

PEMBUATAN NANOSILIKA GEL DARI SILIKA ABU SEKAM PADI

Arif Rahman, Iswadi, dan Ihsan
Jurusan Fisika Fakultas Sains dan Teknologi UIN Alauddin Makassar
e-mail:,

Abstract: The research has been carried out under the title of the Making of Nanosilica Gel from Silica of Rice Hulk Ash. This study aims to determine the characteristics of the resulting silica gel and the ratio of moisture content and its adsorbity with silica gel of the market product is Kiesel Gel 60 GF254. There have been many studies showing that rice husk contains silica of 87-97%. The silica extraction process of the rice husk uses a reflux method extraction process. Meanwhile, the process of making silica nanoparticles using ultrasonic milling method. Ultrasonic milling method is a method to solve particles by utilizing ultrasonic waves which will produce cavitation phenomena. Based on the research, it can be concluded that rice husk used in this research has silica content of 93,46%. The resulting silica gel was divided into three with each different treatment are silica gel without sonication process (TN), silica gel with sonication process for 60 minutes (N 60) and for 120 minutes (N 120). The silica gel has particle size, morphology, elemental content, lattice parameters, crystalline form, crystal phase and different moisture content and adsorption capability. According to the research that has been done, kiesel gel 60 GF254 has water content value and adsorption ability respectively that is 0.045% and 0.1569 gr / ml. Silica gel having water content value and adsorption ability which closest to kiesel gel 60 GF254 are N 60 with moisture value of 0.035% and N 120 with an adsorption capacity of 0.1279 gr / ml. However, silica gel having water content and adsorption ability were TN with moisture value and adsorption ability of 0.2% and 0.2025 gr / ml, respectively..

Key Words: Rice husk, silica, nanosilika, moisture content, adsorption.

1. PENDAHULUAN

Menurut Badan Pusat Statistik (2011), Indonesia memiliki sawah seluas 12,84 juta hektar yang menghasilkan padi sebanyak 65,75 juta ton. Limbah sekam padi yang dihasilkan sebanyak 8,2 sampai 10,9 ton. Potensi limbah yang besar ini hanya sedikit yang baru dioptimalkan. Secara tradisional, sekam padi biasanya hanya digunakan sebagai bahan bakar konvensional.

Berbagai penelitian melaporkan bahwa abu sekam secara umum mengandung silika yang cukup tinggi berkisar antara 87-97 %. Oleh karena itu, abu sekam padi dapat dimanfaatkan sebagai sumber silika pada pembuatan bahan berbasis silika. Silika adalah senyawa hasil polimerisasi asam silikat, yang

tersusun dari rantai satuan SiO_4 tetrahedral dengan formula umum SiO_2 . Di alam senyawa silika ditemukan dalam beberapa bahan alam, seperti pasir, kuarsa, gelas, dan sebagainya. Silika sebagai senyawa yang terdapat di alam berstruktur kristalin, sedangkan sebagai senyawa sintesis adalah amorph. Secara sintesis senyawa silika dapat dibuat dari larutan silikat atau dari pereaksi silan.

Penelitian yang dilakukan oleh Sapei (2012), menunjukkan bahwa silika yang diekstraksi dengan asam nitrat yang dibakar pada temperature 750°C diperoleh yield silika sebesar 19,3%- 19,5%. Sedangkan Agung, dkk (2013) yang mengekstraksi silika dari sekam padi menggunakan pelarut 10% KOH memperoleh yield silika sebanyak 50,97%. Ekstraksi yang dilakukan oleh Ginanjar, dkk (2014) dengan menggunakan pelarut NaOH menghasilkan Yield dengan rerata 5,2117 gram. Perbedaan tersebut, menurut Agung, dkk (2013) disebabkan karena pengaruh lama waktu pemanasan dan konsentrasi pelarut, semakin lama waktu yang digunakan untuk melarutkan dan semakin tinggi konsentrasi pelarut, maka yield yang diperoleh semakin besar. Menurut Ginanjar, dkk (2014), variabel yang juga mempengaruhi proses ekstraksi adalah konsentrasi basa. Menurut Aman dan Utama (2013), suhu pembakaran juga mempengaruhi hasil ekstrak.

Nanoteknologi saat ini berkembang begitu pesat di semua bidang vital ilmu pengetahuan dan teknologi seperti elektronik, penerbangan, pertahanan, kedokteran, dan kesehatan. Hal tersebut berkaitan dengan model, sintesis, karakterisasi, serta aplikasi material dan peralatan dalam skala nanometer. Sifat fisika, kimia, dan biologis skala nano berbeda dari sifat atom dan molekul dalam material yang besar. Oleh karena itu, hal tersebut memberikan kesempatan untuk mengembangkan kelas baru pada kemajuan material yang memenuhi tuntutan aplikasi berteknologi tinggi (Ardiansyah, 2015)

Menurut Jung et al (2012), nanopartikel silika mewakili salah satu dari nanomaterial yang tersebar luas dalam penggunaannya karena beberapa kekhasan yang mereka miliki yaitu mudah dalam preparasi melalui reaksi hidrolisis-kondensasi dari prekursor yang relatif murah seperti tetraethyl orthosilicate (TEOS) dengan menggunakan katalis asam atau basa, memungkinkan dimodifikasi permukaan dengan variasi senyawa organosilikon, biokompatibel tanpa menunjukkan adanya gejala keracunan.

Sintesis nanosilika dapat dilakukan dengan 2 metode pendekatan utama, yaitu: top-down dan bottom-up. Salah Satu metode dalam metode pendekatan top-down adalah ultrasonik-milling. Pada penelitian ini, akan digunakan metode ultrasonik-milling dalam proses pembuatan nanopartikel silika. Menurut Sidqi (2011), hasil pembuatan nanopartikel ekstrak temulawak menunjukkan hasil permukaan nanopartikel tersebut lebih halus dan cembung dengan metode ultrasonik-milling.

Berkembangnya teknologi saat ini, membuat aplikasi silika di industry semakin meningkat terutama silika yang memiliki ukuran mikron hingga nanometer. Partikel berukuran nanometer memang sedang menjadi fokus perhatian saat ini, karena partikel berukuran nano memiliki karakteristik fisika dan kimia yang berbeda jika dibandingkan dengan partikel serupa dengan ukuran yang lebih besar. Ukuran partikel yang diperkecil membuat produk memiliki sifat yang berbeda sehingga dapat meningkatkan kualitas material. Menambahkan bahwa salah satu karakteristik menarik dari partikel berukuran nano yaitu perbandingan luas area dengan volume yang besar.

