. Abu ini dikenal sebagai *Rice Husk Ash* (RHA) yang memiliki kandungan silika reaktif sekitar 85%- 90%. Sekam padi merupakan bahan berligno-selulosa seperti biomassa lainnya namun mengandung silika yang tinggi. Kandungan kimia sekam padi terdiri atas 50% selulosa, 25–30% lignin, dan 15–20% silica (Ismail and Waliuddin,1996). Abu sekam padi yang dihasilkan dari pembakaran sekam padi pada

suhu 400 °C – 500 °C akan menjadi silika amorphous dan pada suhu lebih besar dari 1000 °C akan menjadi silika kristalin.

Pembakaran sekam padi dengan menggunakan metode konvensional seperti *fluidised bed combustors* menghasilkan emisi CO antara 200 –2000 mg/N m³ dan emisi NO_x antara 200 – 300mg/N m³ (Armestoetal, 2002). Proses pembakaran sekam padi akan menghasilkan perubahan struktur silika yang berpengaruh pada dua hal yaitu tingkat aktivitas pozolan dan kehalusan butiran abu. Pada tahap awal pembakaran, abu sekam padi menjadi kehilangan berat pada suhu 100°C, pada saat itulah hilangnya sejumlah zat dari sekam padi tersebut. Pada suhu 300°C, zat- zat yang mudah menguap mulai terbakar dan memperbesar kehilangan berat. Kehilangan berat terbesar terjadi pada suhu antara 400°C - 500°C, pada tahap ini pula terbentuk oksida karbon. Di atas suhu 600°C ditemukan beberapa formasi kristal quartz. Jika temperatur ditambah, maka sekam berubah menjadi kristal silica (Wijanarko, 2008).

Abu sekam padi secara tradisional hanya digunakan sebagai bahan pencuci alat-alat dapur dan bahan bakar dalam pembuatan batu-bata. Padahal sekam padi merupakan salah satu biomassa dengan kadar silika yang tinggi sehingga sangat potensial untuk diolah menjadi bahan dasar berbagai material berbasis silika dengan pengaplikasiannya yang sangat luas. Silika yang diperoleh dari sekam padi telah banyak dimanfaatkan dan dikembangkan antara lain sebagai adsorben (Kalaphaty, 2000), adsorben asam lemak jenuh, filter komposit, bahan porselen, asbes dan gelas, bahan keramik (Siriluk & Yuttapong, 2005).

Zeolit pertama kali ditemukan oleh Freiherr Axel Cronstedt, seorang ahli mineralogi dari Swedia pada tahun 1756. Istilah zeolit berasal dari bahasa Yunani “Zein” yang berarti membuih dan “Lithos” yang berarti batu. Zeolit (Zein Lithos) atau berarti juga batuan mendidih, didalam riset-riset kimiawan telah lama menjadi pusat perhatian.

Zeolit merupakan suatu kelompok mineral yang dihasilkan dari proses hidrotermal pada batuan beku basa. Mineral ini biasanya dijumpai mengisi celah-celah ataupun rekahan dari batuan tersebut. Selain itu zeolit juga merupakan endapan dari aktivitas vulkanik yang banyak mengandung unsur silika. Pada saat ini penggunaan mineral zeolit semakin meningkat, dari penggunaan dalam industri kecil hingga dalam industri berskala besar. Di negara maju seperti Amerika Serikat, zeolit sudah benar-benar dimanfaatkan dalam industri.

Zeolit sintetis adalah suatu senyawa kimia yang mempunyai sifat fisik dan kimia yang sama dengan zeolit alam. Zeolit ini dibuat dari bahan lain dengan proses sintetis. Karenasacara umum zeolit mampu menyerap, menukar ion dan menjadi katalis, membuat zeolit sintetis ini dapat dikembangkan untuk keperluan alternatif pengolahan limbah.

Zeolit merupakan aluminasilikat berbentuk struktur kristal tiga dimensi dengan ukuran pori yang seragam. Zeolit memiliki sifat

yang unik, yakni berpori dan dapat berperan sebagai penukar kation. Salah satu kandungan zeolit yaitu silika (Si). Sintesis silika dapat dilakukan secara kimia. Hasil sintesis silika dipengaruhi oleh variasi bahan yang digunakan, aktivitas katalisnya, metode yang digunakan, suhu yang digunakan, dan sebagainya. Sehingga silika sintesis dapat memiliki struktur pori yang kecil dan seragam. Karakterisasi struktur silika dapat dilakukan menggunakan XRD (X-Ray Diffraction).

Berdasarkan latar belakang tersebut, penelitian dilakukan untuk mengetahui sintesis dan karakteristik silika dari bahan zeolit dan abu sekam padi. Metode sintesis yang digunakan untuk menghasilkan silika pada penelitian ini adalah dengan menggunakan metode sol-gel .

B. Rumusan Masalah

Rumusan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Bagaimanakah hasil sintesis nanosilika dari bahan zeolit dengan pengaruh suhu kalsinasi terhadap struktur nanosilika yang dihasilkan?
2. Bagaimanakah hasil sintesis nanosilika dari bahan abu sekam padi dengan variasi konsentrasi pelarut KOH terhadap struktur nanosilika yang dihasilkan?

C. Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Melakukan sintesis nanosilika dari bahan zeolit dan abu sekam padi dengan menggunakan metode sol gel.
2. Mengetahui pengaruh variasi suhu terhadap struktur silika dari bahan zeolit.
3. Mengetahui pengaruh variasi konsentrasi KOH terhadap struktur silika dari bahan abu sekam padi.

D. Signifikasi Penelitian

Signifikasi dari penelitian ini adalah diperoleh serbuk nanosilika dari bahan zeolit dan abu sekam padi yang dapat bermanfaat untuk kehidupan manusia yang salah satunya dapat digunakan sebagai bahan pembuatan keramik.

BAB II

LANDASAN TEORI

A. Kerangka Teori

1. Pengertian Silika

Silika merupakan senyawa hasil polimerisasi asam silikat, yang tersusun dari rantai satuan SiO_4 tetrahedral dengan formula umum SiO_2 (*silicon dioxida*) (Sulastri dan Kristianingrum, 2010). Molekul SiO_2 dapat diperoleh dari silika mineral, nabati dan sintesis kristal. Silika mineral merupakan senyawa kimia yang banyak ditemui dalam bahan tambang atau galian yang berupa mineral seperti pasir kuarsa, granit, dan feldspar yang mengandung kristal-kristal

silika (SiO_2) (Bragmann and Goncalves, 2006; Della et al, 2002). Silika nabati dapat diperoleh dari abu sekam padi, tongkol jagung dan daun bambu (Monalisa, dkk, 2013). Silika memiliki sifat-sifat fisika seperti terlihat pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Sifat-sifat Silika (SiO_2)

Nama IUPAC	Silikon dioksida
Rumus Molekul	SiO_2
Berat Jenis (g/cm^3)	2,6
Bentuk	Padat
Titik cair ($^{\circ}\text{C}$)	1610
Titik didih ($^{\circ}\text{C}$)	2230
Koordinasi geometri	Tetrahedral

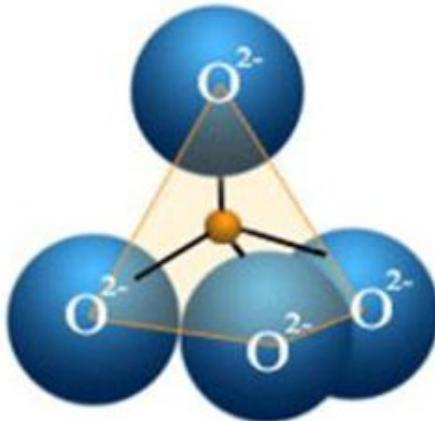
Sumber : Surdia dan Saito, 2000

Silika merupakan senyawa yang terdapat di alam berstruktur kristalin, sedangkan silika dari senyawa sintetis biasanya berstruktur amorph (Sulastri dan Kristianingrum, 2010). Secara sintetis senyawa silika dapat dibuat dari larutan silikat atau dari pereaksi silan yang berupa silika gel. Silika gel merupakan salah satu

senyawa silika sintetis yang berstruktur amorph. Silika gel merupakan salah satu bahan kimia berbentuk padatan yang banyak dimanfaatkan sebagai adsorben.

Silika terbentuk melalui ikatan kovalen yang kuat serta memiliki struktur dengan empat atom oksigen terikat pada posisi sudut tetrahedral disekitar atom pusat yaitu atom silikon, seperti terlihat pada Gambar 2.1. Sudut ikatan antaratom di sekitar O-Si-O merupakan sudut tetrahedral yang sebesar 109 derajat, dan jarak antara atom Si-O sebesar 1,61 Å. Silika memiliki ikatan jembatan oksigen yang terdapat di antara atom silikon. Hal ini yang memberikan sifat unik pada silika. Sudut ikatan pada Si-O-Si sekitar 145 derajat, tetapi nilai ini sangat bervariasi antara 100 – 170 derajat yang dipengaruhi oleh perubahan energi ikat, sehingga memungkinkan terjadinya rotasi ikatan secara bebas (Shriver, 1999 dan Canham, 2002). Gambar 2.2. memperlihatkan sudut ikat Si-O-Si.

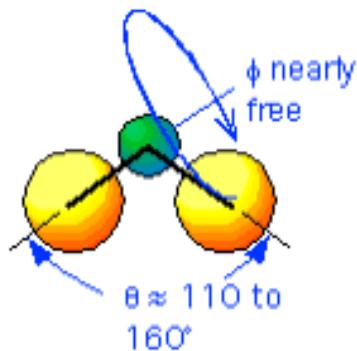
Pada umumnya silika adalah dalam bentuk amorf terhidrat namun, bila pembakaran berlangsung terus menerus pada suhu diatas 650°C maka tingkat kiralitasnya akan cenderung naik dengan terbentuknya fasa *quartz*, *crystalalith*, dan *tridymit*.



Gambar 2.1. Struktur silika tetrahedral
(Anonim, 2013)

Tiga bentuk utama dari kristal silika yaitu *quartz*, *tridimit*, dan *crystalalite* yang stabil pada suhu berbeda dan memiliki subdivisi. Ahli geologi membedakan antara

alpha dan beta kuarsa. Ketika "kuarsa alpha" bersuhu rendah dipanaskan pada tekanan atmosfer akan berubah menjadi "kuarsa beta" pada suhu 573 derajat Celcius. Tridimit terbentuk pada suhu 870 derajat celcius dan kristobalit terbentuk pada suhu 1470 derajat celcius.. Bentuk dan spesifikasi silika utama dapat dilihat pada Tabel 2.2.



Gambar 2. Sudut ikat Si-O-Si (Shriver, 1999 dan Canham, 2002).

Titik leleh silika adalah 1610 °C, lebih tinggi dari besi, tembaga dan aluminium, dan merupakan salah satu alasan mengapa silika

digunakan untuk menghasilkan cetakan dan inti untuk produksi logam cor. Struktur kristal kuarsa didasarkan pada empat atom oksigen dihubungkan bersama untuk membentuk tiga dimensi yang disebut tetrahedron dengan satu atom silikon di pusatnya. Berjuta tetrahedron ini bergabung bersama-sama dengan berbagi satu atom oksigen untuk membentuk kristal kuarsa.

