

SILIKA GEL DARI SEKAM PADI DALAM MENINGKATKAN KEMURNIAN BIOETANOL

¹Iva Muliatus Sohiva, ¹Abdul Rouf, ¹Ni Ketut Sari*

¹Program Studi Teknik Kimia Universitas Pembangunan Nasional "Veteran" Jawa Timur, Jalan Raya Rungkut Madya No. 1 Gunung Anyar, Surabaya, Jawa Timur, 60249, Indonesia

*Penulis korespondensi: 19abdul99rouf@gmail.com

Abstrak. Sekam padi adalah produk sisa yang berpotensi tinggi namun sering terabaikan. Kandungan silika yang sangat tinggi berkisar 87-97% sehingga dapat digunakan dan diolah mejadi berbagai produk dari industri teknologi hingga pertanian. Silika gel adalah salah satu produk berbahan baku silika yang merupakan material anorganik hasil polimerisasi asam silikat yang tersusun secara teratur. Silika gel juga salah satu adsorben hidrofilik yang dapat dimanfaatkan untuk meningkatkan kemurnian bioethanol. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk membuat silika gel dari abu sekam padi dengan variasi pengenceran Natrium silikat dengan Aquades 1:3, 1:4, 1:5, 1:6 dan 1:7 (v/v) dan variabel waktu aging selama 3, 6, 9, 12 dan 18 jam. Silika gel dianalisa kadar air, analisa FTIR, analisa SEM dan analisa kadar alkohol dari penggunaannya sebagai adsorben untuk meningkat kemurnian bioethanol. Hasil penelitian menunjukkan bahwa silika gel terbaik dari variasi 1:4 dan waktu aging 18 jam dengan kadar air 13,35% dan hasil FTIR paling mendekati silika konvensional(Kiesel gel 60G).

Kata kunci: silika gel, sekam padi, kadar air, FTIR dan SEM.

Abstract. Rice husk is a waste product that has high potential but is often overlooked. The very high silica content ranges from 87-97% so that it can be used and processed into various products from the technology industry to agriculture. Silica gel is one of the products made from silica which is an inorganic material resulting from the polymerization of silicic acid which is arranged regularly. Silica gel is also one of the hydrophilic adsorbents that can be used to increase the purity of bioethanol. The purpose of this study was to make silica gel from rice husk ash with variations in the dilution of Sodium silicate with Aquades 1: 3, 1: 4, 1: 5, 1: 6 and 1: 7 (v / v) and aging time variables for 3, 6, 9, 12 and 18 hours. Silica gel was analyzed for water content, FTIR analysis, SEM analysis and alcohol content analysis from its use as an adsorbent to increase the purity of bioethanol. The results showed that the best silica gel from the variation of 1:4 and aging time of 18 hours with a water content of 13.35% and the FTIR results were closest to conventional silica (Kiesel gel 60G).

Keywords: silica gel, rice husk, water content, FTIR and SEM

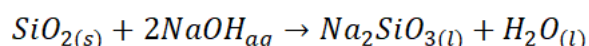
1. Pendahuluan

Indonesia merupakan negara agraris dengan sumber daya alam dan keanekaragaman hayati. Salah satunya adalah tanaman padi yang menghasilkan beras sebagai makanan pokok masyarakat Indonesia yang kebutuhannya meningkat setiap tahunnya. Semakin besar peningkatan kebutuhan masyarakat terhadap beras sebagai komoditi utama, maka sekam padi yang dihasilkan juga semakin melimpah. Namun, minimnya pengolahan sekam padi menjadikannya limbah yang kurang bernilai. Kandungan Silika pada sekam padi berkisar antara 87-97%. Tingginya kandungan silika dalam sekam padi berpotensi besar untuk digunakan dalam berbagai industri seperti teknologi dan pertanian.

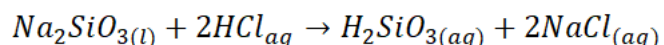
Silika gel adalah salah satu produk berbahan baku silika yang merupakan bahan material anorganik hasil polimerisasi asam silikat yang tersusun secara teratur (beragregasi). Silika gel memainkan peran penting dalam berbagai aspek, mulai dari teknologi sederhana hingga aplikasi canggih dalam ilmu pengetahuan dan industri. Salah satu fungsinya adalah sebagai adsorben. (Sholikha et al., 2010). Adsorben silika gel dapat dimanfaatkan untuk memurnikan bioetanol karena silika gel merupakan adsorben hidrofilik yang memiliki kecenderungan dalam menyerap senyawa yang lebih polar seperti air.