Pada penelitian ini, nanosilika yang diperoleh akan dibuat menjadi silika gel. Silika gel merupakan suatu bentuk dari silika yang dihasilkan melalui

penggumpalan sol natrium silikat (NaSiO_2). Penelitian yang dilakukan oleh Solikha, dkk, menghasilkan silika gel dengan hasil terbaik dengan melarutkan abu sekam padi pada konsentrasi yang semakin lebih tinggi. Namun, pada penelitian ini yang akan digunakan adalah nanosilika yang akan dilarutkan dalam HCl. Karena menurut Handayani, dkk (2014) silika gel dengan penambahan HCl akan meningkatkan surface area silika gel tersebut daripada CH_3COOH yaitu masing-masing 65,558 m^2/g dan 9,685 m^2/g .

Berdasarkan uraian diatas, maka penelitian karakterisasi silika gel dari nanosilika sekam padi dengan metode ultrasonik-milling akan dilakukan.

Tujuan pada penelitian ini adalah untuk mengetahui kandungan unsur abu sekam padi; mengetahui morfologi, ukuran partikel, bentuk kristal, fasa kristal dan parameter kisi kristal dari nanosilika gel; mengetahui proses pembuatan silika gel dan nanopartikel silika gel dari sekam padi dan mengetahui perbandingan kadar air dan penyerapan air silika gel yang diperoleh dengan produk pasaran (Kiesel Gel 60 GF₂₅₄).

2. METODE PENELITIAN

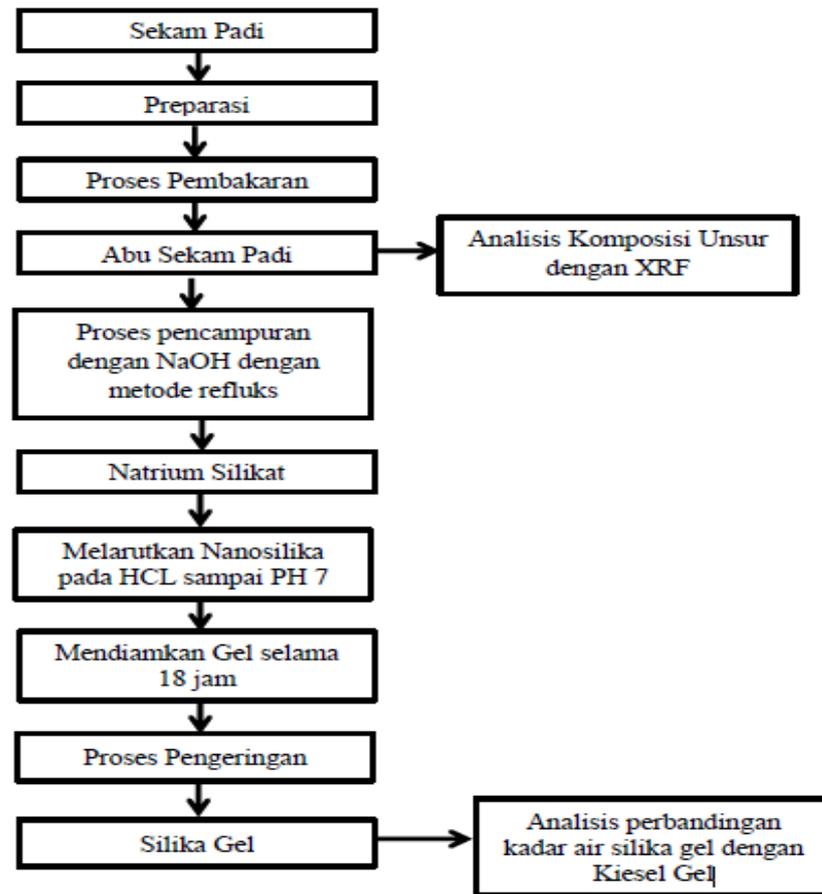
Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Agustus 2017 sampai Januari 2018 bertempat di Laboratorium Kimia Analitik serta Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar terkhusus untuk pembuatan silika gel. Untuk tahap pembuatan nanopartikel silika gel dilaksanakan di Laboratorium Kimia Fisika Universitas Hasanuddin. Untuk tahap karakterisasi morfologi dilaksanakan di Laboratorium Mikrostruktur di Universitas Negeri Makassar. Untuk tahap karakterisasi struktur kristal dilaksanakan di Science Building Universitas Hasanuddin.

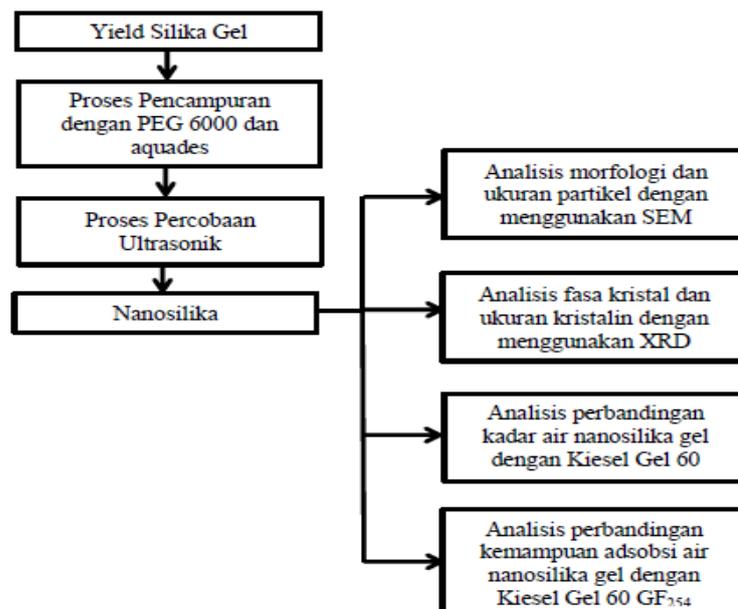
Alat dan Bahan

Alat dan bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah Magnetic Strirrer, Ultrasonic Elmasonic S 40 H, Scanning Electron Microscopy (SEM), X-Ray Fluorence (XRF), X-Ray Difrraction (XRD), Rangkaian metode refluks, Penyaring, Furnace, PH-meter, Neraca Digital, Gelas Ukur, Thermometer, Tabung kolom, Oven, Desikator, Sekam Padi, Silika dari abu sekam padi, HCL 4 N, Aquades, Poly Ethylene Glicol (PEG) 6000, NaOH 4 N, Kiesel Gel 60 GF₂₅₄, dan Kertas saring Whatman