Tabel 2.2 Bentuk krita utama silika (Smallman and Bishop,2000)

Bnetuk	Rentang Stabilitas (°C)	Modifikasi
Kristobalit	1470-1723	β -(kubik) α -(tetragonal)
Trdmit	870 -1470	γ (?) β -(heksagonal) α -(ortorombikl)
Kuarsa	<870	β -(heksagonal) α -(trigonal)

Senyawa pengotor pada silika biasanya terbawa selama proses pengendapan. Pasir kuarsa juga dikenal dengan nama pasir putih merupakan hasil pelapukan batuan yang mengandung mineral utama seperti kuarsa dan feldspar. Komposisi pasir kuarsa merupakan komposisi gabungan dari SiO_2 , Al_2O_3 , CaO , Fe_2O_3 , TiO_2 , CaO , MgO , dan K_2O , berwarna putih bening atau warna lain bergantung pada senyawa pengotornya. Silika biasa diperoleh melalui proses penambangan pasir kuarsa sebagai bahan baku. Pasir kuarsa tersebut kemudian dilakukan proses pencucian untuk membuang pengotor yang kemudian dipisahkan dan dikeringkan kembali sehingga diperoleh pasir dengan kadar silika yang lebih besar bergantung dengan keadaan kuarsa dari tempat penambangan. Pasir inilah yang kemudian dikenal dengan pasir silika atau silika dengan kadar tertentu (Anonim, 2013).

Kuarsa biasanya berwarna putih, tetapi sering diwarnai oleh impuritie besi sehingga menghasilkan bermacam-macam warna.

Kuarsa merupakan mineral yang transparan dan tembus cahaya, sehingga sering digunakan dalam pembuatan kaca, dan memiliki kilap vitreous. Kuarsa adalah mineral keras karena kekuatan ikatan antara atom. Kuarsa juga relatif inert dan tidak bereaksi dengan asam encer. Tergantung pada bagaimana deposit silika dibentuk, butiran kuarsa biasanya berbentuk tajam dan bersudut ataupun membundar.

2. Pembuatan Silika

Silika dapat diperoleh secara alami dan juga sintesis melalui proses kimia dengan bahan dasar alami seperti pasir kuarsa dan tanah diatomeae. Selain itu silika sintesis dapat dibuat melalui reaksi kimia. Salah satu reaksi kimia yang sering digunakan dalam pembuatan silika sintesis adalah proses sol gel.

3. Proses Sol Gel

Proses sol gel merupakan proses yang dapat digambarkan sebagai pembentukan

suatu jaringan oksida melalui reaksi polikondensasi yang progresif dari molekul prekursor dalam medium cair atau merupakan proses untuk membentuk material melalui suatu sol, gel dari sol dan akhirnya penghilangan pelarut. (Schubert dan Husing,2000).

Secara umum, metode sol gel dibagi menjadi beberapa tahap yaitu pembentukan larutan, pembentukan gel, penuaan (aging), pengeringan dan pemadatan. (Shelby, 2005). Beberapa penelitian yang menggunakan metode ini antara lain: pembuatan keramik cordierite (Triyanti, 2008), borosilikat (Ginting, 2009; Riyanto, 2009; Rachmaini, 2010), bahan pendukung katalis (Nyono, 2008) dan pembuatan lapisan tipis MgO (Nirmalasari, 2007).

Proses sol gel terjadi pembentukan jaringan oksida dengan reaksi polikondensasi yang progresif dari molekul prekursor pada medium air. Proses sol gel merupakan proses larutan serbaguna yang awalnya digunakan

dalam pembuatan material anorganik seperti gelas dan keramik dengan kemurnian dan homogenitas tinggi.

Sol adalah suspensi koloid yang fasa terdispersinya berbentuk solid (padat) dan fasa pendispersinya berbentuk liquid (cairan). Suspensi dari partikel padat atau molekul-molekul koloid dalam larutan, dibuat dengan metal alkoksida dan dihidrolisis dengan air menghasilkan partikel padatan metal hidroksida dalam larutan. Gel (*gelation*) adalah jaringan partikel atau molekul, baik padatan atau cairan, dimana polimer yang terjadi didalam larutan digunakan sebagai tempat pertumbuhan zat anorganik. Pertumbuhan anorganik terjadi di *gel point*, di mana energi ikat lebih rendah. Reaksinya adalah reaksi kondensasi, baik alkohol atau air yang menghasilkan jembatan oksigen untuk mendapatkan metal oksida.

Proses sol gel meliputi transisi sistem dari fasa larutan sol menjadi fasa padat gel. Secara umum, proses sol gel biasa dibagi

menjadi beberapa tahap yang meliputi pembentukan larutan, pembentukan gel, penuaan (*aging*), pengeringan dan pemadatan (*densification*). (Brinker dan Scherer, 1990).

Polimerisasi kondensasi akan terbentuk dimer, trimer, dan seterusnya sehingga membentuk bola-bola polimer. Sampai pada ukuran tertentu (Diameter sekitar 1.5 nm) dan disebut sebagai partikel silika primer. Gugus silanol permukaan bola polimer yang berdekatan akan mengalami kondensasi disertai pelepasan air sampai terbentuk partikel sekunder dengan diameter 4.5 nm. Pada tahap ini larutan sudah mulai menjadi gel ditandai dengan bertambahnya viskositas. Gel yang dihasilkan masih sangat lunak dan tidak kaku dan disebut *alkogel*.

Tahap selanjutnya adalah proses pembentukan gel. Pada tahap ini, kondensasi antara bola-bola polimer terus berlangsung membentuk ikatan siloksan menyebabkan menurunnya jari-jari partikel sekunder dari 4.5 nm menjadi 4 nm dan akan teramati

penyusunan *alkogel* yang akan diikuti dengan berlangsungnya eliminasi larutan garam

Tahap akhir pembuatan silika gel adalah *xerogel* yang merupakan fasa silika yang telah mengalami pencucian dan pemanasan. Pemanasan pada temperatur **110°C** mengakibatkan dehidrasi pada *hidrogel* dan terbentuknya silika gel dengan struktur $\text{SiO}_{2 \cdot x}\text{H}_2\text{O}$ (Enymia et al., 1998). Produk akhir yang dihasilkan berupa bahan amorf dan keras yang disebut silika gel kering.

Pada $\text{pH} < 7$ partikel-partikel kecil saling berkaitan bersama-sama melalui proses kondensasi membentuk ikatan O-Si-O dan bentuk rantai koloid. Rantai-rantai tersebut membentuk jaringan tiga dimensi dan berubah dari fase sol ke gel. $\text{pH} > 7$ partikel-partikel silika akan bermuatan negatif dan saling tolak menolak. Tolakan tersebut mencegah terjadinya pembentukan jaringan padatan sehingga proses pembentukan gel tidak terjadi.

4. Aplikasi Silika Gel

Silika gel merupakan suatu bentuk dari silika yang dihasilkan melalui penggumpalan sol natrium silikat (NaSiO_2). Sol mirip agar-agar ini dapat didehidrasi sehingga berubah menjadi padatan atau butiran mirip kaca yang bersifat tidak elastis. Sifat ini menjadikan silika gel dimanfaatkan sebagai zat penyerap, pengering dan penopang katalis. Garam-garam kobalt dapat diabsorpsi oleh gel ini. Silika gel mencegah terbentuknya kelembaban yang berlebihan sebelum terjadi (Hindryawati, dan Alimuddin. 2010).

Silika sintetik dapat diperoleh dalam bentuk seperti gelas, keramik, kristal, gel, aerogel, silika koloidal, silika pirogenik, dan *film* atau *coating* tipis. Silika sintetik dapat diaplikasikan sebagai berikut:

- a. Bidang optik silika dapat dibentuk menjadi fiber optik untuk telekomunikasi
- b. Bidang listrik silika dapat digunakan dalam bidang kelistrikan untuk

- menyimpan muatan, pemutus arus dan membatasi aliran arus
- c. Silika dapat digunakan dalam pasta gigi sebagai abrasi keras untuk menghilangkan plak gigi.
 - d. Sumber kuarsa dalam bidang elektronik
 - e. Sumber material dalam pembuatan gelas seperti gelas soda atau berosilikat dan timah hitam
 - f. Dalam teknologi membran, silika dapat dibuat sebagai membran yang selektif.

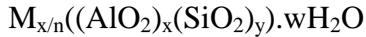
5. Zeolit

Zeolit merupakan aluminasilikat yang memiliki struktur kristal 3 dimensi dengan ukuran pori atau dimensi molekulnya yang seragam (Cejka *et al.*, 2007). Zeolit memiliki sifat yang unik, yakni berpori dan dapat berperan sebagai penukar kation (Muchtar, 2006). Zeolit terdiri dari dua jenis yaitu zeolit alam dan zeolit sintesis. Sintesis zeolit dapat dilakukan secara kimia. Hasil sintesis zeolit dapat dipengaruhi oleh variasi bahan,

aktivitas katalisnya, prosedur yang digunakan, suhu yang digunakan, dan sebagainya. Sehingga struktur zeolit sintesis dapat memiliki struktur pori yang kecil dan seragam.

Zeolit adalah salah satu mineral yang terdapat di tanah gunung berapi. Ia merupakan bahan tak organik yang berbentuk kristal yang didalamnya terkandung ion-ion bercas positif (+ve) dan juga molekul-molekul air (H_2O). Ion-ion yang bercas positif ini biasanya adalah daripada kumpulan I dan II dalam Jadual berkala (Periodic table) seperti natrium (Na^+), kalium (K^+), magnesium (Mg^{2+}) dan kalsium (Ca^{2+}).

Kerangka zeolit terdiri daripada lingkaran tiga-dimensi yang terbentuk daripada AlO_4 (Aluminat) dan SiO_4 (Silikat) yang berhubung antara satu sama lain melalui perkongsian oksigen. Formula asas zeolit dapat diberikan seperti berikut:



Dimana:

M : ion-ion yang bercas positif

n : nombor valensi bagi ion-ion tersebut

w : nisbah antara silica dan alumina

pembahagi () : Komposisi kerangka

Kerangka zeolit berasaskan SiO_2 (Silika), Al_2O_3 (alumina) dan kehadiran ion-ion bercas positif (Kation) dan juga molekul-molekul air. Setiap daripada elemen-elemen ini mempunyai fungsinya tersendiri. Kerangka asas zeolit terdiri daripada silika dan alumina manakala kationnya pula boleh bertukar ganti dengan kation-kation lain. Molekul-molekul air pula boleh disejatkan atau dinyahsejatkan, ini bermakna zeolit boleh menyerap air dan menyimpannya didalam kerangka zeolit dan juga molekul air tersebut boleh dikeluarkan sepenuhnya daripada kerangka zeolit.

Kerangka zeolit begitu unik iaitu bercas negatif, mempunyai kation yang boleh bertukar ganti, boleh menyimpan air dan juga

kerangkanya yang berbentuk kristal, oleh karena itu zeolit mempunyai tiga sifat utama iaitu

1. Bahan pemangkin: sebagai tapak untuk tindakbalas kimia.
2. Penukar kation: Kation yang berada didalam kerangka zeolit dapat ditukarkan kepada kation-kation yang lain.
3. Bahan penjerap: disebabkan oleh luas permukaan zeolit yang tinggi, bahan-bahan asing dapat dijerapkan diatas permukaan zeolit.

Zeolit digunakan secara meluas dalam aktiviti pemangkinan disebabkan oleh luas permukaannya yang tinggi. Proses pemisahan hidrokarbon daripada minyak mentah banyak menggunakan zeolit terutamanya zeolit sintetik iaitu zeolit yang disintesis sendiri sebagai bahan pemangkin. Berikut Tabel 2.3 Komposisi kimia dan sifat zeolit.

Tabel 2.3. Komposisi kimia dan sifat Zeolit.