Adsorben seperti silika gel memiliki sisi aktif berupa gugus fungsi siloksan (Si-O-Si) dan silanol (Si-OH). Menurut Oscik 1982, secara umum rumus kimianya ialah $\text{SiO}_2 \cdot x \text{H}_2\text{O}$. Menurutnya, silika gel merupakan senyawa asam silikat yang tidak teratur dengan globula satuan SiO_4 tetrahedral membentuk tiga dimensi. Strukturnya mengandung kation Si^{4+} yang terkoordinasi tetrahedral dengan anion O^{2-} tidak beraturan.

Silika dalam abu sekam padi dapat diekstrak dengan melarutkan silika dengan larutan alkali seperti NaOH menghasilkan natrium silikat



Lebih lanjut, larutan natrium silikat dicampur dengan asam mineral menghasilkan silikon dioksida (SiO_2). Ketika asam mineral, seperti asam klorida, ditambahkan ke dalam larutan natrium silikat, terjadi proses pertukaran ion Na^+ dengan H^+ yang menghasilkan padatan berbentuk gel. Proses ini akhirnya memisahkan partikel silika yang terikat dengan molekul air menjadi silika hidrosol atau asam silikat (H_2SiO_3). (Arini et al., 2020).



Silika hidrosol akan menjadi lebih padat seiring waktu, hal ini disebut *aging* atau pematangan gel. *Aging* adalah kondisi penggabungan oligomer atau monomer membentuk ikatan siloksan sehingga gel menjadi lebih padat dan berstruktur lebih kuat dari bentuk sebelumnya (Meirawati et al, 2013). Silika gel yang baik sesuai baku mutu Standar Indonesia (SNI) harus memiliki karakteristik berupa kadar air maksimal 15 % dan daya jerap uap air minimal 750mg/g (Hidayat & Mitarlis, 2020). Silika gel konvensional diantaranya adalah kiesel gel 60G yang memiliki kadar air sebesar 13,664% (Fathurahman et al., 2020)

Tujuan pada penelitian ini adalah Mencari kondisi terbaik dari perbandingan Rasio Natrium Silikat dan Aquades dengan waktu *aging* dalam pembuatan silika gel untuk meningkatkan kemurnian bioetanol

2. Metode

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah sekam padi dari daerah Pamekasan, aquades, NaOH, HCl dan etanol. Sedangkan alat penelitian yang digunakan adalah *furnace*, neraca analitik, *magnetic stirrer*, gelas ukur, cawan porselen, gelas beker, kertas saring, corong kaca, aluminium foil, pipet tetes, statif beserta klem dan *refractometer alcohol*.

2.1 Pembuatan Silika Gel

Sekam padi direndam dan cuci dengan air untuk menghilangkan pengotor seperti debu dan tanah. Sekam padi yang bersih kemudian dijemur dibawah sinar matahari hingga kering. Sekam padi kering dibakar hingga menjadi arang sekam. Arang sekam diabukan dengan furnace pada suhu 600°C selama 4 jam. Abu sekam ditumbuk hingga berukuran 200mesh. 60gr abu sekam padi di ekstraksi dengan NaOH 2M 480ml selama 1 jam pada suhu 80°C (Mujiyanti et al, 2021). Larutan disaring untuk memisahkan natrium silikat dari residu. Natrium silikat ditambahkan aquades dengan rasio 11:31, 11:41, 11:51, 11:6 dan 11:71 (v/v). Sebanyak 100 ml larutan natrium silikat ditambahkan HCl 1 M secara perlahan. Penambahan asam dilakukan sambil diputar dengan kecepatan 100 rpm hingga pH 7. Gel didiamkan suhu kamar sambil ditutup dengan aluminium foil. Silika Gel dicuci dengan aquades sebanyak 3 kali untuk menghilangkan garam pengotor yang tersisa. Setelah di saring, silika gel dikeringkan dengan oven bersuhu 100°C selama 5 jam (Meidinariasty et al, 2022).

2.2 Analisis Kadar Air

Silika gel dipanaskan selama 4 jam dengan oven pada suhu 200°C. Kadar air silika gel ditentukan dari selisih massa sampel silika gel sebelum dan sesudah perlakuan. Hasil dibagi berat sampel sebelum pemanasan dan dikali 100% (Bramanta et al, 2022)

2.3 Analisis Kadar Alkohol

Sebanyak 2gr silika gel direndam dalam 8ml larutan bioetanol 70% selama 4 jam. bioetanol di uji kadar alkoholnya dengan refraktometer alkohol, sebelum diuji. Sebanyak 3 ml bioetanol setelah perendaman diencerkan terlebih dahulu hingga 10ml (Isvandiary et al, 2020).