Diagram Alir Penelitian



Gambar 1 Bagan Alir Proses Ekstraksi Silika dari Sekam Padi



Gambar 2 Bagan Alir Proses Pembuatan Nanosilika

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Abu Sekam Padi



Gambar 3 Abu Sekam Padi

Karakteristik abu sekam padi yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan X-Ray Flourence (XRF) untuk mengetahui komposisi unsur dari abu sekam padi tersebut. Hasil di peroleh dapat dilihat pada tabel 1 dan 2

Tabel 1 Kandungan unsur abu sekam padi

Unsur	m/m%
Si	83.59
K	6.88
Ca	5.16
Px	1.87
Fe	1.22
Mn	0.957
Ti	0.130
Zn	0.0636
Sr	0.0535
Rb	0.0308

Tabel 2 Kandungan senyawa abu sekam padi

Senyawa	m/m %
SiO ₂	93.46
K ₂ O	2.41
CaO	1.92
P ₂ O ₅	1.34
Fe ₂ O ₃	0.438
MnO	0.311
TiO ₂	0.054
ZnO	0.0190
SrO	0.0166
Rb ₂ O	0.0086

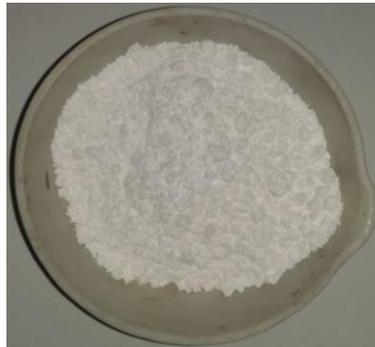
Berdasarkan hasil pengujian dengan XRF tersebut, diperoleh bahwa terdapat 93.46% SiO₂ pada abu sekam padi. Hasil ini sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Sukhla (2011). Sementara unsur terbanyak yang diperoleh adalah unsur Si sebesar 83,59 %.

Pada tahapan awal ekstraksi dilakukan tahapan preparasi. Sekam padi dicuci dengan air bersih untuk menghilangkan kotoran terutama tanah liat. Kemudian sekam padi dikeringkan dibawah sinar matahari selama 6 jam agar sekam padi bersih dari senyawa organik serta kandungan air tereleminasi melalui proses penguapan oleh sinar matahari.

Pada penelitian ini, sekam padi dipanaskan pada suhu 750°C selama 5 jam untuk menghasilkan abu sekam padi. Menurut Chandra dkk (2012), perlakuan terbaik pada proses pengabuan sekam padi adalah pada suhu 750°C selama 5 jam. Hanafi dan Nandang (2010) menambahkan bentuk dari puncak SiO₂ yang memiliki kekristalan tinggi ditunjukkan dengan bentuk puncak yang menajam pada 2 θ sebesar 20-25°, puncak tersebut akan semakin tinggi ketika suhu pengabuan dinaikkan. Perlakuan tersebut menghasilkan abu sekam padi berwarna putih.

Pada penelitian ini, abu sekam padi yang dihasilkan ditinjau dari segi fisik berwarna putih abu-abu. Waktu pembakaran serta suhu pembakaran sangat berpengaruh terhadap warna abu sekam padi. Semakin tinggi suhu pembakaran maka hasil abu sekam padi yang diperoleh akan semakin putih keabu-abuan sesuai dengan gambar 3.

Abu Sekam Padi



Gambar 4 Abu sekam padi

Pembuatan silika gel dari natrium silikat secara garis besar terdiri dari empat tahap yaitu pengasaman natrium silikat, pembentukan hidrogel, pencucian dan pengeringan hidrogel menjadi serogel. Pada tahap pertama, asam yang digunakan untuk mengasamkan natrium silikat dalam penelitian ini adalah asam klorida dengan konsentrasi 4 N.

Proses pengasaman bertujuan untuk membentuk asam silikat yang merupakan monomer dari silika gel. Pembentukan gel terjadi karena atom oksigen dari asam silikat akan menyerang atom silikon dari asam silikat bebas yang lain akan membentuk monomer asam silikat.

Polimerisasi asam silikat akan terus berlangsung membentuk bola-bola polimer yang disebut sebagai partikel silika primer. Gugus-gugus silanol dari partikel primer yang saling berdekatan akan mengalami kondensasi membentuk partikel sekunder dengan ukuran yang relatif lebih besar bila dibandingkan partikel silika primer. Gel yang dihasilkan masih relatif lunak yang disebut alkogel.

Kondensasi antara bola-bola polimer terus berlangsung dan terjadi penyusutan volume alkogel didiamkan selama 24 jam. Penyusutan volume gel akibat reaksi kondensasi diikuti dengan berlangsungnya eliminasi larutan garam. Tahap ini disebut proses sinersis. Pada akhir proses sinersis akan diperoleh gel yang relatif lebih kaku dengan volume yang lebih kecil bila dibandingkan dengan alkogel yang disebut hidrogel.

Hidrogel dicuci dengan aquades bertujuan untuk menghilangkan garam-garam yang merupakan hasil samping reaksi pembentukan silika gel hingga pH 7. Selanjutnya dilakukan penyaringan gel dengan cairannya.

Proses Pembuatan Nanosilika

Pada penelitian ini, proses pembuatan nanosilika dilakukan dengan menggunakan metode ultrasonic milling. Gelombang ultrasonic adalah gelombang yang memiliki frekuensi sangat tinggi antara 20 kHz-10 MHz. Prinsip dari metode ultrasonikasi adalah pemanfaatan fenomena kavitasasi akustik yang terjadi akibat rambatan getaran suara yang terbentuk dalam media cairan.



Gambar 5. Nanosilika gel berbentuk serbuk dengan lama waktu sonikasi 120 menit



Gambar 6 Nanosilika gel berbentuk serbuk dengan lama waktu sonikasi 60 menit

Alat yang digunakan adalah ultrasonic Elmasonic S 40 H dengan variasi pemberian waktu sonikasi selama 60 menit dan 120 menit. Menurut Ismayana (2014) peluang terbentuknya partikel berukuran nanometer dilakukan dengan metode ultrasonikasi dengan lama waktu 120 menit.