Komposisi Kimia	SiO ₂	= 40,61% - 42,65%
	Al ₂ O ₃	= 15,31% - 12,92%
	Fe ₂ O ₃	= 3,95% - 4,13%
	CaO	= 6,07% - 5,67%
	MgO	= 2,09% - 1,96%
	Na ₂ O	= 8,66% - 8,81%
	K ₂ O	= 1,32% - 1,10%
	TiO ₂	= 1,71% - 1,63%
P ₂ O ₅		
Sifat:	Warna hijau kebiruan, putih dan coklat Kristal agak lunak keras, Endapan berlapis, Berat jenis: 2,24	

Beberapa karakteristik yang dimiliki oleh zeolit adalah sebagai berikut:

1. Tektosilikat, yaitu struktur tiga dimensi yang terbentuk dari tetrahedral. Sebagian atom silika digantikan oleh aluminium, sehingga nisbah $(\text{Si}+\text{Al})/\text{O} = \frac{1}{2}$. (Tetrahedral biasanya dilambangkan atom-T).

2. Kerangka struktur terbuka yang terbentuk dari tetrahedral-TO pori-pori dan rongga kosong.
3. Kation ada untuk mengimbangi muatan negatif yang timbul akibat substitusi aluminium. Kation terletak di dalam pori dan rongga kosong, dan biasanya dapat bergerak bebas.
4. Di dalam rongga kosong dan pori-pori juga terdapat molekul air (air zeolit). Sebuah pengukuran dari porositas adalah jumlah air yang teradsorpsi. Molekul air juga terdapat di dalam pori-pori dan rongga kosong, pada kebanyakan kasus dapat dihilangkan melalui pemanasan dan desorpsi pada temperatur rendah.
5. Aturan Lowensteins menyatakan adanya sebuah batasan pada jumlah aluminium yang dapat disubstitusikan ke dalam kerangka struktur. Tidak ada Al-O-Al yang terdapat di dalam tektosilikat. Hal ini menandakan bahwa hanya setengah atom silikon yang dapat disubstitusikan oleh aluminium

Berdasarkan asalnya, zeolit dibedakan menjadi dua jenis, yaitu zeolit alam yang terbentuk akibat proses vulkanik di dalam lapisan perut bumi dan zeolit sintetis yang dapat disintesis dari prekursor silika dan alumina (Baerlocher et al., 2007).

Zeolit alam adalah zeolit yang terbentuk secara alami dan terdapat sebagai mineral dengan komposisi yang berbeda. Para ahli geokimia dan mineralogi memperkirakan bahwa zeolit merupakan produk gunung berapi yang membeku menjadi batuan vulkanik, batuan sedimen dan batuan metamorfosa yang selanjutnya mengalami proses pelapukan karena pengaruh panas dan dingin sehingga akhirnya terbentuk mineral-mineral zeolit. Anggapan lain menyatakan proses terjadinya zeolit berawal dari debu-debu gunung berapi yang beterbangan kemudian mengendap di dasar danau dan dasar lautan. Debu-debu vulkanik tersebut selanjutnya mengalami berbagai macam perubahan oleh air danau atau air laut sehingga terbentuk sedimen-sedimen yang

mengandung zeolit di dasar danau atau laut tersebut (Setyawan, 2002). Namun demikian zeolit alam memiliki beberapa kelemahan, diantaranya mengandung banyak pengotor serta tingkat kristalinitas yang kurang baik sehingga untuk mengaplikasikan zeolit alam harus diaktivasi terlebih dahulu. Kondisi ini menyebabkan zeolit alam memiliki harga yang lebih murah dibandingkan zeolit sintetis (Lestari, 2010). Contoh zeolit alam dan komposisinya dapat dilihat pada Tabel 2.4.

Zeolit sintetik adalah zeolit yang dibuat secara rekayasa yang sedemikian rupa sehingga didapatkan karakter yang lebih baik dari zeolit alam. Prinsip dasar produksi zeolit sintetik adalah komponennya yang terdiri dari silika dan alumina, sehingga dapat disintesis dari berbagai bahan baku yang mengandung kedua komponen di atas. Komponen minor dalam zeolit juga dapat ditambahkan dengan mudah menggunakan senyawa murni, sehingga zeolit sintetik memiliki komposisi yang tetap dengan tingkat kemurnian yang tinggi (Georgiev et al., 2009).

Tabel 2.4 Contoh zeolit alam dan komposisinya

No.	Zeolit Alam	Komposisi
1.	Analsim	$\text{Na}_{16}(\text{Al}_{16}\text{Si}_{32}\text{O}_{96}) \cdot 16\text{H}_2\text{O}$
2.	Kabasit	$(\text{Na}_2, \text{Ca})_6(\text{Al}_{12}\text{Si}_{24}\text{O}_{72}) \cdot 40\text{H}_2\text{O}$
3.	Klinoptilotit	$(\text{Na}_4\text{K}_4)(\text{Al}_8\text{Si}_{40}\text{O}_{96}) \cdot 24\text{H}_2\text{O}$
4.	Erionit	$(\text{Na}, \text{Ca}_5\text{K})(\text{Al}_9\text{Si}_{27}\text{O}_{72}) \cdot 27\text{H}_2\text{O}$
5.	Ferrierit	$(\text{Na}_2\text{Mg}_2)(\text{Al}_6\text{Si}_{30}\text{O}_{72}) \cdot 18\text{H}_2\text{O}$
6.	Heulandit	$\text{Ca}_4(\text{Al}_8\text{Si}_{28}\text{O}_{72}) \cdot 24\text{H}_2\text{O}$
7.	Laumonit	$\text{Ca}(\text{Al}_8\text{Si}_{16}\text{O}_{48}) \cdot 16\text{H}_2\text{O}$
8.	Mordenit	$\text{Na}_8(\text{Al}_8\text{Si}_{40}\text{O}_{96}) \cdot 24\text{H}_2\text{O}$
9.	Filipsit	$(\text{Na}, \text{K})_{10}(\text{Al}_{10}\text{Si}_{22}\text{O}_{64}) \cdot 20\text{H}_2\text{O}$
10.	Natrolit	$\text{Na}_4(\text{Al}_4\text{Si}_6\text{O}_{20}) \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
11.	Wairakit	$\text{Ca}(\text{Al}_2\text{Si}_4\text{O}_{12}) \cdot 12\text{H}_2\text{O}$

(Subagyo, 1993).

Kekuatan zeolit sebagai penyerap, katalis, dan penukar ion sangat tergantung dari perbandingan Al dan Si, sehingga dikelompokkan menjadi 3 (Sutarti dan Rachmawati, 1994), yaitu:

1. Zeolit dengan kadar Si rendah Zeolit jenis ini banyak mengandung Al (kaya Al), berpori, mempunyai nilai ekonomi tinggi karena efektif untuk pemisahan atau pemurnian dengan kapasitas besar. Kadar maksimum Al dicapai jika perbandingan Si/Al mendekati 1 dan keadaan ini

mengakibatkan daya penukaran ion maksimum.

2. Zeolit dengan kadar Si sedang Kerangka tetrahedral Al dari zeolit tidak stabil terhadap pengaruh asam dan panas. Jenis zeolit mordenit mempunyai perbandingan Si/Al = 5 sangat stabil.
3. Zeolit dengan kadar Si tinggi Zeolit ini mempunyai perbandingan Si/Al = 10-100 sehingga sifat permukaannya tidak dapat diperkirakan lebih awal. Sangat higroskopis dan menyerap molekul non-polar sehingga baik digunakan sebagai katalisator asam untuk hidrokarbon.

Umumnya zeolit sintetik lebih banyak aplikasinya karena struktur dan sifat-sifatnya yang dapat direkayasa. Sampai saat ini telah ditemukan lebih dari 200 jenis zeolit sintetik, dengan ukuran pori yang bervariasi dari 0,3 – 1,5 nm bergantung pada jenis kerangkanya (Baerlocher et al., 2007). Ukuran pori yang seragam dan terdistribusi merata menghasilkan selektifitas zeolit terhadap

suatu molekul berdasarkan bentuk dan ukuran molekul (Kadja dkk., 2013).

Zeolit memiliki kegunaan diantaranya adalah :

- a. Menitrasi racun amoniak pada tambak udang
- b. Mengurangi bau kotoran pada unggas petelur
- c. Campuran makanan ternak
- d. Untuk pupuk tanaman / perkebunan
- e. Penyerap zat / logam beracun
- f. Bahan pengembang dan pengisi pasta gigi
- g. Sebagai bahan bangunan dan ornamen

6. Sekam Padi

Limbah pertanian merupakan bahan buangan yang tidak terpakai dan bahan sisa hasil pengolahan padi. Penghancuran limbah secara alami berlangsung lambat, sehingga mengakibatkan tumpukan limbah yang dapat mengganggu lingkungan sekitarnya dan berdampak pada kesehatan manusia.

Pendekatan inovasi teknologi dapat digunakan sebagai alternatif dalam pengelolaan limbah pertanian seperti sekam padi menjadi hasil samping yang berguna. Limbah sekam padi banyak ditemukan di daerah pedesaan dengan potensi yang melimpah (Balai Penelitian Pasca Panen Pertanian, 2008).

Sekam padi adalah bagian terluar butir padi yang terpisahkan ketika proses penggilingan padi dilakukan. Sekam padi atau kulit gabah merupakan hasil sampingan penggilingan padi yang memiliki kandungan silika terbanyak dibandingkan dengan bagian lain dari hasil sampingan penggilingan padi. Sekitar 15-20% dari bobot padi berasal dari sekam padi. Sekam padi yang dibakar akan menghasilkan abu sekam padi. Komposisi kandungan abu sekam padi seperti ditunjukkan pada Tabel 2.5.

Sekam padi merupakan bahan limbah hasil penggilingan padi menjadi beras. Sekam

padi ternyata banyak manfaatnya diantaranya antara lain:

- a. Untuk menjernihkan air melalui proses penyaringan partikel, koagulasi, dan adsorpsi.
- b. Sebagai bahan bakar dalam pembuatan batu bata.
- c. Sebagai bahan bangunan yang berhubungan dengan pengerasan balok, ubin, batu tulis, dan lain-lain.
- d. Bahan pencampur untuk pembuatan portland

Tabel 2.5. Komposisi Abu Sekam Padi

Komponen	%Berat
SiO ₂	86,90 – 97,30
K ₂ O	0,58 – 2,50
Na ₂ O	0,00 – 1,75
CaO	0,20 – 1,50
MgO	0,12 – 1,96
Fe ₂ O ₃	0,00 – 0,54
P ₂ O ₅	0,20 – 2,84
SO ₃	0,10 – 1,13
Cl	0,00 – 0,42

Sumber : Houston, D.F, 1972 dalam Sihombing

Untuk memperoleh silika dari sekam padi, digunakan beberapa metode antara lain:

a. Metode Ekstraksi

Metode ekstraksi merupakan proses pengambilan zat terlarut dari suatu larutan oleh suatu pelarut (Vogel, 1985). Proses ekstraksi dilakukan dengan merendam sekam padi, kemudian diberi larutan KOH dan setelah itu didihkan, dan dalam keadaan mendidih diaduk-aduk. Setelah 24 jam, hasil ekstraksi disaring menggunakan corong bucher sehingga didapatkan filtrat yang mengandung silika terlarut. Selanjutnya adalah proses pengasaman, filtrat hasil ekstraksi yang diletakkan dalam labu erlenmeyer ditetesi HCL 10% setetes demi setetes. Setiap satu tetes, erlenmeyer digoyang. Pengasaman bertujuan untuk mendapatkan silika dalam bentuk gel berwarna coklat yang mengendap pada larutan. Untuk menghilangkan warna coklatnya, maka silika gel perlu dibilas, silika gel dalam erlenmeyer dituangi larutan bayclin,

diaduk-aduk beberapa saat, lalu dituang ke atas kertas saring yang berada dalam corong bucher, kemudian disiram menggunakan aquades untuk menghilangkan kandungan bayclin yang berlebih. Selanjutnya dikeringkan dengan tujuan untuk mendapatkan silika dalam bentuk serbuk berwarna putih.

b. Metode Pengabuan

Abu merupakan zat anorganik sisa hasil pembakaran suatu bahan organik. Kandungan abu dan komposisinya bergantung pada macam bahan dan cara pengabuan yang digunakan. Teknik pengabuan dilakukan dengan cara membakar sekam padi terlebih dahulu sehingga menjadi arang sekam padi, dilanjutkan dengan memasukkannya ke dalam *furnace* bersuhu 700°C selama 4 jam. Untuk mendapatkan silika dari abu sekam padi maka dilakukan proses pemurnian menggunakan metode pengasaman dengan larutan HCl pekat. Proses pemurniannya dilakukan dengan cara memasukkan abu sekam padi ke dalam gelas piala dan dibasahi dengan

aquades panas. Selanjutnya campuran ditambahkan larutan HCl pekat dan diuapkan sampai kering dengan beberapa kali pengulangan. Campuran tersebut selanjutnya disaring dengan kertas saring dan dicuci dengan aquades panas. Hasil dari penyaringan berupa residu padat, residu beserta kertas saring dipanaskan mula-mula pada suhu 300 oC selama 30 menit hingga kertas saring menjadi arang, kemudian dilanjutkan dengan memanaskan pada suhu 600 oC hingga yang tersisa hanya endapan silika (SiO₂) berwarna putih (Harsono, 2002). Silika yang diperoleh melalui metode pengabuan memiliki luas permukaan spesifik 68 m²/g dan diameter porinya 121 Å (Kamath, 1998).

B. Kajian Research Sebelumnya

Penelitian dengan mencari bahan alternatif pengganti material yang dapat digunakan sebagai bahan campuran pembuatan keramik, gelas dan lain-lain. Beberapa penelitian sebelumnya telah melakukan sintesis dengan menggunakan berbagai

bahan di antaranya adalah menggunakan pasir kuarsa dan, Abu sekam padi, abu bambu petung dan masih banyak lagi peneliti sebelumnya melakukan *research* sintesis silika. Beberapa penelitian yang telah dilaporkan, tembaga, baik sebagai ion logam maupun sebagai oksida logam, mempunyai peran sebagai sisi aktif padareaksi oksidasi fenol. Wardhani *et al.*, (2008) melaporkan katalis silika mesopori terpillar Cu(II) digunakan untuk oksidasi fenol. Larutan fenol dioksidasi dengan berbagai macam logam (Cu dan Co) yang diimbangkan pada alumina. Logam yang menghasilkan hasil oksidasi terbaik adalah CuO.

Penggunaan katalis heterogen dalam reaksi oksidasi fenol telah dipilih oleh para ilmuwan dibanding dengan katalis homogen karena katalis heterogen mudah dipisahkan dari reaktan dan produknya, serta dapat digunakan lagi untuk reaksi berikutnya (Sun *et al.*, 2000). Beberapa katalis heterogen lain yang telah dipelajari aktivitasnya dalam oksidasi fenol diantaranya katalis CuO/Al₂O₃ yang memperoleh hasil konversi fenol sebesar 90 % dengan produksi CO₂ 75 % menggunakan metode *batch* (Fenoglio, 2004). Katalis AlFe-terpillarisasi

lempung, dapat digunakan sebagai katalis oksidasi fenol. Pada konsentrasi yang rendah (0,5mg fenol/100 cm³) telah dicapai konversi fenol sebesar 100%, metode yang dipakai adalah *reactor glass batch* dengan aliran udara yang konstan dan lampu halogen Kiss *et al.*, (2004).

Bahan silika yang berasal dari alam telah berhasil dimurnikan oleh beberapa peneliti sebelumnya. Baru-baru ini telah berhasil diperoleh endapan silika dengan kemurnian tinggi (98, 81%) dari lumpur lapindo (Adziimaa, 2013). Silika jenis lain yang juga telah berhasil disintesis adalah nanosilika dari bahan abu sekam padi dengan kemurnian mencapai 98% dengan menggunakan metode kopresipitasi (Nittaya, *et al.*,2008) dan dari lumpur sidoarjo dengan metode kopresipitasi, kemurnian 95, 7% (Munasir, *et al.*,2010), pasir slopeng dengan metode alkalifusi dengan kemurnian 98% (Munasir, *et al.*, 2013).

Dipilihnya pasir zeolit dan abu sekam padi sebagai bahan baku pembuatan silika gel karenaselain memiliki kandungan silika yang tinggi, zeolit dan sekam padi melimpah di Indonesia namun

belum ada pemanfaatan secara maksimal yang menyebabkan harga tawarnya rendah. Zeolit merupakan salah satu mineral alam yang jumlahnya sangat melimpah di Indonesia dan sekam padi merupakan salah satu limbah yang melimpah pula di Indonesia namun pemanfaatannya masih sangat terbatas. Berdasarkan analisis kimia pasir kuarsa yang telah dilakukan oleh banyak peneliti dengan menggunakan difraksi sinar-X diketahui bahwa pasir kuarsa mempunyai komponen utama SiO_2 dimana atom-atom silika tersusun atas satuan-satuan tetrahedron dengan atom silika sebagai pusat denganempat atom oksigen terikat pada sudut tetrahedron (Clark, 1960).

Pada penelitian ini pembuatan silika dilakukan menggunakan bahan baku zeolit dan sekam padi, zeolit yang disintesis menggunakan metode sol gel dengan variasi suhu kalsinansi sebesar $100\text{ }^\circ\text{C}$, $150\text{ }^\circ\text{C}$, dan $200\text{ }^\circ\text{C}$, sedangkan abu sekam padi disintesis menggunakan metode sol gel dengan variasi KOH 5%, 10%, dan 15%. Karakterisasi yang dilakukan meliputi *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui struktur zeolit

BAB III

METODE PENELITIAN

Penelitian ini merupakan penelitian eksperimen murni di laboratorium (*true experimental research*). Penelitian yang akan dilakukan adalah membuat dan menguji karakteristik silika dari bahan zeolit dan abu sekam padi.

A. Sintesis Silika dari bahan Zeolit

- a. Alat- alat penelitian sistesis silika dari bahan zeolit

Alat-alat yang digunakan dalam sintesis silika dari zeolit ini adalah sebagai berikut :

1. *Magnetic stirrer* 43

Magnetic Stirrer berfungsi sebagai pemanas yang digunakan saat mencampurkan serbuk zeolit dengan NaOH dan digunakan pada saat titrasi larutan natrium silikat dengan menggunakan HCl. Gambar *magnetic stirrer* yang digunakan pada penelitian sintesis silika dari bahan zeolit seperti ditunjukkan pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1. *Magnetic Stirrer*

2. *Oven*

Oven digunakan untuk mengeringkan gel yang sudah terbetuk setelah proses titrasi. Dengan variasi suhu kalsinasi yaitu 100 °C, 150 °C, dan 200°C selama 2 jam. Gambar *oven* yang digunakan pada penelitian sintesis silika dari bahan zeolit seperti ditunjukkan pada Gambar 3.2.



Gambar 3.2. Oven

3. *Furnace*

Furnace atau juga sering disebut dengan tungku pembakaran adalah sebuah perangkat yang digunakan untuk pemanasan. *Furnace* tersebut dapat dikontrol suhu dan memiliki kemampuan untuk dioperasikan pada suhu

maksimum 1000°C. Pada penelitian ini, padatan natrium silikat di panaskan pada suhu 500 °C selama 30 menit. Gambar *furnave* yang digunakan pada penelitian sintesis silika daribahan zeolit seperti ditunjukkan pada Gambar 3.3.



Gambar 3.3. *Furnace*

4. Gelas Beker

Gelas beker adalah sebuah wadah penampung yang digunakan untuk mengaduk, mencampur, dan memanaskan cairan. Gambar gelas beker yang digunakan pada penelitian sintesis silika dari bahan zeolit seperti ditunjukkan pada Gambar 3.4.



Gambar 3.4. Belas Beker

5. Ayakan

Ayakan atau saringan adalah alat yang digunakan untuk memisahkan bagian yang tidak diinginkan berdasarkan ukurannya. Dalam penelitian ini digunakan ayakan dengan ukuran 200 mesh. Gambar ayakan yang digunakan pada penelitian sintesis silika daribahan zeolit seperti ditunjukkan pada Gambar 3.5.



Gambar.3.5 Ayakan

6. Neraca digital

Neraca digital digunakan untuk menimbang serbuk zeolit sebelum disintesis dengan ketelitian yang tinggi. Gambar neraca digital yang digunakan pada penelitian sintesis silika dari bahan zeolit seperti ditunjukkan pada Gambar 3.6.



Gambar 3.6. Neraca Digital

7. Cawan keramik

Cawan keramik digunakan sebagai wadah padatan pada saat akan difurnacedan dioven. Gambar cawan yang digunakan pada penelitian sintesis silika daribahan zeolit seperti ditunjukkan pada Gambar 3.7.



Gambar.3.7. Cawan Keramik

8. Indikator universal

Indikator universal digunakan untuk mengukur pH pada larutan. Gambar indikator universal yang digunakan pada penelitian sintesis silika daribahan zeolit seperti ditunjukkan pada Gambar 3.8.



Gambar 3.8. Indikator Uiversal

9. Kertas saring

Kertas saring digunakan untuk memisahkan larutan dengan padatan. Gambar kertas saring yang digunakan pada penelitian sintesis silika daribahan zeolit seperti ditunjukkan pada Gambar 3.9.



Gambar 3.9. Kertas Saring

10. Pipet tetes

Pipet tetes digunakan meneteskan HCl pada saat proses titrasi. Gambar pipet tetes yang digunakan pada penelitian sintesis silika dari bahan zeolit seperti ditunjukkan pada Gambar 3.10.



Gambar 3.10. Pipet Tetes

11. Mortar

Mortar digunakan untuk menghaluskan zeolit menjadi serbuk. Gambar indikator mortar yang digunakan pada penelitian sintesis silika daribahan zeolit seperti ditunjukkan pada Gambar 3.11.



Gambar 3.11. Mortar

b. Bahan-bahan penelitian sintesis silika dari zeolit

Bahan-bahan yang digunakan dalam sintesis silika dari zeolit ini Bahan kimia lain yang digunakan dalam penelitian ini adalah larutan NaOH sebagai penyintesis dan larutan HCl sebagai penitrasi. Secara jelas bahan-bahan yang digunakan dalam sintesis silika dari bahan zeolit adalah sebagai berikut :

1. Zeolit

Zeolit diperoleh dari toko kima Utama Sari di Jalan KH Agus Salim Blok B 3ruko Jurnatan, Purwodinatan, Semarang Tengah. Zeolit dihaluskan dengan menggunakan mortar hingga menjadi serbuk yang homogen. Serbuk homogen zeolit yang telah didapatkan diayak dengan menggunakan ayakan 200 mesh, kemudian ditimbang sebanyak 40 gram. Gambar bahan zeolit yang digunakan pada penelitian sintesis silika daribahan zeolit seperti ditunjukkan pada Gambar 3.12.



Gambar 3.12. Zeolit

2. Larutan NaOH sebagai penyintesis

Natrium hidroksida (NaOH), juga dikenal sebagai soda kaustik, soda api atau sodium hidroksida, adalah sejenis basa logam kaustik. Natrium hidroksida terbentuk dari oksida basa. Natrium hidroksida membentuk larutan alkalin yang kuat ketika dilarutkan kedalam air. Ia digunakan diberbagai macam bidang industri, kebanyakan digunakam sebagai basa dalam proses produksi bubur kayu dan kertas, tekstil, air minum, sabun dan deterjen. Dalam penelitian ini NaOH digunakan sebagai penyintesis silika dari zeolit. Prinsip kerja dari NaOH yaitu membongkar ikatan kimia dalam bahan.

3. Larutan HCl sebagai penitrasi

Asam klorida adalah larutan akuatik dari gas hidrogen klorida (HCl). Ia adalah asam kuat, dan merupakan komponen utama dalam asam lambung. Senyawa ini juga digunakan secara luas dalam industri. Asam klorida merupakan cairan yang sangat korosif.

Larutan HCl dalam penelitian ini digunakan untuk titrasi sampel. Titrasi dilakukan setelah sampel dicampurkan dengan larutan NaOH hingga memiliki pH netral yaitu 7-8, sehingga membentuk gel.

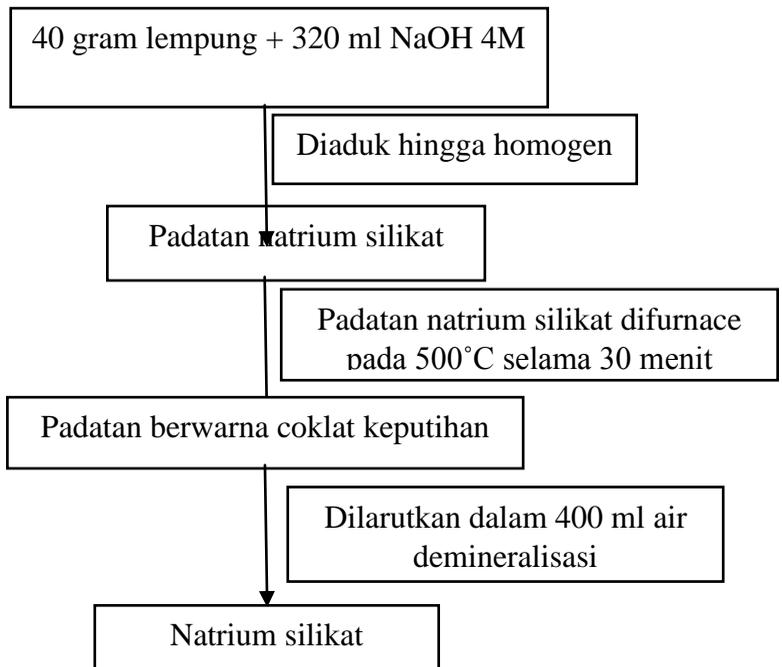
4. Air demin

Air demin adalah air yang dibuat dengan menghilangkan kandungan mineral dengan proses demineralisasi. Demineralisasi air dilakukan dengan proses penyerapan kandungan ion-ion mineral di dalam air dengan menggunakan resin ion exchange. Air hasil proses demineralisasi digunakan untuk berbagai macam kebutuhan terutama untuk industri. Air demin dalam penelitian ini digunakan untuk mencuci sampel.

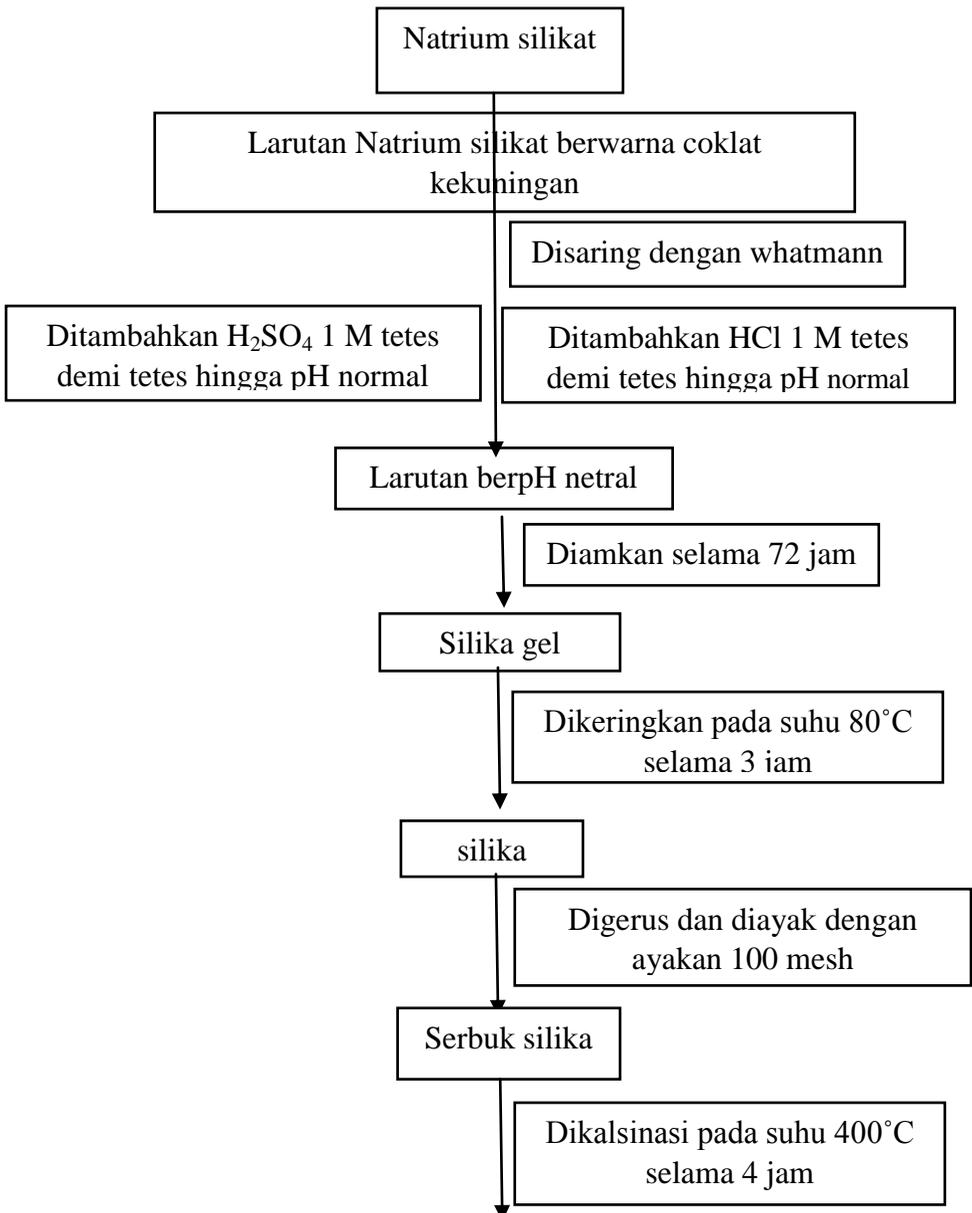
3. Prosedur penelitian sintesis silika dari zeolit

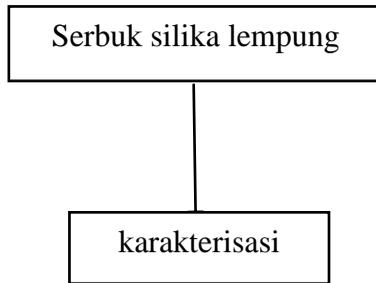
Penelitian ini diawali dengan preparasi sampel, sintesis silika, titrasi, pemanasan dengan variasi suhu dan karakterisasi. Secara umum penelitian alur penelitian dapat dilihat pada diagram alir pada Gambar 3.13.

Tahap I



Tahap II





Gambar 3.13. diagram alir pembuatan nanosilika zeolit

B. Sintesis Silika dari Abu Sekam Padi

- a. Alat-alat Penelitian sintesis silika dari abu sekam padi

1. *Furnace*

Furnace adalah sebuah perangkat yang digunakan untuk pemanasan. Dalam penelitian ini sekam padi yang telah dibakar dipanaskan dengan *furnace* dengan suhu 700°C selama 4 jam. Gambar *furnace* yang digunakan pada penelitian sintesis silika dari bahan abu sekam padi seperti ditunjukkan pada Gambar 3.14.



Gambar 3.14. Furnace

2. *Magnetic stirrer*

Magnetic stirrer berfungsi untuk menghomogenkan suatu larutan dengan pengadukan. Pelat (plate) yang terdapat dalam alat ini dapat dipanaskan sehingga mampu mempercepat proses homogenisasi. Larutan abu sekam padi di aduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 60 sampai suhu 85°C . Gambar *magnetic stirrer* yang digunakan pada penelitian sintesis silika

dari bahan abu sekam padi seperti ditunjukkan pada Gambar 3.15.



Gambar 3.15. *Magnetic Stirrer*

3. *Oven*

Oven adalah sebuah peralatan berupa ruang termal terisolasi yang digunakan untuk pemanasan, pemanggangan (baking) atau pengeringan suatu bahan. Setelah larutan berbentuk gel kemudian di oven selama 80 menit dengan suhu 100°C. Gambar *Oven*

yang digunakan pada penelitian sintesis silika dari bahan abu sekam padi seperti ditunjukkan pada Gambar 3.15



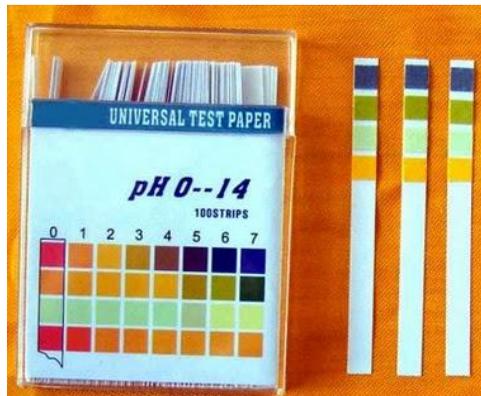
Gambar 3.16. *Oven*

4. Kertas Saring

Kertas saring adalah suatu kertas semi-permeabel yang dipotong melingkar dan ditempatkan seranjang dalam suatu corong pemisah, agar kotoran tidak larut tersaring dan memungkinkan bagian dari larutan dapat terpisahkan melalui pori-pori kertas.

5. Ph Meter

Ph meter adalah jenis alat ukur untuk mengukur derajat keasaman atau kebasahan suatu cairan. Gambar indikator *Ph meter* yang digunakan pada penelitian sintesis silika dari bahan abu sekam padi seperti ditunjukkan pada Gambar 3.17.



Gambar 3.17. Indikator *Ph meter*

6. Termometer

Termometer adalah alat yang digunakan untuk mengukur suhu (temperatur), ataupun perubahan suhu. Gambar termometer yang digunakan pada penelitian sintesis silika dari bahan abu

sekam padi seperti ditunjukkan pada Gambar 3.18.



Gambar 3.18. Termometer

7. Gelas Ukur

Gelas ukur adalah peralatan laboratorium umum yang digunakan untuk mengukur volume cairan. termometer yang digunakan pada penelitian sintesis silika dari bahan abu sekam padi seperti ditunjukkan pada Gambar 3.19.



Gambar 3.19. Gelas Ukur

8. Mortar

Mortar *adalah* alat yang *digunakan untuk* menghancurkan suatu bahan atau sample seperti daun, akar, seedling, biji, dan lain-lain. Gambar termometer yang digunakan pada penelitian sintesis silika dari bahan abu sekam padi seperti ditunjukkan pada Gambar 3.20.



Gambar 3.20. Mortar

9. Cawan Porselen

Cawan Porselin adalah untuk mereaksikan zat dalam suhu tinggi. Dalam penelitian ini cawan porselen digunakan sebagai wadah dari abu sekam padi saat dipanaskan dalam furnace dengan suhu 700°C selama 4 jam.

b. Bahan-bahan yang digunakan dalam sintesis silika dari abu sekam padi adalah sebagai berikut:

1. sekam padi

Sekam padi diperoleh dari tempat pembuatan batu bata di Purwokerto Jawa Tengah. Sekam padi di bersihkan dari debu dan kerikil dan di cuci dengan *aquades* kemudian dikeringkan. Setelah kering, sekam padi dibakar. Gambar 3.21. sekam padi yang digunakan dalam penelitian ini.



Gambar 3.21. Sekam padi dari Purwokerto Jawa Tengah

2. KOH dengan berbagai variasi konsentrasi

Kalium hidroksida adalah suatu senyawa anorganik dengan rumus kimia KOH, dan umumnya disebut sebagai *potash* kaustik. Bersama dengan natrium hidroksida (NaOH), padatan tak berwarna ini adalah suatu basa kuat. Larutan KOH dalam penelitian ini digunakan sebagai pelarut dengan berbagai variasi konsentrasi yaitu 5 %, 10% dan 15%.

3. HCl 1M

Asam hidroklorida merupakan larutan jernih, tidak berwarna dari hidrogen klorida (HCl) dalam air. Asam ini sangat korosif, merupakan asam mineral kuat yang banyak kegunaannya dalam industri. Asam hidroklorida ditemukan di alam sebagai asam lambung. HCl dalam penelitian ini digunakan sebagai penetralisir silika menjadi netral.

4. Aquades

Aquades adalah air murni atau H₂O, yaitu air hasil destilasi atau air hasil penyulingan. H₂O hampir tidak mengandung mineral.

Sedangkan air mineral adalah pelarut yang universal, yang mudah menyerap atau melarutkan berbagai partikel mineral anorganik, logam berat dan mikroorganismenya yang ditemuinya.

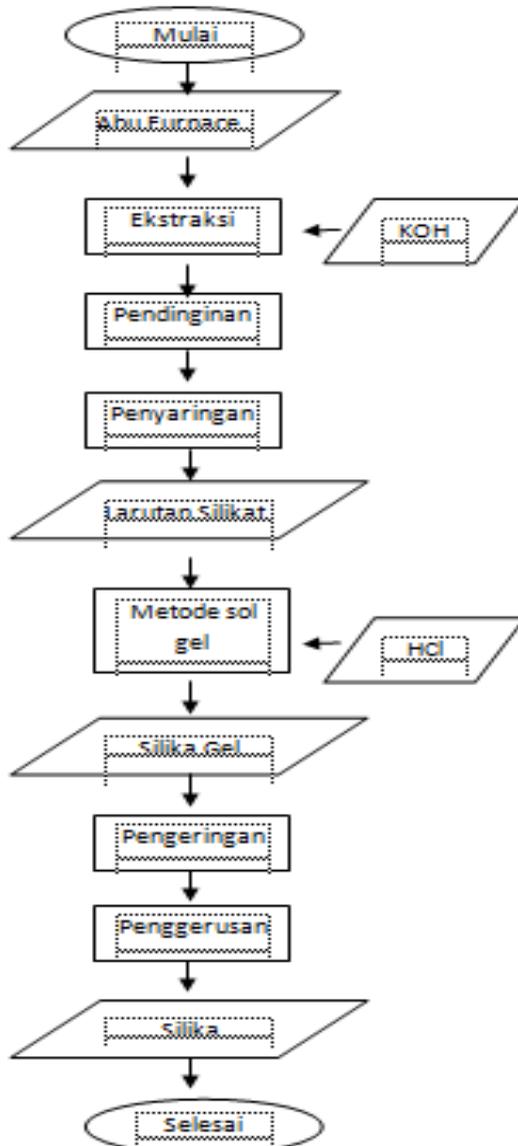
5. Prosedur penelitian pembuatan silika dari bahan sekam padi

Sekam padi dibersihkan dari kotoran-kotoran, seperti daun-daun, tanah dan kerikil menggunakan *aquades*. Setelah dibersihkan dikeringkan di udara terbuka. sekam padi yang telah kering dibakar dan dibuat menjadi arang. Kemudian masukkan ke dalam cawan porselen dan dibakar menggunakan *furnace* selama 4 jam dengan suhu 700°C hingga menjadi abu. Abu sekam padi yang dihasilkan dihaluskan dan diayak.

Siapkan larutan KOH dengan variasi konsentrasi 5%, 10% dan 15%. Kemudian 60 ml larutan KOH tersebut ditambahkan ke dalam 10 gram abu sekam padi dan dipanaskan menggunakan *hotplate* hingga suhu 85°C sambil

di aduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan waktu 60 menit. Setelah dingin larutan disaring menggunakan kertas saring, residu yang tersisa kembali diproses dengan menambahkan kembali larutan KOH sebanyak 60 ml, dan dipanaskan menggunakan *hotplate* hingga suhu 85°C sambil di aduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan waktu 60 menit. Kemudian hasil saringan yang pertama dan kedua disatukan sebagai larutan silikat.

Larutan silikat diukur pH-nya. Siapkan larutan HCl 1 M, kemudian ditambahkan secara perlahan-lahan ke dalam larutan silikat hingga mencapai pH netral atau pH 7. Larutan akan membentuk gel, selanjutnya gel yang terbentuk dioven selama 80 menit. Setelah 80 menit, sampel dikeluarkan dari oven, tunggu hingga dingin kemudian ditumbuk hingga menjadi serbuk. Berikut Gambar 3.22 diagram alir pembuatan nanosilika abu sekam padi.



Gambar 3.22. Diagram alir pembuatan nanosilika abu sekam padi

C. Karakterisasi X-RD silika

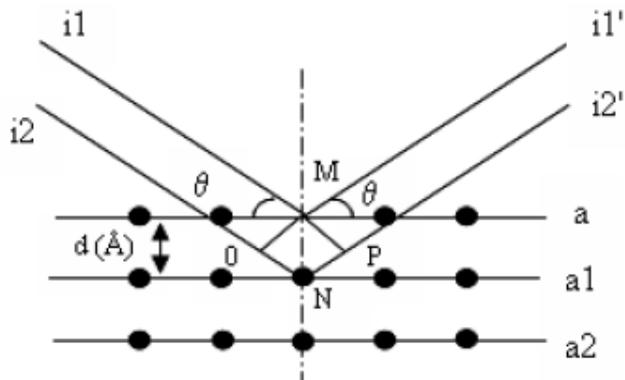
Karakterisasi dilakukan dengan menggunakan XRD (X-Ray Diffraction). XRD digunakan untuk menentukan struktur dari sebuah material, dalam penelitian ini adalah silika. Material bisa dibedakan apakah memiliki sifat kristal atau amorf. Prinsip dari alat XRD (*X-ray powder diffraction*) adalah sinar X yang dihasilkan dari suatu logam tertentu memiliki panjang gelombang tertentu, sehingga dengan memvariasi besar sudut pantulan sehingga terjadi pantulan elastis yang dapat dideteksi. Maka menurut Hukum Bragg jarak antar bidang atom dapat dihitung dengan data difraksi yang dihasilkan pada besar sudut – sudut tertentu.

Difraksi sinar X merupakan alat karakteristik yang digunakan untuk menentukan fase kristal, karena dengan teknik difraksi sinar X, fasa-fasa yang memiliki komposisi kimia yang sama tetapi mempunyai struktur kristal yang berbeda dapat terdeteksi (Nirmalasari, 2007). Sinar X terjadi apabila suatu bahan ditembakkan elektron dengan kecepatan dan tegangan yang tinggi dalam suatu tabung vakum, maka elektron – elektron dipercepat

yang berasal dari filamen (anoda) menumbuk target (katoda) yang berada dalam tabung sinar X. Elektron– elektron tersebut mengalami perlambatan, dimana sebagian energi kinetik elektron pada filamen diserahkan pada elektron target yang mengakibatkan ketidakstabilan elektron. Keadaan tidak stabil ini akan kembali pada kondisi normal dalam waktu 10^{-8} detik sambil melepaskan energi kinetik elektron dalam bentuk gelombang elektromagnetik dalam bentuk sinar yang disebut Sinar X primer (Cullity, 1992).

Prinsip analisis XRD didasarkan pada atom – atom dalam suatu struktur bahan yang didifraksikan pada panjang gelombang tertentu pada sudut – sudut (2θ) tertentu. Identifikasi struktur fasa yang ada pada sampel secara umum dilakukan dengan menggunakan standar melalui data *base Joint Commite on Powder Diffraction Standar* (JCPDS). Analisis kualitatif didasarkan pada intensitas dari sampel dibandingkan atau dicocokkan menggunakan standar internal maupun standar eksternal (Cullity, 1992).

Sinar X yang jatuh pada kristal akan didifraksikan, artinya sinar yang sefase akan saling menguatkan dan yang tidak sefase akan saling meniadakan atau melemahkan (Cullity, 1992). Berkas yang terdifraksi tersebut dapat didefinisikan sebagai suatu berkas yang tersusun dari sejumlah besar sinar – sinar terhambur yang secara mutual saling memperkuat satu sama lain (Manurung, 2005), seperti ditunjukkan oleh Gambar 3.23.



Gambar 3.23 Prinsip difraksi sinar X

Hasil yang diperoleh dari pengukuran dengan menggunakan instrument X-Ray Diffraction (XRD) adalah grafik difraktogram. Difraktogram adalah

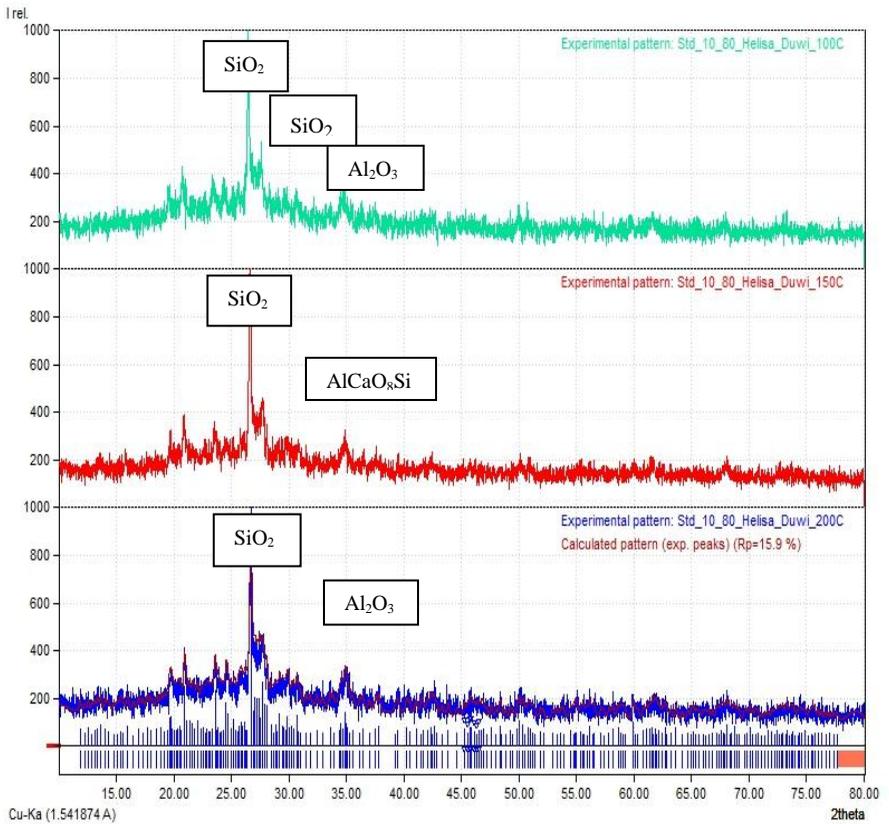
output yang merupakan grafik antara 2θ (diffraction angle) pada sumbu X versus intensitas pada sumbu Y.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Hasil dan Pembahasan Silika dari Zeolit

Sampel pada penelitian ini dikarakterisasi menggunakan XRD (X-Ray Diffraction). XRD merupakan alat yang digunakan untuk mengkarakterisasi struktur kristal, ukuran kristal dari suatu bahan padat. Semua bahan yang mengandung kristal tertentu ketika dianalisa menggunakan XRD akan memunculkan puncak-puncak yang spesifik. Pada penelitian ini digunakan 3 sampel dengan variasi suhu kalsinasi yaitu 100 °C, 150 °C, dan 200 °C. Hasil karakterisasi X-ray Diffraction seperti ditunjukkan pada Gambar 4.1.



Gambar.4.1 Hasil karakterisasi sampel silika dari bahan zeolit

Berdasarkan hasil XRD, pada sampel A dengan suhu 100 °C memiliki beberapa kandungan, yang pertama yaitu silika Quartz (SiO_2). Pada saat

ditembak dengan Cu-Ka sebesar 1.54 A pada sudut 2 Theta (2θ) sebesar 26.49° , d sebesar 3.3644, I/Ic sebesar 4.76 menghasilkan nilai FWHM sebesar 0.002041 rad. Kedua, silika moganite (SiO_2). Pada saat ditembak dengan Cu-Ka sebesar 1.54 A pada sudut 2 Theta (2θ) sebesar 26.47° , d sebesar 3.3670, I/Ic sebesar 2.17 menghasilkan nilai FWHM sebesar 0.003501 rad. Ketiga Aluminium Oxide (Al_2O_3). Pada saat ditembak dengan Cu-Ka sebesar 1.54 A pada sudut 2 Theta (2θ) sebesar 34.71° , d sebesar 2.5831, I/Ic sebesar 0.86 menghasilkan nilai FWHM sebesar 0.009338 rad.

Pada sampel B dengan suhu $150^\circ C$ memiliki beberapa kandungan, yang pertama yaitu silika Quartz (SiO_2). Pada saat ditembak dengan Cu-Ka sebesar 1.54 A pada sudut 2 Theta (2θ) sebesar 26.68° , d sebesar 3.3417, I/Ic sebesar 0.9950 menghasilkan nilai FWHM sebesar 0.002918 rad. Kedua, Anorthite ($AlCaO_8Si$). Pada saat ditembak dengan Cu-Ka sebesar 1.54 A pada sudut 2 Theta (2θ) sebesar 28.11° , d sebesar 3.17, I/Ic sebesar 0.63 menghasilkan nilai FWHM sebesar 0,001751 rad.

Pada sampel C dengan suhu 200 °C memiliki beberapa kandungan, yang pertama silika Quartz (SiO_2). Pada saat ditembak dengan Cu-Ka sebesar 1.54 A pada sudut 2 Theta (2θ) sebesar 26.65°, d sebesar 3.3435, I/Ic sebesar 4.73 menghasilkan nilai FWHM sebesar 0,002918 rad. Kedua, Aluminium Oxide (Al_2O_3). Pada saat ditembak dengan Cu-Ka sebesar 1.54 A pada sudut 2 Theta (2θ) sebesar 34.91°, d sebesar 2.5716, I/Ic sebesar 0.86 menghasilkan nilai FWHM sebesar 0.004668 rad.

Data pada Gambar 4.1 menunjukkan bahwa ketiga sampel mengandung silika Quartz (SiO_2). Bahkan pada sampel A dengan suhu 100 °C, mengandung silika moganite. Namun, pada ketiga sampel tersebut masih ada kandungan selain silika, antara lain Al_2O_3 dan AlCaO_8Si .

Dari grafik XRD dengan puncak tertinggi SiO_2 , ukuran butiran kristal (crystallitesize) dapat diukur menggunakan persamaan berikut

$$t = \frac{0.9\lambda}{\beta_{hkl} \cos \theta_{hkl}}$$

Berikut Tabel 4.1 hasil perhitungan ukuran butir kristal pada ketiga sampel silika dari bahan Zeolit.

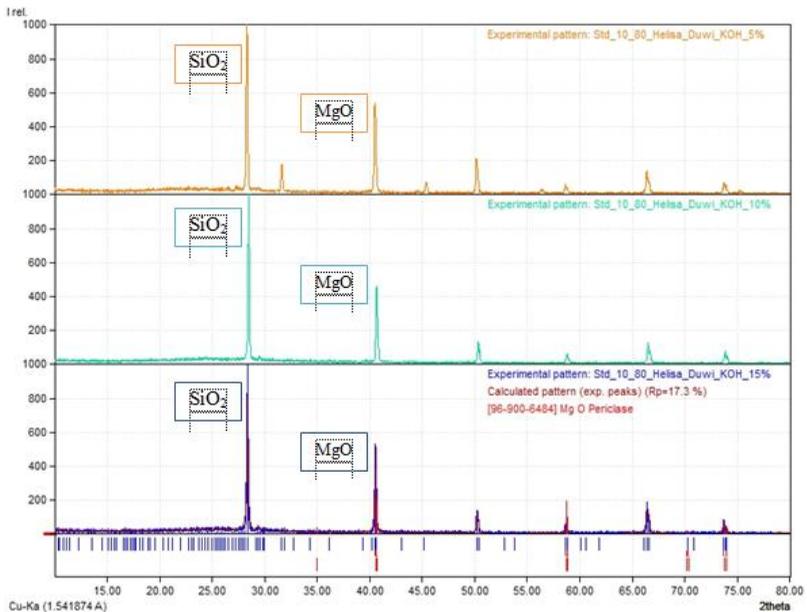
Tabel 4.1 Perhitungan nilai *crystallitesize* silika dari bahan zeolit.

Sampel	Suhu Kalsinasi (°C)	2θ	λ	<i>FWHM</i> (rad)	t (nm)
A	100	26.49	1.54	0.002041	678.51
B	150	26.68	1.54	0.002918	488.16
C	200	26.65	1.54	0.002918	488.13

Tabel 4.1 menjelaskan bahwa peningkatan suhu mempengaruhi ukuran butiran kristal. Semakin besar suhu maka semakin kecil ukuran butiran kristal.

B. Data hasil dan Pembahasan Karakterisasi Silika dari Abu Sekam Padi

Sampel pada penelitian ini dikarakterisasi menggunakan XRD (X-Ray Diffraction). Pada penelitian ini digunakan 3 sampel dengan variasi konsentrasi pelarut KOH 5%, 10%, dan 15%. Berikut Gambar 4.2 hasil karakterisasi sampel silika abu sekam padi menggunakan XRD



Gambar 4.2 Hasil Karakterisasi Silika Abu Sekam Padi

Silika dari abu sekam padi disintesis dengan metode sol-gel dan dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengidentifikasi struktur kristal dari partikel silika hasil sintesis. Variasi yang digunakan adalah variasi konsentrasi KOH yakni 5%, 10%, dan 15%.

Pada sampel pertama diperoleh bahwa kandungan tertinggi silika pada abu sekam padi dengan variasi KOH 5% adalah SiO_2 yang ditembak dengan Cu-Ka sebesar 1,541874 A pada sudut 2θ sebesar $28,2969^\circ$, d-spacing sebesar $3,15395\text{\AA}$ I/Ic sebesar 3,62, dan FWHM sebesar 0,0029185 rad. Fasa yang terbentuk adalah *Quartz*. Kemudian terdapat kandungan yang lain yakni MgO yang ditembak dengan Cu-Ka sebesar 1,541874 A pada sudut 2θ sebesar $40,4665^\circ$, d-spacing sebesar $2,22915\text{\AA}$ I/Ic sebesar 3,38, dan FWHM sebesar 0,0014584 rad. Fasa yang terbentuk adalah *Periclase*.

Pada sampel kedua diperoleh bahwa kandungan tertinggi silika pada abu sekam padi dengan variasi KOH 10% adalah SiO_2 yang ditembak dengan Cu-Ka sebesar 1,541874 A pada sudut 2θ sebesar $28,4862^\circ$, d-spacing sebesar $3,13343\text{\AA}$ I/Ic sebesar 3,31, dan FWHM sebesar 0,0020427 rad. Fasa yang terbentuk adalah *Quartz*. Kemudian terdapat kandungan yang lain yakni MgO yang ditembak dengan Cu-Ka sebesar 1,541874 A pada sudut 2θ sebesar $40,6635^\circ$, d-spacing sebesar $2,21881\text{\AA}$ I/Ic sebesar 3,37, dan FWHM sebesar 0,002042744 rad. Fasa yang terbentuk adalah *Periclase*.

Pada sampel ketiga diperoleh bahwa kandungan tertinggi silika pada abu sekam padi dengan variasi KOH 15% adalah SiO_2 yang ditembak dengan Cu-Ka sebesar 1,541874 A pada sudut 2θ sebesar $28,3699^\circ$, d-spacing sebesar $3,14601\text{\AA}$ I/Ic sebesar 3,62, dan FWHM sebesar 0,0029185 rad. Fasa yang terbentuk adalah *Quartz*. Kemudian terdapat kandungan yang lain yakni MgO yang ditembak dengan Cu-Ka sebesar 1,541874 A pada sudut 2θ

sebesar $40,5092^\circ$, d-spacing sebesar $2,22690\text{\AA}$ I/I_c sebesar 3,38, dan FWHM sebesar $0,0014584$ rad. Fasa yang terbentuk adalah *Periclase*.

Hasil percobaan tidak hanya mengandung SiO_2 namun juga terdapat MgO , hal tersebut dikarenakan dalam tahap penyaringan ada residu yang masih terbawa. Dari ketiga sampel tersebut, fasa yang terbentuk adalah *quartz* dan *periclase*. Untuk mengetahui ukuran butiran kristal digunakan persamaan :

$$t = \frac{0,9 \lambda}{\beta_{hkl} \cos \theta_{hkl}}$$

Berikut Tabel 4.2 hasil perhitungan ukuran butir kristal pada ketiga sampel silika dari bahan abu sekam padi.

Tabel 4.2. Perhitungan nilai *crystallitesize* silika dari bahan abu sekam padi.

Sam pel	Konsentrasi KOH (%)	2θ	λ (Å)	FWHM (rad)	t (nm)
1	5%	28,2969	1,541874	0,0029185	490,3555
2	10%	28,4862	1,541874	0,0020427	700,88195
3	15%	28,3699	1,541874	0,0029185	490,4453

BAB V

KESIMPULAN

A. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dengan bahan utama zeolit dapat disimpulkan bahwa

1. Dari hasil karakterisasi XRD (*X-Ray Diffraction*) diketahui bahwa abu sekam padi mengandung silika (SiO_2) berfasa *quartz*.
2. Berdasarkan perhitungan nilai *crystallitesize* pada silika dari bahan zeolit dengan 3 sampel dengan variasi suhu kalsinasi yaitu 100 °C, 150 °C, dan 200 °C, masing-masing adalah 678.51 nm, 488.16 nm dan 488.13 nm.

3. Pengaruh suhu kalsinasi terhadap struktur silika yang terdapat dalam zeolit menggunakan metode sol-gel yaitu semakin besar suhu maka semakin kecil ukuran butiran kristal tersebut.
4. Dari hasil karakterisasi XRD (*X-Ray Diffraction*) diketahui bahwa abu sekam padi mengandung silika (SiO_2) berfasa *quartz*.
5. Perhitungan nilai *crystallitesize* pada variasi konsentrasi 5% adalah 490,3555nm, pada variasi konsentrasi 10% adalah 700,88195nm, dan pada variasi konsentrasi 15% adalah 490,4453nm.

B. Saran

1. Silika yang dihasilkan masih jauh dari sempurna sehingga perlu adanya penelitian lanjutan untuk memperoleh silika dengan kualitas yang lebih baik.
2. Peneliti disarankan untuk menambah suhu kalsinasi yang lebih tinggi supaya pengaruh terhadap karakteristik silika dapat diamati dengan lebih baik

3. Peneliti disarankan untuk melakukan uji SEM untuk semua sampel supaya dapat diamati berapa persen kandungan silika yang terbentuk.

DAFTAR PUSTAKA

- Amirullah, A. 2008. Budidaya Padi.
http://amiere.multiply.com/journal/item/27/BUDIDAYA_PADI. Diakses tanggal 4 Nopember 2019.
- Anonim. 2013. Hasil pengujian Brushing ubber dan Abu dari sabut kelapa. Bogor: Pusat Penelitian Karet Bogor.
- Ardiansyah, Arie. 2015. Sintesis Nanosilika Dengan Metode Sol Gel Dan Uji Hidrofobitasnya pada Cat Akrilik. Skripsi. Semarang: Jurusan Kimia FMIPA UNNES
- Atta, A. Y., B. Y. Jibril, B.O. Aderemi, and S.S. Adefila. 2012. Preparation of Analsim from Local Kaolin and Rice Husk Ash. *Applied Clay Science*. 61: 8-13.

- Ayele, L., J. Perez-Pariente, Y. Chebude, and I. Diaz. 2015. Synthesis of Zeolite A from Ethiopian Kaolin. *Microporous and Mesoporous Materials*. 215: 29- 36.
- Bekkum V. H. 1991. *Interduction to Zeolite Science and Practic*. Elsevier Science Publishers B.V. Netherlands. 137: 1-1062.
- Brinker, C. J. and G. W. Scherer. 1990. *Sol-Gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*. Academic Press. San Diego. 234-301.
- Brinker, C. J. and G. W. Scherer. 1990. *Sol-Gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*. Academic Press. San Diego. 234-301.
- Buhani dan Suharso.2016. *Modifikasi Silika Sebagai Penyerap Logam Berat*. Yogyakarta: Innosain.

- Buckley, A. M., & Greenblatt, M. J. 1994. Sol-Gel Preparation of Silica Gels. Vol. 71(7), hal. 599.
- Cejka, J., H. Bekkum, A. Corma, and F. Schuth. 2007. Introduction of Science and active-3rd Revised Edition. 168: 39-103.
- Chandra, Andy, dkk. 2012. Isolasi dan karakterisasi Silika dari Sekam Padi. *Perjanjian*, No: III/LPPM/2012-09/80-P, hal. 7-9.
- Chatti, R., A. K. Bansiwala, J. A. Thote, V. Kumar, P. Jadhav, S. K. Lokhande, R.B. Biniwale, N. K. Labhsetwar, and S. S. rayalu. 2009. Amine Loaded Zeolites for Carbon Dioxide Capture: Amine Loading and Adsorption Studies. *Microporous Mesoporous Mater.* 121: 84-89.
- Cullity, B. D. 1978. *Element of X-Ray diffraction*. Department of Metallurgical Engineering

and Materials Science. Eddison-wesley Publishing Company Inc. USA. 277-281

Cundy, C. S., and P. A. Cox. 2005. The Hydrothermal Synthesis of Zeolites: History and Development from The Earliest Days to the Present Time. *Journal Chemical Reviews*. 103: 663-702.

Daifullah, A. A. M., B. S. Girgis, and H. M. H Gad. 2003. Utilization of Agro- Residues (Rice Husk) in Small Waste Water Treatment Plans. *Material Letters*. 57: 1723-1731.

Galang Fajar Agung, dkk. 2013. Ekstraksi Silika dari Abu Sekam Padi dengan Pelarut KOH. *Konversi*, Vol. 2 (1), hal. 29-30.

Georgiev D., K. Angelova, K. Yaneva, and Bogdanov. 2009. Natural Zeolites: Clinoptilolite Review. Di dalam: *Proceeding of International Conference "Economics and Society Development on*

The Base of Knowledge”; Stara Zagora, 4- 5 Jun 2009. Bulgaria: ABV Pr. 6-11.

Gkanas, E. I., T. A. Steriotis, A. K. Stubos, P. Myler, and S. S. Makridis. 2014. A Complete Transport Validated Model on a Zeolite Membrane for Carbondioxide Permeance and Capture. *Applied Thermal Engineering*. 74: 36-46.

Hadi, Surahmat dan Munasir. 2011. Sintesis Silika Berbasis Pasir Alam Bancar Menggunakan Metode Kopresitipasi. *Jurusan Fisika FMIPA ITS No: 2.Vol 7*.

Halimaton, H., M. M. Mohd Nazlan, E. Salasiah, L. Endang, and R. Zainab. 1996. 29Si MAS NMR, XRD and FESEM Studies of Rice Husk Silica for the Synthesis of Zeolites. *Journal Non-Crystalline Solids*. 211: 126-131.

Hanafi, A. dan Nandang.A. 2010. Studi Pengaruh Bentuk Silika dari Abu Ampas Tebu

Terhadap Kekuatan Produk Keramik.
Jurnal Kimia Indonesia. 5: 35- 38.

Hernawati dan D. N. Indarto. 2010. Pabrik Silika dari Ampas Tebu dengan Proses Presipitasi. Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Surabaya.

Hindryawati, N. dan Alimuddin. 2010. Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Abu Sekam Padi dengan Menggunakan Natrium Hidroksida (NaOH). Jurnal Kimia Mulawarman. 7(2): 1693-5616.

Huang, A., Q. Liu, N. Wang, X. Tong, B. Huang, M. Wang, and J. Caro. 2003. Covalent Synthesis of Dense Zeolite LTA Membranes on Various 3Chloropropyltrimethoxysilane Functionalized Supports. Journal of Membran Science. 437: 57-64.

Hindryawati, N. dan Alimuddin. 2010. Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Abu Sekam Padi dengan Menggunakan

Natrium Hidroksida (NaOH). *Jurnal Kimia Mulawarman*. 7(2): 1693-5616.

Husaain, A. 2000. Penentuan Kapasitas dan Jenis Penjerapan Zeolit Asli Terhadap Bahan Pencelup Sintetik. *Malaysian Journal of Analytical Sciences*. 7(1): 69-79.

Iler, R.K. 1979. Silica Gels and Powders. In: Iler, R.K. (Ed), *The Chemistry of Silica*. New York. 119-130.

Ishizaki, K., S. Komarneni, and M. Nanko. 1998. *Porous Material: Process Technology and Application*. Kluwer Academic Publisher. Netherland. 1-240.

Ismail, M. S. and Waliuddin, A. M. 1996. Effect of Rice Husk Ash on High Strength Concrete. *Construction and Building Materials*. 10 (1): 521 – 526.

Kalapathy, U., A. Proctor, dan J. Shultz. (2000). *A Simple Method For Production Of Pure*

Silica From Rice Hull Ash. *Biores. Tech.* 73: 257-262.

Kadja, G. T. M., M. Rilyanti, R. Mukti, N. Marsih, dan Ismunandar. 2013. Strategi Sintesis Zeolit Hirarkis: Kajian Metode Cetak Lunak dan Cetak Keras. *Jurnal Matematika & Sains.* 8(13): 103-114.

Kusuma, Hamdan Hadi. 2015. X-Ray Diffraction and Density Distribution Measurements on the Al₂O₃ Crystals Grown by Czochralski Method with Different Pull Rate. *Jurnal of Natural Sciences and Mathematics Research.*

Lestari, D.Y. 2010. Kajian Modifikasi dan Karakterisasi Zeolit Alam dari Berbagai Negara. Prosiding Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia. Yogyakarta.

Monalisa, Y., Djamas, D., & Ratnawulan. 2013. Pengaruh Suhu Variasi Annealing Terhadap Struktur dan Ukuran Butir Silika dari Abu Tongkol Jagung

Menggunakan X-Ray Diffractometer.
Pillar of Physics. I:102-110.

Priyanto, Agus.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. Skripsi. Semarang:FITK UIN Walisongo.

Rahma, Hayati dan Astuti. 2015. Sintesis Nano Partikel Silika dari Pasir Pantai Purus Padang Sumatera Barat Dengan Metode Kopsitipasi. *Jurusan Fisika Unand* No: 03.Vol 4

Rio, B.F. 2011. Sintesis Nanopartikel SiO₂ Menggunakan Metode Sol-Gel dan Aplikasinya Terhadap Aktifitas Sitotoksik. *Jurnal Nanoteknologi*, UNAND, Padang.

Rokayah,Siti.2016. Analisis Struktur dan luas Permukaan Spesifik Zeolit Berbasis Silika

Sekam Padi Akibat Variasi Suhu Kalsinasi 150°C, 250°C dan 350°C. Skripsi. Lampung: Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung

Setyawan P. H. D. 2002. Pengaruh Perlakuan Asam, Hidrotermal dan Impregnasi Logam Kromium Pada Zeolit Alam dalam Preparasi Katalis. *Jurnal Ilmu Dasar*. 3(2). 43-49.

Smallman, R. E. dan Bishop, R. J., 2000, *Metalurgi Fisik Modern dan Rekayasa Material*, Edisi Keenam, Erlangga, Jakarta.

Surdia, T.dan Saito, S. 2000. *Pengetahuan bahan teknik*. Jakarta (ID): Pramadya Pramita.

Suka, I. G., dkk. 2008. Karakteristik Silika Sekam Padi dari Provinsi Lampung yang Diperoleh dengan Metode Ekstraksi. *MIPA*. Vol. 37 (1), hal. 47-52.

- Sulaiman, A.A, dkk. 2018. Perdagangan Internasional Komoditas Pangan Strategis. IAAD Press, Jakarta.
- Sulastri, S. dan Kristianingrum, S. 2010. Berbagai macam Senyawa Silika: Sintesis, Karakterisasi dan pemanfaatan. Prosiding Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan dan Penerapan MIPA, Fakultas MIPA, Universitas Negeri Yogyakarta.
- Siriluk & Yuttapong, S. 2005. Structure of Mesoporous MCM-41 Prepared from Rice Husk Ash, The 8TH Asian Symposium on Visualization, Chiangmai, Thailand.
- Sutarti, M., dan M. Rachmawati. 1994. Zeolit Tinjauan Literatur. Pusat Dokumentasi dan Informasi Ilmiah Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia. Jakarta.
- Wang, X., Y. Chen, C. Zhang, X. Gu, and N. Xu. 2014. Preparation and Characterization of

High-Flux T-Type Zeolite Membranes Supported on YSZ Hollow Fibers. *Journal of Membran Science*. 455: 294-304.

Wibowo, Aji. 2015. Sintesis Nanosilika dari Abu Ketel Menggunakan Metode idrothermal dengan Variasi Waktu dan Suhu Proses. Skripsi. Bogor : Institut Pertanian Bogor.

Wijanarko, W. 2008. Metode Penelitian Jerami Padi sebagai Pengisi Batako. Skripsi. Universitas Sebelas Maret. Surakarta

Yuliana, Tika dan Astuti. 2016. Pengaruh Temperatur Kalsinasi Pada Sintesis Nanopartikel Silika Pantai Purus Kota Padang. *Jurnal Fisika Unand* No : 04, Vol 05.

Zhang, X., S. Yang, D. Tang, and Y. Renchun. 2015. Synthesis of Zeolite NaX at 25 °C and 95 °C : Characterization, Cobalt Exchange and Catalytic Performance in Epoxidation of Styrene. *Materials Reseach Bulletin*. 70: 343-347.