2.4 Analisa Fourier Transform Infra Red (FTIR) dan Scanning Electron Microscope (SEM)

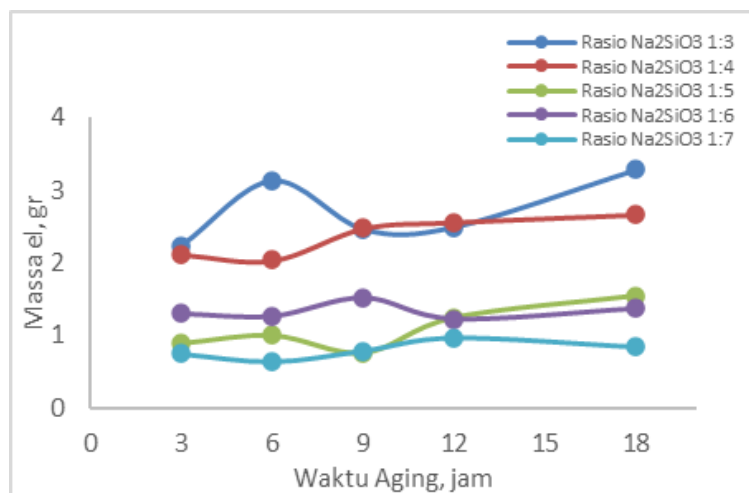
Karakterisasi silika gel dilakukan dengan analisa FTIR untuk mengidentifikasi letak gugus fungsionalnya dan analisa SEM untuk memahami struktur morfologinya. Hasil analisa dibandingkan dengan silika konvensional (kiesel gel 60G).

3. Hasil dan Pembahasan

3.1. Hasil Analisis Produk

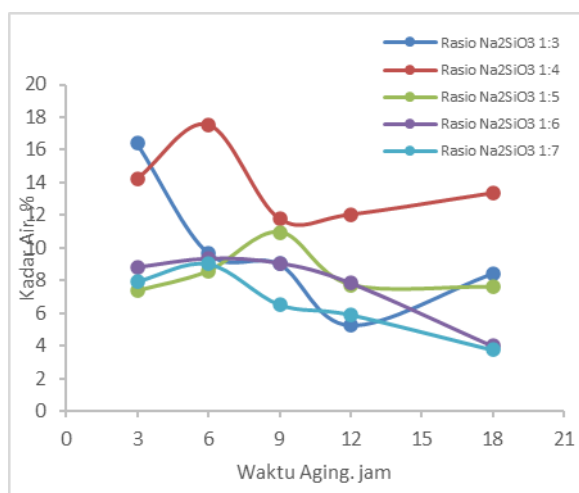
Pada Gambar 1 menunjukkan pengaruh waktu aging terhadap massa silika gel. Durasi waktu *aging* yang lebih lama menyebabkan silika gel yang dihasilkan semakin banyak. Waktu pengagingan berkaitan dengan reaksi kondensasi ion silanol, dimana semakin lama durasi aging menyebabkan semakin banyak gugus silanol yang membentuk ikatan siloksi yang pada akhirnya menghasilkan lebih banyak silika gel. Menurut Yusuf (2014), proses ini terjadi ketika larutan asam yang ditambahkan ke dalam larutan natrium silikat menyebabkan protonasi pada gugus siloksi (Si-O) menjadi silanol (Si-OH). Gugus silanol yang terbentuk kemudian diserang oleh gugus siloksi dengan bantuan asam untuk menghasilkan ikatan siloksan (Si-O-Si). Proses ini berlangsung secara berkesinambungan, sehingga akhirnya membentuk jaringan silika amorf. Pada rasio Natrium silikat : Aquades untuk variasi 1:5 dengan waktu *aging* 9 jam terjadi penurunan massa silika gel. Hal

tersebut disebabkan oleh penambahan asam klorida yang berlebih menyebabkan asam bereaksi kembali dengan silika gel yang telah terbentuk, sehingga jumlah silika gel yang telah dihasilkan berkurang (Fatimah et al., 2023).