Media pembuatan partikel nanosilika adalah air, alkohol dan poli alkohol. Pada penelitian ini digunakan media air. Menurut Sulistiyono (2012), penggunaan air memiliki kelemahan yaitu terjadinya proses koagulasi pada saat material nano tersebut dipisahkan dengan air. Penggunaan media air masih dapat digunakan dengan menambahkan penggunaan surfaktan sebagai bahan anti koagulasi. Mafquh (2015) menambahkan penambahan surfaktan berfungsi untuk mendispersikan silika yang dilarutkan dalam air agar lebih sempurna. Partikel silika akan disalut oleh surfaktan yang digunakan sehingga kemungkinan untuk terjadinya aglomerasi menjadi lebih kecil. Menurut Lidiniyah (2011), penambahan surfaktan ini merupakan faktor yang mempengaruhi proses kavitasi yang terjadi dalam sintesis nanosilika dengan metode ultrasonikasi. Surfaktan yang ditambahkan akan terakumulasi pada bagian antarmuka antara gas dan cairan dalam gelembung kavitasi yang akan menurunkan tegangan permukaan gelembung. Tegangan permukaan yang menurun tersebut akan mengakibatkan bertambahnya kecepatan pembentukan gelembung. Akan tetapi, gelembung tetapi gelembung yang terbentuk tidak stabil dan akhirnya akan pecah menjadi ukuran yang lebih kecil daripada gelembung dalam medium cairan tanpa penambahan surfaktan. Dengan gelombang ultrasonik tersebut, gumpalan partikel dapat dipisahkan dan terjadi dispersi sempurna dengan penambahan surfaktan tersebut.

Proses pemanasan selama 24 jam pada suhu 105°C bertujuan untuk mengendapkan nanosilika. Selain itu, proses pemanasan pada suhu 105 selama 24 jam bertujuan untuk membuat larutan memiliki nilai viskositas yang tinggi yang kemudian bila didinginkan akan menghasilkan endapan silika.

Proses pemanasan pada suhu 700°-800°C yang dilakukan diakhir proses penelitian ini bertujuan untuk menghilangkan kandungan organik surfaktan yang menyalut silika yang memberikan pengaruh terhadap meningkatnya derajat kristalinitas partikel. Silika yang dihasilkan pada variasi waktu 60 menit adalah 10 gram. Karakteristik silika tersebut berwarna putih keabu-abuan. Warna tersebut disebabkan karena pemberian suhu pemanasan yang tinggi yaitu 750°C.

Nilai Kadar Air

Penentuan kadar air silika gel dilakukan untuk mengetahui jumlah air yang dilepaskan oleh silika gel selama pemanasan pada temperatur tertentu. Kadar air dalam penelitian ini didefinisikan sebagai banyaknya air yang dilepaskan silika gel akibat pemanasan pada temperatur tertentu.

Pada penelitian ini, nilai kadar air yang diukur adalah air terikat secara fisik. Pemanasan silika gel pada temperatur di bawah 120°C terjadi pelepasan air yang terikat secara lemah pada permukaan silika gel yang disebut sebagai air yang terikat secara fisik. Air yang terikat secara fisik dapat diuapkan pada

temperatur relatif lebih rendah dibandingkan untuk menguapkan air yang berasal dari kondensasi gugus-gugus silanol menjadi gugus siloksan.

Pada penelitian ini, sampel yang diuji diberi nama TN I (tanpa nano I), TN II (tanpa nano II), N 60 I (nanosilika I dengan lama waktu sonikasi 60 menit), N 60 II (nanosilika II dengan lama waktu sonikasi 60 menit), N 120 I (nanosilika I dengan lama waktu sonikasi 120 menit), N 120 II (nanosilika II dengan lama waktu sonikasi 120 menit), K GF I (kiesel gel I), dan K GF II (kiesel gel II). Tabel hasil penimbangan sampel dapat dilihat pada tabel 3

Tabel 3 Hasil Penimbangan Silika Gel

No.	Sampel	Penimbangan	
		Berat Awal	Berat Akhir
1	TN I	32.505	32.44
2	TN II	33.706	33.6417
3	N 60 I	27.467	27.458
4	N 60 II	33.5446	33.543
5	N 120 I	26.9455	26.9415
6	N 120 II	36.8508	36.8458
7	K GF I	37.1752	37.1555
8	K GF II	27.2772	27.2618

Data yang diperoleh tersebut kemudian diolah dengan persamaan perhitungan kadar air sehingga diperoleh data kadar air kiesel gel, silika gel dan nanosilika gel dengan variasi lama waktu sonikasi 60 menit dan 120 menit. Data tersebut terdapat pada tabel 4

Tabel 4 Data Kadar Air

No.	Sampel	Kadar Air (%)
1	TN I	0.2
2	TN II	0.2
3	N 60 I	0.03
4	N 60 II	0.04
5	N 120 I	0.01
6	N 120 II	0.01
7	KG I	0.05
8	KG II	0.04

Tabel 4 Data Rerata Kadar Air

No.	Sampel	Kadar Air (%)
1	TN	0.2
2	N 60	0.035
3	N 120	0.01
4	KG	0.045

Pada silika gel tanpa perlakuan sonikasi, diperoleh kadar air sebesar 0.2 %. Pada nanosilika gel dengan perlakuan lama waktu sonikasi 60 menit diperoleh rerata kadar air sebesar 0.035 %. Pada nanosilika gel dengan perlakuan lama waktu sonikasi 120 menit diperoleh kadar air 0.01. Semakin banyak gugus silanol (Si-OH) pada silika, maka kemampuan untuk mengikat molekul air yang terjadi melalui ikatan hidrogen juga akan semakin banyak.

Berdasarkan data tersebut, diperoleh nilai kadar air optimum pada silika gel tanpa perlakuan sonikasi yaitu 0.2 %. Hal tersebut membuktikan bahwa silika gel tanpa perlakuan sonikasi memiliki kandungan silanol (Si-OH) paling banyak. Selain itu, ukuran partikel yang masih relatif besar baik pada silika gel dengan perlakuan waktu sonikasi selama 60 menit maupun 120 menit membuat nilai kadar air belum berubah secara signifikan. Perbedaan perlakuan waktu sonikasi juga mempengaruhi nilai kadar air yang dihasilkan. Semakin lama waktu sonikasi, maka akan semakin meningkatkan nilai kadar air.

Penentuan Penyerapan Air

Dari hasil pengujian penyerapan didapat perbedaan jumlah penyerapan pada tiap sampel. Abu sekam padi mengandung banyak unsur silika yang digunakan untuk penjernihan air, penyerapan pada tanaman dan penyerapan air. Penyerapan silika gel dipengaruhi lama waktu perendaman, bentuk, ukuran, dan faktor lain seperti kandungan silika, oksigen, dan unsur pengotor yang dapat mempengaruhi proses penyerapan silika gel.

