

**Studi Pengaruh Konsentrasi HCl dan Waktu Aging
(Pematangan Gel) Terhadap Sintesis Silika Xerogel Berbahan
Dasar Pasir Kuarsa Bangka**

SKRIPSI

oleh :

DIAN MEIRAWATI

0910923037



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2013**

Studi Pengaruh Konsentrasi HCl dan Waktu Aging (Pematangan Gel) Terhadap Sintesis Silika Xerogel Berbahan Dasar Pasir Kuarsa Bangka

SKRIPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

OLEH :

DIAN MEIRAWATI

0910923037



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2013**

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

**Pengaruh Konsentrasi HCl dan Waktu Aging (Pematangan Gel)
Terhadap Sintesis Silika Xerogel Berbahan Dasar Pasir Kuarsa
Bangka**

Oleh:

Dian Meirawati
0910923037

Setelah dipertahankan di depan Majelis Penguji
pada tanggal
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

Dosen Pembimbing I

Dosen Pembimbing II

Dra. Sri Wardhani, M.Si
NIP. 19680226199203001

Dr.rer.nat. Rachmat T.T., S.Si, M.Si
NIP. 197207172000031002

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

Dr. Edi Priyo Utomo, MS
NIP. 195712271986031003

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Dian Meirawati
NIM : 0910923037
Jurusan : Kimia
Penulis Tugas Akhir Berjudul :
Studi Pengaruh Konsentrasi HCl dan Waktu Aging (Pematangan Gel) Terhadap Sinteis Silika Xerogel Berbahan Dasar Pasir Kuarsa

Dengan ini menyatakan bahwa:

1. Isi dari tugas akhir yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang termaksud di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam skripsi ini.
2. Apabila dikemudian hari ternyata skripsi yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikia pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, 11 Juli 2013

Yang menyatakan,

(Dian Meirawati)

Nip. 0910923037

Studi Pengaruh Konsentrasi HCl dan Waktu Aging (Pematangan Gel) Terhadap Sintesis Silika Xerogel Berbahan Dasar Pasir Kuarsa Bangka

ABSTRAK

Telah dilakukan sintesis silika xerogel berbahan dasar pasir kuarsa dari daerah Bangka yang memiliki silika tinggi sehingga berpotensi sebagai bahan baku sintesis silika xerogel. Sampel yang digunakan dalam sintesis ini adalah pasir kuarsa kalsinasi 1000°C dan tanpa kalsinasi. Penelitian ini dilakukan sintesis silika xerogel dengan melarutkan pasir kuarsa pada NaOH 1M untuk membentuk Natrium Silikat. Kemudian dilakukan pengasaman dengan variasi konsentrasi HCl (0,5; 1; 2) M. Selanjutnya pH larutan dinaikkan hingga pH 7 dengan NaOH 1M sehingga diperoleh sol dan didiamkan hingga waktu aging 12,18 dan 24 jam. Gel dikeringkan pada suhu 80°C selama 18 jam. Karakterisasi silika xerogel dilakukan penentuan luas permukaan dengan metilen biru serta FT-IR dan XRD untuk mengetahui gugus fungsi dan fasa kristalinitas dari silika xerogel. Hasil penelitian diperoleh kondisi optimum silika xerogel pada konsentrasi HCl 0,5 M dan waktu aging 12 jam. Luas permukaan silika xerogel optimum adalah $9,0595\text{ m}^2\text{g}^{-1}$. Karakterisasi silika xerogel dengan FTIR adanya serapan melebar di daerah $3468,84\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan gugus OH dari Si-OH dan vibrasi regangan Si-O dari Si-O-Si pada daerah $1080,06\text{ cm}^{-1}$ selanjutnya hasil sintesis silika xerogel dengan XRD menghasilkan silika xerogel fasa amorf.

Kata kunci: Kalsinasi, Metilen biru, Silika xerogel

Study on Influence of HCl Concentration and Time of Aging Against The Synthesis of Silica Quartz Sand-Based Xerogel Bangka

ABSTRACT

Synthesis of silica xerogel has done is made from quartz sand from areas that have high silica Bangka so potentially as raw materials for the synthesis of silica xerogel. The sample used in this synthesis is quartz sand calcination 1000 °C and without calcination. The research was conducted by dissolving xerogel silica synthesis quartz sand at NaOH 1 M to form sodium silicate. Then conducted of HCl concentration variation with acidification (0,5; 1; 2) M. Next solution pH is raised up to pH 7 with NaOH 1 M got sol and settling to the time the aging 12,18 and 24 hours. Gel dried at a temperature of 80 °C for 18 hours. Characterization silica xerogel done the determination of a broad surface with *methylene blue* and FT-IR and XRD to know a cluster of function, and the crystallinity phase of silica xerogel. Research results obtained the condition of optimum silica xerogel at concentrations HCl 0,5 M and time aging 12 hours. The surface area of silica xerogel optimum is 9,0595 m²g⁻¹. Characterization of silica xerogel with FTIR absorption in the presence of dilated 3468,84 cm⁻¹ shows a cluster of Si-OH from OH vibration and strain of Si-O from Si-O-Si on 1080,06 cm⁻¹ region further results of the synthesis of silica xerogel silica xerogel with XRD produce amorphous phase.

Key word: Calcination, *Methylene Blue*, Silica xerogel

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Tuhan Yang Maha Esa yang telah melimpahkan rahmat-Nya, sehingga penyusunan skripsi yang berjudul **Studi Pengaruh Konsentrasi HCl dan Waktu Aging (Pematangan Gel) Terhadap Sinteis Silika Xerogel Berbahan Dasar Pasir Kuarsa** dapat terselesaikan dengan baik, sebagai salah satu syarat kelulusan untuk memperoleh gelar Sarjana Sains dalam bidang Kimia di Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya, Malang.

Adapun penyusunan skripsi ini tidak akan dapat terselesaikan dengan baik tanpa bantuan dan kerjasama dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis menyampaikan ucapan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Dra. Sri Wardhani, M.Si. selaku Dosen Pembimbing I yang telah banyak memberikan saran dan bimbingan selama penyusunan proposal penelitian, pelaksanaan penelitian hingga penulisan skripsi.
2. Dr.rer.nat. Rachmat T.T., S.Si, M.Si. selaku Dosen Pembimbing II yang telah banyak memberikan saran dan bimbingan selama penyusunan proposal penelitian, pelaksanaan penelitian hingga penulisan skripsi.
3. Barlah Ruhmayati, S.Si, M.Si. selaku dosen pembimbing akademik.
4. Dr. Edi Priyo Utomo, MS, selaku ketua jurusan kimia yang telah memberikan dukungan dalam proses penyelesaian skripsi.

Penulis menyadari bahwa tugas akhir ini masih jauh dari sempurna. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang bersifat membangun. Selain itu, penulis juga berharap ada pihak yang suatu hari nanti bersedia untuk melanjutkan penelitian ini dengan menggunakan metode dan alat yang lebih modern, sehingga dihasilkan suatu hasil penelitian yang jauh lebih baik dari penelitian ini. Akhir kata penulis mengharapkan semoga skripsi ini dapat berguna serta menambah pengetahuan bagi pihak yang membacanya.

Malang, Juli 2013

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR LAMPIRAN	xii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang Masalah	1
1.2 Perumusan Masalah	3
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Manfaat Penelitian	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Pasir Kuarsa	5
2.2 Silika	7
2.3 Ekstraksi Silika	8
2.4 Silika Xerogel	9
2.5 Sintesis Silika Xerogel	9
2.6 Proses sol gel dan gelasi	10
2.7 Waktu Pematangan Gel	12
2.8 Pengaruh Konsentrasi HCl terhadap Sintesis Silika Gel	13
2.9 Karakterisasi	
2.9.1 FT-IR	13
2.9.2 X-Ray Fluorescence	15
2.9.3 X-Ray Difraksi	15
2.9.4 Penentuan Luas Permukaan Spesifik Menggunakan Bilangan Metilen Biru Secara Spektrofotometer UV-Vis	16
BAB III METODOLOGI	18

3.1	Waktu dan Tempat Penelitian	18
3.2	Alat dan Bahan	18
3.3	Tahapan Penelitian	18
3.4	Prosedur Kerja	19
3.4.1	Preparasi sampel	19
3.4.2	Pengaruh konsentrasi HCl pada sintesis silika xerogel sampel kalsinasi dan tanpa kalsinasi	19
3.4.3	Pengaruh waktu pematangan gel pada sintesis silika xerogel	19
3.4.4	Karakterisasi Silika Xerogel	20
3.4.5	Analisa Data	21
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN		24
4.1	Karakterisasi sampel	24
4.2	Studi Pengaruh Konsentrasi HCl terhadap sintesis silika xerogel	28
4.3	Studi Optimasi Waktu Pematangan Gel Dalam Hasil Sintesis Silika Xerogel	34
4.4	Karakterisasi Uji Spektrometri IR dan XRD pada silika xerogel	36
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN		
5.1	Kesimpulan	
5.2	Saran	
DAFTAR PUSTAKA		
LAMPIRAN		

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	: Batuan Kuarsa	6
Gambar 2.2	: Pasir Kuarsa	6
Gambar 2.3	: Perbedaan kristalinitas silika kuarsa (a) dan silika amorf (b)	8
Gambar 2.4	: Bentuk fisik silika xerogel	10
Gambar 2.5	: Tahap pembentukan sol dan tahap pembentukan gel	12
Gambar 2.6	: Spektra FTIR pada silika xerogel hidrofilik	15
Gambar 2.7	: Difraktogram pasir bacar sebelum ekstraksi	16
Gambar 2.8	: Struktur metilen biru	17
Gambar 4.1	: Difraktogram pasir kuarsa dengan 3 perlakuan	24
Gambar 4.2	: Spektronik IR pasir kuarsa Bangka tanpa kalsinasi	27
Gambar 4.3	: Spektronik IR pasir kuarsa Bangka kalsinasi 1000 ^o C	27
Gambar 4.4	: Polimer yang terbentuk pada jaringan silika	32
Gambar 4.5	: Pengaruh konsentrasi HCl dan sampel terhadap bentuk gel	32
Gambar 4.6	: Grafik pengaruh waktu aging terhadap luas permukaan	35
Gambar 4.7	: Grafik pengaruh massa silika xerogel terhadap variasi waku pematangan gel	36
Gambar 4.8	: Bentuk silika xerogel berdasarkan waktu pematangan gel	36
Gambar 4.9	: Spektra IR silika xerogel	37
Gambar 4.10	: Silika xerogel amorf hasil sintesis	37
Gambar B.2	: Data kurva standar dari larutan metilen biru	50

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	: Kandungan utama dalam pasir Kuarsa di Indonesia	5
Tabel 2.2	: Sifat utama dalam pasir Kuarsa di Indonesia	6
Tabel 2.3	: Karakteristik frekuensi vibrasi spektra FTIR pada silika xerogel hidrofilik	14
Tabel 4.1	: Hasil XRF oksida logam pada pasir kuarsa	23
Tabel 4.2	: Fasa α quartz pada sampel yang dibandingkan dengan data standar	24
Tabel 4.3	: Rendemen pengaruh kalsinasi terhadap sampel pasir kuarsa	
Tabel 4.4	: Pengaruh konsentrasi HCl tanpa kalsinasi	30
Tabel 4.5	: Pengaruh konsentrasi HCl dengan kalsinasi 1000 °C	30
Tabel B.2	: Absorbansi larutan standar dari metilen biru HCl pada sampel kalsinasi	51
Tabel B.4	: Penentuan Luas Permukaan dengan konsentrasi HCl pada sampel tanpa kalsinasi	51
Tabel B.5	: Penentuan Luas Permukaan Pada Waktu Pematangan Gel	52
Tabel B.6	: Data Hasil Perhitungan Luas Permukaan silika xerogel pada sampel kaslinasi dan tanpa kalsinasi	52
Tabel B.7	: Luas permukaan hasil sintesis silika xerogel terhadap waktu aging	56

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A.	: Diagram Alir	44
Lampiran A.1	: Preparasi Sampel	45
Lampiran A.2	: Sintesis Silika Xerogel variasi HCl dengan sampel kalsinasi dan tanpa kalsinasi	45
Lampiran A.3	: Sintesis Silika Xerogel variasi waktu pematangan 12,18, dan 24 jam	46
Lampiran A.4	: Karakterisasi Silika Xerogel	46
Lampiran A.4.1	: Penentuan Luas Permukaan Spesifik dengan metilen biru	46
Lampiran A.4.1.1	: Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Metilen Biru	46
Lampiran A.4.1.2	: Pengukuran Kurva Baku Metilen Biru	47
Lampiran A.4.1.3	: Penentuan Bilangan Metilen Biru	47
Lampiran A.4.1.4	: Penentuan Kadar Metilen Biru Sisa	47
Lampiran B.	: Perhitungan	48
Lampiran B.1	: Perhitungan Pembuatan Larutan	48
Lampiran B.1.1	: Perhitungan Pembuatan Larutan NaOH 1 M	48
Lampiran B.1.2	: Perhitungan Pembuatan Larutan HCl 0,5M	48
Lampiran B.1.3	: Perhitungan Pembuatan Larutan HCl 1 M	48
Lampiran B.1.4	: Perhitungan Pembuatan Larutan HCl 2 M	49
Lampiran B.2	: Data kurva standar Metilen Biru	49
Lampiran B.2.1	: Perhitungan Pembuatan Larutan Untuk Kurva Baku Metilen Biru	50
Lampiran B.2.1.2	: Analisa penentuan optimasi luas permukaan terhadap konsentrasi HCl	53
Lampiran B.2.1.3	: Analisa penentuan optimasi luas permukaan terhadap waktu aging	56

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Silika gel merupakan salah satu material berbahan dasar silika yang aplikasinya banyak digunakan pada industri misalnya industri pasta gigi, perawatan kulit, pelapisan kertas (*paper coating*), bahkan dimanfaatkan sebagai pendukung katalis, katalis *polyolefin*, dan dalam bidang farmasi [1]. Silika gel ini merupakan polimer asam silikat dan banyak menyerap air sehingga berbentuk padat kenyal [2]

Dalam pembentukannya sebagai silika gel, silika gel dikelompokkan menjadi tiga yaitu: aerogel, xerogel dan aquagel. Namun diantara tiga kelompok tersebut silika xerogel merupakan silika gel yang proses pembuatannya lebih mudah karena jenis prekursornya berupa natrium silikat yang lebih aman, efektif dan murah dibandingkan prekursor yang lain. Aplikasi pembuatan silika xerogel pada umumnya adalah dalam campuran kaca keramik [3]. Adapun sifat dari silika xerogel itu sendiri adalah memiliki, berat jenis $1,19 \text{ g/cm}^3$, luas permukaan $69\text{-}152 \text{ m}^2/\text{g}$, konstanta dielektrik 2,52, diameter pori $6,4\text{-}6,8 \text{ nm}$ [4].

Silika xerogel dapat dibuat dari bahan utama yang banyak memiliki kandungan silika. Pada umumnya, bahan alam memiliki kandungan silika yang besar karena perolehannya sangat melimpah di alam. Umumnya bahan alam yang memiliki kandungan silika terbanyak ialah sekam padi, pasir kuarsa, kaca dan baggas tebu. kandungan silika dari baggas tebu adalah 50,36% [5], Prasad menyatakan kandungan silika dari sekam padi adalah 80%, kandungan silika dari kaca yang merupakan bahan limbah adalah 72,4% [7], kemudian pasir kuarsa memiliki kelimpahan silika tinggi yakni $\geq 98\%$ [8]. Sehingga dari ketiga bahan alam kandungan silika tertinggi terdapat adalah pasir kuarsa dengan persentase silika yaitu 98% sehingga pasir kuarsa dengan kandungan silika tertinggi ini mampu digunakan sebagai bahan dasar pembuatan silika xerogel. Di alam, ditemukan sifat kristal silika dalam bentuk quartz, kristobalit, tridimit, dan amorf [14]. Kelarutan silika meliputi beberapa faktor yaitu suhu, kondisi di bawah hidrotermal dan kemampuan adsorpsi.

Pembuatan silika gel dapat menggunakan dengan beberapa metode sol gel. Pembuatan silika gel dengan metode sol gel akan

mendapatkan produk dengan kemurnian silika yang lebih tinggi. Proses sol-gel banyak digunakan untuk menghasilkan silika murni karena kemampuannya untuk mengontrol ukuran partikel, distribusi ukuran dan morfologi melalui pemantauan sistematis parameter reaksi [9]. Proses sol gel sangat fleksibel dalam menghasilkan struktur-struktur penyaring dengan pori-pori 10 Å atau lebih rendah. Struktur tersebut biasanya sangat bekerja sangat baik pada aplikasi lapisan film seperti pemisahan membran gas dan sensor. Struktur penyaring sering digunakan dari gel-gel polimer silika menyertakan hidrolisis pada monomer tetrafungsional *precursor aloxida* dan mineral asam atau basa sebagai katalis [10].

