

**Pengaruh pH dan Waktu *Aging* dalam Sintesis Silika Xerogel  
Berbasis Sekam Padi**

**SKRIPSI**

**Oleh:**

**IRA MARDIANA**

**0910923045**



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

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



**Pengaruh pH dan Waktu *Aging* dalam Sintesis Silika Xerogel  
Berbasis Sekam Padi**

**SKRIPSI**

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

Oleh:

**IRA MARDIANA**

**0910923045**



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

## LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

**Pengaruh pH dan Waktu *Aging* dalam Sintesis Silika Xerogel Berbasis Sekam Padi**

**Oleh:**

**IRA MARDIANA**

**0910923045**

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

Pembimbing I

Pembimbing II

Dra. Sri Wardhani, M.Si  
NIP. 196802261992032001

Drs. Dinar Purwonugroho, M.Si  
NIP. 196006101992031002

Mengetahui  
Ketua Jurusan Kimia  
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

Dr. Edi Priyo Utomo, MS  
NIP. 195712271986031003

## LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Ira Mardiana

NIM : 0910923045

Jurusan : Kimia

Penulis skripsi berjudul:

Pengaruh pH dan Waktu *Aging* dalam Sintesis Silika Xerogel Berbasis Sekam Padi

Dengan ini menyatakan bahwa:

1. Isi dari skripsi yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang termaktub diisi 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.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, 30 Juli 2013

Yang menyatakan,

Ira Mardiana

0910923045

# Pengaruh pH dan Waktu *Aging* dalam Sintesis Silika Xerogel Berbasis Sekam Padi

## ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian tentang sintesis silika xerogel dari sekam padi dengan metode sol gel menggunakan prekursor natrium silikat. Tujuan penelitian ini adalah untuk mempelajari pengaruh pH dan waktu *aging* serta mengetahui karakter silika xerogel. Natrium silikat disintesis dari  $\text{SiO}_2$  dengan NaOH pada temperatur  $95^\circ\text{C}$  selama 1 jam. Natrium silikat diasamkan dengan HCl sampai pH 1 sehingga dihasilkan sol. Sol didiamkan dengan variasi waktu *aging* 12, 18 dan 24 jam. Silika gel yang dihasilkan dikeringkan pada temperatur  $80^\circ\text{C}$  selama 18 jam sehingga diperoleh xerogel. Karakterisasi silika xerogel yang dilakukan adalah menentukan luas permukaan dan kemurniannya. Luas permukaan ditentukan dengan metilen biru dan kemurnian secara gravimetri. Identifikasi gugus fungsi dan struktur kristal dilakukan menggunakan FTIR dan XRD. Hasil penelitian menunjukkan bahwa sintesis silika xerogel terjadi pada pH optimum 6 dengan waktu *aging* optimum 12 jam. Hasil karakterisasi silika xerogel pada keadaan optimum menunjukkan bahwa luas permukaan sebesar  $4,24\text{ m}^2/\text{g}$  dengan kemurnian 98,06%. Spektra IR dan data XRD menunjukkan bahwa silika xerogel hasil sintesis mengandung gugus silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si) dan berstruktur amorf.

Kata kunci: silika, xerogel, sol gel

# Influence pH and Time Aging in Synthesis Xerogel Silica from Rice Hull

## ABSTRACT

Synthesis of xerogel silica from rice hull by sol gel method using precursor sodium silicate has been conducted. The influence of pH and time aging was investigated as well as the character xerogel silica. The precursor sodium silicate can be synthesized from silica with NaOH at 95 °C for 1 h. The sodium silicate acidified with HCl until pH 1. Futher pH raised used NaOH with variation pH 6, 7 and 8 to produce sol. The sol rested with variation time aging 12, 18 and 24 h. The silica gel produced were heated at 80 °C for 18 h to obtained xerogels. Characterization of xerogel silica was determination of surface area and purity. Surface area determined with methylene blue and purify with gravimetric. Identification of functional group and crystal structure were identified using FTIR and XRD. Result showed that synthesis xerogel silica occurred optimum pH 6 and optimum time aging 12 h. The optimum condition surface area was 4,24 m<sup>2</sup>/g with purity 98,06%. Based on the IR spectra and XRD data could concluded that the synthetic xerogel silica contained silanol (Si-OH) and siloxane (Si-O-Si) and were amorphous.

Keywords: silica, xerogel, sol gel

## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa. Atas berkat rahmat, karunia serta hidayah-Nya, tugas akhir dengan judul **“Pengaruh pH dan Waktu *Aging* dalam Sintesis Silika Xerogel Berbasis Sekam Padi”** ini dapat diselesaikan, sebagai salah satu persyaratan dalam mendapatkan gelar Sarjana Sains di Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya.

Tugas akhir ini dapat diselesaikan oleh penulis juga berkat dukungan dari semua pihak. Penulis menyampaikan terima kasih kepada:

1. Dra. Sri Wardhani, M.Si, selaku dosen pembimbing I, dan Drs. Danar Purwonugroho, M.Si selaku dosen pembimbing II, yang telah banyak meluangkan waktu serta memberikan bimbingan dalam menyelesaikan tugas akhir ini.
2. Dr. Edi Priyo Utomo, MS selaku Ketua Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Brawijaya Malang, yang memberikan fasilitas kepada penulis selama masa studi.
3. Seluruh Bapak dan Ibu dosen yang selama ini membimbing penulis.
4. Seluruh staf pengajar dan karyawan Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya, atas semua bantuannya selama masa studi penulis.

Akhirnya, dengan segala keterbatasan dan kekurangan, penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari kata sempurna. Dengan kerendahan hati, penulis berharap skripsi ini dapat memberikan sumbangan yang bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan

Malang, 30 Juli 2013

Penulis



3.4.1	Preparasi Abu Sekam Padi	16
3.4.2	Ekstraksi Silika dari Abu Sekam Padi	17
3.4.3	Pembuatan Larutan Natrium Silikat	17
3.4.4	Sintesis Silika Xerogel	17
3.4.5	Karakterisasi	18
3.5	Analisa Data	20
<b>BAB IV</b>	<b>HASIL DAN PEMBAHASAN</b>	<b>22</b>
4.1	Ekstraksi SiO <sub>2</sub> dari Abu Sekam Padi	22
4.2	Sintesis Silika Xerogel	26
4.3	Studi Pengaruh pH Terhadap Sintesis Silika Xerogel dari Sekam Padi	28
4.4	Studi Pengaruh Waktu <i>Aging</i> Terhadap Sintesis Silika Xerogel dari Sekam Padi	29
4.5	Karakterisasi Silika Xerogel	31
<b>BAB V</b>	<b>KESIMPULAN DAN SARAN</b>	<b>34</b>
5.1	Kesimpulan	34
5.2	Saran	34
	<b>DAFTAR PUSTAKA</b>	<b>35</b>
	<b>LAMPIRAN</b>	<b>39</b>



## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	: Sekam padi	4
Gambar 2.2	: Arang sekam padi dan abu sekam padi	5
Gambar 2.3	: Struktur jaringan silika kristalin dan silika amorf	6
Gambar 2.4	: Silika xerogel	6
Gambar 2.5	: Skema sintesis silika xerogel menggunakan metode so gel	7
Gambar 2.6	: Waktu gel versus rasio $H_2O/Si$	9
Gambar 2.7	: Waktu <i>aging</i> versus pH untuk larutan silikat	10
Gambar 2.8	: Spektra FT-IR silika xerogel	12
Gambar 2.9	: Difraktogram silika xerogel	13
Gambar 2.10	: Struktur molekul kimia metilen biru	14
Gambar 4.1	: Difraktogram abu sekam padi	22
Gambar 4.2	: Spektra FTIR silika hasil sintesis	25
Gambar 4.3	: Silika xerogel	27
Gambar 4.4	: Pengaruh pH terhadap rendemen silika xerogel	28
Gambar 4.5	: Pengaruh pH terhadap luas permukaan silika xerogel	29
Gambar 4.6	: Pengaruh waktu <i>aging</i> terhadap rendemen silika xerogel	30
Gambar 4.7	: Pengaruh waktu <i>aging</i> terhadap luas permukaan silika xerogel	30
Gambar 4.8	: Difraktogram silika xerogel	31
Gambar 4.9	: Spektra FTIR silika xerogel	32
Gambar C.1	: Panjang gelombang maksimum metilen biru	47
Gambar C.2	: Kurva kalibrasi metilen biru	47

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	: Kandungan kimia sekam padi	4
Tabel 2.2	: Kandungan organik sekam padi	4
Tabel 2.3	: Kandungan kimia abu sekam padi	5
Tabel 2.4	: Sifat fisik silika xerogel	7
Tabel 2.5	: Pengaruh katalis terhadap waktu <i>aging</i>	9
Tabel 2.6	: Waktu <i>aging</i> dari TMOS dalam pelarut berbeda	11
Tabel 3.1	: Perhitungan uji F dua arah luas	20
Tabel 4.1	: Hasil analisa XRF abu sekam padi dan silika hasil sintesis	23
Tabel 4.2	: Kandungan silika dari ASP dan silika hasil ekstraksi	24
Tabel 4.3	: Luas permukaan ASP dan silika hasil ekstraksi	25
Tabel 4.4	: Data puncak serapan IR silika hasil ekstraksi	26
Tabel 4.5	: Data puncak serapan IR silika xerogel	33
Tabel B.6.1	: Perhitungan pengenceran larutan metilen biru	46
Tabel D.1	: Perhitungan luas permukaan	48
Tabel E.1.1	: Data rendemen silika xerogel	50
Tabel E.1.2	: Perhitungan uji F dua arah	50
Tabel E.1.3	: Tabel uji F dua arah untuk rendemen silika xerogel	51
Tabel E.1.4	: Analisa BNT untuk uji F dua arah untuk rendemen silika xerogel	52
Tabel E.2.1	: Data luas permukaan silika xerogel	53
Tabel E.2.2	: Perhitungan uji F dua arah	53
Tabel E.2.3	: Uji F dua arah untuk luas permukaan silika xerogel	54
Tabel E.2.4	: Analisa BNT untuk uji F dua arah untuk luas permukaan silika xerogel	55

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A.	: Diagram alir	39
A.1	: Preparasi abu sekam padi	39
A.2	: Ekstraksi silika dari abu sekam padi	39
A.3	: Pembuatan larutan natrium silikat	40
A.4	: Sintesis silika xerogel	40
A.5	: Karakterisasi menggunakan FTIR	41
A.6	: Karakterisasi menggunakan XRF	41
A.7	: Karakterisasi menggunakan XRD	41
A.8	: Mencari luas permukaan menggunakan metilen biru	41
A.8.1	: Penentuan panjang gelombang maksimum metilen biru	41
A.8.2	: Penentuan persamaan regresi kurva baku metilen biru	42
A.8.3	: Penentuan luas permukaan silika xerogel menggunakan metilen biru	42
A.9	: Penentuan kadar silika secara gravimetri	43
Lampiran B.	: Perhitungan	44
B.1	: Perhitungan pembuatan larutan NaOH 1 M sebanyak 1 L	44
B.2	: Perhitungan pembuatan larutan HCl 1 M sebanyak 1 L	44
B.3	: Perhitungan pembuatan larutan HNO <sub>3</sub> 2,5 M sebanyak 1 L	44
B.3	: Perhitungan pembuatan larutan AgNO <sub>3</sub> 0,1 M sebanyak 100 mL	45
B.4	: Perhitungan pembuatan larutan metilen biru 10 ppm sebanyak 1 L	45
B.5	: Perhitungan pembuatan larutan untuk kurva baku metilen biru	46
Lampiran C.	: Penentuan panjang gelombang maksimum dan kurva baku metilen biru	47
C.1	: Penentuan panjang gelombang maksimum metilen biru	47
C.2	: Penentuan kurva baku metilen biru	47
Lampiran D.	: Perhitungan luas permukaan	48

Lampiran E.	: Analisa data	50
E.1	: Rendemen silika xerogel	50
E.2	: Luas permukaan silika xerogel	53

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Indonesia merupakan negara agraris dengan tanaman padi sebagai hasil utama pertanian. Berdasarkan Badan Pusat Statistika pada tahun 2012 produksi padi di Indonesia meningkat sebesar 3,2 juta ton dibandingkan tahun 2011. Seiring dengan peningkatan produksi padi tersebut maka jumlah hasil samping pertanian juga bertambah. Salah satu limbah pertanian yang banyak dijumpai adalah sekam padi. Sekam padi merupakan bagian terluar dari butir padi yang dihasilkan sebagai hasil samping pada proses penggilingan padi.

Selama ini pemanfaatan sekam padi masih terbatas untuk keperluan konvensional. Masyarakat umumnya hanya menumpuk sekam lalu dibakar dan abunya digunakan sebagai bahan abu gosok untuk membersihkan alat-alat rumah tangga. Selain itu, sekam padi digunakan sebagai bahan bakar pada pembuatan batu bata dan genteng [1]. Sekitar 20% dari bobot padi adalah sekam padi [2] dan 15% berat abu akan diperoleh dari total sekam padi yang dibakar [3]. Berdasarkan penelitian Nuryono dan Narsito [4] kandungan terbesar abu sekam padi adalah silika sebesar 87-97%. Tingginya kadar silika dalam abu sekam padi dapat dimanfaatkan sebagai bahan dasar pembuatan material berbasis silika.

Berdasarkan beberapa penelitian yang telah dilakukan, proses ekstraksi silika dapat menggunakan cara ekstraksi alkali [4,5-9] atau dengan pengabuan [10-11]. Namun, metode ekstraksi alkali lebih banyak digunakan karena silika yang dihasilkan memiliki kemurnian yang lebih tinggi. Metode ekstraksi alkali didasarkan pada kelarutan silika yang besar dalam larutan alkali seperti NaOH lalu silika yang terlarut diendapkan dengan menggunakan asam seperti asam klorida. Selain itu, pada penelitian Kalapathy [5] telah dipelajari tentang ekstraksi silika dari bahan baku abu sekam padi melaporkan bahwa proses ekstraksi dapat digunakan metode pencucian asam dengan menggunakan HCl 1 M untuk meningkatkan kemurnian silika dengan mengurangi logam Ca, Fe, dan Mn pada pH 1. Silika yang diperoleh memiliki kemurnian sebesar 91% [5].

Silika merupakan senyawa oksida silikon yang memiliki rumus kimia  $\text{SiO}_2$  (silikon dioksida). Silika berupa padatan kristalin dan amorf, tidak berwarna dan di alam ditemukan sebagai mineral kuarsa, batu, dan pasir [12]. Salah satu aplikasi silika adalah sebagai bahan baku pembuatan silika gel. Silika gel adalah jaringan tiga dimensi yang kaku dari koloid silika [6]. Silika gel secara umum dapat digunakan sebagai adsorben, pengisi pada kolom kromatografi dan isolator [1]. Ada dua jenis silika gel berdasarkan proses penghilangan fasa larutan dalam pori-porinya, yaitu aerogel dan xerogel. Silika aerogel adalah silika gel yang dibuat dengan menguapkan fasa larutan dalam pori-porinya secara superkritis sedangkan silika xerogel adalah silika gel yang dibuat dengan menguapkan fasa larutan dalam pori-porinya secara evaporasi [5]. Namun, diantara kedua jenis silika gel tersebut xerogel yang sering digunakan dalam sintesis material karena prosesnya yang relatif mudah dan murah [5].