Tabel 6 Data Uji Penyerapan Air

No.	Sampel	Berat Awal (gram)	Berat Akhir (gram)	Volume Aquades (ml)
1.	KG	34.7367	39.4422	30
2.	TN	29.1154	35.1908	30
3.	N 60	37.819	40.1655	30
4.	N 120	34.5622	38.398	30

Tabel 7 Data Hasil Olah Uji Penyerapan Air dengan Persamaan

No.	Sampel	Penyerapan (gr/ml)
1.	KG	0.1569
2.	TN	0.2025
3.	N 60	0.0782
4.	N 120	0.1279

Tabel 7 hasil pengujian penyerapan aquades kiesel gel 60 GF₂₅₄ (KG), silika gel tanpa perlakuan sonikasi (TN), silika gel dengan perlakuan sonikasi selama 60 menit (N 60), dan silika gel dengan perlakuan sonikasi selama 120 menit (N 120).

Pada penelitian ini digunakan silika gel konvensional yaitu Kiesel Gel 60 GF₂₅₄. Pada silika gel dengan perlakuan lama waktu sonikasi 120 menit, diperoleh hasil penyerapan yang paling mendekati hasil penyerapan kiesel gel 60

GF₂₅₄ yaitu masing-masing 0.1279 gr/ml dan 0.1569 gr/ml. Pada penelitian ini diperoleh hasil percobaan yang dapat dilihat pada tabel 5

Silika gel yang memiliki hasil penyerapan terendah adalah silika gel dengan perlakuan lama waktu sonikasi 60 menit. Hasil tersebut dikarenakan perlakuan pemanasan pada suhu yang tinggi yaitu 750°C dengan lama waktu 120 menit. Hasil penelitian ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Fahmi dan Latifa (2016). Selain itu, hasil tersebut juga disebabkan karena ukuran partikel pada silika gel N 60 maupun N 120 yang dihasilkan masih relatif besar masing-masing yaitu 450 nm dan 150 nm. Hal tersebut membuat penyerapan belum maksimal karena perubahan sifat adsorpsi terjadi jika ukuran partikel berada pada kisaran 1-100 nm yang disebabkan karena pada kisaran ukuran partikel tersebut, surface area meningkat sehingga partikel memiliki volume yang lebih besar dibandingkan partikel berukuran >100 nm sehingga membuat kontak dengan air bertambah tinggi.

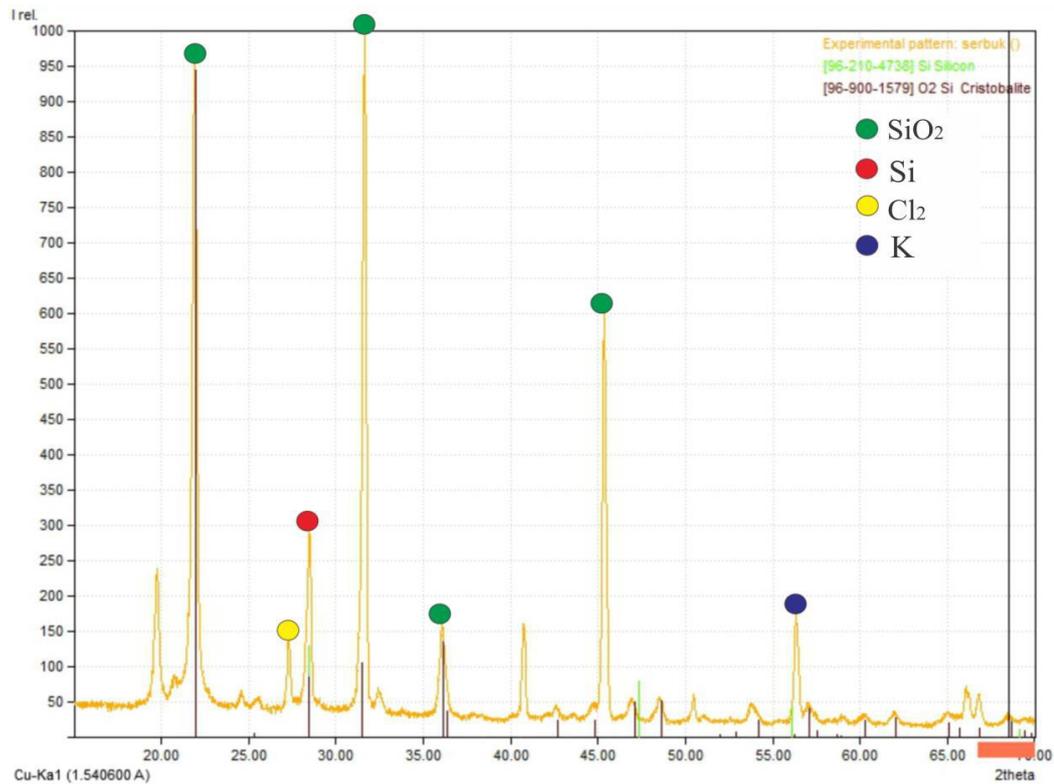
Sedangkan silika gel dengan hasil penyerapan tertinggi adalah silika gel tanpa perlakuan sonikasi. Hal tersebut disebabkan tidak ada perlakuan pemanasan pada silika ini.

Hasil dan Pembahasan Uji XRD

Uji X-Ray Diffraction (XRD) bertujuan untuk mengetahui struktur kristalinitas, derajat kristalinitas, fase kristal, dan ukuran kristal serta unsur dan senyawa yang terkandung dalam material.

Pada penelitian ini, uji XRD digunakan untuk mengetahui struktur kristal, parameter kisi kristal, fasa, ukuran kristal silika serta unsur dan senyawa yang terkandung pada sampel silika hasil sintesis. Proses analisis difratogram menggunakan software Match yang digunakan untuk mencocokkan data yang diperoleh dengan standar difraksi sinar-X pada material. Standar difraksi sinar-X tersebut disebut The Joint Committee of Powder Diffraction Standards (JCPDS).