Gambar 1. Pengaruh variasi waktu *aging* terhadap massa silika gel

Sedangkan pada Gambar 2 menunjukkan pengaruh waktu aging terhadap kadar air silika gel. Jumlah kadar air pada silika gel bergantung pada banyaknya gugus fungsi silanol dan siloksan. Kadar air pada silika gel merupakan ukuran jumlah gugus fungsi silanol dan siloksan sehingga diharapkan jumlah kadar air silika gel sebanding dengan kapasitas adsorpsinya (Yusuf et al, 2014). Namun, pada rasio natrium silikat: aquades untuk varian 1:4 dengan waktu *aging* 6 jam menunjukkan kadar air yang cukup tinggi. Hal tersebut terjadi akibat pengadukan yang kurang sempurna pada proses penambahan asam, sehingga pembentukan gugus silanol dari gugus siloksi dan proton tidak tercapai sepenuhnya.



Gambar 2. Pengaruh variasi waktu *aging* terhadap kadar air silika gel

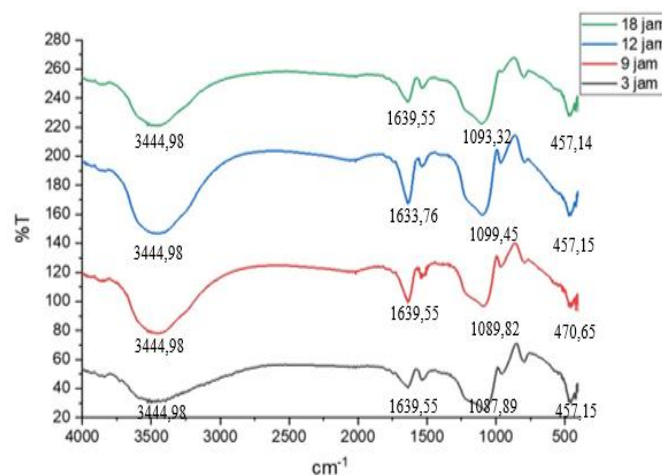
Pada pemurnian bioetanol, pemilihan sampel silika gel yang digunakan sebagai adsorben adalah silika gel dengan kadar air paling mendekati silika gel konvensional (Kiesel gel 60G) sebesar 13,664% (Fathurrahman et al., 2020). Hasil pemurnian ditampilkan dalam tabel sebagai berikut.

Tabel 1. Kadar alkohol setelah proses adsorpsi dengan silika gel

Rasio $\text{Na}_2\text{SiO}_3 : \text{H}_2\text{O}$	Waktu <i>aging</i>	Kode	Kadar Alkohol (%)
1:4	3	S-1403	80
	9	S-1409	77
	12	S-1412	88
	18	S-1418	83
1:5	9	S-1509	72

Kadar bioetanol tertinggi adalah S-1412 sebesar 88% dengan peningkatan 18%. Proses adsorpsi air pada bioetanol dengan silika gel dapat terjadi karena air bersifat lebih polar daripada etanol. Silika gel yang merupakan adsorben hidrofilik akan cenderung mengadsorpsi senyawa yang lebih polar (Setiawan et al., 2022). Semakin banyak gugus silanol yang terdapat pada silika gel, semakin baik silika gel tersebut dalam mengikat molekul air dengan ikatan hidrogen. (Meidinariasty et al., 2020)

Sampel yang diuji untuk analisa FTIR adalah sampel dengan kadar air mendekati silika gel konvensional, yaitu sampel dengan kode S-1403, S-1409, S-1412 dan S-1418 dengan harapan kadar air sebanding dengan keberadaan gugus silanol dan siloksanya.



Gambar 3. Hasil analisa FTIR yang diolah dengan Origin

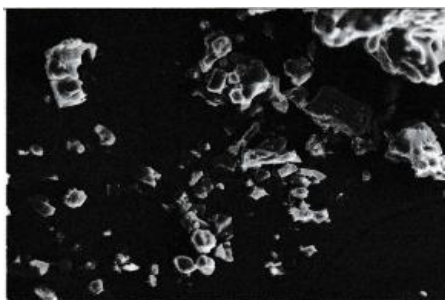
Tabel 2. Data wavenumber kiesel gel 60G (Azmiwiyati et al., 2019)

Panjang Gelombang (cm^{-1}) Kiesel Gel 60G	Interpretasi
3415,7	Vibrasi ulur -OH dari H_2O
1629,7	Vibrasi1 tekuk -OH dari of H_2O
1097,41	Vibrasi 1ulur asimetri1 Si-O dari Si-O-Si
956,69	Vibrasi 1ulur -OH dari