Berdasarkan beberapa penelitian yang telah dilakukan sintesis silika xerogel dapat menggunakan metode sol gel [5, 7-9]. Proses pembuatan silika xerogel melalui metode sol gel memiliki beberapa keunggulan dibandingkan teknik lain, yakni kemurnian produk tinggi, komposisi homogen, dan suhu sintesis rendah [12]. Pembentukan silika gel dipengaruhi oleh beberapa faktor, antara lain pH dan waktu *aging* larutan sehingga diperlukan suatu katalis, baik berupa asam atau basa untuk mengontrol laju hidrolisis dan kondensasi [4,6].

Menurut beberapa penelitian yang telah dilakukan telah mempelajari metode sintesis silika xerogel dari abu sekam padi [5, 8]. Silika diambil dengan ekstraksi basa membentuk larutan natrium silikat kemudian ditambahkan HCl sehingga didapatkan sol lalu didiamkan untuk menghasilkan gel. Gel kemudian dikeringkan sehingga didapatkan xerogel [5]. Menurut Prasad [8] melaporkan bahwa rendemen silika xerogel semakin besar seiring dengan meningkatnya pH dan rendemen terbesar diperoleh di sekitar pH 7 [8] dan menurut penelitian Affandi [6] yang mempelajari tentang sintesis silika xerogel dari abu *bagasse* tebu dengan variasi waktu pematangan gel (*aging*) 10, 18, 28, 38 dan 48 jam menemukan waktu *aging* optimum adalah 18 jam dan silika xerogel yang dihasilkan

memiliki kapasitas adsorpsi sebesar 1,68 mL/g serta kemurnian mencapai 99% berat.

Oleh karena itu, pada penelitian ini akan dipelajari pengaruh pH dan waktu *aging* terhadap silika xerogel dari sekam padi menggunakan metode sol gel. Di samping itu, juga mempelajari karakterisasi silika xerogel meliputi FT-IR, XRD, dan luas permukaan.

## **1.2 Rumusan Masalah**

Berdasarkan uraian latar belakang di atas dapat dirumuskan permasalahan yang dikemukakan dalam penelitian ini adalah

1. Bagaimana pengaruh pH dan waktu *aging* terhadap sintesis silika xerogel?
2. Bagaimana hasil karakterisasi sintesis silika xerogel?

## **1.3 Batasan Masalah**

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah

1. Variasi pH gel adalah 6, 7 dan 8 dengan waktu *aging* 12, 18 dan 24 jam.
2. Karakterisasi silika xerogel diamati menggunakan FT-IR, XRD dan luas permukaan.
3. Luas permukaan silika xerogel menggunakan bilangan metilen biru.

## **1.4 Tujuan Penelitian**

Tujuan dari dilakukannya penelitian ini adalah

1. Mengetahui pengaruh pH dan waktu *aging* terhadap sintesis silika xerogel.
2. Mengetahui hasil karakterisasi sintesis silika xerogel.

## **1.5 Manfaat Penelitian**

Hasil penelitian ini diharapkan dapat mengeksplorasi fungsi positif limbah sekam padi sebagai silika xerogel yang memiliki banyak manfaat salah satunya sebagai adsorben.

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Sekam Padi

Padi merupakan produk utama dari negara-negara agraris seperti Indonesia (Gambar 2.1). Selama proses penggilingan padi dihasilkan 72% beras, 5-8% dedak, dan 20-22% sekam [2]. Sekam padi adalah bagian terluar dari butir padi. Selama ini, sekam padi sering digunakan sebagai bahan abu gosok untuk membersihkan alat-alat rumah tangga serta sebagai bahan bakar untuk pembakaran batu bata dan genteng [1].



**Gambar 2.1:** Sekam padi [13]

Berdasarkan hasil analisis Prasad [8] kandungan kimia untuk sekam padi dapat dilihat pada Tabel 2.1 dan 2.2.

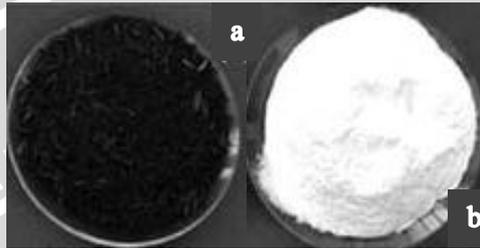
**Tabel 2.1:** Kandungan kimia sekam padi

Kandungan Kimia (%)						
Bahan organik	SiO <sub>2</sub>	CaO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	MnO <sub>2</sub>
73,87	22,12	1,24	1,28	1,23	0,21	0,070

**Tabel 2.2:** Kandungan organik sekam padi

Bahan Organik	Kadar (wt %)
$\alpha$ -selulosa	43,30
Lignin	22,00
D-silosa	17,52
L-arabinose	6,53
Asam metilglukuronik	3,27
D-galaktosa	2,35

Dari Tabel 2.1 kandungan terbesar sekam padi adalah bahan organik yakni sebesar 73,87% sehingga jika sekam tersebut dibakar maka akan dihasilkan sisa pembakaran 15% abu sekam padi (Gambar 2.2).



**Gambar 2.2:** (a) Arang sekam padi dan (b) abu sekam padi [14]

Menurut hasil penelitian Prasad [8] komposisi kimia dari abu sekam padi dapat dilihat pada Tabel 2.3.

**Tabel 2.3:** Kandungan kimia abu sekam padi

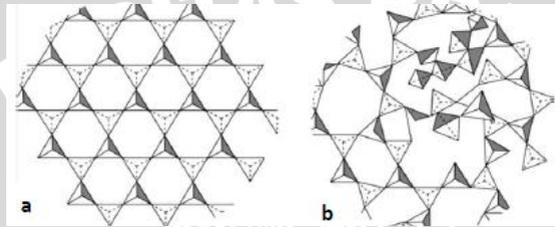
Kandungan Kimia (%)					
SiO <sub>2</sub>	CaO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	MnO <sub>2</sub>
91,32	3,84	0,41	3,93	0,25	0,25

## 2.2 Ekstraksi Silika

Silika adalah senyawa oksida silikon yang memiliki rumus kimia SiO<sub>2</sub> yang dapat diekstraksi dari abu sekam padi dengan menggunakan metode ekstraksi alkali menggunakan larutan NaOH [5]. Silika berupa padatan berbentuk amorf atau kristalin (Gambar 2.3), tidak berwarna, keras, dan di alam ditemukan sebagai mineral berupa kuarsa, batu dan pasir [15]. Silika memiliki massa molar 60,08 g/mol, densitas 2,648 g/cm<sup>3</sup>, dan sedikit larut dalam air sebesar 0,079 g/L [16]. Pemanfaatan silika yang paling familiar dan komersial adalah sebagai bahan utama industri gelas dan kaca [17] serta bahan baku pembuatan silika gel [6].

Silika dapat diekstraksi dengan menggunakan beberapa metode, antara lain: kopresipitasi [18], *alkalifusion* [19], ekstraksi alkali [1, 4, 5, 6-8] dan pencucian asam [5]. Namun, diantara keempat macam metode tersebut yang sering digunakan adalah

metode pencucian asam karena memiliki beberapa kelebihan, yakni diekstraksi pada temperatur rendah dan silika yang diperoleh memiliki kemurnian tinggi ( $> 90\%$ ). Menurut penelitian Kalapathy [5] tentang ekstraksi silika dari abu sekam padi, silika murni diekstrak dengan mencuci silika pada abu sekam padi menggunakan larutan asam lalu dikeringkan untuk mendapatkan silika murni. Silika yang dihasilkan memiliki kemurnian 93% dengan kelembapan 2,6% dan rendemen sebesar 91% [5].



**Gambar 2.3:** Struktur jaringan a. silika kristalin dan b. silika amorf [15]

### 2.3 Silika Xerogel

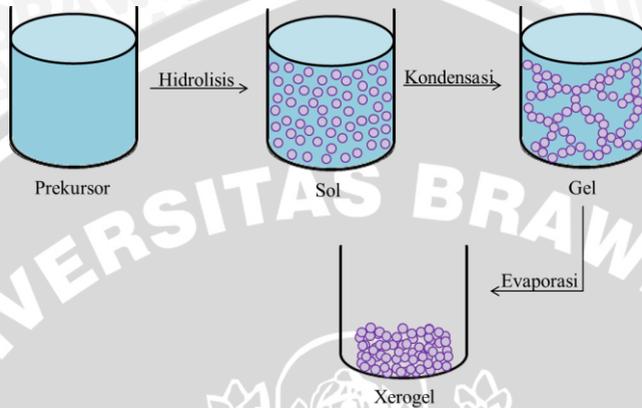
Silika xerogel adalah silika gel yang dibuat dengan menguapkan fasa larutan dalam pori-porinya secara evaporasi [5]. Gambar silika xerogel tersaji pada Gambar 2.4. Sintesis silika xerogel dapat menggunakan metode sol gel (Gambar 2.5) dengan pH optimum pembentukkan gel adalah 7 dan waktu *aging* optimum adalah 18 jam [8]. Aplikasi silika xerogel antara lain dapat digunakan sebagai adsorben, katalis, dan lain-lain [20].



**Gambar 2.4:** Silika xerogel [21]

Silika xerogel dapat disintesis dengan menggunakan metode sol gel. Metode sol gel memiliki beberapa kelebihan, yakni proses sintesis berlangsung pada temperatur rendah, prosesnya relatif

mudah, serta menghasilkan produk dengan kemurnian dan kehomogenan yang tinggi [22].



**Gambar 2.5:** Skema sintesis silika xerogel menggunakan metode sol gel

Sifat fisik silika xerogel dapat dilihat pada Tabel 2.4 [18, 22]:

**Tabel 2.4:** Sifat fisik silika xerogel

Sifat	Nilai	Keterangan
Konduktivitas termal	~ 0,018 w/k	Ditentukan dengan menggunakan <i>Vacuum Insulation Conductivity Tester</i>
Densitas	1,19 g/cm <sup>3</sup>	Dihitung dari $\rho = (n - 1)/0,202$
Luas area	69 – 152 m <sup>2</sup> /g	Ditentukan dengan adsorpsi atau desorpsi nitrogen
Diameter pori	6,4 – 6,8 nm	Ditentukan dengan adsorpsi atau desorpsi nitrogen
Konstanta dielektrik (k)	~2,52	Ditentukan dengan $k=1+1.28\rho$
Porositas (II)	47,5%	$\Pi = 1 - \rho/\rho_s$

## 2.4 Metode Sol Gel

Proses sol gel adalah proses pembentukan senyawa anorganik dalam larutan pada suhu rendah dimana dalam proses terjadi perubahan fasa dari sol menjadi gel [21-24]. Secara umum metode sol gel meliputi beberapa tahap, antara lain: hidrolisis, kondensasi, pematangan (*aging*), dan pengeringan.

### a. Hidrolisis

Pada tahap pertama prekursor silikon alkoksida dilarutkan dalam air pada kondisi asam, basa atau netral sehingga menghasilkan sol koloid [33]. Reaksi yang terjadi seperti persamaan reaksi 2.1 [4]:



### b. Kondensasi

Pada tahap ini terjadi proses transisi dari sol menjadi gel. Produk intermediet akan membentuk polimer sistem tiga dimensi rantai Si-O-Si [26]. Ikatan polimer tersebut dihubungkan dengan tautan silang (Si-O-Si). Air sebagai produk samping akan menguap dan menyebabkan gel menyusut kemudian mengeras. Reaksi ini akan terjadi secara terus menerus sampai sistem tiga dimensi rantai Si-O-Si terbentuk. Reaksi yang terjadi seperti persamaan reaksi 2.2 [26].



### c. Pematangan (*aging*)

Setelah reaksi hidrolisis dan kondensasi dilanjutkan dengan proses pematangan gel. Proses ini dikenal dengan proses *aging*. Pada proses pematangan ini terjadi reaksi pembentukan jaringan gel yang lebih kaku, kuat dan menyusut di dalam larutan [23].

### d. Pengeringan

Tahap terakhir adalah proses penguapan larutan dan cairan yang tidak diinginkan untuk mendapatkan struktur sol gel yang memiliki luas permukaan yang tinggi [23].

Faktor-faktor yang mempengaruhi proses hidrolisis dan kondensasi, antara lain:

#### a. Katalis

Katalis yang digunakan dalam proses sol gel, antara lain  $\text{CH}_3\text{COOH}$ ,  $\text{KOH}$ ,  $\text{KF}$ ,  $\text{HF}$ ,  $\text{HCl}$  dan lain-lain. Pengaruh katalis

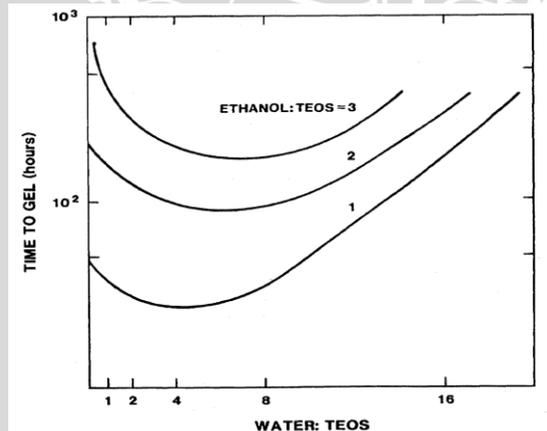
dalam laju hidrolisis mempengaruhi waktu yang dibutuhkan untuk gelatinasi. Menurut Buckley [25] yang mempelajari tentang hidrolisis TEOS (tetraetilortosilikat) melaporkan bahwa proses gelatinasi dengan menggunakan katalis lebih cepat daripada tanpa menggunakan katalis, data penelitian tersaji pada Tabel 2.5.

**Tabel 2.5:** Pengaruh katalis terhadap waktu *aging* [25]

Katalis	Konsentrasi (mol:TEOS)	Waktu gelatinasi (jam)
HF	0,05	12
HCl	0,05	92
HNO <sub>3</sub>	0,05	100
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0,05	106
HOAc	0,05	72
NH <sub>4</sub> OH	0,05	107
Tanpa katalis	-	1000

b. Rasio H<sub>2</sub>O/Si, R

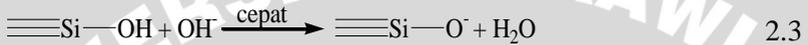
Menurut Brinker [26] yang mempelajari tentang pengaruh rasio H<sub>2</sub>O/Si terhadap laju hidrolisis dalam kondisi asam menyatakan bahwa ketika rasio H<sub>2</sub>O/Si meningkat maka konsentrasi silikat menurun sehingga laju hidrolisis juga menurun yang menyebabkan meningkatnya waktu *aging*, data penelitian tersaji pada Gambar 2.6.



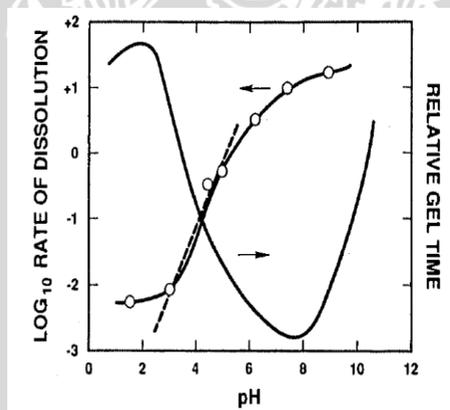
**Gambar 2.6:** Waktu *aging* versus rasio H<sub>2</sub>O/Si [26]

c. pH

Pengaruh pH sangat penting dalam pembentukan gel, karena jika pH terlalu rendah maka konsentrasi ion  $H^+$  sangat besar akibatnya gel yang terbentuk bersifat lunak, tetapi jika pH terlalu tinggi maka konsentrasi ion  $H^+$  sangat kecil akibatnya gel akan terbentuk seketika [8]. Selain itu, pH juga mempengaruhi proses polimerisasi saat pH larutan di bawah pH 7 konsentrasi  $Si-O^-$  lebih besar dibandingkan  $Si-OH$ , seperti persamaan reaksi 2.3 dan 2.4 [27]:



Jika pH larutan di atas pH 7 semua silikat dalam larutan dalam bentuk ion silikat ( $SiO_3^{2-}$ ). Pengaruh pH terhadap waktu *aging* dapat dilihat pada Gambar 2.7. Berdasarkan Gambar 2.7 umumnya semakin tinggi konsentrasi  $H^+$  meningkat pula waktu *aging* [27].