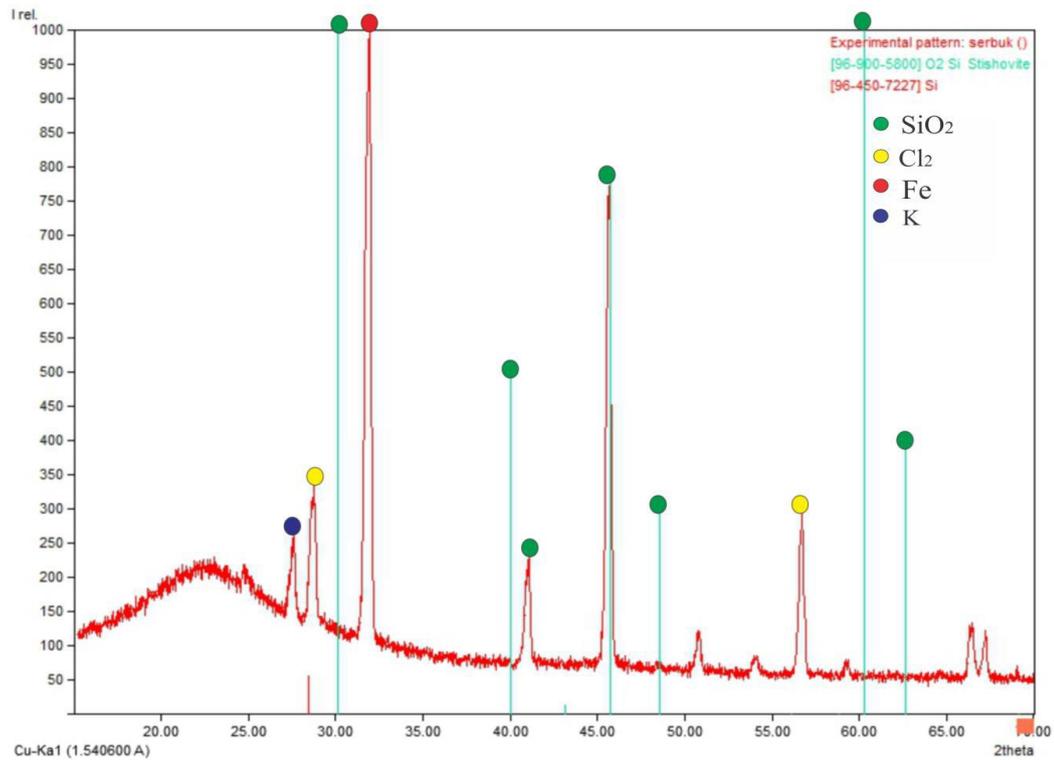
Berdasarkan gambar 7, diperoleh silika gel dengan struktur kristal. Terdapat SiO₂ pada sudut (2θ) 21.93°, 31.47° dan 36.07°. SiO₂ pada sudut 21.93° dan 31.47° adalah sudut dengan intensitas tertinggi. SiO₂ pada sudut 21.93° memiliki ukuran kristal 29.7614 nm, sedangkan pada sudut 31.47° memiliki ukuran kristal 38.5764 nm. SiO₂ memiliki intensitas yang tinggi yaitu 87.6%. dan struktur dengan parameter kisi $a = 4.9717 \text{ \AA}$ dan $c = 6.9223 \text{ \AA}$ dengan bentuk tetragonal.



Gambar 7 Difraktogram silika gel

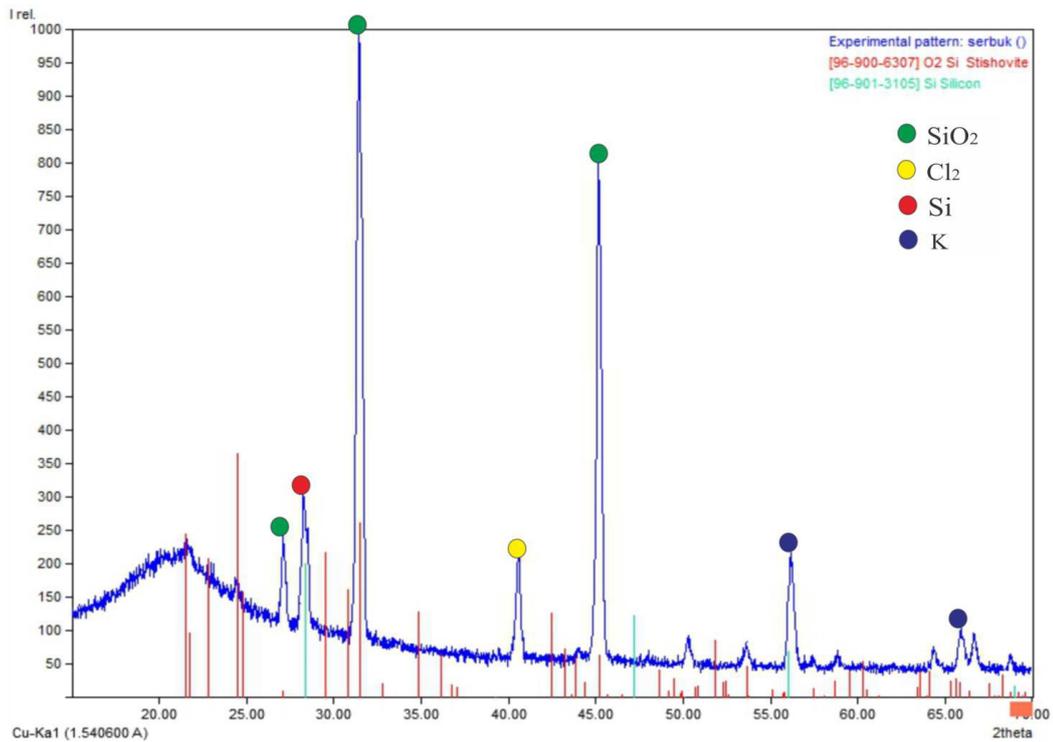
Selain itu, terdapat Si dengan kuantitas 12.4% yang berada pada sudut 28.40° dengan bentuk kubik, parameter kisi $a = 5.4310 \text{ \AA}$ dan fasa silikon serta ukuran kristal 32.8214 nm .

Berdasarkan gambar 8 diperoleh nanosilika gel dengan struktur kristal. Si hanya terdapat pada satu sudut yaitu 28.40° dengan fasa silikon, parameter kisi $a = 5.4300 \text{ \AA}$ dan berbentuk kubik serta ukuran kristal 21.9428 nm . Selain itu, terdapat SiO₂ pada berbagai sudut dengan salah satu sudut berada pada intensitas yang tinggi yaitu pada sudut 45.67° dengan fasa stishovite, parameter kisi $a = 4.1898 \text{ \AA}$ dan $c = 2.6694 \text{ \AA}$, dan berbentuk tetragonal serta memiliki ukuran kristal 30.3497 nm .