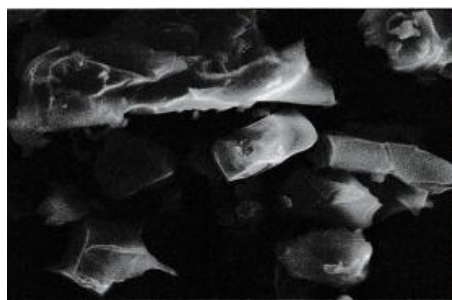
Panjang Gelombang (cm^{-1}) Kiesel Gel 60G	Interpretasi
	Si-OH1
800,4	Vibrasi ulur1 simetri Si-O dari Si-O-Si
451,3	Vibrasiitekuk Si-O-Si

Berdasarkan Gambar 3 dan Tabel 2, data sampel dengan waktu *aging* 18 jam memiliki nilai *wavenumber* paling mendekati Silika Kiesel gel 60G. Hasil analisa FTIR menunjukkan gugus silanol berada pada gelombang 3444,98 dan bengkokan gugus silanol di gelombang 1639,55. Gelombang gugus siloksi asimetri dari gugus siloksan berada pada 1093,32 dan pada gelombang 956,65 ditunjukkannya kembali ikatan -OH dari gugus silanol. Sedangkan gugus siloksi simetris dari gugus siloksan ditunjukkan pada gelombang 798,56. Untuk gugus siloksan ditunjukkan pada gelombang 457,14.

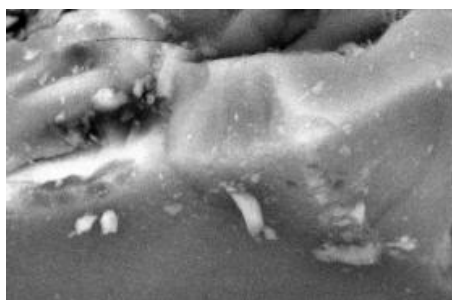
Berdasarkan hasil analisa FTIR, sampel yang diuji SEM adalah sampel S-1418.



Gambar 4. Hasil analisa SEM silika S-1418 perbesaran 1000x



Gambar 5. Hasil analisa SEM silika S-1418 perbesaran 5000x



Gambar 6. Hasil analisa SEM Kiesel Gel 60G perbesaran 3000x (Anisara et al., 2024)

Pada Gambar 4 perbesaran 1000x terlihat bahwa morfologi silika gel tampak ukuran dan bentuk yang tidak beraturan sedangkan pada perbesaran 5000x tampak bahwasannya sampel memiliki permukaan yang cukup rata dengan beberapa gumpalan. Kiesel Gel 60G juga menunjukkan hal serupa dengan bentuk yang tidak beraturan dan sedikit gumpalan, namun dengan ukuran yang lebih besar. Silika memiliki bentuk yang tidak beraturan dan terdapat silika yang tampak lebih besar dari pada yang lain, hal tersebut terjadi dikarenakan partikel yang lebih kecil mengalami aglomerisasi (Ismayana et al., 2017). selama proses pengeringan dengan oven, terjadi pelepasan molekul air secara konstan yang disebabkan oleh kenaikan konsentrasi sol dan fluida yang saling menarik sehingga partikel saling berdekatan.. Partikel yang berdekatan akan membentuk agregat yang lebih besar (Eddy et al., 2016). Silika gel tampak memiliki ukuran pori yang sangat kompleks, struktur berpori dan tidak beraturan sangat cocok untuk digunakan sebagai adsorben (Noraini et al., 2022).

4. Simpulan

Penelitian ini mendapatkan beberapa simpulan yaitu silika gel pada rasio perbandingan Natrium silikat dan Aquades sebesar 1:4 dengan waktu *aging* selama 18 jam memiliki kadar air 13,35% dan letak gugus fungsi paling mendekati kiesel gel 60G. Hasil analisa SEM menunjukkan silika sekam padi memiliki kemiripan dengan kiesel gel 60G dengan bentuk yang tidak beraturan, permukaan yang cukup merata dan sedikit gumpalan. Silika gel dapat digunakan sebagai adsorben dalam meningkatkan kemurnian bioetanol dengan kemurnian terbaik sebesar 88%.

Daftar Pustaka

- Anisara, R., Gladis, A.P.K.W., & Agus, T. 2022."Silica Gel from Bagasse Ash for Methylene Blue Asorption". Jurnal Sains Natural 14(2): 142-153.
- Arini, S.D., Lita, L., & Dewi, F. 2020."Faktor Faktor yang Mempengaruhi Proses Ekstraksi Silika Sebagai Adsorben Untuk Penyisihan Zat Organik Pada Air Gambut". JOM FTEKNIK 7(2): 1-6.
- Azmiwiyati, C., Siti, S.N., & Adi ,D. 2019.' Synthesis of silica gel from glass waste for adsorption of Mg^{2+} , Cu^{2+} , and Ag^{+} metal ions". IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering 509.
- Bramanta, A.K., Dewa, M.A.P., & Susilowati. 2023."Pemanfaatan Limbah Sabut dan Tempurung Kelapa Sawit Sebagai Silika Gel", Jurnal Ilmiah Universitas Batanghar Jambi 23(2): 2366-2372.
- Eddy, D.R., Atiek, R.N., & Dini, J. 2016."Sintesis Metode Sol Gel Sebagai Fotokatalis TiO_2 Terhadap Penurunan Kadar Kromium Dan Besi".Jurnal Sains Materi Indonesia 17(2): 82-89.
- Fathurrahan, M., Agus, T., Diana, W., & Fajar, D. 2020."Synthesis and Characterization of Silika Gel from Corncob Ash As Adsorbent of $Cu(II)$ Metal Ion". Journal Kartika Kimia 3(2): 89-95
- Fatimah, Turmuzi, M., Zanni, L.S & Trisna, P.Y 2023,' Pengaruh Konsentrasi Pelarut NaOH dan Waktu *Aging* pada 'Pembuatan Silika Gel dari Fly Ash Batu Bara', Jurnal Teknik Kimia USU, 12(2), pp. 124-131.
- Hadi, T., & Jannah, W., 2020. "Ekstraksi Senyawa Antioksidan Berupa Likopen Dari Limbah Buah Semangka Di Pulau Lombok" Pro Food 6(2): 658-664.

- Hidayat, Muhammad I.F., & Mitarlis,. 2016." Karakteristik Silika dari Limbah Hasil Sintesis Furfural Berbahan Dasar Sekam Padi".Unesa Journal of Chemistry 5(2): 1-8.
- Ismayana, A., et al 2017." Sintesis Nanosilika dari Abu Ketel Industri Gula dengan Metode Ultrasonifikasi dan Penambahan Surfaktan'. Jurnal Teknologi Industri Pertanian 27(2): 228-234.
- Meidinariasty, A., Nadia, Zacky F, & Mustain, Z. 2020."Pengaruh Variasi jenis Abu Boiler dan konsentrasi HCl Terhadap Sifat Fisis Silika gel Hasil Sintesis'. Jurnal Kinetika 11(03): 28-33.
- Meirawati, D., Wardhani, S., & Rachmat, T.T., 2013."Studi Pengaruh Konsentrasi HCl dan Waktu Aging (Pematangan Gel) Terhadap Sintesis Silika Xerogel Berbahan Dasar Pasir Kuarsa Bangka', *Kimia Student Journal* 3(2):524-531.
- Mujiyanti, D.R., Dahlena, A, & Nurul, P,. 2021."Kajian Variasi Konsentasi NaOH Dalam Eksraksi Silika Limbah Sekam Padi Banjar Jenis Pandak", *Jurnal Sains dan Terapan Kimia* 15(2): 143-153.
- Noraini, N.M.R., et al 2022." Synthesis and Characterization of Xerogel from Palm Kernel Shell Biochar". *Journal of Mechanical Engineering* 11(1): 211-226.
- Oscik, J. 1982. Adsorption. John Wiley & Sons Inc. Chichester
- Setiawan, A., Ahmad, F., & Tarikh, A.R. 2022." Pemurnian Bioetanol Menggunakan Adsorben Silika Gel dari Limbah Botol Kaca di Industri Kecap". *Jurnal Pengendalian Pencemaran Lingkungan* ,4(2): 8-18.
- Sholikha, I., Friyatmoko, W.K., Utami, & Listiyanti, 2010."Sintesis Dan Karakterisasi Silika Gel Dari Limbah Abu Sekam Padi (*Oryza Sativa*) Dengan Variasi Konsentrasi Pengasaman". *Jurnal Pelita* 5(2): 1-13.
- Yusuf, M., Dede, S., & Eko, P.H., 2014."Studi Karakterisasi Silika Gel Hasil Sintesis dari Abu Ampas Tebu dengan Variasi Konsentrasi Asam Klorida". *Jurnal Kajian Islam, Saintek & teknologi* 8(1): 9-20.