**Gambar 2.7:** Waktu *aging* versus pH untuk larutan silikat [27]

d. Pelarut

Menurut Milea [28] yang mempelajari pengaruh pelarut protik dan aprotik terhadap laju pembentukan polisilikat yang disintesis dari TMOS (tetrametilortosilikat) ( $R=10$ ) tanpa menggunakan katalis, data penelitian tersaji pada Tabel 2.6.

Berdasarkan Tabel 2.6 penggunaan pelarut protik (metanol dan formamide) memiliki waktu *aging* lebih kecil dibandingkan pelarut aprotik (dimetil formamide dan asetonitril).

**Tabel 2.6:** Waktu *aging* dari TMOS dalam pelarut berbeda [28]

Pelarut	Waktu <i>aging</i> (jam)
Metanol	8
Formamide	6
Dimetil formamide	28
Asetonitril	23

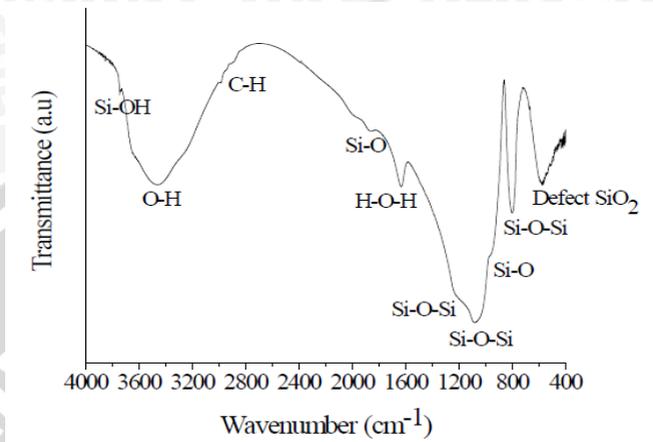
## 2.5 Karakterisasi

### 2.5.1 FT-IR

Spektrofotometri *InfraRed* atau Infra Merah merupakan suatu metode yang mengamati interaksi molekul dengan radiasi elektromagnetik yang berada pada daerah panjang gelombang 0.75 – 1.000  $\mu\text{m}$  atau pada bilangan gelombang 13.000 – 10  $\text{cm}^{-1}$  dengan menggunakan instrumen spektrofotometer inframerah. Metode ini banyak digunakan pada laboratorium analisis atau riset karena dapat memberikan informasi yang berguna untuk analisis kualitatif dan tidak merusak bahan yang akan dianalisa [29].

Spektra inframerah untuk suatu molekul ditampilkan dalam bentuk grafik yang menampilkan frekuensi absorpsi radiasi inframerah dan persentase cahaya awal yang melewati molekul tanpa diabsorpsi. Spektra dibagi menjadi dua daerah, yaitu daerah sidik jari yang spesifik untuk tiap molekul dan daerah gugus fungsional yang serupa untuk seluruh molekul yang memiliki gugus fungsional yang sama. Silika xerogel dari sekam padi dengan metode sol gel dianalisis dengan FT-IR ditunjukkan oleh Gambar 2.8.

Spektra menunjukkan beberapa puncak yang menunjukkan adanya beberapa gugus fungsi. Puncak utama yang diyakini berkaitan dengan gugus fungsi silika xerogel adalah pada panjang gelombang 3748  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya ikatan Si-OH atau silanol. Puncak kedua yang diyakini menunjukkan gugus fungsi silika adalah pada bilangan gelombang 1076  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya gugus fungsi siloksan (Si-O-Si). Adanya gugus fungsi Si-O-Si diperkuat dengan adanya puncak pada bilangan gelombang 674  $\text{cm}^{-1}$  [27].



**Gambar 2.8:** Spektra FT-IR silika xerogel [29]

### 2.5.2 X-Ray Fluorescence

X-Ray Fluorescence (XRF) merupakan salah satu metode analisa tanpa merusak sampel digunakan untuk analisa unsur dalam bahan secara kualitatif dan kuantitatif. Hasil analisa kualitatif XRF ditunjukkan oleh puncak spektra yang mewakili jenis unsur sesuai dengan energi sinar-X karakteristiknya sedangkan analisa secara kuantitatif diperoleh dengan cara membandingkan intensitas sampel dengan standar [31]. Prinsip pengukuran XRF berdasarkan terjadinya proses eksitasi elektron kulit terluar karena terkena radiasi sinar-X sehingga terjadi kekosongan elektron yang menyebabkan atom menjadi tidak stabil. Kekosongan tersebut kemudian diisi oleh elektron dari orbital luar untuk menuju keadaan atom yang lebih stabil. Elektron yang berpindah ini akan memancarkan energi karena pindah orbital dari orbital dengan energi tinggi menuju orbital dengan energi yang lebih rendah. Energi tersebut memiliki karakteristik tertentu untuk setiap unsur [32].

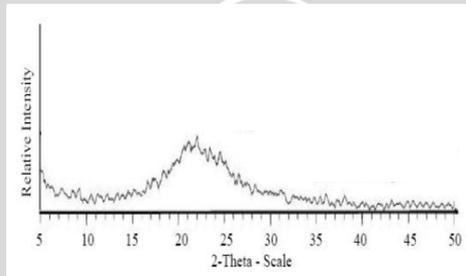
### 2.5.3 X-Ray Difraksi

X-Ray difraksi (XRD) adalah instrumen yang digunakan untuk mengidentifikasi kekristalan sampel dengan memanfaatkan radiasi gelombang elektromagnetik sinar-X. Hasil yang diperoleh

adalah intensitas relatif ( $I_0/I_1$ ) dan sudut hamburan ( $2\theta$ ) seperti pada Gambar 2.9. Prinsip XRD adalah dengan cara melakukan penyinaran berbagai sudut datang (*incident angle*) dari suatu sampel. Ketika  $\theta$  sudut datang menghasilkan *interferers konstruktif* “*reflected X-ray*”, maka  $d$  (jarak antara layer atom dalam kristal) dapat dihitung menggunakan hukum Bragg seperti persamaan 2.5 [33].

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \sin \theta; n = 1, 2, \dots \quad 2.5$$

Berdasarkan hukum Bragg, jika seberkas sinar-X dijatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal akan membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang yang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut [33].



**Gambar 2.9:** Difraktogram silika xerogel [8]

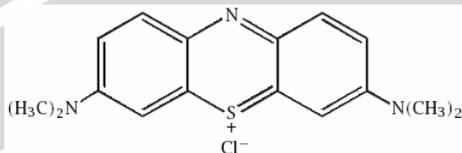
Menurut Kugler [33] untuk mengidentifikasi struktur kristal dengan difraksi sinar X dapat dilakukan dengan dua cara, yaitu:

1. Membandingkan data *d-spacing* sampel dengan data *d-spacing* standar dari *Joint Committee on Powder Diffraction Standards* (JCPDS) minimal 3 puncak utama standar, yaitu 3 puncak yang memberikan intensitas tertinggi.
2. Mengindeks langsung (dilakukan jika tidak ada standar).

#### 2.5.4 Luas Permukaan Menggunakan Bilangan Metilen Biru Secara Spektrofotometer UV-Vis

Metilen biru yang memiliki rumus kimia  $C_{16}H_{18}ClN_3S$ , adalah senyawa hidrokarbon aromatik yang beracun dan merupakan zat warna kationik dengan daya adsorpsi yang sangat kuat. Pada umumnya digunakan sebagai pewarna sutra, wool, tekstil, kertas, peralatan kantor dan kosmetik. Senyawa ini berupa kristal berwarna

hijau gelap. Ketika dilarutkan dalam air atau alkohol akan menghasilkan larutan berwarna biru. Memiliki berat molekul 319,86 g/mol, dengan titik lebur di 105 °C dan daya larut sebesar 4,36 x 10<sup>4</sup> mg/L. Strukturnya dapat dilihat pada Gambar 2.10 [34].



**Gambar 2.10:** Struktur molekul kimia metilen biru [34]

Bilangan metilen biru dalam indikator dari kemampuan adsorpsi suatu zat warna pada karbon aktif. Untuk mencari bilangan metilen biru dapat dihitung dengan menggunakan persamaan 2.7.

$$C_{\text{sisal}} = X \cdot F_p \quad 2.6$$

$$Q_{e(\text{MB})} = \frac{V(C_{\text{awal}} - C_{\text{sisal}})}{W} \quad 2.7$$

Keterangan :

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

$C_{\text{sisal}}$  = konsentrasi metilen biru akhir setelah proses adsorpsi (ppm)

$F_p$  = faktor pengenceran

$X$  = konsentrasi metilen biru pengukuran (ppm)

$W$  = berat sampel (g)

$V$  = volume larutan pada saat proses adsorpsi (L)

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

Untuk menentukan luas permukaan menggunakan bilangan metilen biru dengan menganggap bahwa molekul adsorbat terorientasi seragam membentuk suatu lapisan tunggal (*monolayer*) maka lapisan permukaan total suatu padatan dapat dihitung dengan menggunakan persamaan 2.8 [34].

$$S_t = \frac{Q_e \times N \times A}{M} \quad 2.8$$

Keterangan :

$S_t$  = Luas permukaan total (m<sup>2</sup>/g)

$Q_e$  = Bilangan metilen biru (g)

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

$A_m$  = Luas permukaan 1 mol metilen biru ( $197,20 \times 10^{-20} \text{ m}^2$ )

$M$  = Massa molekul relatif metilen biru ( $319,86 \text{ g/mol}$ )

Spektrofotometri UV-Vis adalah teknik analisis spektroskopik yang memakai sumber REM (radiasi elektromagnetik) ultraviolet dekat (190-380 nm) dan sinar tampak (380-780 nm) dengan memakai instrumen spektrofotometer [29]. Spektra yang dihasilkan dari energi yang diserap oleh molekul di daerah UV-Vis berupa pita (bukan garis), hal ini disebabkan oleh struktur elektron pada gugus kromofor yang kompleks sehingga menghasilkan transisi elektronik yang lebih dari satu macam. Panjang gelombang yang menghasilkan transisi elektronik yang memberikan absorbansi maksimum disebut panjang gelombang maksimum ( $\lambda_{\text{maks}}$ ). Prinsip dasar analisis kuantitatif metode spektrofotometri UV-Vis, yaitu besarnya sinar yang diserap sebanding dengan konsentrasi analit yang dinyatakan dengan persamaan Lambert-Beer [34].



## BAB III METODOLOGI

### 3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini akan dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya Malang pada bulan Maret 2013 sampai dengan Juni 2013, sedangkan karakterisasi hasil sintesis akan dilakukan di Laboratorium Instrumentasi Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya, Laboratorium Kimia ITS dan Laboratorium Kimia Universitas Negeri Malang.

### 3.2 Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: seperangkat alat gelas, kompor, baskom, oven Heraeus KR 170E, seperangkat alat mortal, ayakan 200 mesh, pH indikator universal (Merck), *stirer* 2,5 cm, *hot plate*, kertas saring Whatman No. 42, spatula, desikator, tanur, neraca mettler PE 300, spektrofotometer FT-IR Shimadzu 8400S, *syringe*, spektrofotometer UV-Vis Shimadzu 1601 *double beam*, sinar-X fluoresensi (XRF) Panalytical Minipal 4, XRD Panalytical Minipal, dan botol semprot.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: sampel sekam padi jenis ciherang dari Desa Curampel Kecamatan Pakis, HCl 37% ( $\rho = 1,1878 \text{ g/mL}$ ), NaOH *pellet* (Merck), metilen biru (Merck) dan akuades.

### 3.3 Tahapan Penelitian

Tahapan pelaksanaan penelitian antara lain :

1. Preparasi abu sekam padi.
2. Ekstraksi silika dari abu sekam padi.
3. Pembuatan larutan natrium silikat.
4. Sintesis silika xerogel.
5. Karakterisasi silika xerogel.

### 3.4 Prosedur Kerja

#### 3.4.1 Preparasi Abu Sekam Padi

Proses preparasi sekam padi dimulai dengan membersihkan sekam padi dari batu, tanah dan bahan-bahan lain selain sekam padi.

Selanjutnya sekam padi direndam dengan air panas selama 2 jam kemudian dibilas dengan air mengalir. Lalu sekam padi dikeringkan pada temperatur 110 °C selama 1 jam dalam oven. Selanjutnya sekam kering diarangkan pada temperatur 300 °C selama 0,5 jam lalu diabukan pada temperatur 700 °C selama 6 jam dalam tanur. Langkah selanjutnya, abu dihaluskan dengan cara penumbukan di dalam mortar. Hasil tumbukan disaring menggunakan ayakan berukuran 200 mesh sehingga diperoleh abu dengan ukuran yang homogen. Selanjutnya, abu sekam padi dianalisa kadar silika menggunakan XRF dan secara gravimetri, uji IR, uji XRD serta dicari luas permukaannya menggunakan metilen biru (Lampiran A.1).

### **3.4.2 Ekstraksi Silika dari Abu Sekam Padi**

Sebanyak 5 gram abu sekam padi yang telah dipreparasi dimasukkan dalam *beaker glass* 250 mL dan ditambahkan 30 mL HCl 1 M dan campuran tersebut diaduk selama 2 jam lalu disaring. Endapan yang diperoleh kemudian dicuci dengan akuades sampai pH larutan hasil pencucian sama dengan pH akuades dan filtrat tidak menghasilkan endapan putih saat ditambahkan larutan AgNO<sub>3</sub> 0,1 M. Endapan yang telah dicuci dikeringkan, ditimbang hingga diperoleh massa konstan. Selanjutnya, abu sekam padi dianalisa kadar silika menggunakan XRF dan secara gravimetri, uji IR, serta dicari luas permukaannya menggunakan metilen biru (Lampiran A.2).

### **3.4.3 Pembuatan Larutan Natrium Silikat**

Silika sebanyak 5 g dimasukkan dalam *beaker glass* dan ditambahkan 60 mL NaOH 1 M kemudian dididihkan selama 1 jam pada temperatur 95 °C dengan pengadukan kontinu. Selanjutnya, larutan disaring dan filtrat yang diperoleh merupakan larutan Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> (Lampiran A.3).

### **3.4.4 Sintesis Silika Xerogel**

Larutan Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> ditambahkan larutan HCl 1 M tetes demi tetes dengan pengadukan konstan sampai pH 1 dan didiamkan selama 30 menit. Selanjutnya, larutan tersebut ditambahkan NaOH 1 M sampai pH 6, 7 dan 8 kemudian didiamkan 16, 18 dan 24 jam. Gel yang terbentuk dicuci dengan akuades sampai pH larutan hasil

pencucian sama dengan pH akuades dan filtrat tidak menghasilkan endapan putih saat ditambahkan larutan  $\text{AgNO}_3$  0,1 M. Gel dipindahkan ke dalam *syringe* volume 5 mL kemudian dikeringkan pada temperatur  $80^\circ\text{C}$  selama 18 jam sehingga diperoleh silika xerogel. Silika xerogel kemudian didinginkan dalam desikator dan ditimbang hingga diperoleh massa konstan. Selanjutnya, silika xerogel hasil sintesis dianalisa kadar silika secara gravimetri, uji IR, uji XRD serta dicari luas permukaannya menggunakan metilen biru (Lampiran A.4).

### **3.4.5 Karakterisasi**

#### **3.4.5.1. FT-IR**

Sampel dicampur dengan KBr kemudian dibuat pelet lalu diukur dengan infra merah pada bilangan gelombang  $400\text{-}4500\text{ cm}^{-1}$  (Lampiran A.5).

#### **3.4.5.2. X-ray Fluoresensi**

Sampel dimasukkan ke dalam *tube sampler* selanjutnya diukur dengan menggunakan sinar-X (Lampiran A.6).

#### **3.4.5.3. X-ray Difraksi**

Sampel dikarakterisasi dengan XRD dengan menggunakan metode serbuk. Analisa dilakukan dengan cara menumbuk halus 0,2 gram sampel kering kristal hasil sintesis dan meletaknya di atas tempat sampel pada alat powder-XRD. Sampel selanjutnya ditembak dengan sinar-X dan hamburannya ditangkap oleh detektor yang selanjutnya ditampilkan dalam bentuk difraktogram (Lampiran A.7).

#### **3.4.5.4. Luas Permukaan Menggunakan Bilangan Metilen Biru Secara Spektrofotometer UV-Vis**

##### **a. Penentuan Panjang Maksimum Metilen Biru**

Penentuan panjang gelombang maksimum cara mengukur absorbansi larutan metilen biru 0,5 ppm pada panjang gelombang maksimum 400-700 nm dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Data absorbansi digunakan untuk membuat kurva hubungan antara absorbansi dan panjang gelombang ( $\lambda$ ) untuk menentukan  $\lambda_{\text{max}}$  (Lampiran A.8.1).

## **b. Penentuan Persamaan Regresi Kurva Baku Metilen Biru**

Untuk penentuan kurva baku, larutan metilen biru dengan sederetan konsentrasi (0,5; 1; 1,5; 2 dan 2,5 ppm), diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum 664 nm. Hasil pengukuran dibuat kurva hubungan antara konsentrasi (ppm) sebagai sumbu x dengan absorbansi sebagai sumbu y sehingga diperoleh persamaan regresi linier (Lampiran A.8.2).

## **c. Penentuan Bilangan Metilen Biru**

Sampel ditimbang sebanyak 0,2 g lalu ditambah 25 mL larutan metilen biru 0,01 g/L (10 ppm) dalam erlenmeyer 250 mL dan dikocok selama 1 jam pada temperatur 25 °C dengan kecepatan 125 rpm. Selanjutnya, campuran tersebut disaring dan filtrat diukur pada panjang gelombang 664 nm bersama-sama dengan larutan metilen biru sebelum adsorpsi. Data yang diperoleh, diolah dengan menggunakan persamaan regresi untuk mendapatkan konsentrasi sisa (persamaan 2.6). Data konsentrasi sisa digunakan untuk menghitung bilangan metilen biru (persamaan 2.7) lalu dihitung luas permukaan menggunakan persamaan 2.8 (Lampiran A.8.3).

### **3.4.5.5. Penentuan Kadar Silika Secara Gravimetri**

Sampel ditimbang sebanyak 1 g lalu dipindahkan ke dalam cawan porselin. Selanjutnya, dikalsinasi selama 2 jam pada temperatur 700 °C lalu didinginkan dalam desikator. Tahap selanjutnya, sampel dipindahkan ke dalam *beaker glass* lalu ditambahkan aquaregia 5 mL dan dipanaskan sampai larutan menguap sebagian lalu didinginkan dalam desikator. Larutan kemudian disaring menggunakan kertas saring Whatman No. 42 dan endapan dicuci dengan akuades sampai pH filtrat hasil pencucian sama dengan pH akuades. Langkah terakhir, kertas saring yang berisi endapan dipindahkan ke dalam cawan porselin kemudian dipanaskan selama 2 jam pada temperatur 700 °C lalu didinginkan dalam desikator lalu ditimbang (Lampiran A.9).

### 3.5 Analisa Data

#### 3.5.1 Uji F

Uji F disebut juga dengan uji ANOVA (*Analysist of Variance*) untuk menganalisis ada tidaknya perbedaan rata-rata atau nilai tengah suatu data. Untuk menganalisis uji F dibutuhkan suatu nilai standar atau nilai F tabel sebagai pembanding. Berikut tahapan penentuan nilai F tabel dua arah (Tabel 3.1).

**Tabel 3.1:** Perhitungan uji F dua arah

Sumber Keragaman (SK)	Jumlah Kuadrat (JK)	derajat bebas (db)	Kuadrat Tengah (KT)	F hitung	F tabel
Rata-rata Baris	JKB	db num1 = r-1	KT <sub>B</sub> = $\frac{JK_B}{r-1}$	$\frac{KT_B}{KTG}$	$\alpha =$ db num1 = db denum = f tabel =
Rata-rata Kolom	JKK	db num2 = k-k	KT <sub>K</sub> = $\frac{JK_K}{k-1}$	$\frac{KT_K}{KTG}$	$\alpha =$ db num1 = db denum = f tabel =
Galat	JKG	Db denum = (r-1)(k-1)	KT <sub>G</sub> = $\frac{JK_G}{(r-1)(k-1)}$		
Total	JKT	r.k-1			

$$JKT = \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^{n_i} x_{ij}^2 - \frac{T_{**}^2}{rk}$$

$$JKB = \sum_{j=1}^k \frac{T_{*j}^2}{r} - \frac{T_{**}^2}{rk}$$

$$JKB = \sum_{i=1}^r \frac{T_{i*}^2}{k} - \frac{T_{**}^2}{rk}$$

$$JKG = JKT - JKB - JKK$$

dimana : k = banyaknya kolom  
 r = banyaknya baris  
 $X_{ij}$  = data pada kolom ke-i ulangan ke-j  
 $T_{i*}$  = total (jumlah) baris ke-i  
 $T_{*j}$  = total (jumlah) kolom ke-i  
 $T_{**}$  = total (jumlah) seluruh pengamatan

### 3.5.2 Uji BNT (Beda Nyata Terkecil)

Uji BNT (beda nyata terkecil) adalah analisa statistika untuk menganalisis perbedaan rata-rata atau nilai tengah suatu data. Untuk menghitung uji BNT menggunakan persamaan 3.1.

$$BNT = t_{\frac{\alpha}{2,0,05}} \times \sqrt{\frac{2KTG}{r}} \quad 3.1$$

dimana: KTG = kuadrat tengah galat yang diperoleh dari analisa ragam,  
 $\alpha$  = taraf nyata,  
 r = jumlah banyaknya pengulangan,  
 t = nilai yang diperoleh dari tabel *t-student* pada taraf nyata  $\alpha$

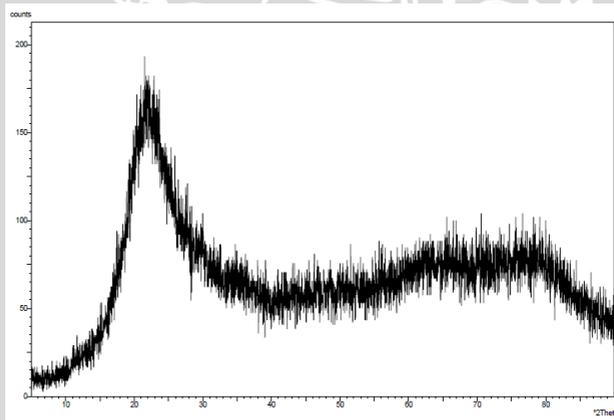
## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

### 4.1 Ekstraksi SiO<sub>2</sub> dari Abu Sekam Padi

Sekam padi terlebih dahulu diarangkan pada temperatur 300 °C kemudian diabukan pada temperatur 700 °C yang bertujuan untuk menghilangkan senyawa-senyawa organik. Selama proses pengabuan reaksi yang terjadi seperti persamaan 4.1 sedangkan untuk senyawa anorganik akan dalam bentuk oksidanya:



Abu sekam padi (ASP) hasil proses pengabuan dikarakterisasi dengan difraktometer sinar-X untuk mengetahui struktur kristalnya. Hasil dari difaktogram sinar-X tersaji pada Gambar 4.1. Menurut Aina [35] silika memiliki 2 bentuk, yakni amorf dan kristalin. Dari kedua bentuk silika tersebut struktur amorf sangat reaktif sehingga mudah untuk diekstraksi. Berdasarkan Gambar 4.1 memperlihatkan bahwa silika dalam abu sekam padi memiliki struktur amorf dibuktikan dengan adanya puncak yang melebar pada  $2\theta$  sekitar  $21^\circ$  ( $2d = 4,07$ ) puncak tersebut mirip dengan puncak hasil XRD penelitian sintesis silika gel dari Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> yang memiliki rentang  $2\theta$  sekitar  $21,02-22,24^\circ$  ( $2d = 4,00$ ) [4].



**Gambar 4.1:** Difraktogram abu sekam padi

Sebelum diekstraksi abu sekam padi digerus dan diayak menggunakan ayakan 200 mesh. Hal tersebut bertujuan untuk menghomogenkan ukuran dan memperluas permukaan abu agar pada proses pencucian lebih efektif. Selanjutnya, abu sekam dicuci menggunakan HCl 1 M dimaksudkan untuk melarutkan oksida-oksida pengotor selain SiO<sub>2</sub>. Nuryono [38] melaporkan bahwa pencucian dengan asam dapat menurunkan konsentrasi beberapa jenis logam dan meningkatkan kemurnian silika. Dari proses pencucian diperoleh rendemen (*recovery*) silika sebesar 95,75±1,15%. Selama proses pencucian reaksi yang terjadi seperti persamaan 4.2:



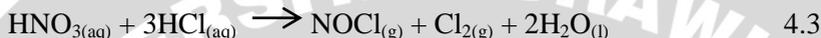
Silika hasil pencucian dianalisa dengan XRF untuk mengetahui unsur-unsur penyusunnya. Hasil dari XRF dari ASP dan silika hasil ekstraksi tersaji pada Tabel 4.1. Dari Tabel 4.1 menunjukkan kemurnian silika meningkat dari 94,9% menjadi 97,5%. Selain itu, berdasarkan data XRF (Tabel 4.1) menunjukkan bahwa pencucian asam pada abu sekam padi menggunakan HCl 1 M efektif untuk menghilangkan Ca, Fe dan Mn. Hal tersebut sesuai dengan hasil penelitian Kalapathy [5] dan Nuryono [4].

**Tabel 4.1:** Hasil analisa XRF abu sekam padi dan silika ekstraksi

Parameter	Kandungan kimia (%)	
	ASP	Silika Hasil Ekstraksi
SiO <sub>2</sub>	94,9	97,5
K <sub>2</sub> O	0,69	0,4
CaO	2,84	1,01
MnO	0,37	0,16
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,84	0,69
NiO	0,03	0,02
CuO	0,05	0,04
TiO <sub>2</sub>	0,03	0,04
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,03	0,03

Penentuan kadar silika dalam sampel selain ditentukan dengan hasil analisa XRF juga dilakukan dengan menggunakan

metode gravimetri. Sampel terlebih dahulu didestruksi dengan menggunakan aquaregia dan HNO<sub>3</sub>. Akuaregia atau air raja adalah campuran dari tiga bagian volume HCl pekat dan satu bagian volume HNO<sub>3</sub> pekat. Akuaregia mempunyai kemampuan sebagai zat pengoksidasi yang kuat karena adanya gugus aktif nitrosil klorida dan klorin [36]. Hal tersebut menyebabkan akuaregia dapat melarutkan hampir semua logam-logam maupun senyawa yang tidak larut salah satu asam penyusunnya. Kemungkinan reaksi yang terjadi seperti persamaan 4.3 dan 4.4 [37] :



Hasil destruksi terhadap sampel menghasilkan endapan putih yang merupakan silika yang tidak terdestruksi oleh akuaregia dengan kadar silika seperti pada Tabel 4.2. Berdasarkan Tabel 4.2 kadar silika yang dihasilkan jika dibandingkan dengan hasil XRF memiliki nilai yang mirip sehingga metode gravimetri yang digunakan sangat efektif untuk menentukan kadar silika dalam sampel.

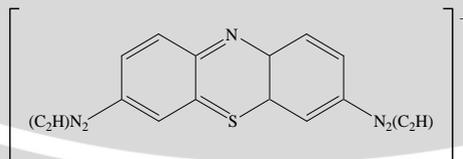
**Tabel 4.2:** Kandungan silika dari ASP dan silika hasil ekstraksi

Sampel	Gravimetri	XRF
Abu sekam padi	93,96%	94,9%
Silika hasil ekstraksi	98,08%	97,5%

Penentuan luas permukaan ASP dan silika hasil ekstraksi menggunakan metilen biru dengan berat sampel  $0,2 \pm 0,005$  g dan diperoleh slop 0,1969 maka didapatkan luas permukaan yang tersaji pada Tabel 4.3 dan Lampiran D. Reaksi yang terjadi antara metilen biru dengan silika seperti persamaan 4.4:



dimana  $\text{MB}^+$  adalah



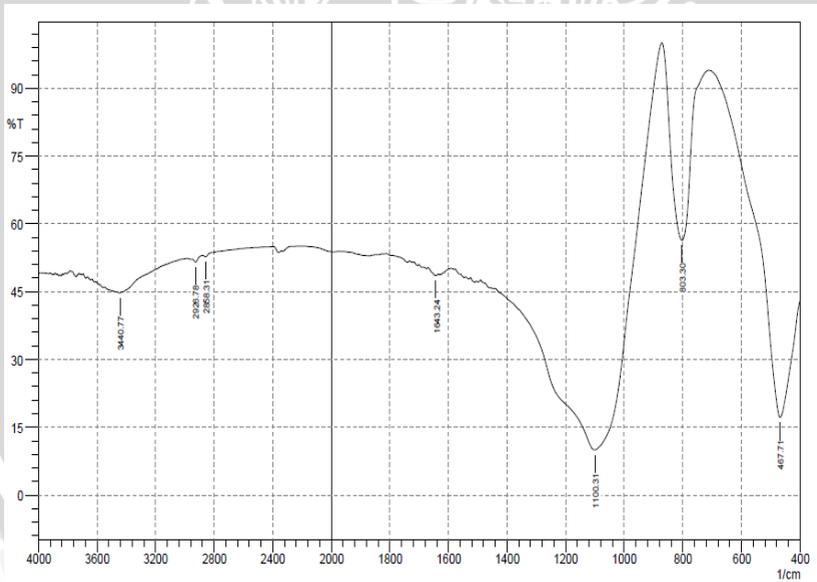
Menurut Nuryono [38] besarnya luas permukaan berpengaruh pada besar porositas, semakin besar luas permukaan semakin besar rongga atau porinya. Selain itu, semakin besar luas permukaan juga dapat meningkatkan kereaktivannya.

**Tabel 4.3:** Luas permukaan ASP dan silika hasil ekstraksi

Parameter	Luas Permukaan ( $m^2/g$ )
Abu sekam padi	5,38
Silika hasil ekstraksi	5,54

Berdasarkan Tabel 4.3 luas permukaan silika hasil ekstraksi dan ASP hampir sama. Menurut penelitian Nuryono [38] penentuan luas permukaan ASP dengan menggunakan metode BET memiliki luas permukaan sebesar  $11,06 m^2/g$ .

Silika hasil ekstraksi dianalisa dengan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi yang ada dalam silika, meliputi gugus silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si). Karakterisasi dengan menggunakan FTIR tersaji pada Gambar 4.2 dan Tabel 4.4.



**Gambar 4.2:** Spektra FTIR silika hasil sintesis

Berdasarkan spektra Gambar 4.2 dan Tabel 4.4 terdapat puncak-puncak pada bilangan gelombang 3440 dan 1643  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya -OH dari Si-OH, serapan siloksan pada daerah 1095 dan 798  $\text{cm}^{-1}$ , dan serapan pada daerah 467 yang menunjukkan adanya ikatan Si-O.

**Tabel 4.4:** Data puncak serapan IR silika hasil ekstraksi

Bilangan gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )		Interpretasi	Referensi
Silika Standar	Silika Hasil Ekstraksi		
3444	3440	Si-OH	Suka, 2008
1635	1643	H-O-H, SiO-H	Suka, 2008
1095	1100	Si-O-Si	Suka, 2008
798	803	Si-O-Si	Suka, 2008
470	467	Si-O	Suka, 2008

#### 4.2 Sintesis Silika Xerogel

Pada sintesis silika gel, meliputi beberapa tahap, yakni hidrolisis, kondensasi, pematangan (*aging*) dan pengeringan.

Prekursor  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  dapat disintesis dari penambahan silika dengan NaOH 1 M pada temperatur 95  $^\circ\text{C}$ . Larutan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  yang dihasilkan memiliki pH 13. Reaksi yang terjadi antara  $\text{SiO}_2$  dan NaOH selama proses pembuatan prekursor  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  seperti persamaan 4.5 :



Tahap selanjutnya, mengasamkan prekursor  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  dengan menambahkan HCl 1 M. Selama proses pengasaman terjadi reaksi hidrolisis antara  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  dengan HCl seperti persamaan 4.6 dan 4.7 [27] :



Pada saat pengasaman sampai pH 9 terbentuk gel yang sangat cepat. Menurut Sriyanti [39] gel yang terbentuk secara cepat mengandung ion Na yang terjebak ke dalam matriks gel sehingga sukar larut dalam proses pencucian. Hal tersebut dibuktikan dengan penelitian Kalapathy [5] yang melaporkan bahwa penggunaan HCl

pada pengasaman langsung menghasilkan gel dengan kandungan Na yang lebih tinggi (> 4%). Oleh karena itu, proses pengasaman dilanjutkan sampai diperoleh pH larutan 1 sehingga gel akan larut kembali. Penggunaan HCl 1 M mengacu pada penelitian Nuryono [4] yang menjelaskan bahwa jika menggunakan HCl > 1 M maka waktu pembentukan gel semakin lama dan jika HCl < 1 M maka dihasilkan gel yang pecah.

Penambahan HCl menyebabkan penurunan pH sehingga menyebabkan semakin tinggi konsentrasi H<sup>+</sup> dalam larutan Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> sehingga mampu mengubah silikat menjadi asam silikat yang menyebabkan sebagian gugus siloksan (Si-O) membentuk gugus silanol (Si-OH). Reaksi kondensasi yang terjadi seperti persamaan 4.8 dan 4.9 [4] :



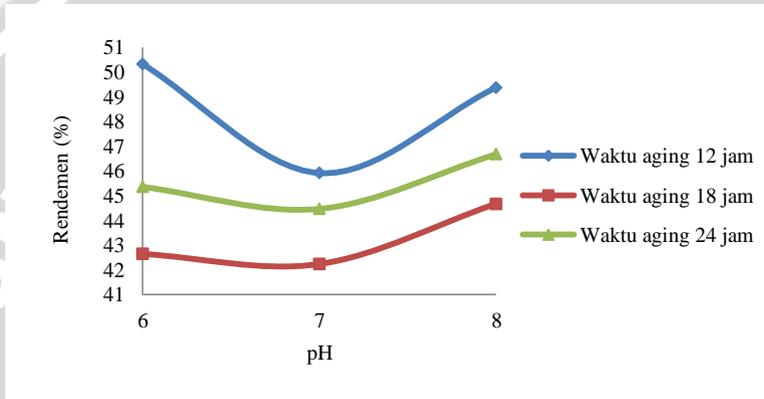
Namun, penurunan pH menyebabkan penurunan konsentrasi -Si-O<sup>-</sup> sehingga mengakibatkan pembentukan gel berlangsung lambat. Oleh karena itu, pH dinaikkan dengan menggunakan larutan NaOH 1 M sehingga diperoleh pH larutan sekitar 6 – 8. Selama proses pengeringan larutan yang ada di dalam gel menguap sehingga gel silika mengalami penyusutan, seperti Gambar 4.3. Silika xerogel hasil sintesis berwarna putih transparan dan memiliki lebar 0,7 inci.



**Gambar 4.3:** Silika xerogel

### 4.3 Studi Pengaruh pH Terhadap Sintesis Silika Xerogel dari Sekam Padi

Pada penelitian ini dilakukan variasi pH larutan 6, 7 dan 8 dengan menggunakan larutan HCl 1 M yang bertujuan untuk mengetahui pengaruh pH terhadap rendemen dan luas permukaan silika xerogel. Hasil uji tersaji pada Gambar 4.4 dan 4.5. Data dan hasil perhitungan dapat dilihat pada Lampiran E.

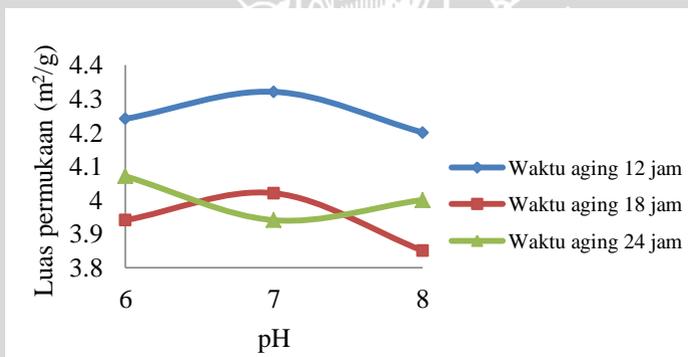


**Gambar 4.4:** Pengaruh pH terhadap rendemen silika xerogel

Dari tabel ANOVA (Lampiran E.1) diketahui bahwa uji interaksi dua arah nilai  $F_{hitung} (16,99) > F_{Tabel} (6,94)$  pada taraf nyata 0,05, berarti  $H_0$  ditolak dan  $H_1$  diterima, artinya terdapat pengaruh pH terhadap rendemen silika xerogel. Hasil perhitungan BNT (Beda Nyata Terkecil) diperoleh keadaan optimum adalah pH 6 dan pada waktu *aging* 12 jam. Berdasarkan Gambar 4.4 diketahui bahwa pada rendemen optimum dihasilkan pada pH 6 sedangkan pada pH 7 mengalami penurunan dan naik kembali pada pH 8. Hal tersebut dikarenakan pada pH 6 konsentrasi Si-O<sup>-</sup> lebih besar dibandingkan pada pH 7. Menurut Brinker [27] pada penambahan asam sampai pH 2-6 menyebabkan sebagian gugus -Si-O<sup>-</sup> terprotonasi dan delokalisasi elektron terganggu sehingga atom Si dapat diserang oleh atom O dari -Si-O<sup>-</sup> lain dan terjadi reaksi 4.8. Namun, pada pH 7 konsentrasi H<sup>+</sup> lebih kecil dibandingkan pada pH 6 sehingga konsentrasi -Si-O<sup>-</sup> lebih kecil sehingga sedikit gugus -Si-O-Si- yang terbentuk menyebabkan hasil rendemen silika kecil. Sedangkan pada pH 8 rendemen konsentrasi OH<sup>-</sup> lebih besar dibandingkan

konsentrasi  $H^+$  sehingga semua silikat dalam larutan dalam bentuk ion silikat ( $SiO_3^{2-}$ ) sehingga gugus  $-Si-O-Si-$  yang terbentuk banyak yang menyebabkan rendemen silika meningkat.

Dari tabel ANOVA (Lampiran E.1) diketahui bahwa uji interaksi dua arah nilai  $F_{hitung} (4,55) < F_{Tabel} (6,94)$  pada taraf nyata 0,05, berarti  $H_1$  ditolak dan  $H_0$  diterima, artinya tidak terdapat pengaruh pH terhadap luas permukaan silika xerogel. Namun berdasarkan Gambar 4.5, pada pH 7 mengalami kenaikan dimungkinkan karena konsentrasi  $H^+$  atau  $OH^-$  dalam larutan sama sehingga molekul  $H_2O$  dapat masuk ke dalam sela-sela ikatan siloksan sehingga pada saat pemanasan molekul  $H_2O$  menguap dan meninggalkan tempat kosong yang menyebabkan semakin besar rongga silika xerogel. Namun, seiring lamanya waktu *aging* pada pH 7 mengalami penurunan karena rongga yang terbentuk semakin kecil.



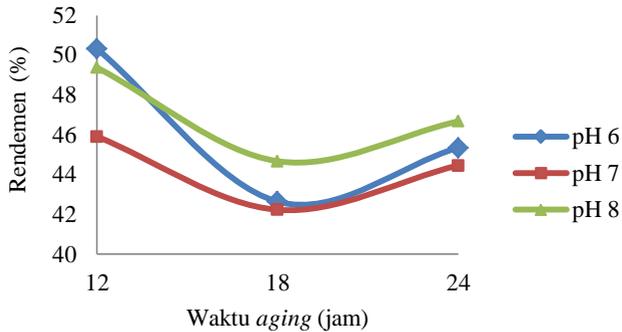
**Gambar 4.5:** Pengaruh pH terhadap luas permukaan silika xerogel

#### 4.4 Studi Pengaruh Waktu Aging Terhadap Sintesis Silika Xerogel dari Sekam Padi

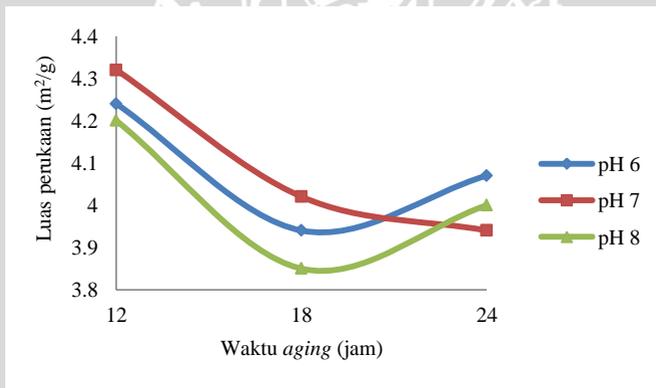
Pada penelitian ini dilakukan variasi waktu *aging* 12, 18 dan 24 jam yang bertujuan untuk mengetahui pengaruh waktu *aging* terhadap rendemen dan luas permukaan silika xerogel. Hasil uji tersaji pada Gambar 4.6 dan 4.7. Data dan hasil perhitungan dapat dilihat pada Lampiran E.

Dari tabel ANOVA (Lampiran E.2) diketahui bahwa uji interaksi dua arah nilai  $F_{hitung} (1,18) < F_{Tabel} (6,94)$  pada taraf nyata

0,05, berarti  $H_1$  ditolak dan  $H_0$  diterima, artinya tidak terdapat pengaruh pH terhadap luas permukaan silika xerogel.



**Gambar 4.6:** Pengaruh waktu *aging* terhadap rendemen silika xerogel



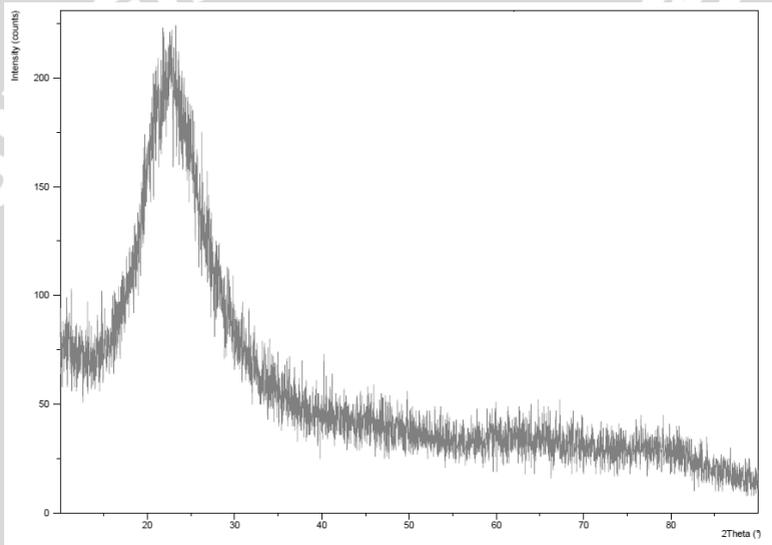
**Gambar 4.7:** Pengaruh waktu *aging* terhadap luas permukaan silika xerogel

Dari tabel ANOVA (Lampiran E.2) diketahui bahwa uji interaksi dua arah nilai  $F_{hitung} (20) > F_{Tabel} (6,94)$  pada taraf nyata 0,05, berarti  $H_0$  ditolak dan  $H_1$  diterima, artinya terdapat pengaruh waktu *aging* terhadap luas permukaan silika xerogel. Hasil perhitungan BNT (Beda Nyata Terkecil) diperoleh keadaan optimum adalah pH 7 dengan waktu *aging* 12 jam. Berdasarkan Gambar 4.7 luas permukaan silika xerogel yang diperoleh pada waktu *aging* 12 jam dan 24 jam ada kecenderungan menurun. Hal tersebut

dimungkinkan semakin lama waktu *aging* jaringan gel yang terbentuk semakin kuat, kaku dan menyusut sehingga menyebabkan rongga silika xerogel semakin kecil.

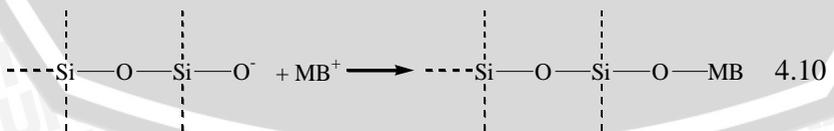
#### 4.5 Karakterisasi Silika Xerogel

Silika xerogel hasil sintesis dikarakterisasi dengan difraktometer sinar-X untuk mengetahui struktur kristalnya. Hasil difraktogram tersaji pada Gambar 4.8 yang menunjukkan bahwa struktur silika yang disintesis adalah amorf dibuktikan dengan puncak yang melebar pada  $2\theta$  sekitar  $22^\circ$  ( $2d = 3,94$ ).

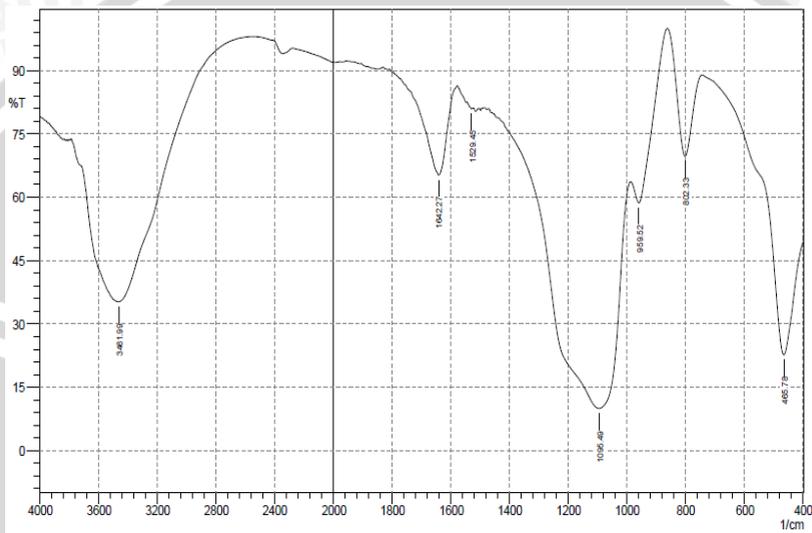


**Gambar 4.8:** Difraktogram silika xerogel

Silika xerogel memiliki kandungan silika sebesar 98,06% yang ditentukan dengan menggunakan metode gravimetri dan luas permukaan sebesar  $4,24 \text{ m}^2/\text{g}$  dengan menggunakan metilen biru. Reaksi yang terjadi selama proses penentuan luas permukaan seperti persamaan 4.10 :



Silika xerogel pada pH 7 dengan waktu *aging* 12 jam dianalisa dengan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi yang terkandung dalam silika xerogel, meliputi gugus silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si). Karakterisasi dengan menggunakan FTIR tersaji pada Gambar 4.9 dan Tabel 4.5.



**Gambar 4.9:** Spektra FTIR silika xerogel

Pada spektra FTIR (Gambar 4.9) menunjukkan adanya beberapa puncak utama dalam sampel yang diyakini berkaitan dengan gugus fungsi pada silika adalah pada bilangan gelombang  $3461\text{ cm}^{-1}$ . Puncak ini merupakan puncak khas untuk vibrasi ulur gugus -OH (gugus hidroksil) yang menunjukkan ikatan Si-OH atau silanol. Puncak kedua yang diyakini menunjukkan gugus fungsi silika adalah pada bilangan gelombang  $1095\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya gugus siloksan Si-O-Si. Adanya gugus siloksan diperkuat dengan adanya puncak pada daerah sidik jari pada bilangan gelombang  $798\text{ cm}^{-1}$  dan  $470\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan ikatan Si-O. Puncak lain dengan intensitas yang cukup signifikan terdapat pada daerah  $1642\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya ikatan SiO-H dan  $959\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan ikatan Si-OH.

**Tabel 4.5:** Data puncak serapan IR silika xerogel

Bilangan gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )		Interpretasi	Referensi
Silika Standar	Silika Xerogel Sintesis		
3473	3461	Si-OH	Salazar, 2011
1640	1642	H-O-H, SiO-	Salazar, 2011
1076	1095	Si-O-Si	Salazar, 2011
968	959	Si-OH	Salazar, 2011
801	802	Si-O-Si	Salazar, 2011
470	465	Si-O	Salazar, 2011



## BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

### 5.1 Kesimpulan

Setelah melakukan penelitian tentang sintesis silika xerogel dari sekam padi dapat disimpulkan bahwa

1. pH berpengaruh terhadap rendemen silika xerogel tetapi tidak berpengaruh terhadap luas permukaan. Waktu *aging* tidak berpengaruh terhadap rendemen silika xerogel tetapi berpengaruh terhadap luas permukaan.
2. Hasil karakterisasi silika xerogel pada keadaan optimum (pH 6 dengan waktu *aging* 12 jam) menunjukkan bahwa luas permukaan sebesar 4,24 m<sup>2</sup>/g dengan kemurnian 98,06%. Spektra IR dan data XRD menunjukkan bahwa silika xerogel hasil sintesis mengandung gugus silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si) dan berstruktur amorf.

### 5.2 Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut tentang waktu *aging* optimum untuk setiap pH dan pengaruh temperatur pengeringan terhadap silika xerogel.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Hindrayawati, N. dan Alimuddin, 2010, **Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel Dari Abu Sekam Padi Dengan menggunakan Natrium Hidroksida (NaOH)**, *Jurnal Kimia Mulawarman*, 7(2), 75-77.
- [2] Nugraha, S. dan Setiawati, J., 2006, **Peluang Agribisnis Arang Sekam**, Balai Penelitian Pascapanen Pertanian, Jakarta.
- [3] Ummah, S., A. Prasetyo dan H. Barroroh, 2010, **Kajian Penambahan Abu Sekam Padi Dari Berbagai Suhu Pengabuan Terhadap Plastisitas Kaolin**, *Alchemy*, 1(2)
- [4] Nuryono dan Narsito, 2005, **Pengaruh Konsentrasi Asam Terhadap Karakter Silika Gel Hasil Sintesis dari Natrium Silikat**, *Indo. J. Chem.*, 5(1), 23 – 30.
- [5] Kalapathy, U., A. Proctor dan J. Shultz, 2000, **A Simple Method For Production of Pure Silica From Rice Hull Ash**, *Elsevier Science* 73, 257-262.
- [6] Affandi, S., H. Setyawan., S. Winardi, A. Purwanto., dan R. Balqis., 2009, **A facile method for production of high-purity silica xerogels from bagasse ash**, *Advanced Powder Technology*, 20, 468-472.
- [7] Nayak, J.P., 2010, **Preparation and Characterization of Bioactive Silica-based Ceramics derived from Rice Husk Ash**, *Thesis*, Department Of Ceramic Engineering, National Institute Of Technology, Roukela.
- [8] Prasad, R. 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*, 7(1), 1-25.
- [9] Sembiring, S., Vinindia K., Iwan dan Haidir H., 2011, **Sintesis Karet Alam Berpenguat Nano Silika Sekam Padi Sebagai Bahan Rubber Seal Tabung Gas Elpiji**, *Seminar nasional Sains & Teknologi – IV*, Bandar Lampung.

- [10] Hamdan, H., M.N.M. Muhid, S. Endud, E. Listiorini, dan Z. Ramli, 1997, **<sup>29</sup>Si MAS NMR, XRD and FESEM Studies of Rice Husk Silica for the Synthesis of Zeolites**, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 211,126–131.
- [11] Singh, S.K., B.C. Mohanty dan S. Basu, 2002, **Synthesis of SiC from Rice Husk in a Plasma Reactor**, *Bulletin Material Science*, 25(6), 561–563.
- [12] Widodo, S., 2010, **Teknologi Sol Gel Pada pembuatan Nano Kristalin Metal Oksida Untuk Aplikasi Sensor Gas**, *Seminar Rekayasa Kimia dan Proses*, Semarang.
- [13] Anonymous, 2010, **Sekam Padi atau Rice Husk**, <http://archive.kaskus.co.id/thread/16433181/0/sekam-padi-atau-rice-husk>, diakses pada tanggal 20 Februari 2013.
- [14] Anonymous, 2010, **Photos in the production of Aerogels from Rice and Rice Husk**, <http://green-earth-aerogel.es/photos.htm>, diakses tanggal 9 Juli 2013.
- [15] Schick, M.J., **Colloidal Silica Fundamentals and Applications**, Taylor & Francis Group, California.
- [16] Anonymous, 2011, **Silicon Dioxide: Properties and Applications**,[http://www.timedomaincvd.com/CVD\\_Fundamentals/films/SiO2\\_properties.html](http://www.timedomaincvd.com/CVD_Fundamentals/films/SiO2_properties.html), diakses tanggal 20 Februari 2013.
- [17] Suka, I.G., W. Simanjutak, S. Sembiring, dan E. Trisnawati, 2008, **Karakteristik Silika Sekam Padi Dari Provinsi Lampung Yang Diperoleh Dengan Metode Ekstraksi**, *FMIPA Universitas lampung*, No. 1, Vol. 37, pp 47-52.
- [18] Thuadaj, N., dan A. Nuntiya. 2008. **Preparation of Nanosilica Powder from Rice Husk Ash by Precipitation Method**, *Chiang Mai J. Sci*, 35(1), 206-211.
- [19] Mori, H., 2003, **Extraction of Silicon Dioxide From Waste Colored Glasses by Alkalifusion Using Sodium Hydroxide**, *Journal of the Ceramic Society of Japan* 111(6), 376-381.

- [20] Chrusciel, J., dan L. Slusarski, 2003, **Synthesis of Nanosilica by The Sol-Gel Method and its Activity Toward Polymers**, *Materials Science*, 21(4), 461-469.
- [21] Mohallem, N.D.S.M., J.B. Silva, G.L.T. Nascimento dan V.L. Guimaraes, **Study of Multifunctional Nanocomposites Formed by Cobalt Ferrite Dispersed in a Silica Matrix Prepared by Sol-Gel Process**, *Open Science Intech*, pp 459 – 481.
- [22] Mahreni, 2007, **Sintesis membran Nanokomposit Nafion-SiO<sub>2</sub> Menggunakan Metode Sol Gel**, *Jurnal Sains materi Indonesia*, 11(2), 129-133.
- [23] Sutrisno, H., 1997, **Aspek Kimia dan Fisika Dalam Sintesis Keramik Melalui Proses Sol Gel**, *Cakrawala Pendidikan No. 2 Tahun XVI*, 31-38.
- [24] Young, S.K., 2002, **Overview of Sol Gel Science and Technology**, *Army Research Laboratory*, 1-10.
- [25] Buckley, A.M., dan Greenblatt, 1994, **Sol-Gel preparation of Silica Gels**, *Journal Chemistry*, 71(7), 599.
- [26] Brinker, C.J., 1988, **Hydrolysis and Condensation of Silicates: Effects On Structure**, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 31-50.
- [27] Brinker, J., 1990, **Sol Gel Science The Physics and Chemistry of Sol Gel processing**, Academic press, New York
- [28] Milea, C.A., C. Bogatu, dan A. Duta, 2011, **The Influence of Parameter In Silica Sol-Gel Process**, *Bulletin of the Transilvania University of Brasov*, 4(53), 59-66.
- [29] Tim Penyusun, 2007, **Spektroskopi**, *Modul Kuliah*, Fakultas Farmasi Universitas Sanata Dharma, Yogyakarta.
- [30] Salazar, A.C.D., 2011, **Development of Silica Containing Materials for the Adsorption of Organic Compounds**, Universitas Colombia, Manizales.
- [31] Kriswarini, R., D. Anggraini, dan A. Djamaludin, 2010, **Validasi Metoda XRF (X-Ray Fluorescence) Secara**

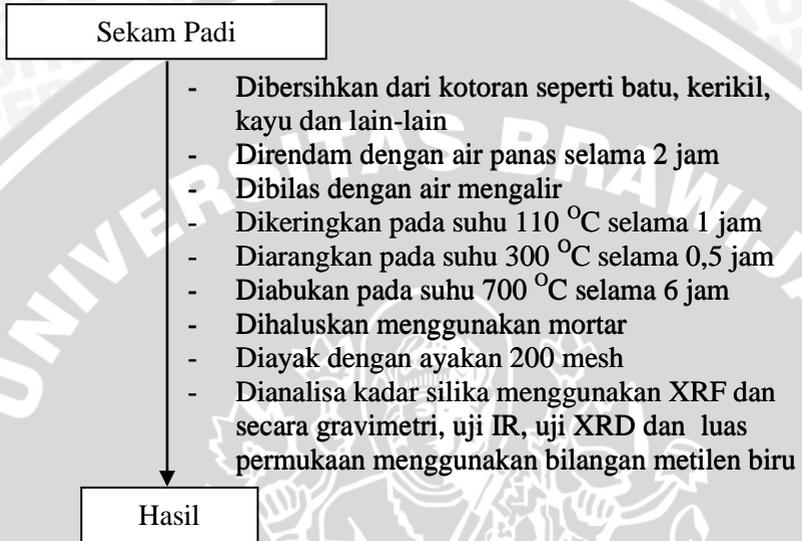
**Tunggal Dan Simultan Untuk Analisis Unsur Mg, Mn Dan Fe Dalam Paduan Aluminium**, *Seminar Nasional VI SDM Teknologi Nuklir*, Yogyakarta, 18 November.

- [32] Saksono, N., 2002, **Analisis Iodat Dalam Bumbu Dapur Dengan Metode Iodometri Dan X-Ray Fluorescence**, *Makara Teknologi* 6(3), 89-94.
- [33] Kugler, W., 2003, **X-Ray Diffraction Analysis in the Forensic Science: The Last resort in Many Criminal Cases**, *International Centre for Diffraction Data*, 46, 1-16.
- [34] Widhianti, W. D., 2010, **Pembuatan Arang Aktif Dari Biji Kapuk (*Ceiba Pentandra L.*) Sebagai Adsorben Zat Warna Rhodamin B**, *Skripsi*, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga, Surabaya.
- [35] Aina, H., Nuryono, dan I. Tahir, 2007, **Sintesis Aditif Semen  $\beta$ -Ca<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub> Dari Abu Sekam Padi dengan Variasi Temperatur Pengabuan**, *Seminar Nasional "Aplikasi Sain Dan Matematika Dalam Industri"*, Salatiga, 15 Juni.
- [36] Trisunaryanti, W., Mudasir dan S. Saroh, 2002, **Studi Pengaruh Matriks pada Analisis Ni dan Pd Secara AAS dalam Destruat Katalis Hidrorenkah Menggunakan Akua Regia dan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>**, *Indonesia Journal of Chemistry* 2(3),177-185.
- [37] Svehla, G., 1990, **Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimakro**, edisi ke 5, (diterjemahkan oleh: Setiono, L., dan Pudjaatmaka, H.), PT. Kalman Media Pustaka, Jakarta.
- [38] Nuryono, R.D. Purwandari, K. Triyana, dan Harsoyo, 2006, **Pengaruh Perlakuan dengan Asam Klorida Terhadap Karakter Abu Sekam Padi**, *FMIPA UGM*, 182-194.
- [39] Sriyanti, Taslimah, Nuryono dan Narsito, 2005, **Sintesis Bahan Hibrida Amino-Silika Dari Abu Sekam Padi Melalui Proses Sol-Gel**, Artikel: JKSA 8(1), 1 April.

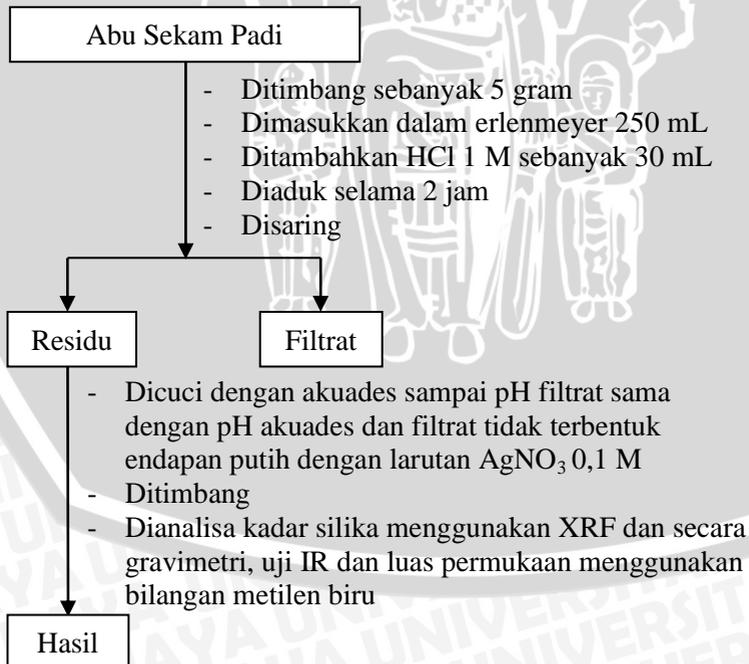
## LAMPIRAN

### Lampiran A. Diagram Alir

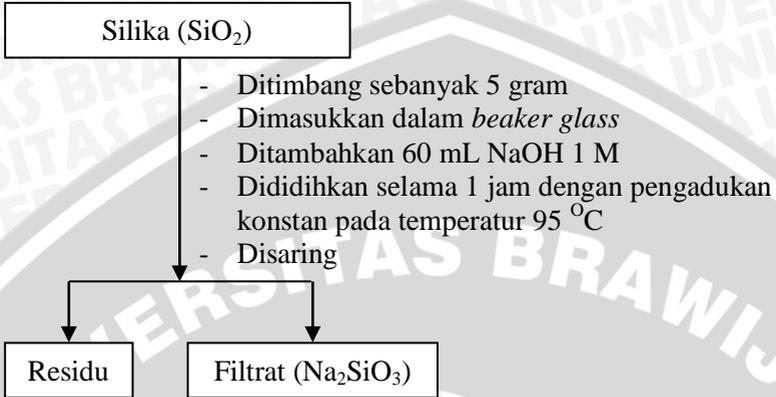
#### Lampiran A.1. Preparasi Abu Sekam Padi



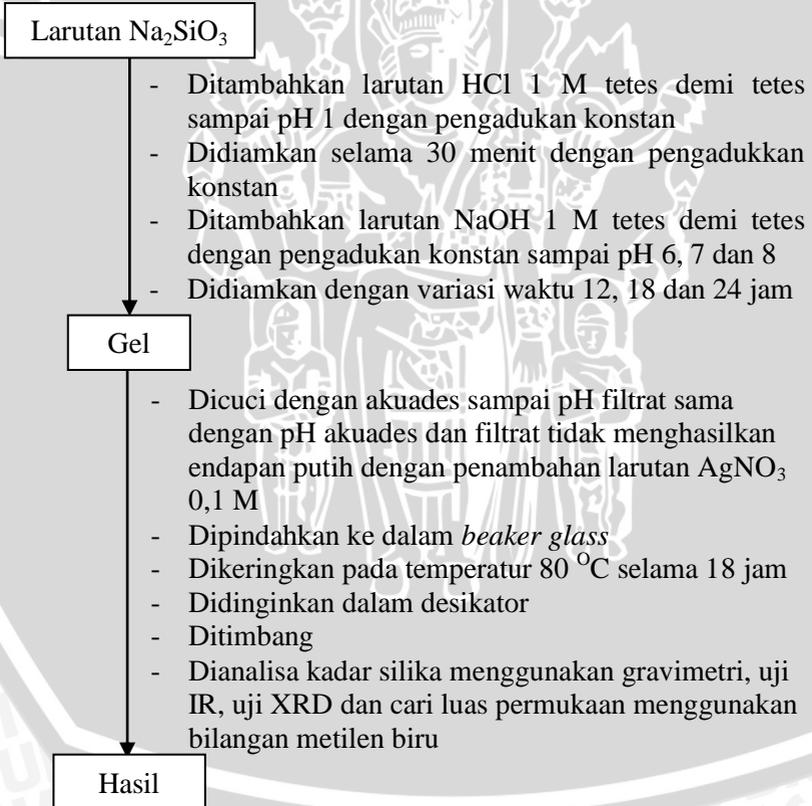
#### Lampiran A.2 Ekstraksi Silika dari Abu Sekam Padi



### Lampiran A.3. Pembuatan Larutan Natrium Silikat



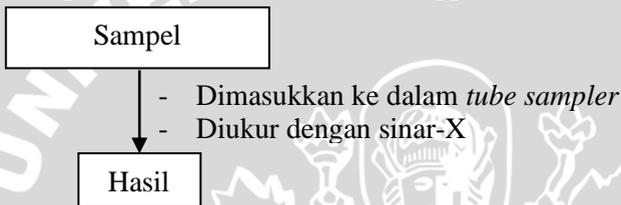
### Lampiran A.4. Sintesis Silika Xerogel



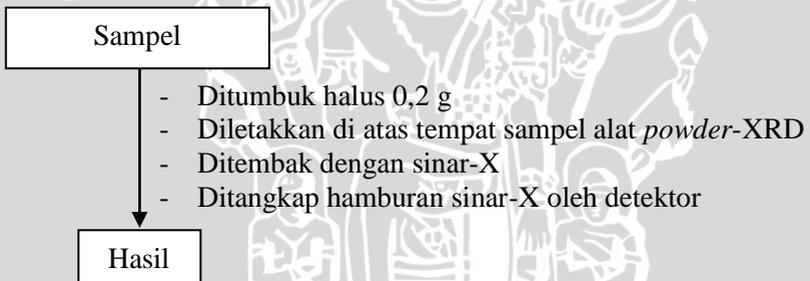
### Lampiran A.5. Karakterisasi Menggunakan FT-IR



### Lampiran A.6. Karakterisasi Menggunakan XRF

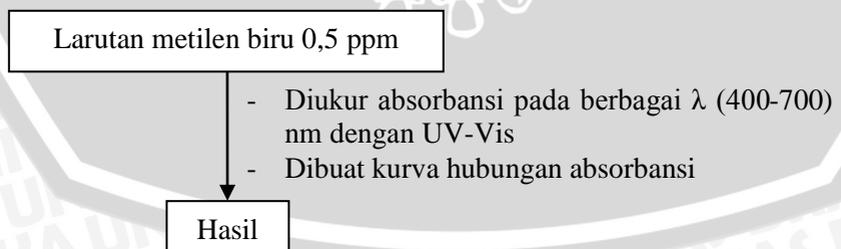


### Lampiran A.7. Karakterisasi Menggunakan XRD

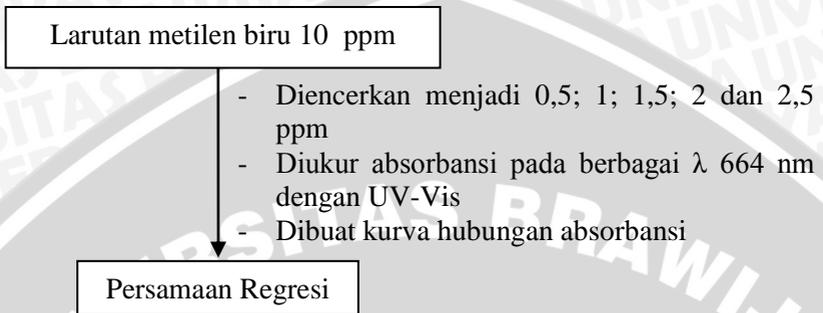


### Lampiran A.8 Mencari Luas Permukaan Menggunakan Metilen Biru

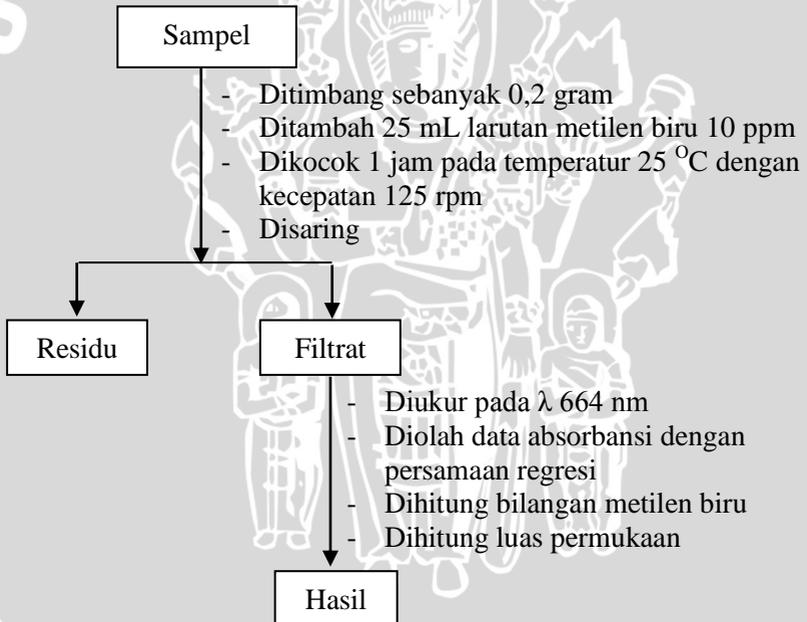
#### Lampiran A.8.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Metilen Biru



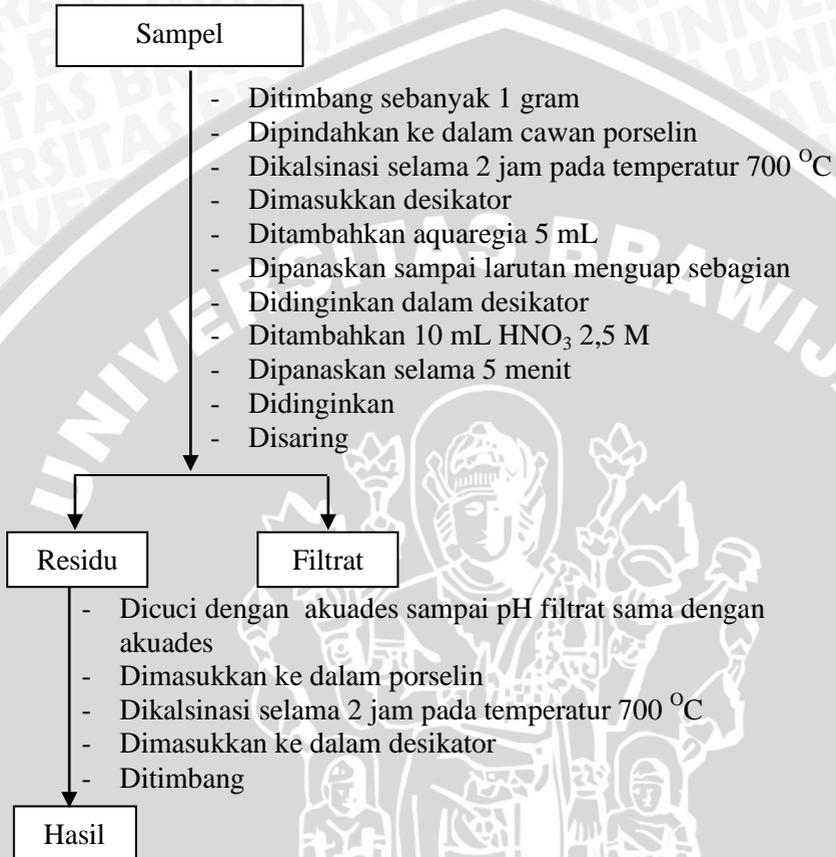
### Lampiran A.8.2 Penentuan Persamaan Regresi Kurva Baku Metilen Biru



### Lampiran A.8.3 Penentuan Luas Permukaan Silika Xerogel Menggunakan Metilen Biru



## Lampiran A.9 Penentuan Kadar Silika Secara Gravimetri



## Lampiran B. Perhitungan

### Lampiran B.1 Perhitungan Pembuatan Larutan NaOH 1 M sebanyak 1 L

Diketahui : Mr NaOH = 40  $\frac{g}{mol}$   
Konsentrasi NaOH = 1 M  
Volume akhir = 1 L

maka massa padatan NaOH yang diperlukan adalah

$$M = \frac{\text{mol zat terlarut}}{\text{volume larutan}} = \frac{n}{V}$$
$$1 \text{ M} = \frac{\text{Massa NaOH} / 40 \frac{g}{mol}}{1 \text{ L}} = 40 \text{ g}$$

Sebanyak 40 g NaOH dilarutkan dengan sedikit akuades dalam *beaker glass*. Selanjutnya dipindahkan ke dalam labu takar 1 L dan ditambah dengan akuades sampai tanda batas lalu dikocok.

### Lampiran B.2 Perhitungan Pembuatan Larutan HCl 1 M sebanyak 1 L

Diketahui : Mr HCl = 36,5  $\frac{g}{mol}$   
 $\rho$  HCl = 1187,8  $\frac{g}{L}$   
Konsentrasi HCl pekat = 37%  
Konsentrasi HCl akhir = 1 M  
Volume akhir = 1 L

maka konsentrasi HCl pekat dalam satuan molar adalah

$$M = \frac{1187,8 \frac{g}{L}}{35,6 \frac{g}{mol}} = 12,04 \text{ M}$$

Sehingga volume HCl yang diperlukan adalah

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$
$$12,04 \text{ M} \times V_1 = 1 \text{ M} \times 1$$
$$V_1 = 0,08 \text{ L} = 80 \text{ mL}$$

Sebanyak 80 mL HCl dimasukkan ke dalam labu takar 1 L dan ditambah dengan akuades sampai tanda batas lalu dikocok.

### Lampiran B.3 Perhitungan Pembuatan Larutan HNO<sub>3</sub> 2,5 M sebanyak 1 L

Diketahui : Mr HNO<sub>3</sub> = 63  $\frac{g}{mol}$

$\rho \text{ HNO}_3 = 1400 \frac{\text{g}}{\text{L}}$   
Konsentrasi  $\text{HNO}_3$  pekat = 65%  
Konsentrasi  $\text{HNO}_3$  akhir = 1 M  
Volume akhir = 1 L

maka konsentrasi  $\text{HNO}_3$  pekat dalam satuan molar adalah

$$M = \frac{1400 \frac{\text{g}}{\text{L}}}{63 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} = 14 \text{ M}$$

Sehingga volume  $\text{HNO}_3$  yang diperlukan adalah

$$\begin{aligned} M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 14 \text{ M} \times V_1 &= 1 \text{ M} \times 1 \\ V_1 &= 0,017,8 \text{ L} = 17,8 \text{ mL} \end{aligned}$$

Sebanyak 17,8 mL  $\text{HNO}_3$  dimasukkan ke dalam labu takar 1 L dan ditambah dengan akuades sampai tanda batas lalu dikocok.

#### **Lampiran B.4 Perhitungan Pembuatan Larutan $\text{AgNO}_3$ 0,1 M sebanyak 100 mL**

Diketahui :  $M_r \text{ AgNO}_3 = 169 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$   
Konsentrasi  $\text{NaOH} = 0,1 \text{ M}$   
Volume akhir = 100 mL

maka massa padatan  $\text{AgNO}_3$  yang diperlukan adalah

$$\begin{aligned} M &= \frac{\text{mol zat terlarut}}{\text{volume larutan}} = \frac{n}{V} \\ 0,1 \text{ M} &= \frac{\text{Massa AgNO}_3 / 169 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}{0,1 \text{ L}} = 1,69 \text{ g} \end{aligned}$$

Sebanyak 1,69 g  $\text{AgNO}_3$  dilarutkan dengan sedikit akuades dalam *beaker glass*. Selanjutnya dipindahkan ke dalam labu takar 1 L dan ditambah dengan akuades sampai tanda batas lalu dikocok.

#### **Lampiran B.5. Perhitungan Pembuatan Larutan Metilen Biru 10 ppm sebanyak 1 L**

$$\begin{aligned} 10 \text{ ppm} &= 10 \text{ mg/L} \\ (10 \text{ mg/1L}) &= (\text{massa/1L}) \\ \text{massa} &= 10 \text{ mg} = 0,001 \text{ g} \end{aligned}$$

Sebanyak 0,01 g metilen biru dilarutkan dengan sedikit akuades kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 1 L dan ditambah dengan akuades sampai tanda batas lalu dikocok.

### Lampiran B.6. Perhitungan Pembuatan Larutan untuk Kurva Baku Metilen Biru

Rumus pengenceran :

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

dimana,

$M_1$  = Konsentrasi awal larutan (ppm)

$V_1$  = Volume larutan awal yang diambil (mL)

$M_2$  = Konsentrasi larutan setelah pengenceran (ppm)

$V_2$  = Volume larutan setelah pengenceran (mL)

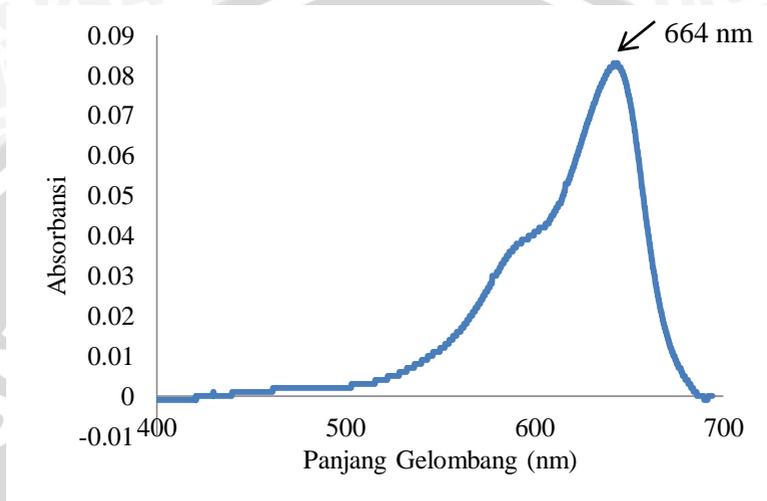
**Tabel B.6.1:** Perhitungan pengenceran larutan metilen biru

$M_1$ (ppm)	$V_1$ (mL)	$M_2$ (ppm)	$V_2$ (mL)
10	0,50	5	100
10	1,00	10	100
10	1,50	15	100
10	2,00	20	100
10	2,50	25	100

Untuk membuat larutan metilen biru 0,5 M dipipet sebanyak 0,5 mL dari larutan stok metilen biru 10 ppm dan dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL dan ditambah dengan akuades sampai tanda batas lalu dikocok. Proses pengenceran 1; 1,5; 2 dan 2,5 sama seperti perlakuan di atas.

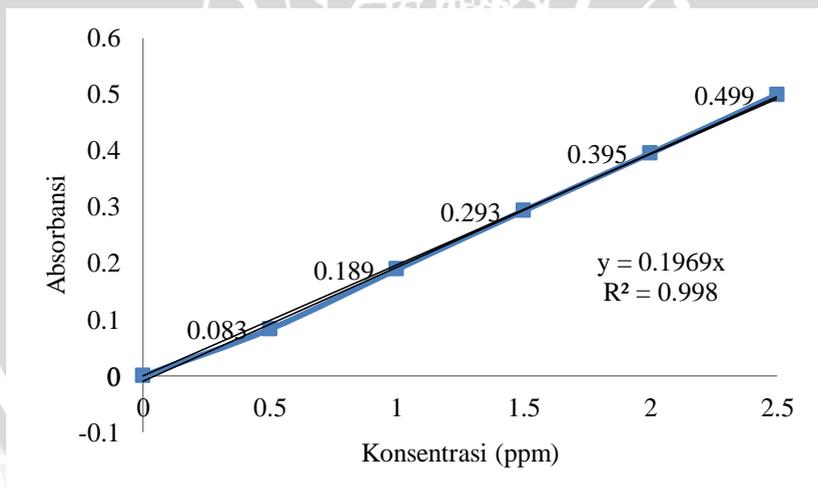
## Lampiran C. Penentuan Panjang Gelombang dan Kurva Baku Metilen Biru

### Lampiran C.1 Penentuan Panjang Gelombang Metilen Biru



**Gambar C.1:** Panjang gelombang maksimum metilen biru

### Lampiran C.2. Penentuan Kurva Baku Metilen Biru



**Gambar C.2:** Kurva kalibrasi metilen biru

## Lampiran D. Perhitungan mencari luas permukaan

**Tabel D.1:** Perhitungan luas permukaan

Sampel	Abs	Massa	fp	x	C. sisa	Qe	Luas permukaan
W 12 pH 6	0,172	0,2100	1	0,8723	0,8723	0,0011	4,24
W 12 pH7	0,131	0,2114	1	0,6653	0,6653	0,0012	4,32
W 12 pH8	0,168	0,2118	1	0,8507	0,8507	0,0011	4,20
W 18 pH6	0,282	0,2101	1	1,4335	1,4335	0,0011	3,94
W 18 pH7	0,214	0,2157	1	1,0856	1,0856	0,0011	4,02
W 18 pH8	0,258	0,2158	1	1,3090	1,3090	0,0010	3,85
W 24 pH6	0,249	0,2013	1	1,2646	1,2646	0,0011	4,07
W 24 pH7	0,229	0,2158	1	1,1605	1,1605	0,0011	3,94
W 24 pH8	0,291	0,2017	1	1,4769	1,4769	0,0011	4,00

Keterangan : W = waktu *aging*

Contoh perhitungan mencari luas perhitungan :

Persamaan regresi linier :  $y = 0,1969x$

Berat sampel : 0,21 g

Absorbansi : 0,172

Konsentrasi metilen biru awal : 10 ppm

Konsentrasi metilen biru akhir :

$$y = 0,1969x$$

$$0,172 = 0,1969x$$

$$x = \frac{0,144}{0,1969} = 0,8723 \text{ ppm}$$

Konsentrasi MB teradsorpsi = konsentrasi metilen biru awal – akhir

$$= (10 - 0,8723) \text{ ppm}$$

$$= 9,128 \text{ ppm}$$

Massa metilen biru terserap ( $Q_e$ ) =

$$Q_e = \frac{9,128 \text{ mg/L} \times 0,025 \text{ L}}{0,21 \times 10^3 \text{ mg}} = 0,0011$$

Luas permukaan sampel ( $S_t$ ) =

$$S_t = \frac{0,0011 \times 6,02 \times 10^{-3} \text{ mol}^{-1} \times 197,20 \text{ m}^2}{319,86 \text{ g/mol}} = 4,24 \text{ m}^2/\text{g}$$

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



**Lampiran E. Analisa Data**  
**Lampiran E.1 Rendemen Silika Xerogel**

**Tabel E.1.1:** Data rendemen silika xerogel

Waktu <i>aging</i>	pH	Pengulangan		Rata-rata
		I	II	
12	6	45,91	54,73	50,32
	7	51,79	40,02	45,91
	8	42,06	56,69	49,37
18	6	44,59	40,69	42,64
	7	43,30	41,17	42,23
	8	42,91	46,42	44,67
24	6	45,23	45,46	45,35
	7	44,21	44,76	44,46
	8	46,74	46,60	46,67

Hipotesa :

$H_0$  : Semua perlakuan tidak memberikan rendemen yang bernilai berbeda nyata

$H_1$  : Ada suatu perlakuan memberikan rendemen yang bernilai berbeda nyata

**Tabel E.1.2:** Perhitungan uji F dua arah

Waktu <i>aging</i>	pH			Total Baris
	6	7	8	
12	50,32	45,91	49,37	145,6
18	42,64	42,23	44,67	129,54
24	45,35	44,46	46,67	136,48
Total Kolom	138,31	132,6	140,71	411,62

$$\begin{aligned}
 JKT &= \sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^k X_{ij}^2 - \frac{T^{**2}}{rk} \\
 &= [50,32^2 + 45,91^2 + \dots + 46,67^2] - \frac{411,62^2}{3 \times 3}
 \end{aligned}$$

$$= 18885,58 - 18825,67$$

$$= 59,91$$

$$JKB = \sum_{i=1}^r \frac{T_{i*}^2}{k} - \frac{T_{**}^2}{rk}$$

$$= \frac{145,6^2 + 129,54^2 + 136,48^2}{3} - \frac{823,28^2}{3 \times 3}$$

$$= 18837,24 - 18825,67$$

$$= 11,57$$

$$JKK = \sum_{j=1}^k \frac{T_{*j}^2}{r} - \frac{T_{**}^2}{rk}$$

$$= \frac{138,31^2 + 132,6^2 + 140,71^2}{3} - \frac{823,28^2}{3 \times 3}$$

$$= 18868,92 - 18825,67$$

$$= 43,25$$

$$JKG = JKT - JKB - JKK$$

$$= 59,91 - 11,57 - 43,25$$

$$= 5,09$$

**Tabel E.1.3:** Uji F dua arah untuk rendemen silika xerogel

Sumber Keragaman (SK)	Jumlah Kuadrat (JK)	Derajat Bebas (db)	Kuadrat Tengah (KT)	F hitung	F tabel 5%
pH	43,25	2	21,626	16,99	6,94
Waktu <i>aging</i>	11,57	2	5,785	4,55	
Galat	5,09	4	1,273		
Total	59,91	8			

karena F hitung lebih besar daripada F tabel pada taraf nyata 5% berarti nilai rendemen berbeda nyata sehingga perlu dilakukan uji BNT (Beda Nyata Terkecil) pada taraf nyata 5%.

## Perhitungan BNT

$$\begin{aligned}
 LSD_{0,05/2,4} &= t_{0,05/2,4} \times \sqrt{\frac{2 \times KTG}{n}} \\
 &= 2,776 \times \sqrt{\frac{2 \times 5,09}{2}} \\
 &= 6,263
 \end{aligned}$$

**Tabel E.1.4:** Analisa BNT untuk uji F dua arah untuk rendemen silika xerogel

Parameter	W 18 pH 7	W 18 pH 6	W 24 pH 7	W 18 pH 8	W 24 pH 6	W 12 pH 7	W 24 pH 8	W 12 pH 8	W 12 pH 6	
		42,23	42,64	44,46	44,67	45,35	45,91	46,67	49,37	50,32
W 18 pH 7	42,23	0								
W 18 pH 6	42,64	0,41	0							
W 24 pH 7	44,46	2,23	1,82	0						
W 18 pH 8	44,67	2,44	2,03	0,21	0					
W 24 pH 6	45,35	3,12	2,71	0,89	0,68	0				
W 12 Ph 7	45,91	3,68	3,27	1,45	1,24	0,56	0			
W 24 pH 8	46,67	4,44	4,03	2,21	2	1,32	0,76	0		
W 12 pH 8	49,37	7,14*	6,73*	4,91	4,7	4,02	3,46	2,7	0	
W 12 pH 6	50,32	8,09*	7,68*	5,86	5,65	4,97	4,41	3,65	0,95	0

Keterangan: W = waktu *aging*

\* = beda nyata

## Lampiran E.2 Luas Permukaan Silika Xerogel

**Tabel E.2.1:** Data luas permukaan silika xerogel

Waktu <i>aging</i>	pH	Pengulangan				Rata-rata
		I	II	III	IV	
12	6	3,33	3,34	5,22	5,06	4,24
	7	3,37	3,32	5,37	5,23	4,32
	8	3,40	3,33	5,09	4,97	4,20
18	6	3,30	3,24	4,99	4,23	3,94
	7	3,08	3,27	5,22	4,52	4,02
	8	3,38	3,27	4,70	4,04	3,85
24	6	3,44	3,39	4,72	4,72	4,07
	7	3,33	3,27	4,56	4,58	3,94
	8	3,29	3,11	5,16	4,45	4,00

Hipotesa :

$H_0$  : Semua perlakuan tidak memberikan luas permukaan yang berbeda nyata

$H_1$  : Ada suatu perlakuan memberikan luas permukaan yang bernilai berbeda nyata

**Tabel E.2.2:** Perhitungan Uji F dua arah

Waktu <i>aging</i>	pH			Total Baris
	6	7	8	
12	4,24	4,32	4,20	12,76
18	3,94	4,02	3,85	11,81
24	4,07	3,94	4,00	12,01
Total Kolom	12,25	12,68	12,05	36,58

$$\begin{aligned}
 JKT &= \sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^k X_{ij}^2 - \frac{T^{**2}}{rk} \\
 &= [4,24^2 + 3,94^2 + \dots + 4^2] - \frac{36,58^2}{3 \times 3}
 \end{aligned}$$

$$= 148,88 - 148,68$$

$$= 0,198$$

$$JKB = \sum_{i=1}^r \frac{T_{i*}^2}{k} - \frac{T_{**}^2}{rk}$$

$$= \frac{12,76^2 + 11,81^2 + 12,01^2}{3} - \frac{36,58^2}{3 \times 3}$$

$$= 148,84 - 148,68$$

$$= 0,167$$

$$JKK = \sum_{i=1}^k \frac{T_{*j}^2}{r} - \frac{T_{**}^2}{rk}$$

$$= \frac{12,53^2 + 12,66^2 + 12,32^2}{3} - \frac{37,51^2}{3 \times 3}$$

$$= 148,69 - 148,68$$

$$= 0,01$$

$$JKG = JKT - JKB - JKK$$

$$= 0,197 - 0,17 - 0,01$$

$$= 0,017$$

**Tabel E.2.3:** Uji F dua arah untuk luas permukaan silika xerogel

Sumber Keragaman (SK)	Jumlah Kuadrat (JK)	Derajat Bebas (db)	Kuadrat Tengah (KT)	F hitung	F tabel 5%
pH	0,01	2	$5 \times 10^{-3}$	1,18	6,94
Waktu <i>aging</i>	0,17	2	0,085	20	
Galat	0,017	4	$4,25 \times 10^{-3}$		
Total	0,197	8			

karena F hitung lebih besar daripada F tabel pada taraf nyata 5% berarti nilai luas permukaan berbeda nyata sehingga perlu dilakukan uji BNT (Beda Nyata Terkecil) pada taraf nyata 5%.

## Perhitungan BNT

$$\begin{aligned}
 LSD_{0,05/2,4} &= t_{0,05/2,4} \times \sqrt{\frac{2 \times KTG}{n}} \\
 &= 2,776 \times \sqrt{\frac{2 \times 4,25 \times 10^{-3}}{2}} \\
 &= 0,18
 \end{aligned}$$

**Tabel E.2.4:** Analisa BNT untuk uji F dua arah untuk luas permukaan silika xerogel

Parameter		W 18 pH 8	W 18 pH 6	W 24 pH 7	W 24 pH 8	W 18 pH 7	W 24 pH 6	W 12 pH 8	W 12 pH 6	W 12 pH 7
		3,85	3,94	3,94	4	4,02	4,07	4,2	4,24	4,32
W 18 pH 8	3,85	0								
W 18 pH 6	3,94	0,09	0							
W 24 pH 7	3,94	0,09	0	0						
W 24 pH 8	4	0,15	0,06	0,06	0					
W 18 pH 7	4,02	0,17	0,08	0,08	0,02	0				
W 24 pH 6	4,07	0,22*	0,13	0,13	0,07	0,05	0			
W 12 pH 8	4,2	0,35*	0,26*	0,26*	0,20*	0,18*	0,13	0		
W 12 pH 6	4,24	0,39*	0,30*	0,30*	0,24*	0,22*	0,17	0,04	0	
W 12 pH 7	4,32	0,47*	0,38*	0,38*	0,32*	0,30*	0,25*	0,12	0,08	0

Keterangan: W = waktu *aging*

\* = beda nyata