Gambar 8 Difraktogram nanosilika gel dengan lama waktu sonikasi 60 menit

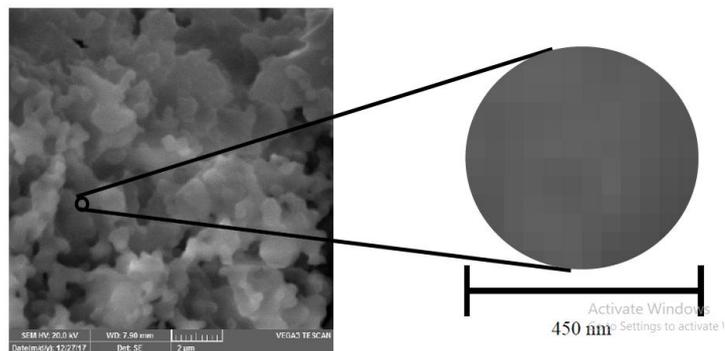
Berdasarkan gambar 8, diperoleh nanosilika gel dengan struktur kristal. Terdapat Si pada berbagai sudut dengan sudut berintensitas tertinggi pada 28.33° yang memiliki fasa silikon, parameter kisi $a = 5.4410 \text{ \AA}$ dan memiliki bentuk kubik serta ukuran kristal 20.6833 nm . Selain itu, terdapat juga unsur SiO_2 pada berbagai sudut. Sudut-sudut tersebut memiliki fasa stishovite, parameter kisi $a = 4.1605 \text{ \AA}$ $b = 4.1294 \text{ \AA}$ $c = 7.4211 \text{ \AA}$ $\beta = 101.375^\circ$ dan memiliki bentuk monoklinik. Salah satu dari sudut-sudut tersebut berada pada intensitas yang tinggi, yaitu peak 31.47° dan sudut 45.20° . Pada sudut 31.47° , memiliki ukuran kristal 22.6634 nm sedangkan pada sudut 45.20° memiliki ukuran kristal 31.1435 nm .



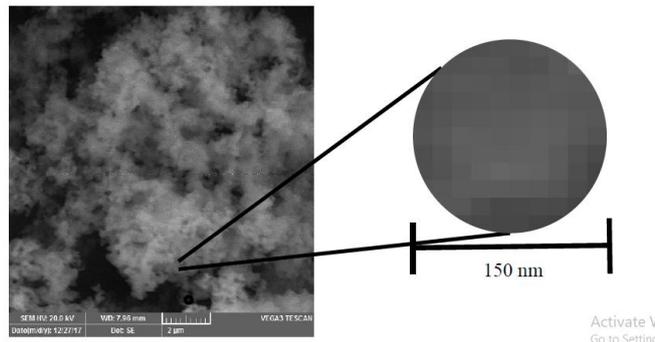
Gambar 9 Difraktogram nanosilika gel dengan lama waktu sonikasi 120 menit

Hasil dan Pembahasan Uji SEM-EDX

Analisis menggunakan Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX) bertujuan untuk mengetahui perbedaan ukuran partikel dan bentuk morfologi partikel silika gel serta komposisi unsur dan senyawa yang terkandung pada silika gel. Gambar morfologi hasil SEM dapat dilihat pada gambar 10 dan 11.



Gambar 10 Morfologi nanosilika gel dengan waktu sonikasi 60 menit



Gambar 11 Morfologi nanosilika gel dengan waktu sonikasi 120 menit

Berdasarkan gambar 10, diperoleh ukuran partikel terkecil pada silika gel dengan perlakuan lama waktu sonikasi 60 menit adalah 450 nanometer. Sedangkan berdasarkan gambar 11, diperoleh ukuran partikel terkecil pada silika gel dengan perlakuan lama waktu sonikasi 120 menit adalah 150 nanometer. Tabel perbedaan ukuran partikel dapat dilihat pada tabel 8.

Tabel 8 Perbedaan ukuran partikel antara nanosilika dengan perlakuan lama waktu sonikasi selama 60 menit dan 120 menit

No.	Perlakuan Waktu Sonikasi (menit)	Ukuran Partikel (nm)
1.	60	450
2.	120	150

Perbedaan ukuran partikel disebabkan karena perbedaan perlakuan lama waktu sonikasi. Semakin lama waktu sonikasi maka semakin tinggi intensitas energi yang diberikan kepada silika gel. Hal itu akan membuat semakin kecilnya ukuran partikel.

Ukuran partikel yang dihasilkan masih relatif besar. Hal tersebut disebabkan karena perlakuan pencampuran PEG 6000 dengan silika gel yang menggunakan perbandingan yang tinggi yaitu perbandingan 1:5. Salah satu faktor yang mempengaruhi proses kavitasi adalah konsentrasi larutan. Semakin tinggi konsentrasi larutan maka akan semakin sulit energi kavitasi untuk menghancurkan partikel maupun ikatan antar atom pada larutan.

Berdasarkan tabel 9. diperoleh unsur dengan kandungan tertinggi pada silika gel dengan lama sonikasi 60 menit (N 60) dan silika gel dengan lama sonikasi 120 menit (N 120) adalah oksigen dengan persentase (% w.t) masing-masing adalah 45.08 % dan 43.04 %.

Tabel 9 Kandungan unsur pada silika gel dengan perlakuan lama waktu sonikasi 60 menit dan 120 menit

Sampel	% Persentase Unsur (%w.t)					
	Silikon	Oksigen	Aluminium	Klorin	Kalium	Natrium
N 60	36.31	45.08	-	7.44	1.26	5.53
N 120	33.77	43.04	0.67	10.81	0.77	10.95

Tabel 10 Kandungan senyawa pada silika gel dengan perlakuan lama waktu sonikasi 60 menit dan 120 menit

Sampel	% Persentase Senyawa (%w.t)			
	SiO ₂	Na ₂ O	K ₂ O	Al ₂ O ₃
N 60	77.68	13.37	1.51	-
N 120	72.24	14.76	0.92	1.26

Berdasarkan tabel 10, senyawa SiO₂ dengan persentase tertinggi terdapat pada silika gel dengan lama waktu sonikasi 60 menit (N 60) yaitu 77.68 %. Hal itu dikarenakan terdapatnya senyawa pada silika gel dengan lama waktu sonikasi 120 menit (N 120) yang tidak terdapat pada N 60 yaitu Al₂O₃ dengan persentase 1.26%. Proses sonikasi dengan waktu selama 60 menit juga mampu menghancurkan partikel aluminium.