Pembuatan silika gel dengan proses sol gel akan menghasilkan gel dengan prekursoranya. Prekursor natrium silikat lebih aman, efektif dan murah dibandingkan prekursor TEOS (tetraetoksisilan) [6]. Selanjutnya dalam kemampuannya sebagai adsorben, xerogel dengan kapasitas adsorpsi silika gel yang diuji dengan uap air menunjukkan silika xerogel dengan kemurnian tinggi lebih baik kemampuan adsorpsinya daripada silika xerogel dengan kemurnian rendah [11].

Teknik mensintesis silika xerogel dengan metoda sol gel, memiliki keuntungan yaitu homogenitasnya lebih baik, temperatur rendah, hemat energi pencemaran rendah, kemurnian tinggi, fase pemisahan cepat dan, kristalisasi cepat. Teknik mensintesis ini telah dibuktikan memberikan kemurnian silika yang tinggi oleh Samsudin Affandi menjelaskan bahwa dengan metoda ini mampu mendapatkan silika dengan kemurnian yang tinggi yaitu kemurnian silika xerogel 99% serta menurut Kalapaty dari hasil uji FTIR terhadap silika xerogel bahwa terdapatnya gugus silanol dan siloksan. Menurut penelitian yang sebelumnya dalam sintesis xerogel [5, 12] proses pembuatan silika xerogel dilakukan dengan tahap penambahan NaOH pada SiO₂ untuk membentuk prekursor natrium silikat ,natrium silkat selanjutnya ditambahkan HCl hingga pH optimal 7 agar terbentuk gel, silika gel akan lebih terbentuk dengan pendiaman gel pada waktu optimum 18 jam. Pembentukan gel silka tergantung dari derajat keasaman dan waktu pematangan gel [2].

Secara umum silika gel hasil dari sintesis dilakukan penentuan luas permukaan menggunakan metilen biru, penentuan luas permukaan ini dilakukan untuk mengetahui kemampuan silika xerogel hasil sintesis dari luas permukaan yang diperoleh. Adapun

faktor yang mempengaruhi luas permukaan yang diperoleh adalah waktu pematangan gel, dan pengaruh konsentrasi yang digunakan. Dalam penelitian sebelumnya [25] pengaruh penambahan konsentrasi HCl pada variasi (0,5; 1; 1,5; 2) M menghasilkan puncak luas permukaan tertinggi yaitu HCl 0,5 M sedangkan dalam waktu pematangan yang digunakan (6, 12, 18, dan 24) jam menghasilkan puncak tertinggi waktu pematangan gel adalah 18 jam.

Sehingga pada penelitian sintesis silika xerogel berbahan dasar pasir kuarsa Bangka menggunakan variasi konsentrasi HCl dan waktu pematangan gel melalui metode yang sederhana dan efisien ini diharapkan mampu menunjukkan bahwa bahan dasar pasir kuarsa dapat digunakan dalam pembuatan silika xerogel.

1.2. Rumusan Masalah

1. Bagaimana pengaruh konsentrasi HCl dan waktu pematangan gel pada sintesis silika dari pasir kuarsa Bangka terhadap sintesis silika xerogel yang diperoleh ?
2. Bagaimana karakter silika xerogel hasil dari sintesis silika xerogel

1.3. Batasan Masalah

Batasan masalah dari perumusan masalah dalam penelitian ini adalah :

1. Bahan dasar pasir pantai dari pasir Kuarsa Bangka.
2. Karakterisasi hasil sintesis silika xerogel dilakukan dengan, FT-IR, XRD, dan metilen biru.
3. konsentrasi yang digunakan HCl 0,5; 1; 2 M dan waktu pematangan gel yang digunakan 12, 18 dan 24 jam.
4. luas permukaan dilakukan dengan metoda penentuan bilangan metilen biru.

1.4. Tujuan Penelitian

1. Mengetahui pengaruh konsentrasi HCl dan waktu pematangan gel pada sintesis silika xerogel berbahan dasar pasir kuarsa Bangka
2. Mengetahui karakter silika xerogel hasil sintesis silika xerogel berbahan dasar pasir kuarsa Bangka

1. 5. Manfaat

Manfaat pada penelitian ini adalah untuk kedepannya diharapkan mampu memberikan informasi dari pengaruh konsentrasi HCl dan waktu pematangan gel berbahan dasar pasir kuarsa dengan persentase silika yang besar melalui proses sintesis silika xerogel dan pengaruh karakter hasil sintesis silika xerogel melalui metoda sol gel yang sederhana.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Pasir Kuarsa

Pasir silika merupakan pasir yang berasal dari pelapukan batuan yang mengandung kuarsa dan *feldspar*. Pasir kuarsa merupakan bahan galian yang terdiri atas mineral silika. Pasir kuarsa yang berasal dari hasil pelapukan kemudian tercuci dan terbawa angin selanjutnya mengendap ditepi laut, sungai dan danau [10]. Pasir kuarsa mempunyai 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 [17]. Berdasarkan penelitian sebelumnya, kandungan silika dari pasir kuarsa pada umumnya di Indonesia memiliki kandungan senyawa yang disajikan pada tabel 2.1 dibawah [7] :

Tabel 2.1: Kandungan utama dalam pasir Kuarsa di Indonesia [7]

Komposisi Kimia	Prosentase
SiO_2	55,30–99,87%
Fe_2O_3	0,01–9,14%
Al_2O_3	0,01–18,00%
TiO_2	0,01–0,49%
CaO	0,01–3,24%
MgO	0,01–0,26%
K_2O	0,01–17,00%

Di alam tidak ditemukan silikon dalam bentuk unsurnya namun silikon diperoleh dari pemurnian mineral silika pada bentuk *silicate* (silikat) berupa silikon dan oksigen dengan unsur- unsur yang lain. Pada bentuk silikanya, silikon berupa silikon oksida (SiO_2) [18]. Mineral silika dapat dibedakan dalam dua bentuk yaitu berupa pasir silika dan batuan kuarsa dengan gambar yang disajikan sebagai berikut Gambar 2.1 merupakan batuan kuarsa dan Gambar 2.2 merupakan kuarsa



Gambar 2.1: Batuan Kuarsa [18]



Gambar 2.2: Pasir Kuarsa [18]

Tabel 2.2: Sifat utama dalam pasir Kuarsa di Indonesia [7]

sifat fisik	Deskripsi
warna	putih bening atau berwarna lain tergantung pada senyawa pengotornya, misal kuning mengandung Fe-oksida, merah mengandung Cu- oksida
kekerasan	7 (skala mosh)
berat jenis	2,65
Titik lebur	1715 °C
bentuk kristal	Hexagonal
konduktifitas panas	12-100 °C

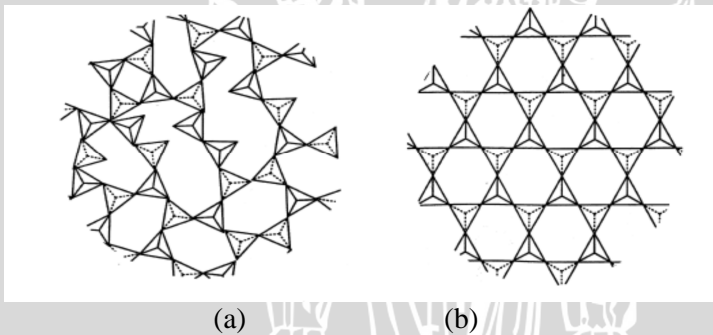
Pada aplikasinya, pasir kuarsa dapat digunakan pada berbagai bidang pada umumnya bidang pengolahan air dan industri. Dalam bidang pengolahan air, pasir silika digunakan sebagai menghilangkan kandungan lumpur atau tanah dan sedimen pada air minum atau air pada industri pengolahan air [24]. Dalam bidang industri,

penggunaan pasir kuarsa pada umumnya digunakan pada industri semen, gelas, keramik, industri perminyakan dan pertambangan [29].

2.2 Silika

Senyawa kimia silikon dioksida, juga dikenal sebagai silika (dari *silix* latin) adalah oksida silikon dengan rumus kimia SiO_2 . Silika ini paling sering ditemukan di alam sebagai pasir atau kuarsa, serta di dinding sel diatom. Silika diproduksi dalam beberapa bentuk termasuk leburan kuarsa, kristal, silika koloid, gel silika, dan aerogel [5]. Silika banyak digunakan di industri karena memiliki sifat dan morfologi yang unik diantaranya: luas permukaan dan volume porinya yang besar, dan kemampuannya untuk menyerap berbagai zat seperti air [12].

Silika merupakan mineral yang melimpah di kerak bumi dan ditemukan diseluruh dunia dalam berbagai bentuk diantaranya pada permukaan bumi ditemukan pada daerah berbatu atau pegunungan dan juga dapat ditemukan dalam bentuk pasir di padang pasir dan pasir pantai di dunia [27]. Sifat fisik senyawa SiO_2 berwarna putih atau tidak berwarna memiliki Mr 60,08 g/mol, titik lebur 1600-1725 $^{\circ}\text{C}$, dan titik didih 2230 $^{\circ}\text{C}$ [13].



Gambar 2.3: Perbedaan kristalinitas silika kuarsa (a) dan silika amorf (b) [14]

Silika memiliki struktur SiO_4 tetrahedral dengan memiliki empat atom oksigen yang mengelilingi pusat atom Si. Kristalinitas silika kuarsa, tridimit dan kristobalit merupakan adanya jaringan silikat dimana masing-masing silikon berikatan pada empat oksigen dan masing-masing oksigen berikatan pada dua silikon. Kristal

quartz stabil dari fasa kristalin dengan temperatur 870 °C, fasa tridimit 1470 °C, dan kristobalit 1710 °C. Kuarsa memiliki bentuk yang padat sedangkan silika amorf memiliki struktur besar seperti kristalin silika yang berlawanan dengan bentuk yang lebih acak pada $[\text{SiO}_4]^+$ dengan Gambar 2.3 [14].

2.3 Ekstraksi Silika

Proses pemurnian silika terdiri dari proses penghancuran, pencucian dan *desliming* untuk menghilangkan berbagai jenis material pengikat yang pada umumnya ada pada tanah liat, pengeringan dan pemanasan dengan asam sulfat dengan tujuan mengubah oksida besi dan pengotor menjadi senyawa yang larut dalam air [26].

Berdasarkan penelitian sebelumnya, pada proses ekstraksi silika yang didapat dari bahan alam yaitu abu sekam padi yang diperoleh dari proses pengabuan, pemisahan diawali dengan 10 gram abu dicampur dengan 60 mL air distilasi dan ditambahkan HCl 1 N hingga pH mencapai 1, 3, 5 atau 7. Larutan diaduk dengan pengaduk magnetik selama 2 jam dan dipisahkan filtrat dengan endapannya dengan kertas whatman 41 dan residu dicuci menggunakan air. Endapan yang diperoleh dicuci dengan 100 mL aquades. Pencucian dengan asam ini dimaksudkan untuk menghilangkan mineral-mineral pada ekstraksi silika dari abu [12]. Selanjutnya dalam proses ekstraksi silika yang telah dilakukan Ahmad Fajri, pembuatan asam silikat yaitu dengan mengekstrak abu baggas dengan larutan NaOH. Filtrat didapat berupa Natrium silikat selanjutnya dicampur dengan resin penukar ion H^+ untuk menukar ion Na^+ dengan ion H^+ sehingga didapatkan asam silikat pada pH 2, selanjutnya dalam pencampuran dilakukan pengadukan yang kuat agar tidak terbentuk gelling [27]. Kemudian dalam ekstraksi silika yang dilakukan oleh Feng, padatan silika dipreparasi dengan menggunakan rasio perbandingan larutan TEOS/ H_2O / $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 1:5:10 dengan campuran tersebut ditambah dengan larutan amonia hingga pH 9 dan diaduk selama 6 jam hingga terbentuk larutan yang bening selanjutnya didiamkan pada suhu ruangan selama 36 jam hingga terbentuk hidrogel SiO_2 [28]. Selanjutnya proses ekstraksi dari bahan dasar lumpur lapindo, ekstraksi SiO_2 dilakukan dengan melarutkan sampel ke dalam larutan NaOH 1M dan filtrat dititrasi dengan HCl 1M hingga pH 4, selanjutnya endapan diambil dan dicuci dengan aquades dilanjutkan

dengan pengeringan pada suhu $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ sehingga didapatkan padatan silika [26].

2.4 Silika Xerogel

Silika gel merupakan jaringan tiga dimensi yang keras pada silika koloid yang dapat dikelompokkan pada tipe yang berbeda tergantung dari proses preparasinya. Tipe silika gel antara lain silika gel aqua gel (air diisi pada pori), xerogel (fasa air pada pori dihilangkan dengan penguapan), dan aerogel (proses superkritis untuk menghilangkan fasa air) [5]. Xerogel merupakan gel yang telah padat dengan konsentrasi pelarut yang rendah. Xerogel ini didapatkan dari evaporasi pelarut [30]. Aplikasi silika xerogel pada biomaterial adalah penghilangan vitro pada hati menggunakan silika xerogel menurut Manja [15] bahwa silika xerogel yang digunakan sebagai matrix memiliki pengaruh pada penghilangan perilaku pada agen-agen aktif dikarenakan penghilangan racun dari silika xerogel merupakan penggabungan adanya proses penyebaran dan pengikisan matrix.

Aplikasi yang lain pada silika xerogel adalah silika gel yang dikembangkan dari abu bagasse memiliki gugus silanol pada permukaannya. Adanya gugus silanol ini memungkinkan silika untuk dimodifikasi dengan gugus fungsi lain, terutama amine. Pencangkokan dengan gugus amine dilakukan karena amine bisa bereaksi dengan CO_2 membentuk karbamat sehingga dihasilkan adsorben yang selektif terhadap CO_2 [19].

2.5 Sintesis Silika Xerogel

Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Samsudin [5] pada pembuatan silika xerogel dipreparasi dengan 3 metoda yang berbeda yaitu: a) tahap sebelum perlakuan dengan mencuci bahan alam menggunakan asam, b) perlakuan untuk preparasi natrium silikat menggunakan resin penukar kation, c) pencucian pada gel yang dikeringkan menggunakan air demineralisasi.

Pada pembuatan silika xerogel dengan bahan alam sekam padi yang telah dilakukan oleh Enyamia, pada proses ini diawali dengan pembakaran bahan dengan suhu $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ kemudian didapatkan abu berwarna putih keabuan. Dilanjutkan dengan penambahan NaOH padat kedalam abu yang telah digiling halus dengan perbandingan abu : air suling : NaOH 1:1:1. Selanjutnya dilakukan

pemanasan agar larutan jenuh kemudian didinginkan, disaring dan filtrat yang didapat ditampung. Kemudian filtrat yang telah didapatkan ditambahkan dengan H_2SO_4 (10%) dengan HCl (5%) hingga pH netral (7-8). Kemudian endapan gel yang diperoleh dipisahkan dengan penyaringan, pencucian berulang-ulang dan dikeringkan dengan suhu $100\text{ }^{\circ}C$ selama 2 jam [20]. Pada proses sintesis silika xerogel, dilakukan dengan mengekstrak abu sekam padi dengan NaOH hingga didapat produk natrium silikat, selanjutnya dititrasi dengan HCl hingga pH 7 dan didiamkan pada suhu ruang dengan waktu pematangan gel selama 18 jam. Selanjutnya dicuci dengan air deionisasi hingga gel akan pecah dan didapatkan endapan. Endapan ini yang akan disentrifugasi dan dikeringkan pada suhu $80\text{ }^{\circ}C$ selama 12 jam untuk membentuk silika xerogel bentuk fisik silika xerogel seperti pada Gambar 2.4 [12].



Gambar 2.4: Bentuk fisik silika xerogel [10]

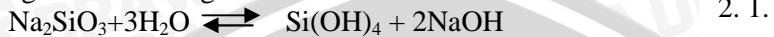
2.6. Proses Sol Gel dan Gelasi

Pembuatan melalui proses sol-gel dalam pembuatan silika gel berlangsung pada temperatur rendah [31]. Keunggulan dalam metoda sol gel ini adalah prosesnya berlangsung pada temperatur yang rendah, proses pembuatannya mudah, dan menghasilkan produk dengan kemurnian yang tinggi [2]. Dalam proses ini suatu prekursor dalam cairan dilakukan hidrolisis sehingga terbentuk koloid selanjutnya dilakukan reaksi kondensasi untuk proses pembentukan gel [13].

Dalam proses pembentukan silika gel dari larutan natrium silikat dengan larutan asam terjadi reaksi kondensasi dari silikat. Proses pembentukan gel terjadi melalui reaksi pembentukan ikatan siloksan Si-O-Si dari silikat [31]. Pada pembentukan gel terdapat 4 metoda utama sebagai pembentuk gel yaitu hidrolisis, kondensasi, pematangan, dan pengeringan dengan penjelasan sebagai berikut [2]:

a. Hidrolisis

Natrium metasilikat akan terhidrolisis menjadi asam metasilikat dengan reaksi sebagai berikut :



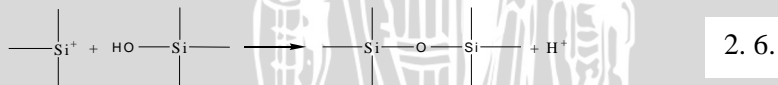
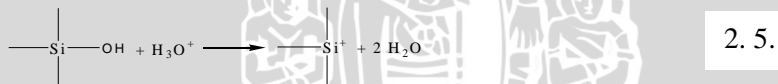
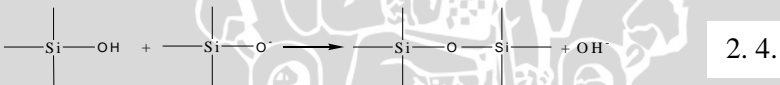
b. Kondensasi

Setelah mengalami reaksi hidrolisis maka akan terjadi reaksi kondensasi dengan produk intermediat dari reaksi hidrolisis dengan reaksi sebagai berikut :



Pada tahapan kondensasi, gugus hidroksil dari produk intermediat, $(\text{OH})_3\text{Si-O-Si(OH)}_3$ akan bereaksi dengan gugus hidroksil dari produk intermediat yang lainnya (kondensasi air) untuk membentuk jembatan Si-O-Si. Kecepatan kondensasi air lebih cepat dibandingkan dengan kondensasi alkohol

Pada penambahan asam konsentrasi proton akan semakin tinggi pada natrium silikat dan sebagian gugus siloksi (Si-O^-) membentuk gugus silanol (Si-OH) dengan proses sebagai berikut [31]:



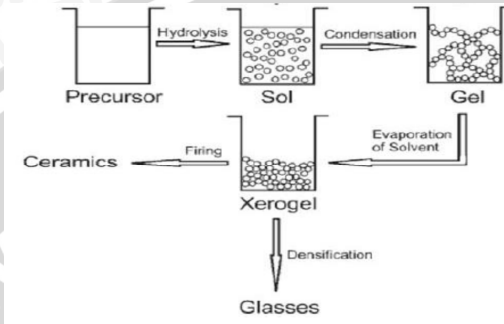
Pada penambahan asam secara berlebih semua gugus silikat terprotonasi sempurna sehingga terbentuk asam silikat bebas, pembentukan silika gel terjadi melalui pembentukan ion silikonium. Pada keadaan ini peningkatan konsentrasi asam mampu meningkatkan laju pembentukan gel.

c. Pematangan

Pada proses pematangan ini, akan terbentuk jaringan gel yang lebih kaku, kuat dan menyusut di dalam larutan

d. Pengeringan

Pada tahap ini proses penguapan dari cairan akan didapatkan struktur sol gel yang memiliki luas permukaan yang tinggi



Gambar 2.5: Tahap pembentukan sol dan tahap pembentukan gel [21]

2.7. Waktu Pematangan Gel

Menurut Prasad, proses pematangan merupakan kekuatan pada gel karena penyusutan yang terjadi dalam langkah pengeringan yang membentuk gel dalam bentuk kecil. Dalam waktu pematangan antara 1 hingga 12 jam akan meningkatkan luas permukaan gel. Sebaliknya apabila waktu pematangan antara 12 hingga 96 jam akan menurunkan luas permukaan pada gel [4]. Dalam waktu pematangan gel yang terjadi, terjadi reaksi polikondensasi dalam pembentukan gel. Struktur gel dapat diperkuat dengan tambahan reaksi silang Si-O-Si-. Waktu pematangan gel ini dapat dipercepat dengan beberapa faktor yaitu temperatur, pH dan konsentrasi air [5].

Menurut Khoiril Anwar pada hasil penelitiannya dalam hubungan luas permukaan dengan waktu pematangan gel. Semakin meningkat waktu pematangan gel maka akan semakin menurun luas permukaannya, hal ini disebabkan polimer dalam gel semakin kuat sehingga pori-pori dalam gel semakin kecil. Khoiril Anwar melakukan uji luas permukaan dan waktu pematangan dengan waktu pematangan yang terbaik adalah 18 jam [25].

2.8. Pengaruh konsentrasi HCl Terhadap Sintesis Silika Gel

Pembentukan silika gel dari prekursor natrium silikat dengan penambahan asam terjadi akibat reaksi kondensasi dan silikat. menurut Nuryono dan Narsito yang telah melakukan sintesis silika gel dengan 3 jenis asam yaitu HCl, H₂SO₄, dan CH₃COOH dengan masing-masing konsentrasi (0,6; 0,8; 1,0; 1,5; 3,0) M. Berdasarkan penelitian yang didapat semakin tinggi konsentrasi asam, pembentukan silika gel semakin lamban untuk HCl dan asam sitrat, tetapi semakin cepat untuk H₂SO₄ [2]. Menurut Prasad, silika gel dapat dibuat dengan pH asam dengan penambahan larutan asam pada natrium silikat. Larutan yang digunakan adalah 6 M HCl, 3 M asam sitrat, 1,5 M asam oksalat yang ditambahkan ke dalam 100 mL aquades hingga air pH 1,5. Selanjutnya natrium silikat ditambahkan larutan asam hingga pH 4. Dari hasil yang didapatkan ke tiga asam sama-sama membentuk gel dengan tekstur lembut tetapi natrium oksalat dan natrium sitrat sebagai produk sampingan dari gel mudah untuk dihilangkan dengan pencucian air dibandingkan natrium klorida [4].

2.9. Karakterisasi

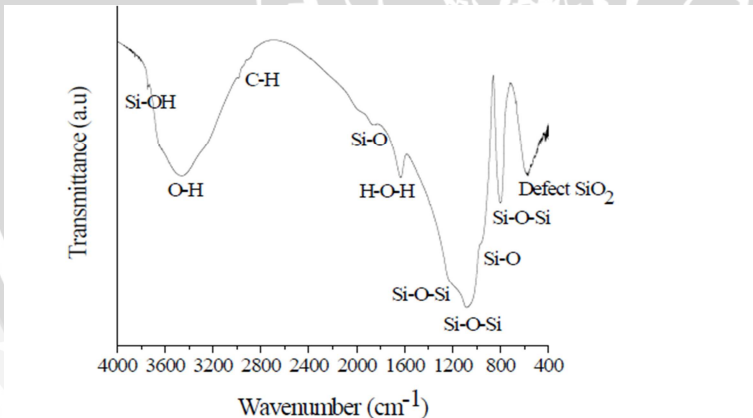
2.9.1. Karakterisasi FT-IR

Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) merupakan teknik yang digunakan untuk membandingkan gugus fungsi pada sampel padat [6]. Spektroskopi inframerah membantu dalam mengidentifikasi jenis ikatan yang terdapat dalam suatu senyawa [23]. Spektroskopi inframerah memanfaatkan fakta bahwa molekul menyerap frekuensi tertentu yang merupakan ciri khas dari struktur tersebut. Serapan ini adalah frekuensi resonansi, yaitu frekuensi radiasi yang diserap cocok dengan energi transisi ikatan atau kelompok yang bergetar [29].

Secara umum, serapan silika xerogel hidrofilik dapat dilihat pada spektrum silika xerogel di bawah menunjukkan karakteristik ikatan pada panjang gelombang 3748 dan 3473 cm⁻¹ akibat interaksi antara gugus hidroksil pada permukaan silika. Karakteristik ikatan dapat berhubungan akibat adanya isolasi gugus (Si-OH) dan ikatan *stretching* O-H, hal ini disebabkan ikatan molekul hidrogen air (H-O-H . . H) dan gugus-gugus permukaan silanol, ikatan hidrogen pada molekul air (SiO-H...H₂O) [22].

Tabel 2.3: Karakteristik frekuensi vibrasi spektra FTIR pada silika xerogel hidrofilik [4]

Panjang gelombang (cm^{-1})	Ikatan yang diberikan	Struktur bagian
3748	Si-OH	Si-OH
3473	H-O, SiO-H	H-O-H...H ₂ O dan SiO-H...H ₂ O
1883	ν_b Si-OH	Si-OH
1635	H-O-H	H-O-H
1076	ν_{as} Si-O-Si	Si-O-Si
968	ν_b Si-O	Si-OH
801	ν_s Si-O	Si-O-Si
674	ν_s Si-O-Si	Si-O-Si
576	Si - O	SiO defects



Gambar 2.6: Spektra FTIR pada silika xerogel hidrofilik [22]

Karakter ikatan yang lainnya yang menegaskan bahwa karakter hidrofilik pada silika berada pada daerah 968 dan 1883 cm^{-1}

merupakan pengaruh hubungan pada interaksi Si-O pada gugus silanol [6].

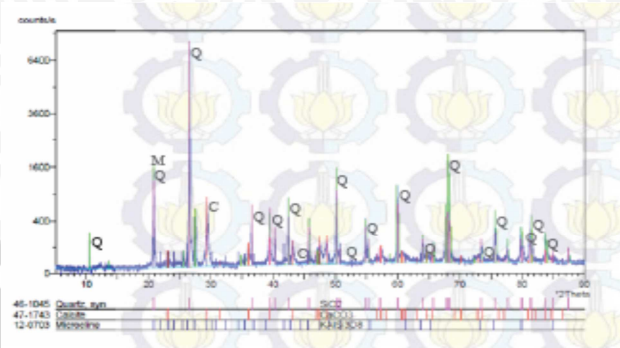
2.9.2. XRF

X-ray fluorescence (XRF) spektrometri merupakan spektrometri atom yang didasarkan pada deteksi radiasi x-ray yang mengalami emisi dari atom-atom yang mengalami eksitasi. Dalam hal ini adanya transisi dari elektron terluar menuju elektron dalam yang menyertai emisi x-ray foton. Fluorosensi foton merupakan karakteristik pada logam dan sama-sama memiliki perbedaan energi tiap tingkatan, logam dapat diidentifikasi dengan mengukur energi pada emisi foton. Intensitas pada emisi foton akan membandingkan konsentrasi tiap logam [32].

Konsentrasi unsur dapat ditentukan melalui XRF didasarkan pada panjang gelombang dan jumlah sinar-X yang dipancarkan kembali setelah suatu material ditembak sinar-X berenergi tinggi [6]. Prinsip dasar pada spektrometri adalah saat sampel yang sebagai target kemudian disinari dengan sumber foton atau ditembakkan dengan partikel-partikel pada energi tinggi (antara 5 dan 100 keV), fluoresensi x-ray lebih mudah diamati. Spektrum pada fotoluminenses membuat radiasi meningkat dengan panjang gelombang dan intensitas yang merupakan karakteristik atom-atom pada sampel [33].

2.9.3. XRD

Metoda difraksi XRD merupakan sinar-X yang dipantulkan, dibiaskan dan diteruskan apabila melalui suatu bahan [38]. Apabila suatu bahan dikenai sinar-X maka intensitas sinar-X yang ditransmisikan lebih kecil dari intensitas sinar datang akibat penyerapan bahan dan penghamburan atom dalam material [39]. Analisa pada XRD adalah analisa dari puncak antara sudut gonioimeter dan intensitas sinar-X setelah melewati sampel sehingga menghasilkan struktur kristal, ukuran, unsur dan parameter kisi [41]. Menurut penelitian yang telah dilakukan oleh Hadi [31], dengan sampel yang digunakan adalah pasir alam dari daerah Bancar, menghasilkan pola difraksi XRD pada Gambar 2.7.

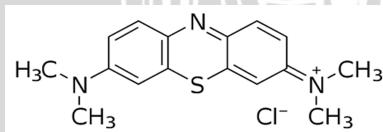


Gambar 2.7. Difaktogram pasir Bacar sebelum ekstraksi [31]

Gambar 2.7 menunjukkan adanya fasa quartz yang teridentifikasi pada pasir alam. Kuarts merupakan salah satu kristal dari SiO_2 selain tridimit dan kristobalit dengan intensitas 100% berada dalam posisi $2\Theta = 26,61900^\circ$ [31].

2.9.4. Penentuan Luas Permukaan Spesifik Menggunakan Bilangan Metilen Biru Secara Spektrometer UV-Vis

Metilen biru merupakan zat pewarna hijau tua dengan formula $(\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{N}_3\text{SCl})_2$ berbentuk serbuk dan larut dalam air, kloroform dan alkohol. Metilen biru yang dimurnikan berbentuk kristal yang berwarna hijau kegelapan. Metilen biru digunakan untuk menghitung luas permukaan spesifik suatu adsorben dengan ukuran yang sedang (ukuran mesopori) karena metilen biru memiliki penampang lintang sebesar $197,2 \text{ \AA}$ [34]. Struktur metilen biru dapat dilihat dalam Gambar 2.8.



Gambar 2.8: Struktur metilen biru [34]

Penentuan luas permukaan dilakukan dengan menggunakan metode adsorpsi metilen biru. Terlebih dahulu dilakukan penentuan panjang gelombang maksimum. Dalam penentuan panjang gelombang maksimum tersebut, dibuat larutan standar metilen biru 2 ppm sebanyak 10 mL, kemudian diukur absorbansinya pada panjang

gelombang antara 500-700 nm menggunakan spektrofotometer UV-Vis [35]. Adapun rumus dalam penentuan luas permukaan dengan menggunakan bilangan *Metilen biru* sebagai berikut [23] :

$$S = Qe \times N \times A_m \frac{1}{Mr} \times 10^{-3}$$

2.7

Keterangan :

S : luas permukaan

Qe : bilangan *Metilen biru*

N : bilangan Avogadro ($6,02 \times 10^{23} \text{ mol}^{-1}$)

A_m : luas penutupan 1 Molekul Bilangan *Metilen biru* ($197,20 \times 10^{-20} \text{ m}^2$)

Spektrofotometer merupakan alat yang digunakan untuk mengukur intensitas cahaya yang diabsorpsi dan ditransmisikan dengan panjang gelombang tertentu [42]. Hubungan antara serapan radiasi dengan konsentrasi dalam sistem yang dinyatakan dalam hukum Lambert-Beer yang mempunyai dua bentuk yaitu [34] :

$$A = \epsilon b c_{\text{mol/liter}} \quad \text{atau} \quad A = a b c_{\text{gram/liter}}$$

Dimana: c = konsentrasi

ϵ = adsorptivitas molar

A = absorbansi

b = tebal sel (cm)

a = adsorptivitas

Hukum Lambert – Beer berlaku pada radiasi monokromatik dengan absorbansi sebanding pada tebal medium (b) dan konsentrasi (c) senyawa yang mengabsorpsi [42].

BAB III METODOLOGI

3.1 Tempat dan waktu penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya selama tiga bulan mulai bulan Maret hingga Juni 2013.

3.2 Alat dan Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini terdiri dari sampel penelitian dan bahan kimia. Sampel penelitian yang berupa pasir kuarsa dari daerah Bangka. Bahan kimia yang digunakan yaitu HCl pekat 37% , padatan NaOH, padatan metilen biru, padatan AgNO₃ dan aquades.

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini terdiri dari seperangkat alat gelas, kertas saring halus ,neraca analitik merek *Mettler* PE 300, pH indikator universal (merck), oven Herqueus KR 170 E, *syringe*, botol semprot, desikator, tanur, *magnetic stirer* dan hotplate. Sedangkan untuk analisis kandungan silika digunakan seperangkat alat XRF (PANalytical Minipal 4) untuk analisis persentase silika pasir kuarsa Bangka, sedangkan untuk mengetahui serapan dari gugus nanosilika menggunakan spektrofotometer FT-IR Simadzu 8400, dan untuk mengetahui kristalinitas sampel menggunakan XRD (PANalytical Minipal).

3.3 Tahapan penelitian meliputi:

3.3.1. Preparasi sampel

3.3.1.1. Penggerusan sampel dan kalsinasi sampel

3.3.2. Sintesis silika xerogel yang meliputi :

3.3.2.1. Sintesis silika xerogel dengan variasi HCl (0,5; 1; 2)M dan waktu aging (12, 18, 24) jam

3.3.2.2. Karakterisasi hasil sintesis silika xerogel dengan menggunakan FT-IR, XRF, luas permukaan, dan XRD

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Preparasi Sampel

Pasir Kuarsa yang didapat dari daerah Bangka, dilakukan penggerusan dengan mortar kemudian diayak dengan ayakan 200 mesh. Hasil ayakan kemudian dilakukan kalsinasi 1000 °C.

Selanjutnya dilakukan uji XRF untuk mengetahui kandungan silika dan XRD untuk mengetahui struktur dari sampel.

3.4.2 Pengaruh konsentrasi HCl pada sintesis silika xerogel sampel kalsinasi dan tanpa kalsinasi

Silika yang telah dikalsinasi dari bahan dasar pasir Kuarsa Bangka, dilakukan penambahan 32 mL NaOH 1 M ditambahkan pada sampel dan dididihkan selama 3 jam pada *stainless stell* dengan diaduk oleh pengaduk magnetik untuk membentuk larutan natrium silika. Larutan disaring dengan kertas saring halus. Filtrat kemudian hasil pencucian dan didiamkan agar dingin pada temperatur ruang ditambahkan dengan HCl 0, 5 M; 1 M; 2 M disertai pengadukan hingga pH 1. Kemudian didiamkan selama 30 menit, selanjutnya ditambahkan NaOH hingga pH 7. Asam metasilikat yang terbentuk didiamkan selama 18 jam untuk pembentukan gel. Selanjutnya ditambah aquades pada gel sehingga gel bebas dari Cl⁻. Selanjutnya endapan gel di masukkan dalam *syringe* dan dikeringkan pada suhu 80 °C selama 18 jam untuk membentuk xerogel. Gel yang telah kering selanjutnya dilakukan uji luas permukaan menggunakan metilen biru dengan dilakukan pengocokan selama 1 jam. Selanjutnya dilakukan proses yang sampai pada sampel pasir kuarsa tanpa kalsinasi.

3.4.3 Studi Pengaruh Waktu Pematangan Gel Pada Sintesis Silika Xerogel

Silika yang telah diekstraksi dari bahan dasar pasir Kuarsa Bangka, dilakukan penambahan 32 mL NaOH 1 M ditambahkan pada sampel dan dididihkan selama 3 jam pada *stainless stell* dengan diaduk oleh pengaduk magnetik untuk membentuk larutan natrium silika. Larutan disaring dengan kertas saring halus. Filtrat kemudian hasil pencucian dan didiamkan agar dingin pada temperatur ruang ditambahkan dengan HCl 0,5 M disertai pengadukan hingga pH 1. Kemudian didiamkan selama 30 menit, selanjutnya ditambahkan NaOH hingga pH. Asam metasilikat yang terbentuk didiamkan selama 12, 18, 24 jam untuk pembentukan gel. Selanjutnya ditambah aquades pada gel sehingga gel bebas dari Cl⁻. Selanjutnya endapan gel di masukkan dalam *syringe* dan dikeringkan pada suhu 80 °C selama 18 jam untuk membentuk xerogel. Gel yang telah kering

selanjutnya dilakukan uji luas permukaan menggunakan metilen biru dengan dilakukan pengocokan selama 1 jam.

3.4.4 Karakterisasi menggunakan XRF, FT-IR, XRD, dan bilangan metilen biru

3.4.4.1 Penentuan Luas Permukaan Silika Xerogel

3.4.4.1.1 Penentuan panjang gelombang maksimum

Larutan metilen biru 10 ppm. Diukur dengan spektrometer UV-Vis dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang 500-700 nm. Selanjutnya ditentukan panjang gelombang maksimum dari metilen biru sehingga didapatkan panjang gelombang maksimum.

3.4.4.1.2 Pembuatan kurva kalibrasi metilen biru

Larutan induk dipipet sebanyak 0,5; 1; 1,5; 2; 2,5 mL dan masing-masing dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL lalu diencerkan dengan aquades hingga tanda batas. Setelah itu diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis pada λ maks yang telah diperoleh. Adsorbansi yang diperoleh dibuat grafik hubungan konsentrasi metilen biru dengan adsorbansi.

3.4.4.1.3 Pengukuran bilangan metilen biru

Xerogel ditimbang 0,1 gram dan dimasukkan ke dalam 25 mL larutan metilen biru 10 ppm. Setelah itu larutan diaduk dengan variasi waktu 1 jam dengan kecepatan 125 rpm. Kemudian larutan disaring, filtratnya diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis pada λ maks yang telah diperoleh.

3.4.4.1.4 Penentuan kadar metilen biru sisa

Larutan metilen biru yang telah teradsorpsi, diukur adsorbansinya pada panjang gelombang maksimum dan diplotkan pada persamaan kurva baku. Selanjutnya ditentukan konsentrasi sisa.

3.4.4.2 Karakterisasi Menggunakan XRD

Karakterisasi sampel kuarsa dengan hasil sintesis silika xerogel menggunakan XRD dilakukan dengan penggerusan sampel hingga membentuk bubuk. Kemudian diletakkan dalam *sample holder* selanjutnya sampel ditutup rapat pada tempat sampel agar radiasi sinar-X tidak keluar. Selanjutnya dilakukan pengaturan sudut

pendeteksi intensitas sinar-X dan didapatkan grafik antara sudut 2θ dengan intensitas sinar-X.

3.4.4.3 Karakterisasi Menggunakan FT-IR

Karakterisasi sampel kuarsa dan hasil sintesis silika xerogel menggunakan FT-IR dilakukan dengan menghaluskan serbuk sampel selanjutnya dimasukkan dalam *sample holder*. Selanjutnya sampel ditekan hingga terbentuk lapisan tipis sampel. Selanjutnya sampel yang telah *dipress* dimasukkan dalam pemegang *sample holder* sehingga sampel dapat disinari dengan inframerah dan didapatkan spektrum IR. Hasil dari spektra IR kemudian dibandingkan dengan data IR silika pada litelatur.

3.4.4.4 Karakterisasi Menggunakan XRF

Karakterisasi sampel kuarsa menggunakan XRD dilakukan dengan sampel yang akan dianalisis dimasukkan dalam *tube* sampai menutup diseluruh bagian permukaan. *Tube* dimasukkan dalam tempat sampel kemudian variabel pengukura diisi sesuai prosedur :Energi:14 kV, Filter: (sampel 1), Media :Udara dan Waktu : 60 detik. Kemudian klik *save* dan *ok* dan dimulai pengukuran sampel.

3.4.5 Analisa Data

3.4.5.1 Perhitungan penentuan bilangan Metilen biru

3.4.5.1.1. Perhitungan kurva baku Metilen biru

$$y = ax$$

Keterangan :

y = absorbansi

x = konsentrasi

Nilai a dihitung melalui persamaan:

$$a = \frac{\sum xy}{\sum x^2}$$

Sedangkan koefisien korelasi ditentukan dengan persamaan:

$$R^2 = \frac{\sum xy}{\sqrt{\sum x^2 \sum y^2}}$$

3.4.5.1.2 Perhitungan Metilen biru sisa

$$Q_{e(MB)} = \frac{V(C_{awal} - C_{sisa})}{W}$$

Keterangan :

C_{awal} = konsentrasi metilen biru awal sebelum proses adsorpsi (ppm)

C_{sisa} = konsentrasi metilen biru akhir setelah proses adsorpsi (ppm)

$C_{\text{sisa}} = X \cdot f_p$

Keterangan :

f_p = faktor pengenceran

X = konsentrasi metilen biru pengukuran (ppm)

W = berat sampel xerogel dan silika (g)

V = volume larutan pada saat proses adsorpsi (L)

$Q_{e(\text{MB})}$ = bilangan metilen biru (mg/g)

3.4.5.1.3 Perhitungan Penentuan Luas Permukaan Dengan Bilangan Metilen Biru

Rumus dalam perhitungan penentuan luas permukaan bilangan metilen biru pada persamaan 2.7.

3.4.5.2 Analisa Uji Statistik

Data yang diperoleh dari hasil penelitian, dilanjutkan dianalisis dengan uji statistik untuk mengetahui pengaruh perlakuan dengan uji F dengan rumus dalam penentuan uji F sebagai berikut :

Faktor Koreksi (FK) = $\frac{(\text{Total})^2}{\text{banyaknya pengamatan (r.a.b)}}$

JKT = Jumlah kuadrat nilai pengamatan – FK

JKPerlakuan = $\frac{(\text{jumlah Total Perlakuan})^2}{r} - \text{FK}$

JKG = JKT – JKP

KT Perlakuan

a. KT Perlakuan = JKP/Db perlakuan

b. KT Galat Percobaan = JKG/Db Percobaan

F_{hitung} = KT Perlakuan/ KT Galat Percobaan

$F_{\text{tabel 5\%}}$ = 9,55

Bila beda nyata maka dilakukan uji BNT untuk mengetahui variasi luas permukaan terbesar pada silika xerogel dengan menggunakan rumus :

$$SED = \frac{\sqrt{2 \times KT \text{ acak}}}{r}$$

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

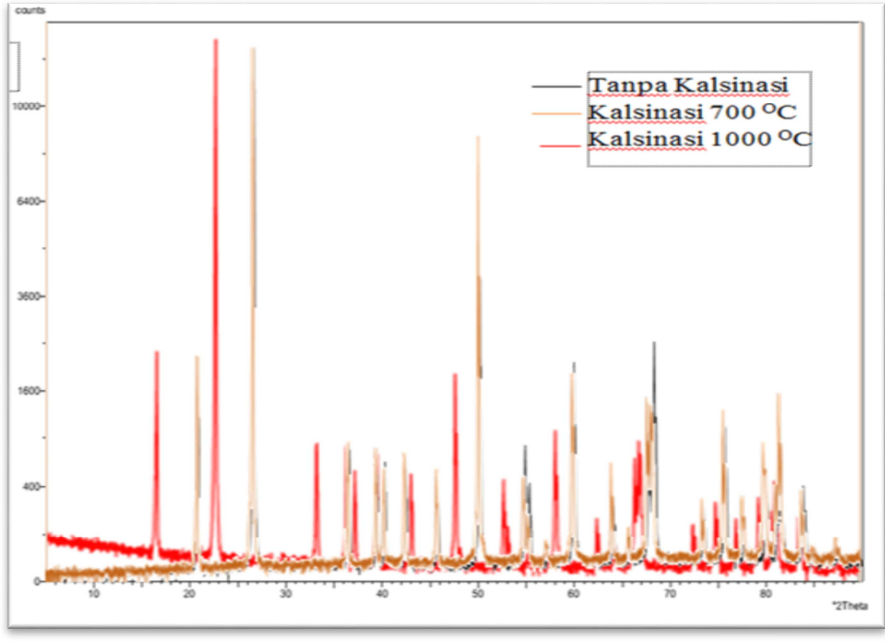
4.1 Karakterisasi Sampel Pasir Kuarsa Bangka

Bahan dasar yang diperoleh adalah pasir kuarsa yang berasal dari daerah Bangka dengan perlakuan awal yang dilakukan yaitu penggerusan dan pengayakan pada ayakan 200 mesh untuk mendapatkan luas permukaan yang lebih besar pada proses sintesis. Sampel yang telah dilakukan pada tahap preparasi tersebut dilanjutkan tahap uji XRF dan dari hasil uji tersebut didapatkan data adanya kandungan unsur Si 96%, K 0,58%, Ca 0,05%, Ti 0,48%, Fe 0,668%, Ni 0,074%, Cu 0,13%, Yb 0,09%. Serta kandungan oksida logam pada sampel pasir ditunjukkan pada Tabel 4.1. Berdasarkan data tersebut dapat dikatakan bahwa pasir kuarsa Bangka memiliki kadar silika yang tinggi sehingga dapat digunakan untuk mensintesis silika xerogel dari pasir kuarsa.

Tabel 4.1: Hasil XRF oksida logam pada pasir kuarsa

Senyawa	Konsentrasi
SiO ₂	98,4 ± 0,01%
K ₂ O	0,21 ± 0,009%
CaO	0,830 ± 0,005%
TiO ₂	0,23 ± 0,01%
Fe ₂ O ₃	0,263 ± 0,004%
NiO	0,025 ± 0,003%
CuO	0,044 ± 0,001%
Yb ₂ O ₃	0,03 ± 0,002%

Tahap selanjutnya, dilakukan uji XRD pada ketiga sampel yang dilakukan perlakuan kalsinasi 700 °C, kalsinasi 1000 °C dan tanpa kalsinasi. Dari ke tiga sampel yang telah dilakukan uji XRD, terdapat perbedaan tipis antara pasir dengan kalsinasi dan tanpa kalsinasi. Dari ketiga data yang telah dihasilkan, diketahui bahwa jenis dari ketiga sampel diperoleh fasa α quartz dengan dibandingkan dari data standart sesuai Tabel 4.2 [36].



Gambar 4.1: Difaktogram pasir kuarsa dengan 3 perlakuan

Tabel 4.2: Fasa α quartz pada sampel yang dibandingkan dengan data standar

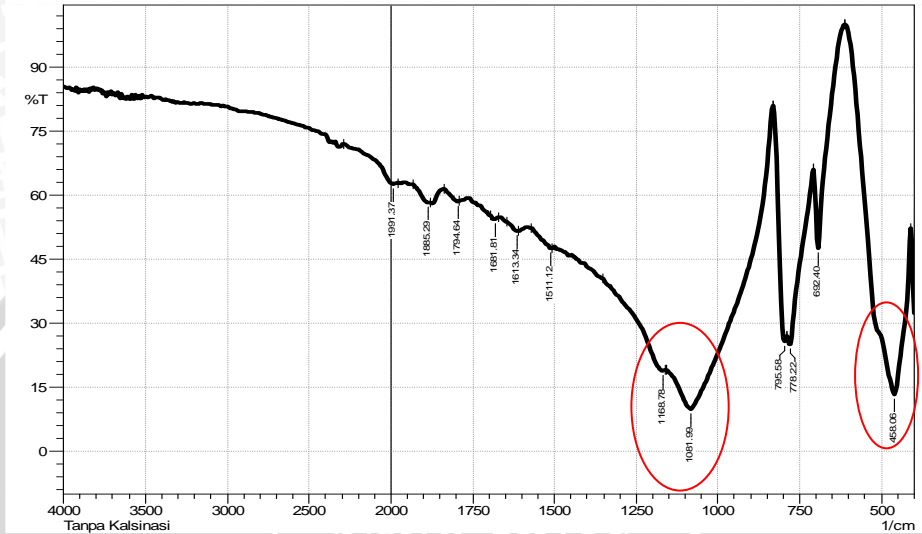
	2 θ		intensitas (%)	
	data	standar	Data	standar
Tanpa kalsinasi	26,66	26,65	100,00	100
	20,88	20,85	9	22
	50,14	50,14	31,67	14
	59,94	59,95	16,45	9
kalsinasi 700 ^o C	26,62	26,65	100,00	100
	20,84	20,85	17,57	22
	50,11	50,14	68,08	14
	59,91	59,95	15,10	9
kalsinasi 1000 ^o C	26,71	26,65	100,00	100
	20,93	20,85	18,81	22
	50,21	50,14	15,37	14
	60,03	59,95	8,05	9

Menurut Horacio [14], kristalinitas dari silika adalah quartz, kristobalit, tridimit dengan kestabilannya pada suhu tertentu. Quartz stabil pada 870 °C, tridimit stabil pada suhu 1470 °C dan kristobalit stabil pada suhu 1710 °C. Dari difaktogram diatas menunjukkan bahwa dalam suhu pemanasan 700 °C struktur kristal masih dalam keadaan quartz. Selanjutnya dilakukan kembali kalsinasi sampel dengan pemanasan 1000 °C dan dilakukan karakterisasi dengan XRD. Hasil menunjukkan bahwa sampel yang telah dikalsinasi 1000 °C masih menunjukkan bahwa sampel berada dalam fasa quartz dilihat dari Tabel 4.2 dan Gambar 4.1.

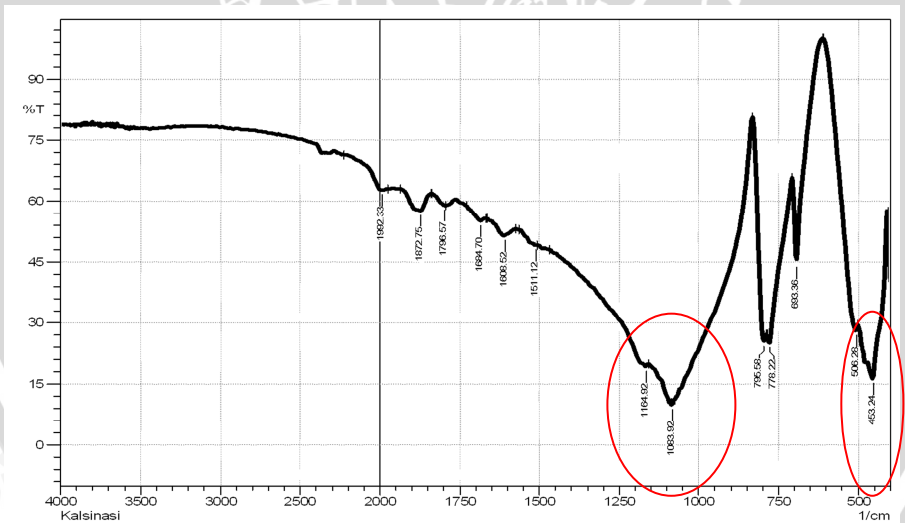
Tabel 4.3: Rendemen silika xerogel pada berbagai perlakuan pasir kuarsa

No	Jenis Pasir	pH	Rendemen massa Xerogel (%)
1	Tanpa Kalsinasi	7	22,5
2	Kalsinasi 700 °C	7	10
3	Kalsinasi 1000 °C	7	23,5

Berdasarkan Tabel 4.3 bahwa rendemen massa silika xerogel menghasilkan data yang tidak signifikan pada masing-masing sampel dengan perlakuan yang sama. Hal ini disebabkan pengaruh fasa dalam struktur kristal pada seluruh sampel masih dalam keadaan α quartz sehingga, tidak menghasilkan perbedaan yang signifikan. Selanjutnya dengan proses sintesis yang dilakukan dengan perlakuan temperatur pemanasan ekstraksi tinggi dan tekanan tinggi pada *stainless steel* akan mengubah struktur kristal silika pada fasa quartz menjadi amorf dilihat pada Gambar 4.10. Berdasarkan uji BNT (lampiran B.2.1.2), yang dilakukan bahwa sampel kalsinasi pada konsentrasi HCl 0,5 M berpengaruh terhadap hasil sintesis silika xerogel. Hal ini dikarenakan kelarutannya yang tinggi dalam konsentrasi NaOH 1M dan fasa kristalinitasnya lebih mendekati fasa tridimit adnya pengaruh fasa sampel kalsinasi yaitu tridimit dengan kestabilan kristalnya pada suhu 1470 °C, menurut Iler [38] bahwa kelarutan tridimit dalam kondisi hidrotermal akan menghilangkan air yang berhubungan dengan padatan dalam waktu yang lama tanpa mengubah temperatur.



Gambar 4.2: Spektronik IR pasir kuarsa Bangka tanpa kalsinasi



Gambar 4.3: Spektronik IR pasir kuarsa Bangka kalsinasi 1000 °C

Berdasarkan spektra IR Gambar 4.2 dan 4.3 menunjukkan bahwa terdapat serapan vibrasi regangan gugus Si-O dari -Si-O-Si dan vibrasi bengkokan dari gugus Si-O-Si. Dari kedua data tersebut, adanya perbedaan spesifik terdapat pada daerah vibrasi bengkokan dari gugus Si-O-Si dengan panjang gelombang 458,06 sampel tanpa kalsinasi dan 453,24 serta serapan 506,28 menunjukkan regangan asimetri Si-O-Si pada sampel kalsinasi.

Adanya perbedaan gugus fungsi pada sampel, terutama pada vibrasi asimetri Si-O-Si yang dimiliki oleh sampel kalsinasi 1000 °C, intensitas pita serapan tinggi sehingga dapat terbaca pada spektrum IR dan sebaliknya pada tanpa kalsinasi tidak adanya vibrasi asimetri akibat intensitas pita serapan rendah sehingga tidak dapat terbaca. Adapun faktor yang menyebabkan tinggi rendahnya intensitas adalah dari pengaruh pemanasan yang dilakukan pada kalsinasi 1000 °C.

4.2 Studi Pengaruh Konsentrasi HCl Terhadap Sintesis Silika Xerogel

Menurut Jak'far Sodiq [26], silika larut dalam suasana basa dan sulit larut dalam suasana asam. Penambahan pada basa dapat memisahkan silika dengan pengotor sebagai endapan. Dalam penelitian ini, penambahan 32 mL NaOH 1 M dilakukan untuk memperoleh larutan natrium silikat dari disosiasi silika pada larutan NaOH tersebut sesuai persamaan reaksi 4.1:



Selanjutnya dilakukan pemanasan pada suhu tinggi yaitu 210 °C pada *hotplate* menggunakan *stainless stell* dengan waktu pengadukan selama 3 jam dengan penambahan aquades tiap larutan habis. Hal ini dikarenakan, kelarutan silika pada pasir kuarsa dengan larutan NaOH sangat rendah dan hasil uji XRD bahwa silika dalam pasir kuarsa ini tidak dalam bentuk amorf melainkan alpha quartz. Kemudian penggunaan *stainless stell* dalam pemanasan ini menghasilkan kelarutan yang sangat besar yaitu sekitar < 50% baik kalsinasi dan tanpa kalsinasi larut dalam NaOH. Menurut Robbert [24] yang juga menggunakan *stainless stell* ketika melarutkan silika menyatakan tekanan dan temperatur yang tinggi akan dihasilkan kelarutan maksimum yaitu 1660 mg/kg pada suhu 340 °C. Selanjutnya hasil dari ekstraksi pasir kuarsa menggunakan *stainless stell* mendapatkan filtrat berwarna kuning bening dan endapan yang

dihasilkan berwarna coklat gelap dengan berat rata-rata endapan yang dihasilkan adalah $\leq 0,5$ gram dari 1 gram sampel .

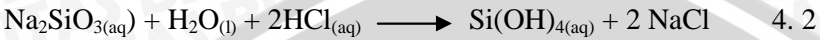
Pada penelitian yang dilakukan dalam variasi ini, dilakukan tahap variasi dengan dua kondisi sampel perlakuan yang berbeda yaitu sampel yang dilakukan kalsinasi pada suhu $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ dan tanpa kalsinasi. Dalam uji dua sampel yang berbeda ini dilakukan untuk menguji optimasi dari kedua sampel didasarkan massa silika xerogel dan luas permukaan silika xerogel serta dilakukan uji BNT untuk mengetahui adanya pengaruh dari masing-masing konsentrasi terhadap hasil yang diperoleh.

Masing-masing sampel (kalsinasi dan tanpa kalsinasi) dilarutkan dalam NaOH 32 mL dan dipanaskan didalam *stainless stell* pada suhu $210\text{ }^{\circ}\text{C}$ dengan pengadukan selama tiga jam, dilakukan pemanasan dengan suhu yang tinggi. Selanjutnya dilakukan penambahan HCl dengan variasi konsentrasi hingga pH sangat asam yang bertujuan memberikan gugus H^+ untuk pembentukan gugus silanol (-Si-OH-) pada gel disertai pengadukan menggunakan magnetik stirer. Selanjutnya didiamkan selama 30 menit sambil diaduk dengan magnetik stirer agar reaksi pembentukan gugus silanol lebih cepat. Kemudian dilakukan penambahan NaOH 1M hingga pH 7 sambil dilakukan pengadukan menggunakan magnetik stirrer dan didiamkan selama 18 jam agar terjadi proses pembentukan polimerisasi gel dengan sempurna, karena menurut Kalapaty [12] pembentukan gel yang optimum berada pada pH 7 dan waktu pematangan gel 18 jam. Silika gel kemudian dikeringkan di dalam oven dengan temperatur $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ selama 18 jam untuk menghilangkan hidrat yang ada dalam gel kemudian ditimbang beratnya dengan neraca analitik untuk mendapatkan data massa silika xerogel. Dari massa yang telah diperoleh dilanjutkan dengan pengukuran luas permukaan menggunakan larutan metilen biru.

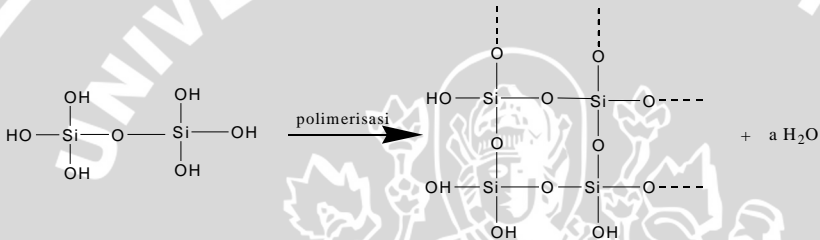
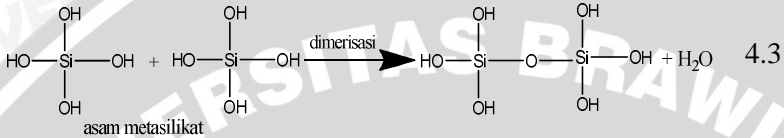
Dari Tabel 4.4 dan 4.5. menyatakan bahwa pada penambahan konsentrasi HCl pada larutan natrium silikat menghasilkan perbedaan volume penambahan HCl dan NaOH. Hal ini disebabkan semakin rendah pH dan semakin kecil konsentrasi HCl yang ditambahkan maka akan semakin banyak volume HCl yang dibutuhkan. Berdasarkan Tabel 4.2 dan 4.3, seiring meningkatnya konsentrasi HCl maka volume penambahan HCl hingga pH 1 semakin menurun dan penambahan NaOH 1 M hingga pH 7 semakin meningkat. Hal ini disebabkan adanya pengaruh laju hidrolisis pada

HCl dengan semakin meningkatnya volume HCl maka laju hidrat semakin menurun maka penambahan volume HCl semakin menurun sesuai reaksi 4.2 dan 4.3.

Reaksi hidrolisis :



Reaksi kondensasi :



Tabel 4. 4. : Pengaruh konsentrasi HCl tanpa kalsinasi

[HCl] M	pH	Volume HCl [mL]	Volume penambahan NaOH pH 7 [mL]	Massa (gram)	Luas permukaan (m ² g ⁻¹)
0,5	1	39,2	2,3	0,225	6,8285
1	1	22,9	2,2	0,225	6,7885
2	1	11,9	4,5	0,34	6,9435

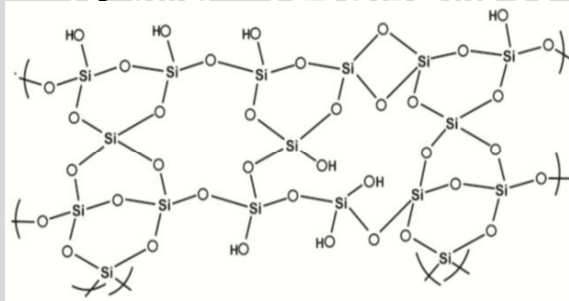
Tabel 4. 5. : Pengaruh konsentrasi HCl dengan kalsinasi 1000 °C

[HCl] M	pH	Volume HCl [mL]	Volume penambahan NaOH 1 M pH 7 [mL]	Massa (gram)	Luas permukaan (m ² g ⁻¹)
0,5	1	39,2	2,3	0,19	9,0595
1	1	22,9	2,2	0,235	7,2525
2	1	11,9	4,5	0,22	8,6685

Selanjutnya bila penambahan asam berlanjut maka konsentrasi $-\text{SiO}-$ berkurang dan $-\text{SiOH}$ bertambah dan berakibat reaksi berlangsung lambat. Hal ini disebabkan, semua gugus $-\text{SiO}$ telah terprotonasi sehingga tidak ada atom O yang efektif untuk menyerang atom Si. Apabila penambahan asam berlanjut terus maka gugus silanol mengalami protonasi dan diikuti oleh pembentukan ion silikonium $-\text{Si}^+$ yang sangat efektif untuk diserang oleh atom O dari gugus silanol dan mekanisme reaksi 2.6 terjadi.

Pada keadaan ini peningkatan konsentrasi asam dapat meningkatkan laju pembentukan gel [25]. Sehingga semakin tinggi konsentrasi asam yang ditambahkan maka pengaruhnya semakin cepat reaksi hidolisis yang terjadi dan pengaruhnya dalam luas permukaan semakin besar akibat banyaknya gugus silanol yang terikat pada larutan metilen biru.

Penambahan asam silikat membentuk *hydrosol*, dan mengalami polimerisasi pada saat kondensasi. Selanjutnya karena air merupakan produk akhir yang dapat menguap maka akan membentuk jaringan tiga dimensi yang kaku akibat ikatan silang polimer dengan pelarut yang dinamakan gel [6].



Gambar 4.4: Polimer yang terbentuk pada jaringan silika [6]

Berdasarkan pengaruh konsentrasi yang ditambahkan terhadap bentuk silika xerogel yang dihasilkan, pada sampel tanpa kalsinasi terlihat bentuknya padat serta sedikit rapuh dan pada sampel kalsinasi terlihat bentuk silika xerogel ada yang padat pada HCl 1 M, pecah-pecah pada HCl 0,5 M dan HCl 2 M serta rapuh dapat dilihat pada Gambar 4.5 tetapi dalam pengaruhnya pada luas permukaan menurut uji BNT, sampel kalsinasi ada pengaruhnya. Hal ini diakibatkan ikatan polimer pada sampel kalsinasi memiliki pori yang besar akibat struktur kristal mendekati keadaan tridimit sedangkan

pada sampel tanpa kalsinasi memiliki pori yang kecil akibat struktur kristal sampel masih dalam fasa quarts.



Gambar 4.5: Pengaruh konsentrasi HCl dan sampel terhadap bentuk gel

Berdasarkan hasil analisis ragam pada uji F untuk mencari pengaruh perlakuan terhadap respon yang diukur sebagaimana ditunjukkan pada (Lampiran B 2.1.2). Data yang diperoleh, hasil dari luas permukaan silika xerogel dan massa silika xerogel menunjukkan data yang signifikan oleh karena itu dilakukan uji BNT untuk mengetahui adanya pengaruh luas permukaan silika xerogel dan massa silika xerogel.

Hasil perhitungan berdasarkan Tabel 2.7. dengan menggunakan uji F diperoleh pada faktor A (pengaruh sampel kalsinasi 1000°C dan tanpa kalsinasi) = 46,83825. Nilai F hitung tersebut lebih besar dari F tabel 5% dan 1% jadi dapat diasumsikan terdapat perbedaan sangat nyata antara perlakuan jenis sampel yang berbeda yaitu kalsinasi dan tanpa kalsinasi pada luas permukaan silika xerogel sedangkan nilai faktor P dapat diasumsikan berbeda nyata konsentrasi HCl terhadap luas permukaan silika xerogel. Nilai interaksi antara jenis sampel dan konsentrasi HCl terdapat berbeda nyata dikarenakan nilai F hitung $>$ F tabel. sehingga ada pengaruh yang nyata pada konsentrasi HCl terhadap luas permukaan silika xerogel.

Selanjutnya hasil perhitungan dari BNT luas permukaan terhadap konsentrasi HCl. Hasil perhitungan BNT pada interaksi pengaruh jenis sampel yang berbeda dan konsentrasi terhadap luas permukaan gel didapatkan hasil interaksi perbedaan nyata pada perlakuan A1P1 yaitu perlakuan kalsinasi dengan konsentrasi HCl 0, 5 M berbeda nyata dengan A2P2 yaitu perlakuan tanpa kalsinasi

dengan konsentrasi HCl 1 M, antara pada perlakuan A1P1 yaitu perlakuan kalsinasi dengan konsentrasi HCl 0,5 M berbeda nyata dengan A2P1 yaitu perlakuan tanpa kalsinasi dengan konsentrasi HCl 0,5 M, antara pada perlakuan A1P1 yaitu perlakuan kalsinasi dengan konsentrasi HCl 0,5 M berbeda nyata dengan A2P3 yaitu perlakuan tanpa kalsinasi dengan konsentrasi HCl 2 M. Berdasarkan uji nilai BNT diketahui konsentrasi HCl yang berpengaruh terhadap luas permukaan silika xerogel adalah pada perlakuan A1P1 yaitu pada sampel kalsinasi dengan konsentrasi HCl adalah 0,5 M. Selanjutnya hasil uji BNT dari massa silika xerogel yang didapatkan, tidak terdapat pengaruh apapun terhadap massa silika xerogel dengan konsentrasi HCl

Berdasarkan hasil data yang didapat diketahui bahwa massa produk yang terbesar dalam sintesis silika xerogel terdapat pada konsentrasi HCl 2M tanpa kalsinasi yaitu 0,36 gram.

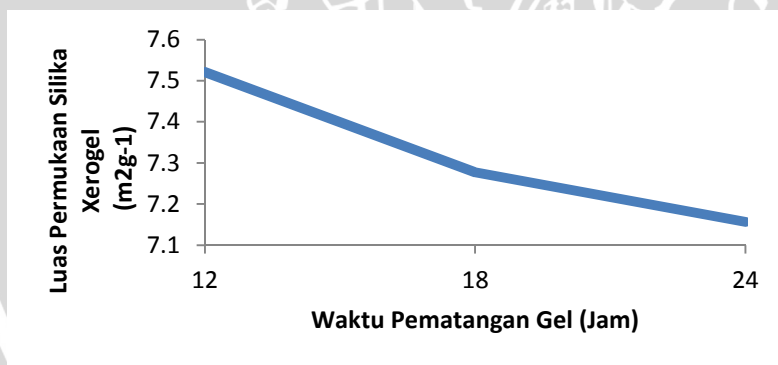
Selanjutnya, pengaruh sampel kalsinasi terhadap luas permukaan yang diperoleh terjadi peningkatan yang spesifik pada konsentrasi 0,5 M HCl dibandingkan tanpa kalsinasi. Hal ini diakibatkan dalam kalsinasi 1000 °C adanya perubahan fasa kristalinitas, sehingga kelarutan dalam NaOH menjadi tinggi. Pada penambahan konsentrasi HCl 0,5 M terjadi proses protonisasi H⁺ sebagian gugus siloksi menjadi gugus silanol kemudian gugus silanol ini akan membentuk polimerisasi pada jaringan silika. Adanya gugus siloksan (Si-O) dimana atom O²⁻ yang terdapat pada gugus siloksan akan berikatan dengan ion N²⁺ dari senyawa metilen biru sehingga terjadi proses adsorpsi. Apabila jumlah O²⁻ pada gugus siloksan lebih banyak, maka kemampuan silika xerogel dalam menyerap metilen biru lebih banyak juga, hal ini disebabkan konsentrasi HCl 0,5 M memprotonasi H⁺ menghasilkan gugus silanol lebih sedikit dibandingkan dan gugus siloksan memiliki atom O²⁻ yang berlimpah. Sehingga dari data yang diperoleh dari uji BNT, bahwa konsentrasi HCl 0,5 M memiliki gugus siloksan yang lebih banyak dibandingkan konsentrasi HCl pada variasi lain sehingga pengaruhnya berada dalam luas permukaan yang didapatkan yaitu 9,059 m²g⁻¹. Massa terbesar pada sampel tanpa kalsinasi yaitu 0,34 gram. Hal ini dikarenakan semakin tinggi konsentrasi asam maka pembentukan gugus silanol dan siloksan dalam pembentukan polimer semakin banyak. Sehingga polimer-polimer saling berikatan satu dengan yang

lain maka rangkaian struktur polimer silika xerogel berpengaruh terhadap massa silika xerogel yang didapatkan

4.3 Studi Optimasi Waktu Pematangan Gel Dalam Hasil Sintesis Silika Xerogel

Hasil optimasi pengaruh konsentrasi HCl terhadap luas permukaan silika xerogel dan massa silika xerogel memberikan pengaruh besar terhadap optimasi waktu pematangan gel terhadap sintesis silika xerogel. Kondisi waktu pematangan memiliki pengaruh besar pada bentuk polimer silika gel [22]. Waktu pematangan pada gel yang masih basah dalam larutan *alcoholic* pada prekursor silika disebabkan adanya proses hidrolisis, kondensasi dan presipitasi pada penambahan monomer kedalam struktur gel.

Berdasarkan Gambar 4.6, grafik yang paling menunjukkan titik tertinggi dalam waktu pematangan gel terdapat pada terdapat pada waktu pematangan gel 12 jam. Hal ini mengindikasikan bahwa adanya gugus -O dari Si-O yang melimpah pada permukaan silika xerogel pada waktu 12 jam ini mamapu untuk menyerap metilen biru.

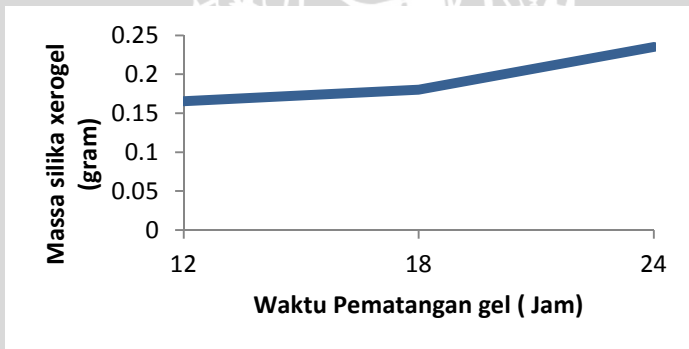


Gambar 4.6: Grafik pengaruh waktu aging terhadap luas permukaan

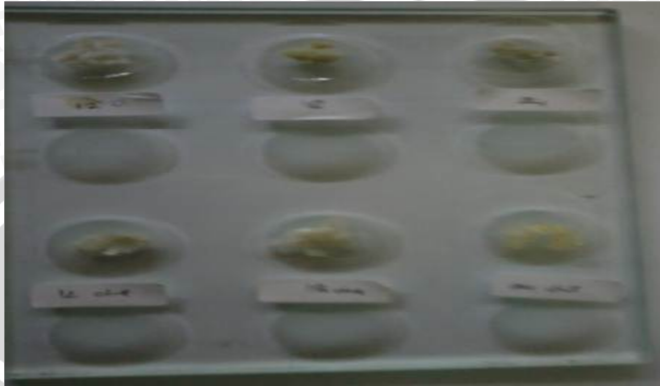
Selanjutnya dari hasil uji F tidak ada pengaruh yang signifikan terhadap massa yang dihasilkan pada massa silika xerogel dan luas permukaan silia xerogel pada waktu pematangan gel. Tetapi dari grafik yang disajikan waktu pematangan gel menunjukkan 12 jam merupakan waktu yang optimum.

Menurut Ram Prasad [4], semakin tinggi kenaikan waktu pematangan gel dapat mengurangi luas permukaan. Hal ini sesuai dengan grafik antara luas permukaan silika xerogel dengan waktu pematangan gel yang dihasilkan. Pada waktu pematangan lebih dari 12 jam, terjadi polimerisasi tarikan yang kuat antara gugus Si-O-Si, selanjutnya akibat interaksi yang sangat kuat pori-pori dalam jaringan gel akan semakin mengecil akibat mengalami pengekrucutan. Sesuai dengan penelitian yang sebelumnya [25], semakin tinggi waktu pematangan maka kekuatan ikatan jaringan gel akan semakin kuat maka akan terjadi pengerutan. Sehingga dalam kemampuannya untuk mengadsorp larutan metilen biru semakin berkurang dengan bertambahnya waktu.

Berdasarkan Gambar 4.7 bahwa massa silika xerogel mengalami peningkatan saat penambahan waktu pematangan gel. Semakin tinggi waktu pematangan gel maka semakin besar massa yang diperoleh. Merujuk dari penelitian yang sebelumnya [25], semakin tinggi waktu pematangan maka kekuatan ikatan jaringan gel akan semakin kuat maka akan terjadi pengerutan, dalam penelitian yang dilakukan ini waktu pematangan gel pada 12 jam menghasilkan silika gel dengan bentuk yang pecah-pecah kemudian 18 jam menghasilkan silika gel dengan bentuk sedikit berkumpul dan 24 jam menghasilkan silika xerogel dengan bentuk tidak pecah-pecah seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.8.



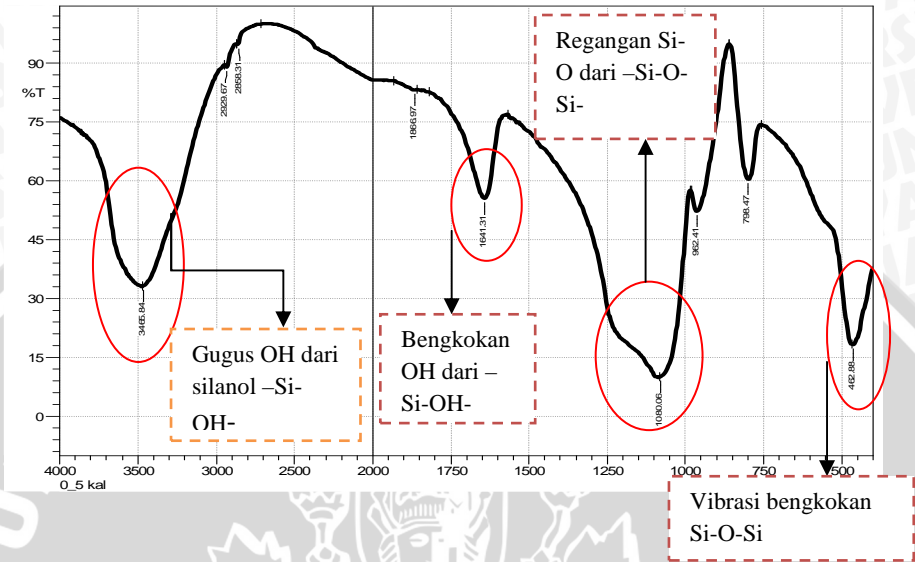
Gambar 4.7: Grafik pengaruh massa silika xerogel terhadap variasi waktu pematangan gel



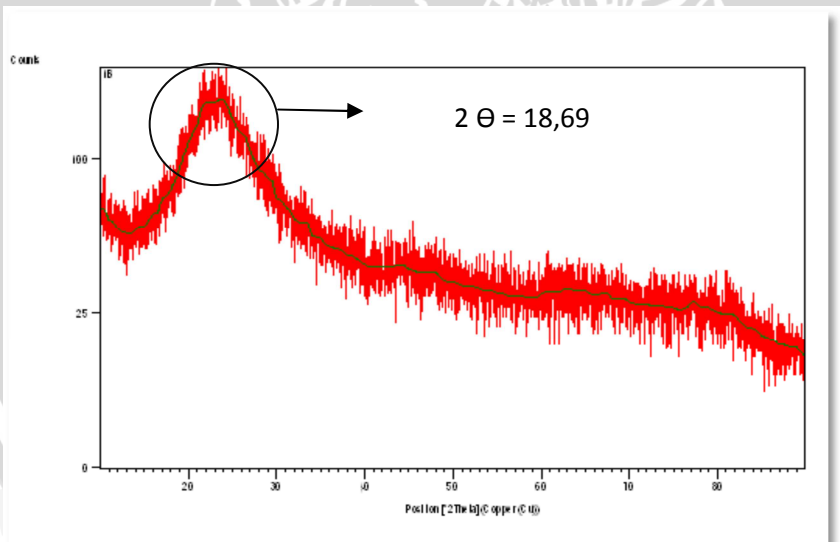
Gambar 4.8: Bentuk silika xerogel berdasarkan waktu pematangan gel

4.4 Karakterisasi Uji Spektronik IR dan XRD pada silika xerogel

Hasil sintesis silika xerogel dengan konsentrasi HCl 0,5 M pada waktu pematangan 12 dikarakterisasi dengan spektronik FT-IR untuk mengetahui gugus yang terdapat pada silika xerogel. Berdasarkan hasil spektra inframerah terhadap sintesis silika xerogel yang dihasilkan bahwa Gambar 4.9 menunjukkan adanya serapan yang melebar di daerah $3468,84 \text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan vibrasi rentangan gugus-OH dari Si-OH. Adanya gugus -OH dipertegas dengan adanya puncak pada spektra inframerah pada bilangan gelombang $1641,31 \text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya bengkokan -OH dari Si-OH. Pada pita serapan $1080,06 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya vibrasi regangan Si-O dari Si-O-Si. Pita serapan yang lain pada $462,88 \text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan vibrasi bengkokan dari Si-O-Si



Gambar 4.9: Spektra IR silika xerogel



Gambar 4.10: Difaktogram silika xerogel hasil sintesis silka xerogel

Berdasarkan uji XRD dari sampel silika xerogel yang diperoleh hasil sintesis silika xerogel, didapatkan difaktogram dengan puncak yang melebar pada $2\theta = 18,69$ dan menunjukkan bahwa silika xerogel yang diperoleh dari hasil sintesis silika xerogel berfasa amorf dengan gambar difaktogram ditunjukkan pada Gambar 4.10.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



BAB V PENUTUP

5.1. Kesimpulan

Berdasarkan hasil dari penelitian sintesis silika xerogel didapatkan:

1. Konsentrasi HCl dan waktu pematangan gel pada sintesis silika xerogel berpengaruh terhadap hasil sintesis silika xerogel. Kondisi optimum yang didapatkan adalah pada konsentrasi HCl 0,5 M dan waktu pematangan gel 12 jam.
2. Hasil karakterisasi XRD menyatakan bahwa silika xerogel dari hasil sintesis menunjukkan fasa amorf. Berdasarkan hasil spektra IR didapat serapan melebar di daerah $3468,84 \text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya gugus OH dari Si-OH dan vibrasi regangan Si-O dari Si-O-Si pada daerah $1080,06 \text{ cm}^{-1}$ dengan warna silika xerogel keruh dan pecah-pecah serta luas permukaan optimum didapatkan $9,0595 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$.

5.2. Saran

Dalam mensintesis silika dari bahan alam harus memahami lebih lanjut tentang sifat bahan alam dalam kelarutannya agar hasil sintesis yang didapatkan lebih optimal.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Akhinov, A. F., D. P. Hati, Nazriati, dan H. Setyawan, 2010, **Sintesis Silika Aeogel Berbasis Abu Bagasse dengan Pengeringan Pada Tekanan Ambient**, *Seminar rekayasa kimia*, Semarang.
- [2] Nuryono dan Narsito, 2004, **Pengaruh Konsentrasi Asam Terhadap Karakter Silika Gel Hasil Sintesis dari Natrium Silikat**, *Indo. J. Chem.*, No.5, Vol.1, halaman 23–30.
- [3] Feng, Y. S. , S. M. Zhou, Y. Li, dan L. D. Zhang, 2002, **Preparation of the SnO₂/SiO₂ Xerogel With A Large Specific Surface Area**, *Journal of Materials Letters* 57 halaman 2409- 2412.
- [4] Prasad, Ram dan M. Pandey, 2012, **Rice Husk Ash as a Renewable Source for the Production of Value Added Silica Gel and its Application: An Overview**, *Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis*, No.7, Vol.1, halaman 1–25.
- [5] Samsudin, A., H. Setyawan, S. Winardia, A. Purwanto dan, R. Balgis, 2009, **A Facile Method For Production Of High-Purity Silica Xerogels From Bagasse Ash**, *Advanced Powder Technology* 20, halaman 468–472.
- [6] Rosmawati A., 2013, **Studi Preparasi Gel pada Sintesis Aerogel Silika dari Lumpur Sidoarjo**, *Skripsi* , FMIPA, Universitas Brawijaya, Malang.
- [7] Niami, Siti Samhatun, 2010, **Sintesis Silika Gel Dari Kaca Menggunakan Natrium Hidroksida Dan Asam Sitrat** *Skripsi* ,FMIPA, Universitas Diponegoro, Semarang.
- [8] Prayogo, Teguh dan B. Budiman, 2009 , **Survei Potensi Pasir Kuarsa Di Daerah Ketapang Propinsi Kalimantan Barat**, *Jurnal Sains dan Teknologi Indonesia* Vol.11, No.2, Halaman 126-132.

- [9] Rahman, Ismail Ab dan V. Padavettan, 2012, **Synthesis of Silica Nanoparticles by Sol-Gel: Size-Dependent Properties, Surface Modification, and Applications in Silica-Polymer Nanocomposites—A Review**, Sevan P. Davtyan, *Journal of Nanomaterials*, Hindawi Publishing Corporation, Malaysia.
- [10] Darmawan, Adi., S. Smart, A. Julbe and J. Carlos Diniz da Costa, 2011, **Iron Oxide Silica Derived from Sol-Gel Synthesis**, *Journal material* 4, halaman 448-456.
- [11] Fairus S., Haryono, M. H. Sugita, dan A. Sudrajat, 2009, **Proses Pembuatan Waterglass Dari Pasir Silika Dengan Pelebur Natrium Hidroksida**, *Jurnal Teknik Kimia Indonesia*, Vol. 8, No.2, halaman 56-62.
- [12] Kalapathy U., A. Proctor, J. Shultz, 1999, **A Simple Method For Production Of Pure Silica From Rice Hull Ash**, *Bioresource Technology* 73, halaman 257-262.
- [13] Hung, C., H. Bai dan M. Karthik, 2008, **Separation and Purification Technology**, *Jurnal Sciencedirect Separation and Purification Technology*, Vol.64, halaman :265-272.
- [14] Bergn, Horacio E., dan W.O. Roberts, 2006, **Colloidal Silica Fundamental And Application**, Taylor and Francis Group LTD, New York.
- [15] Ahola, M. S., E. S. S. Ilynoja, M. H. Raitavo, M. M. Vaahtio, J. I. Salonen, A. U. O. , dan Y. Urpo, 2001, **In Vitro Release Of Heparin From Silica Xerogels**, *Journal of biomaterial* 22, halaman 2163-2170.
- [16] Royan, A., F. Harmnsyah, N. A. Rahman, H. Setyawan, dan M. Yuwana, 2012, **Pembuatan Silika Gel dari Abu Bagasse yang Dicangkok Gugus Amine Secara In-situ Sebagai Adsorben Gas Karbon Dioksida (CO₂)**, *Jurnal teknik pomits* Vol.1, No.1, halaman 1-4.
- [17] Siswanto, Moh. Hamzah, Mahendra A., dan Fausiah, 2012, **Perekayasa Nanosilika Berbahan Baku Silika Lokal Sebagai Filler Kompon Karet Rubber Air Bag**

Peluncur Kapal Dari Galangan, *Prosiding InSINas*, Jakarta, 29-30 Nop 2012.

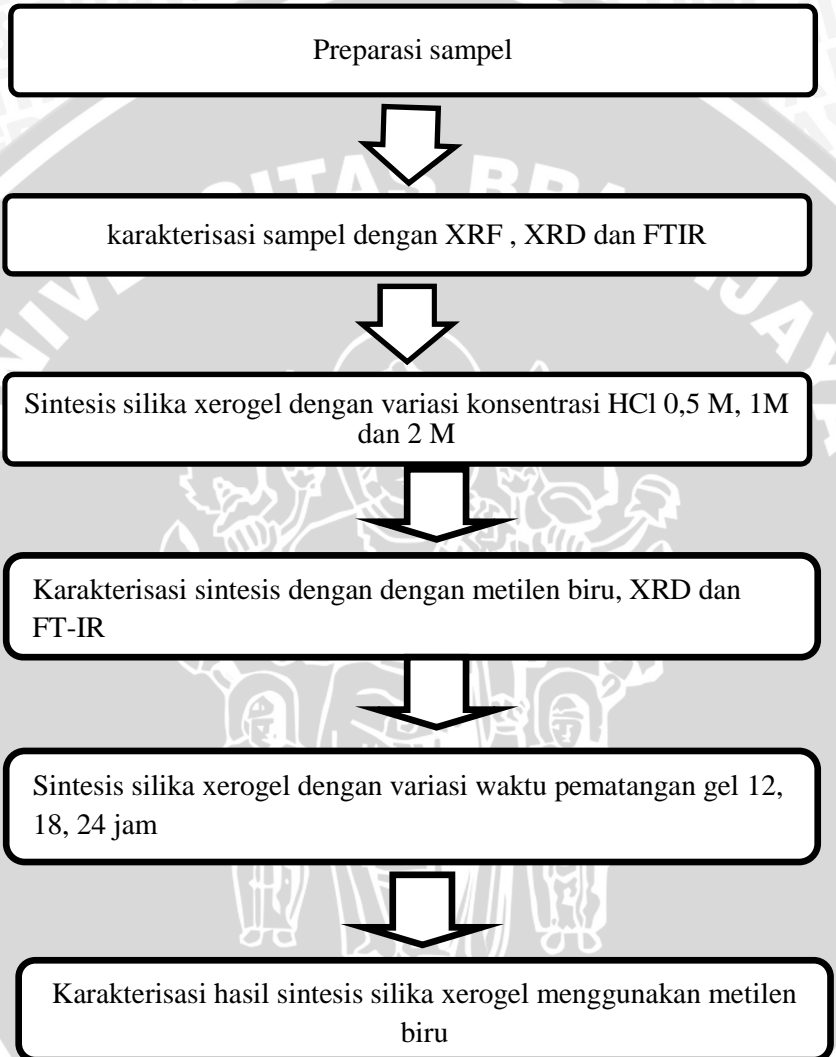
- [18] Masmui dan Nandang Suhendra, 2012, **Pembuatan Prototipe Metal Silikon Untuk Bahan Baku Sel Surya, *Prosiding InSINas*, Jakarta.**
- [19] Royani, Achmad, F. Harmansyah, N. A. Rahman, H. Setyawan dan M. Yuwana, 2012, **Pembuatan Silika Gel dari Abu Bagasse yang Dicangkok Gugus Amine Secara In-situ Sebagai Adsorben Gas Karbon Dioksida (CO₂), *Jurnal teknik pomits* vol. 1, No. 1, halaman 1-4.**
- [20] Enyamaia, Suhanda Dan N. Suliastarihani, 1998 , **Pembuatan Silika Gel Kering Dari Sekam Padi Untuk Bahan Pengisi Karet Ban, *Jurnal keramik dan gelas Indonesia*, Vol. 7, No 1 dan 2.**
- [21] Fernandez R. B., 2012, **Sintesis Nanopartikel Sio₂ Menggunakan Metoda Sol-Gel Dan Aplikasinya Terhadap Aktifitas Sitotoksik Sel, *Skripsi*, FMIPA ,Program Pascasarjana, Universitas Andalas, Padang.**
- [22] Salazar, A. C. D., 2011, **Development of Silica Containing Materials For the Adsorption of Organic Compounds, *Thesis*, Department of Chemical Engineering, Faculty of Engineering and Architecture, National University of Colombia, Manizales, Columbia.**
- [23] Fessenden, R.J., 2010, **Dasar- Dasar Kimia Organik** (alih bahasa), Binarupa Aksara, Tangerang
- [24] Fournier, Robert O., dan J.J. Rowe, 1977, **The Solubility of Amorphous Silica in Water at High Temperatures and High Pressures, *American Mineralogist*, Vol. 62, halaman 1052-1056.**
- [25] Asy'hari, Khoirul Anwar dan Afifudin Amirulloh, 2011 **Sintesa Silika Gel dari Geothermal Sludge dengan Metode Caustic Digestion, *Thesis*, Jurusan Teknik Kimia, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.**

- [26] Sodiq, J. Muhammad, 2012 , **Studi Sintesis Nanopartikel SiO₂ dari Lumpur Lapindo**, *Skripsi*, FMIPA, Universitas Brawijaya, Malang.
- [27] Widodo,S., 2010 , **Teknologi Sol Gel Pada Pembuatan Nano Kristalin Metal Oksida Untuk Aplikasi Sensor Gas**, *Seminar rekayasa kimia dan proses* ,ISSN : 1411-4216
- [28] Feng, Y. S., S. M. Zhou, Y. Li, and L. D. Zhang, 2002, **Preparation of the SnO₂/SiO₂ Xerogel With A Large Specific Surface Area**, *Journal of Materials Letters* 2409- 2412.
- [29] Anonymous, 2013, **Makalah Kuarsa**, <http://www.scribd.com>, diakses tanggal 20 Februari 2103.
- [30] Yusmaniar dan B. Soegijono, 2007, **Pengaruh Suhu Pemanasan Pada Sintesis Silika Dari Abu Sekam Padi**, *Jurnal SainsMateri Indonesia*, hal : 115 – 117.
- [31] Hadi, S., Munasir dan Triwikantoro, 2011, **Sintesis Silika Berbasis Pasir Alam Bancar Menggunakan Metode Kopresipitasi**, *Thesis*, FMIPA, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
- [32] Settle F. A., 1997, **Hanbook of Insrumental Tecniques for Analytical Chemistry**, Prentience Hall. Inc, New Jersey Prentience Hall. Inc, New Jersey
- [33] Rouessac, F. and A. Rouessac., 2007, **Chemical Analysis (Moderen Instrumentation Method and Techniques) second edition**, Jon wiley and sons, England.
- [34] Afifah, K. N., 2011, **Uji Fotokatalis TiO₂-Bentonit untuk Degradasi Senyawa Pewarna Metil Orange dengan Menggunakan Sinar UV**, *Skripsi*, Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Brawijaya, Malang.
- [35] Widihati ,I. A. G., O. Ratnayani, dan Y. Angelina, 2010, **Karakterisasi Keasaman Dan Luas Permukaan Tempurung Kelapa Hijau (Cocos Nucifera) Dan Pemanfaatannya Sebagai Biosorben Ion Cd²⁺**, Vol 7-14

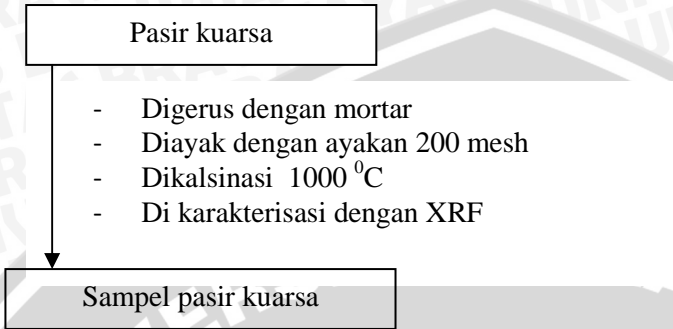
- [36] Hubbard, Camden R., 1981, **Standard X-ray Diffraction Powder Patterns Section 18 Data for 58 Substances**, U.S. department of commerce, Malcolm Baldrige, Secretary, Washington.
- [37] Iler Ralph K., 1978, **The Chemistry Of Silica Solubility, Polymerization, Colloid and Surface Properties, and Biochemistry**, John wiley & sons, New York
- [38] Asmuni, 2012, **Karakterisasi Pasir Kuarsa(SiO₂) Dengan Metode XRD**
- [39] K.,Jamaluddin, 2010, **X-RD (X-Ray Diffractions)**, makalah fisika material Universitas Haluoleo, Kendari
- [40] Wahyuni, Menik Sri., dan Erna Hastuti, 2010, **Karakterisasi cangkang kerang menggunakan XRD dan X-RAY Physic Basic Unit**, *Jurnal Neutreno*, Vol 3 No 1.
- [41] Hamdani, S., 2013, **Spektrofotometri UV-Vis**, <http://catatankimia.com/catatan/spektrofotometri-uv-vis.html>, diakses tanggal 30 Juli 2103.

Lampiran A

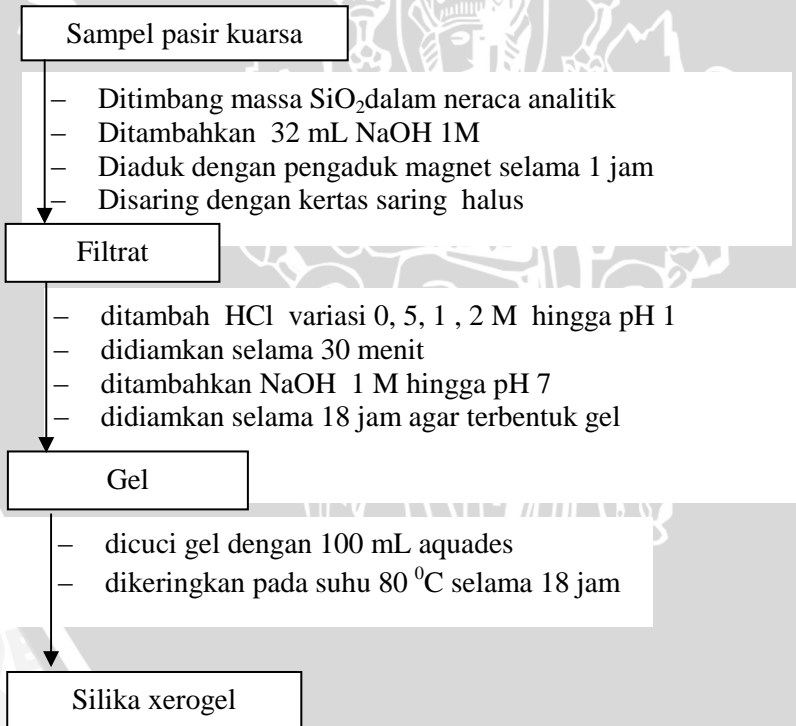
Tahapan penelitian yang dilakukan



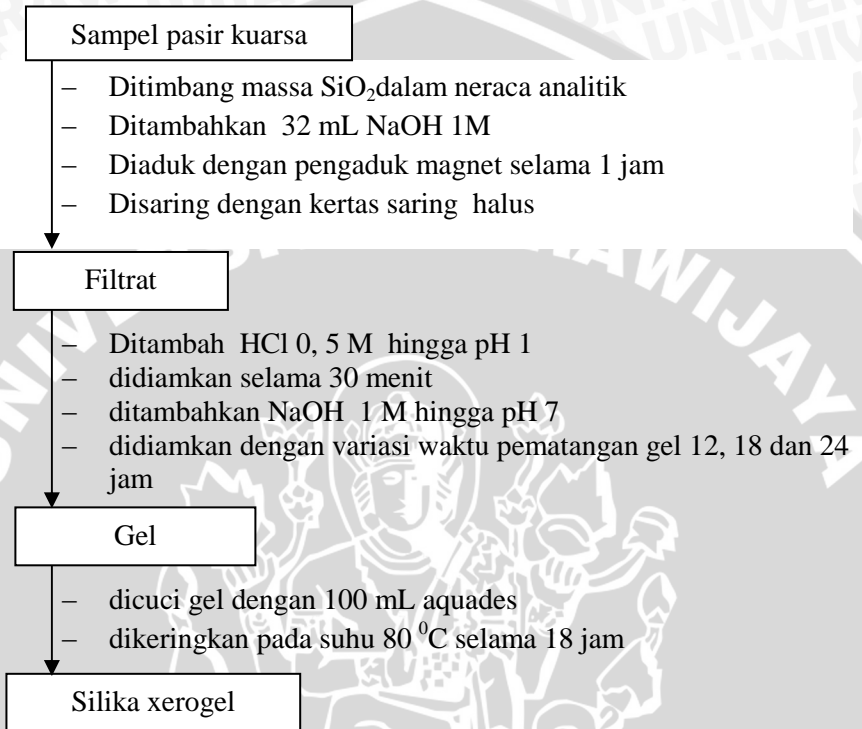
A.1 Preparasi sampel



A. 2 Sintesis Silika Xerogel variasi HCl dengan sampel kalsinasi dan tanpa kalsinasi



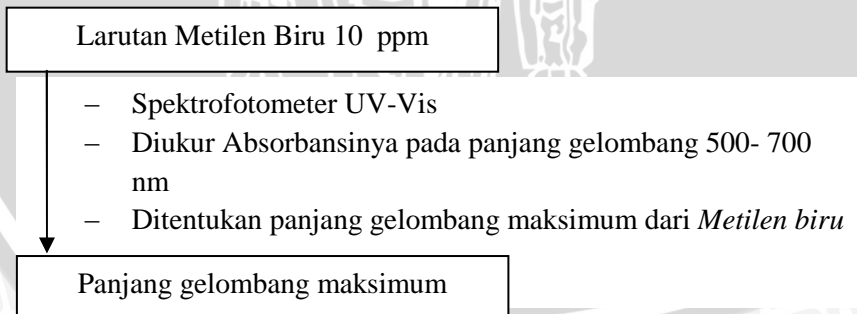
A.3 Sintesis Silika Xerogel variasi waktu pematangan 12,18, dan 24 jam



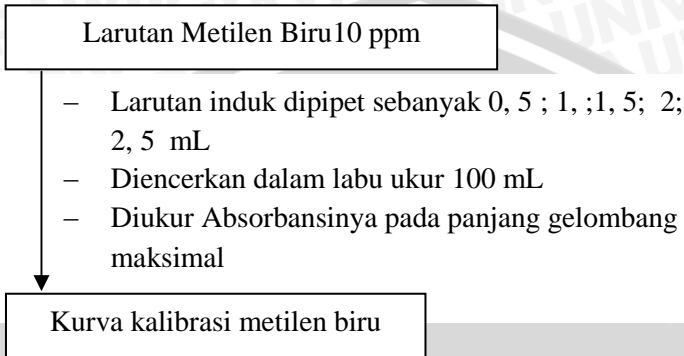
A.4. Karakterisasi Silika Xerogel

A.4.1. Penentuan Luas Permukaan Spesifik dengan Metilen Blue

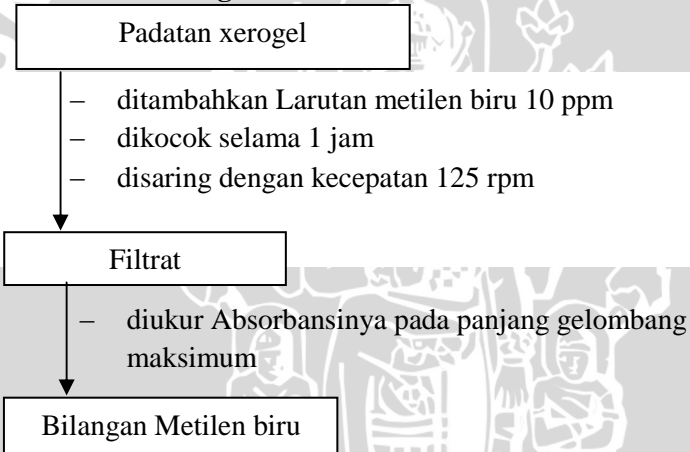
A.4.1.1. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum



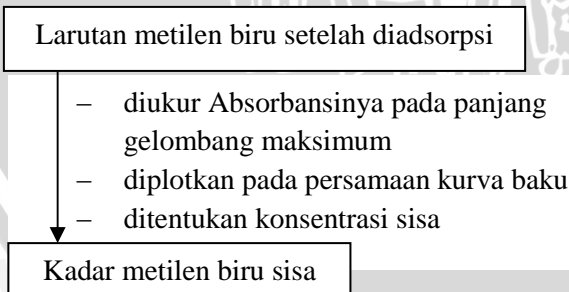
A.4.1.2. Pengukuran Kurva Baku Metilen biru



A.4.1.3. Penentuan Bilangan Metilen biru



A.4.1.4. Penentuan Kadar Metilen biru Sisa



Lampiran B: Perhitungan

B.1. Perhitungan Pembuatan Larutan

B.1.1. Perhitungan Pembuatan Larutan NaOH 1 M

Perhitungan dalam mengetahui massa NaOH 1 M yang digunakan melalui perbandingan mol yang diasumsikan dengan: massa sampel yang digunakan 1 gram, kandungan Si dalam sampel pasir kuarsa 96%. Jadi massa silika dalam pasir adalah 1gram x 96% = 0,96 gram.

$$\begin{aligned}\text{Mol SiO}_2 &= 0,96 \text{ gram} / 64 \text{ gram. mol}^{-1} \\ &= 0,016 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Mol NaOH} &= 2 \times \text{mol silika} \\ &= 2 \times 0,016 \text{ mol} \\ &= 0,032 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Untuk larutan NaOH 1 mol/L} &= 0,032 \text{ mol} \times a \text{ L} \\ &= 0,032 \text{ L} \\ &= 32 \text{ mL}\end{aligned}$$

B.1.2. Perhitungan Pembuatan Larutan HCl 0,5 M

Pembuatan HCl 0,5 M dengan BM HCl = 36,45 gram mol⁻¹ pada HCl pekat 37% dilarutkan dalam 100 mL aquades dengan banyaknya volume HCl yang digunakan pada perhitungan berikut:

$$\begin{aligned}\text{Mol HCl} &= [\text{HCl yang digunakan}] \times 0,1 \text{ L} \\ &= 0,5 \text{ mol. L}^{-1} \times 0,1 \text{ L} \\ &= 0,05 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa HCl} &= \text{mol HCl} \times \text{BM} \\ &= 0,05 \text{ mol} \times 36,45 \text{ gram. mol}^{-1} \\ &= 1,8225 \text{ gram}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Volume HCl} &= \frac{\text{massa HCl}}{37\% \times BJ} \\ &= \frac{1,8225 \text{ gram}}{0,37 \text{ gram} \times 1,1991 \text{ ml}} \\ &= 4,14 \text{ mL}\end{aligned}$$

B.1.3. Perhitungan Pembuatan Larutan HCl 1 M

Pembuatan HCl 1 M dengan BM HCl = 36,45 gram mol⁻¹ pada HCl pekat 37% dilarutkan dalam 100 mL aquades dengan banyaknya volume HCl yang digunakan pada perhitungan berikut

$$\begin{aligned}\text{Mol HCl} &= [\text{HCl yang digunakan}] \times 0,1 \text{ L} \\ &= 1 \text{ mol. L}^{-1} \times 0,1 \text{ L}\end{aligned}$$

$$= 0,1 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa HCl} &= \text{mol HCl} \times \text{BM} \\ &= 0,1 \text{ mol} \times 36,45 \text{ gram. mol}^{-1} \\ &= 0,1 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Volume HCl} &= \frac{\text{massaHCl}}{37\% \times \text{BJ}} \\ &= \frac{0,1 \text{ gram}}{0,37 \text{ gram} \times 1,1991 \text{ ml}} \\ &= 8,27 \text{ mL} \end{aligned}$$

B.1.4. Perhitungan Pembuatan Larutan HCl 2 M

Pembuatan HCl 2 M dengan BM HCl = 36,45 gram mol⁻¹ pada HCl pekat 37% dilarutkan dalam 100 mL aquades dengan banyaknya volume HCl yang digunakan pada perhitungan berikut:

$$\begin{aligned} \text{Mol HCl} &= [\text{HCl yang digunakan}] \times 0,1 \text{ L} \\ &= 2 \text{ mol. L}^{-1} \times 0,1 \text{ L} \\ &= 0,2 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa HCl} &= \text{mol HCl} \times \text{BM} \\ &= 0,2 \text{ mol} \times 36,45 \text{ gram. mol}^{-1} \\ &= 7,29 \text{ gram} \end{aligned}$$

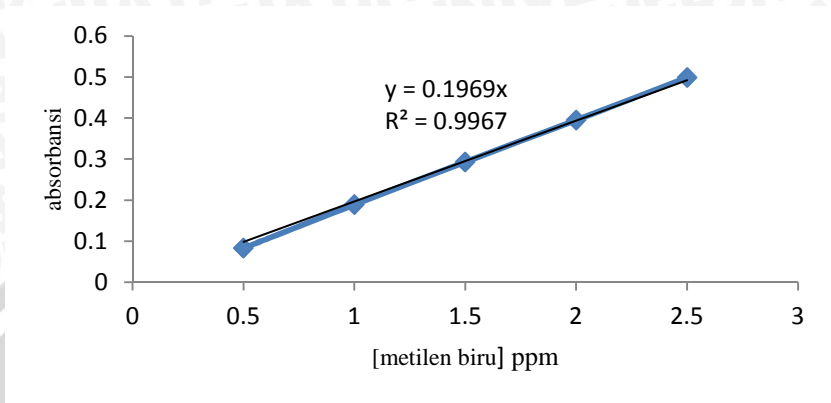
$$\begin{aligned} \text{Volume HCl} &= \frac{\text{massaHCl}}{37\% \times \text{BJ}} \\ &= \frac{7,29 \text{ gram}}{0,37 \text{ gram} \times 1,1991 \text{ ml}} \\ &= 16,6 \text{ mL} \end{aligned}$$

B.2. Data kurva standar Metilen biru

Panjang gelombang maksimum 664, 4

Tabel B.2: Absorbansi larutan standar dari *Metilen biru*

[<i>Metilen biru</i>] ppm	Absorbansi
0,5	0,083
1	0,189
1,5	0,293
2	0,395
2,5	0,499



Gambar B.2 : Grafik data kurva standar dari larutan metilen biru

B. 2.1. Perhitungan

B.2.1.1.2. Perhitungan Luas Permukaan Pada Sampel Pasir Kuarsa

Persamaan regresi linier : $y = 0,1969x$
 Berat sampel : 0,100 g
 Absorbansi : 0,201
 Konsentrasi metilen biru awal : 10 ppm

Konsentrasi metilen biru akhir :

$$y = 0,1969x$$

$$0,201 = 0,1969x$$

$$x = \frac{0,201}{0,1969} = 1,02 \text{ ppm}$$

Konsentrasi MB teradsorpsi = konsentrasi metilen biru awal – akhir
 $= (10 - 1,02) \text{ ppm}$
 $= 8,98 \text{ ppm}$

Massa metilen biru terserap (Q_e) =

$$Q_e = \frac{8,98 \text{ mg/L} \times 0,025 \text{ L}}{0,1648 \times 10^3 \text{ mg}} = 2,245$$

Luas permukaan sampel (S_t) =

$$S_t = \frac{2,245 \times 6,02 \times 10^{-3} \text{ mol}^{-1} \times 197,20 \text{ m}^2}{319,86 \text{ g/mol}} = 8,331 \text{ m}^2/\text{g}$$

Jadi, luas permukaan sampel dengan menggunakan bilangan metilen biru sebesar 8,331 m²/g

Tabel B.3. : Penentuan Luas Permukaan dengan konsentrasi HCl pada sampel kalsinasi

[HCl] M	Massa Xerogel (gram)	Absorbansi	Fp	[Sisa]M	Qe (mg/gram)	Luas Permukaan (m ² g ⁻¹)
0,5 (1)	0,1	0,201	1	1,021	2,245	8,331
0,5 (2)	0,1	0,068	1	0,345	2,414	8,958
1 (1)	0,1	0,267	1	1,356	2,161	8,020
1(2)	0,1	0,087	5	2,209	1,948	7,229
2(1)	0,1	0,263	1	1,336	2,166	8,039
2(2)	0,1	0,054	1	0,274	2,431	9,024

Tabel B.4. : Penentuan Luas Permukaan dengan konsentrasi HCl pada sampel tanpa kalsinasi

[HCl]M	massa xerogel (gram)	Absorbansi	Fp	[Sisa]M	Qe (mg/gram)	Luas Permukaan (m ² g ⁻¹)
0,5 (1)	0,1	0,182	1	0,924	1,939	7,197
0,5 (2)	0,1	0,365	1	1,854	1,741	6,460
1 (1)	0,1	0,304	1	1,544	1,807	6,706
1(2)	0,1	0,263	1	1,336	1,851	6,871
2(1)	0,1	0,153	1	0,777	1,971	7,314
2(2)	0,1	0,337	1	1,712	1,771	6,573

Tabel B.5: Penentuan Luas Permukaan Pada Waktu Pematangan Gel

massa xerogel (gram)	absorbansi	F p	[M]	[sisa] M	Qe(mg/ gram)	Luas permukaan (m ² g ⁻¹)
0, 1088	0, 17	1	0, 863	0, 863	2, 099	7, 791
0, 1079	0, 091	5	0, 462	2, 310	1, 781	6, 612
0, 1017	0, 459	1	2, 331	2, 331	1, 885	6, 996
0, 1025	0, 392	1	1, 990	1, 990	1, 953	7, 250
0, 1021	0, 248	1	1, 259	1, 259	2, 140	7, 943
0, 1093	0, 272	1	1, 381	1, 381	1, 971	7, 316

B.2.1.2 Analisa Penentuan Optimasi Luas Permukaan Terhadap Konsentrasi HCl

Tabel B.6. : Data Hasil Perhitungan Luas Permukaan silika xerogel pada sampel kaslinasi dan tanpa kalsinasi

Perlakuan	[HCl] M	Ulangan Luas permukaan (m ² g ⁻¹)		Total Luas permukaan (m ² g ⁻¹)	Rerata Luas permukaan (m ² g ⁻¹)
		I	II		
Kalsinasi	0,5	9,161	8,958	18,119	9,0595
	1	7,276	7,229	14,505	7,2525
	2	8,313	9,024	17,337	8,6685
Tanpa kalsinasi	0,5	7,197	6,46	13,657	6,8285
	1	6,706	6,871	13,577	6,7885
	2	7,314	6,573	13,887	6,9435

Tabel B.6.1. : Data Total Hasil Perhitungan Luas Permukaan silika xerogel

Faktor P [HCl] M	Faktor A : Luas permukaan (m ² g ⁻¹)		Total	Rerata
	A1 (kalsinasi)	A2 (Tanpa Kalsinasi)		
P1	18,119	13,657	31,776	15,888
P2	14,505	13,577	28,082	14,041
P3	17,337	13,887	31,224	15,612
Total	49,961	41,121	91,082	
rerata	24,9805	20,5605		

Catatan : Faktor A = luas permukaan silika xerogel m²g⁻¹

Faktor P = [HCl] M

Perhitungan :

$$\text{Faktor Koreksi (FK)} = \frac{(\text{Total})^2}{\text{banyaknya pengamatan (r.a.b)}} = \frac{(91,082)^2}{(2.2.3)} = 691,3276$$

$$\text{JKT} = \text{Jumlah kuadrat nilai pengamatan} - \text{FK} = 702,3153 - 691,3276 = 10,987$$

$$\text{JKPerlakuan} = \frac{(\text{jumlah Total Perlakuan})^2}{r} - \text{FK} = 701,4811 - 691,3276 = 10,15349$$

$$\text{JKG} = \text{JKT} - \text{JKP} = 10,987 - 10,15349 = 0,834207$$

$$\text{JKA} = \frac{(\text{jumlah Total Taraf Faktor A})^2}{r.b} - \text{FK} = \frac{(41,121)^2}{6} - 691,3276 = 6,512133$$

$$\text{JKP} = \frac{(\text{jumlah Total Taraf Faktor P})^2}{r.a} - \text{FK} = \frac{(49,961)^2}{4} - 691,3276 = 1,985$$

$$JKAP = JKPerlakuan - JKA - JKB = 10,15349 - 6,512133 - 1,985 = 1,6561$$

Tabel B.6.2. : Tabel sidik Ragam

SK	DB	JK	KT	F _{HITUNG}	F _{TABEL} 5%	F _{TABEL} 1%
PERLAKUAN	5	10,15	2,03	14,61	4,39	
FAKTOR A	1	6,51	6,51	46,84**	5,99	13,75
FAKTOR P	2	1,99	0,99	7,14*	5,74	10,92
AP	2	1,7	0,83	5,96*	5,74	10,92
GALAT	6	0,83	0,14			
TOTAL	11					

**=sangat berbeda nyata, *= berbeda nyata

Hasil F hit > F tabel, maka terima Ho maka pengaruh variasi sampel dan konsentasi HCl berpengaruh terhadap luas permukaan silika xerogel maka dilanjutkan analisa uji BNT untuk mengetahui variasi yang berpengaruh.

Keterangan : Faktor A = luas permukaan silika xerogel m²g⁻¹

Faktor P = [HCl] M

Pergitungan BNT :

$$\begin{aligned} SED &= \frac{\sqrt{2 \times KT \text{ acak}}}{r} \\ &= \frac{\sqrt{2 \times 0,139035}}{2} \\ &= 0,728 \end{aligned}$$

Perlakuan A :

$$\begin{aligned} \text{BNT } 5\% &= 5,99 \times 0,3728 \\ &= 2,233511 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{BNT } 1\% &= 13,75 \times 0,3728 \\ &= 5,127008 \end{aligned}$$

Perlakuan B :

$$\begin{aligned} \text{BNT } 5\% &= 5,74 \times 0,3728 \\ &= 2,140293 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{BNT } 1\% &= 10,92 \times 0,3728 \\ &= 4,071776 \end{aligned}$$

Perlakuan AP :

$$\begin{aligned} \text{BNT } 5\% &= 5,74 \times 0,3728 \\ &= 2,140293 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{BNT } 1\% &= 10,92 \times 0,3728 \\ &= 4,071776 \end{aligned}$$

Tabel B.6.3. : Tabel Analisis BNT jenis sampel kalsinasi dan tanpa kalsinasi terhadap luas permukaan silika xerogel

Rerata	A2 =20,5605	A1 = 24,9805	Notasi
A2 = 20,5605			a
A1 = 24,9805	4,42*		b

*= berbeda nyata

Keterangan : A1 = Luas permukaan (m^2g^{-1}) dengan sampel kalsinasi
A2 = Luas permukaan (m^2g^{-1}) dengan sampel tanpa kalsinasi

Tabel B.6.4. : Tabel analisis BNT Konsentrasi HCl terhadap luas permukaan silika xerogel

rerata	P2 =14,041	P3 =15,615	P1=15,888	notasi
P2=14,041				a
P3=15,615	1,574			b
P1=15,888	1,847	0,273		c

Keterangan : P1 = Luas permukaan (m^2g^{-1}) dengan [HCl] 0,5 M
P2 = Luas permukaan (m^2g^{-1}) dengan [HCl] 1 M
P3 = Luas permukaan (m^2g^{-1}) dengan [HCl] 2 M

Tabel B.6.5. : Analisis interaksi jenis sampel dan luas permukaan silika xerogel

rerata	6,7885 A1P2	6,8285 A1P1	6,9435 A1P3	7,2525 A2P2	8,6685 A2P3	9,0595 A2P1	notasi
6,7885 A1P2							a
6,8285 A1P1	0,04						b
6,9435 A1P3	0,155	0,115					c
7,2525 A2P2	0,464	0,424	0,309				d
8,6685 A2P3	1,88	1,84	1,725	1,416			e
9,0595 A2P1	2,271*	2,231	2,116	1,807	0,391		f

*= berbeda nyata

B.2.1.3 Analisa penentuan optimasi luas permukaan terhadap waktu aging

Tabel B.7 : Luas permukaan hasil sintesis silika xerogel terhadap waktu aging

Waktu pematangan	Luas permukaan (m ² g ⁻¹)		Total	Rata - rata
	I	II		
12.00	7,792	7,250	15,042	7,521
18.00	6,612	7,943	14,555	7,278
24.00	6,997	7,316	14,313	7,157
		total	43,910	21,955

Selanjutnya dilakukan uji F untuk mengetahui adanya pengaruh pada masing- masing perlakuan

Perhitungan :

$$\text{Faktor Koreksi (FK)} = \frac{(\text{Total})^2}{\text{banyaknya pengamatan (r.a.b)}} = \frac{(43,910)^2}{(2.2.3)} = 321,354$$

$$\text{JKT} = \text{Jumlah kuadrat nilai pengamatan} - \text{FK} = 322,575 - 321,354 = 1,221$$

$$\text{JKPerlakuan} = \frac{(\text{jumlah Total Perlakuan})^2}{r} - \text{FK} = 321,492 - 321,354 = 0,138$$

$$\text{JKG} = \text{JKT} - \text{JKP} = 1,221 - 0,138 = 1,084$$

KT Perlakuan

c. $\text{KT Perlakuan} = \text{JKP/Db perlakuan} = 0,138/2 = 0,069$

d. $\text{KT Galat Percobaan} = \text{JKG/Db Percobaan} = 1,084/3 = 0,361$

$$F_{\text{hitung}} = \text{KT Perlakuan/ KT Galat Percobaan} = 0,069/0,361 = 0,191$$

$$F_{\text{tabel } 5\%} = 9,55$$

Berdasarkan analisa diatas, $F_{\text{hitung}} < F_{\text{tabel}}$ maka tolak H_0 maka variasi waktu pematangan terhadap luas permukaan silika xerogel tidak berpengaruh

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