4. PENUTUP

Kesimpulan

Dari hasil penelitian ini, dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Kandungan unsur dan senyawa tertinggi abu sekam padi masing-masing adalah Si sebanyak 83.59% dan SiO₂ sebanyak 93.46%.
2. Proses pembuatan silika gel melalui empat tahap yaitu pengasaman natrium silikat, pembentukan hidrogel, pencucian dan pengeringan hidrogel menjadi xerogel. Proses pembuatan nanopartikel silika gel menggunakan metode ultrasonic milling.
3. Karakterisasi SEM-EDX diperoleh karakteristik nanosilika gel perlakuan sonikasi 60 menit dan 120 menit masing-masing adalah bermorfologi cukup seragam, ukuran terkecil pada nanosilika gel 120 menit yaitu 150 nm serta SiO₂ adalah kandungan senyawa terbanyak pada masing-masing sampel dengan persentase yaitu 77.68 % dan 72.64 %. Karakterisasi XRD diperoleh parameter kisi kristal, bentuk kristal, ukuran kristal serta fasa kristal yang berbeda pada masing-masing sampel.
4. Silika gel yang paling mendekati nilai kadar air dan penyerapan air dari Kiesel Gel 60 GF254 masing-masing adalah nanosilika gel dengan perlakuan lama sonikasi 60 menit dan nanosilika gel dengan perlakuan lama waktu sonikasi 120 menit. Namun silika gel dengan kadar air dan penyerapan air tertinggi adalah silika gel tanpa perlakuan sonikasi.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, Mikrajuddin dan Khairurrijal. *Review Karakterisasi Material*. Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi Vol. 2 No. 1 ISSN 1979 0880. 2009
- Agung, dkk. *Ekstraksi Silika dari Abu Sekam Padi dengan Pelarut KOH. Konversi, Volume 2 No. 1*. 2013
- Anonim. https://id.wikipedia.org/wiki/Mikroskop_pemindai_elektron. Diakses

tanggal 8 Januari 2018

- Aman dan P.S. Utama. *Pengaruh Suhu dan Waktu pada Ekstraksi Silika dari Abu Terbang (Fly Ash) Batubara*. Seminar Nasional Teknik Kimia. Universitas Riau. 2013.
- Ardiansyah, Arie. *Sintesis Nanosilika dengan Metode Sol – Gel dan Uji Hidrofobitasnya Pada Cat Akrilik*. Universitas Negeri Semarang. 2015
- Astuti dan Hayati. *Sintesis Nanopartikel Silika Dari Pasir Pantai Purus Padang Sumatera Barat Dengan Metode Koprepitasi*. Jurnal Fisika Unand Vol. 4, No. 3, Juli 2015 ISSN 2302-8491. 2015
- Ginjar, dkk. *Ekstraksi Silika Dari Abu Sekam Padi Menggunakan Pelarut NaOH*. Prosiding Seminar Nasional Hasil - Hasil Penelitian dan Pengabdian LPPMUMP 2014 ISBN 978-602-14930-3-8. 2014.
- Fahmi dan Latifa. *Analisis Daya Serap Berbahan Dasar Abu Sekam Padi*. Jurnal Ipteks dan Terapan. 2016
- Fery, Muhammad. *Pengaruh Jarak Penyangga (Spacer) Terhadap Struktur Lapisan Tipis Cd (Se0.2 Te0.8 Hasil Preparasi Dengan Teknik Close Spaced Vapour Transport (CSVTV))*. Universitas Negeri Yogyakarta. 2012
- Fitri, Idul. *Analisis Kandungan Mineral Logam Singkapan Batuan Di Kawasan Pertambangan Mangan Desa Kumbewasan Kecamatan Siotapina Kabupaten Buton Dengan Menggunakan XRF*. Universitas Haluleo. 2016
- Handayani, dkk. *Pemanfaatan Limbah Sekam Padi Menjadi Silika Gel*. Jurnal Bahan Alam Terbarukan. ISBN 2303 – 0623.2014
- Hwang, C.L., and Wu, D.S.,. *Properties of cement paste containing rice husk ash*. ACI Third International Conference Proceedings. 2002
- Jung, H.S., D.S. Moon, & J.K. Lee.. *Quantitative Analysis And Efficient Surface Modification Of Silica Nanoparticles*. Journal of Nanomaterials, Vol. 2012:1-8. 2012
- Manurung, Posman. *X-Ray Difrraction and Microstructure of Tin Dioxide with Addition of Fe*. Jurnal Ilmu Dasar Vol. 12 No. 1: 91 – 96. Januari 2011
- Saputri, dkk. *Pengaruh Lama Sonikasi terhadap Porositas dan Kekerasan Nanokomposit Hidroksiapatit- SiO₂ Berbasis Batu Onyx Bojonegoro dengan Metode Sonokimia*. Program Studi Fisika FMIPA Universitas Negeri Malang
- Sapei, Lanny. *Isolasi dan Karakterisasi Silika dari Sekam padi*. Lembaga Penelitian dan Pengabdian kepada Masyarakat Universitas Katolik Prahayangan. 2012
- Sasti, Tiara Hani. *Studi Preparasi dan Karakterisasi Titanuim Dioksida Mesopori*. Skripsi. Universitas Indonesia. 2011
- Sidqi, Taifiqurrahman. *Pembuatan dan Karakterisasi Nanopartikel Ekstrak Temulawak dengan Metode Ultrasonikasi*. Institut Pertanian Bogor. 2011
- Shihab, M Quraish. *Tafsir Al – Mishbah Volume 2*. Lentera Hati.2011
- Solikha, dkk. *Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Limbah Abu Sekam Padi (Oryza Sativa) dengan Variasi Konsentrasi Pengasaman*. Universitas Negeri Yogyakarta.

- Sulistiyono, Eko. *Pembuatan NanoMagnesium Karbonat Hasil Ekstraksi Mineral Dolomit Dengan Gelombang Ultrasonik*. Thesis Universitas Indonesia. 2012
- Sujatno dkk. *Studi Scanning Electron Microscope (SEM) untuk Karakterisasi Proses Oksidasi Paduan Zirkonium*. Jurnal Forum Nuklir (JFN), Volume 9, Nomor 2, November 2015
- Sunardjo dkk. *Pemisahan Zirkonium-Hafnium dengan Kolom Silika Gel*. Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan ISSN 0216 – 3128. BATAN. 2006
- Waluyo, Budi. *Pembuatan Partikel Nano Fe₂O₃ Dengan Kombinasi Ball-Milling dan Ultrasonic-Milling*. Prosiding Pertemuan Ilmiah XXVII HFI Jateng & DIY, Solo, 23 Maret 2013 ISSN : 0853-0823. 2013
- Yulli, Eka Sartika. *Penentuan Kadar Air dan Kadar Abu pada Biskuit*. Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah.