

**SINTESIS TETRAETIL ORTOSILIKAT DARI SILIKA HASIL
KALSINASI SEKAM PADI**

SKRIPSI

*Diajukan sebagai salah satu persyaratan guna memperoleh gelar
Sarjana Sains*



Oleh:

**HASNA SAUSAN ALTHOF
NIM/TM. 19036070/2019**

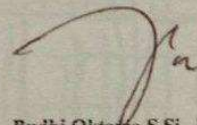
**PROGRAM STUDI KIMIA
DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI PADANG
2023**

PERSETUJUAN SKRIPSI

Judul : Sintesis Tetraetil Ortosilikat dari Silika Hasil Kalsinasi
Sekam Padi
Nama : Hasna Sausan Althof
NIM : 19036070
Program Studi : Kimia
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Mengetahui:

Ketua Jurusan Kimia

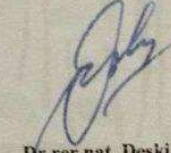


Budhi Oktavia S.Si., M.Si., Ph.D
NIP. 19721024 199803 1 001

Padang, 21 Agustus 2023

Disetujui Oleh:

Dosen Pembimbing



Dr. rer. nat. Deski Beri, S.Si., M.Si
NIP. 19780622 200312 1 001

PENGESAHAN LULUS UJIAN SKRIPSI

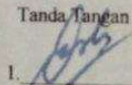
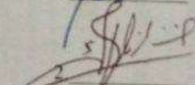
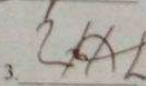
Nama : Hasna Sausan Althof
NIM : 19036070
Program Studi : Kimia
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

**SINTESIS TETRAETIL ORTOSILIKAT DARI SILIKA HASIL
KALSINASI SEKAM PADI**

Dinyatakan Lulus setelah dipertahankan di depan Tim Penguji Skripsi
Departemen Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Negeri Padang

Padang, 21 Agustus 2023

Tim Penguji:

No	Jabatan	Nama	Tanda Tangan
1	Ketua	Dr.rer.nat. Deski Beri, S.Si., M.Si	1. 
2	Anggota	Dra. Syamsi Aini, M.Si., Ph.D	2. 
3	Anggota	Umar Kalmar Nizar, S.Si., M.Si., Ph.D	3. 

SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan dibawah ini

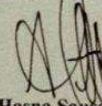
Nama : Hasna Sausan Althof
NIM : 19036070
Tempat/Tanggal Lahir : Padang/28 April 2001
Program Studi : Kimia
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Judul Skripsi : Sintesis Tetraetil Ortosilikat dari Silika Hasil Kalsinasi Sekam Padi

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Karya tulis/skripsi ini adalah hasil karya saya dan belum pernah diajukan untuk memperoleh gelar akademik (sarjana) baik di UNP maupun perguruan tinggi lainnya.
2. Karya tulis ini murni gagasan, rumusan, dan penelitian saya sendiri tanpa bantuan pihak lain kecuali tim pembimbing.
3. Pada karya tulis/skripsi ini tidak terdapat karya atau pendapat yang telah ditulis atau dipublikasikan orang lain kecuali tertulis dengan jelas dicantumkan pada kepustakaan.
4. Karya tulis/skripsi ini sah apabila telah ditandatangani **Asli** oleh tim pembimbing dan tim penguji.

Pernyataan ini saya buat dengan sungguh-sungguh dan apabila dikemudian hari terdapat penyimpangan dan ketidakbenaran di dalam pernyataan ini, maka saya bersedia menerima **Sanksi Akademik** berupa pencabutan gelar akademik yang telah diperoleh karena karya tulis/skripsi ini, serta sanksi lainnya sesuai dengan norma yang berlaku di perguruan tinggi.

Padang, 21 Agustus 2023
Yang Menyatakan



Hasna Sausan Althof
NIM. 19036070

Sintesis Tetraetil Ortosilikat dari Silika Hasil Kalsinasi Sekam Padi

Hasna Sausan Althof

ABSTRAK

Sekam padi diketahui memiliki kandungan silika (SiO_2) yang tinggi. Kandungan silika pada sekam padi dimanfaatkan sebagai bahan dalam pembuatan Tetraetil Ortosilikat (TEOS). Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui suhu kalsinasi sekam padi optimum dalam menghasilkan silika dan metode baru dalam sintesis TEOS. Sekam padi dikalsinasi dengan variasi suhu (800, 850, dan 900°C) dan dilanjutkan dengan proses pemurnian. Hasil penelitian menunjukkan suhu kalsinasi optimum didapat pada suhu 900°C yang menghasilkan rendemen silika tertinggi sebesar 96,32% dengan kadar kemurnian silika (SiO_2) mencapai 70,307%. Silika yang diperoleh kemudian dijadikan natrium silikat (Na_2SiO_3) sebagai bahan dalam sintesis TEOS. Natrium silikat direaksikan dengan etanol menggunakan variasi waktu reaksi (5; 7,5; 10; 15; dan 20 jam). Perlakuan variasi waktu reaksi diketahui tidak berpengaruh signifikan terhadap densitas, viskositas, dan indeks bias TEOS yang dihasilkan. Data pengujian menunjukkan bahwa sebagian besar telah memenuhi standar komersial TEOS. Analisis FTIR menampilkan tiga pita serapan utama yang menunjukkan adanya keberadaan gugus Si-O, C-O, dan C-H pada kelima sampel TEOS hasil sintesis. Kandungan Si-O mengindikasikan bahwa TEOS dapat diaplikasikan dalam proses gelas ditandai dengan terbentuknya endapan putih. Berdasarkan hasil pengujian, aplikasi, dan karakterisasi membuktikan TEOS telah berhasil disintesis.

Kata Kunci: sekam padi, silika, natrium silikat, TEOS.

Synthesis of Tetraethyl Orthosilicate from Silica Resulting from Calcination of Rice Husk

Hasna Sausan Althof

ABSTRACT

Rice husk is known to have high silica (SiO_2) content. The silica content in rice husk is utilized as an ingredient in the manufacture of Tetraethyl Orthosilicate (TEOS). This study aims to determine the optimum rice husk calcination temperature in producing silica and a new method in TEOS synthesis. Rice husk was calcined with various temperatures (800, 850, and 900°C) and continued with the purification process. The results showed that the optimum calcination temperature was obtained at 900°C which produced the highest silica yield of 96.32% with silica purity (SiO_2) reaching 70.307%. The silica obtained was then used as sodium silicate (Na_2SiO_3) as an ingredient in TEOS synthesis. Sodium silicate was reacted with ethanol using variations in reaction time (5; 7.5; 10; 15; and 20 hours). The reaction time variation treatment was found to have no significant effect on the density, viscosity, and refractive index of TEOS produced. The test data showed that most of them met the commercial standard of TEOS. FTIR analysis showed three main absorption bands indicating the presence of Si-O, C-O, and C-H groups in the five synthesized TEOS samples. The Si-O content indicates that TEOS can be applied in the gelation process characterized by the formation of white precipitates. Based on the test results, application, and characterization, it proves that TEOS has been successfully synthesized.

Keyword: rice husk, silica, sodium silicate, TEOS.

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT atas diberikannya limpahan nikmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Sintesis Tetraetil Ortosilikat dari Silika Hasil Kalsinasi Sekam Padi”**. Shalawat serta salam bagi junjungan kita yakni Nabi Muhammad SAW atas teladan yang diberikan kepada kita umatnya. Skripsi ini diajukan sebagai salah satu persyaratan guna memperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si) pada Program Studi Kimia, Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang.

Penulisan skripsi ini tidak terlepas dari bantuan, arahan, petunjuk, masukan dan dukungan dari berbagai pihak. Untuk itu pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih sebesar-besarnya kepada:

1. Bapak Dr.rer.nat. Deski Beri, S.Si., M.Si selaku Dosen Pembimbing.
2. Ibu Prof. Dr. Minda Azhar, M.Si selaku Penasehat Akademik.
3. Ibu Dra. Syamsi Aini, M.Si, Ph.D selaku Dosen Pembahas.
4. Bapak Umar Kalmar Nizar, S.Si., M.Si, Ph.D selaku Dosen Pembahas.
5. Bapak Budhi Oktavia, S.Si., M.Si, Ph.D selaku Ketua Program Studi Kimia dan Kepala Departemen Kimia Universitas Negeri Padang.

Semoga Allah SWT memberikan pahala atas segala bantuan yang telah diberikan. Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih terdapat kekurangan. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kepada para pembaca untuk dapat memberikan

kritik serta saran yang membangun untuk perbaikan lebih baik lagi kedepannya. Atas kritikan dan saran yang diberikan penulis ucapkan terima kasih.

Padang, 15 Agustus 2023

Hasna Sausan Althof

DAFTAR ISI

KATA PENGANTAR.....	iii
DAFTAR ISI	v
DAFTAR GAMBAR.....	vi
DAFTAR TABEL	vii
DAFTAR LAMPIRAN	viii
BAB I PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang	1
B. Identifikasi Masalah	3
C. Batasan Masalah	4
D. Rumusan Masalah	4
E. Tujuan Penelitian	4
F. Manfaat Penelitian	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
A. Sekam Padi	5
B. Kalsinasi Sekam Padi	6
C. Silika.....	8
D. Tetraetil Ortosilikat	10
E. Instrumentasi.....	12
BAB III METODE PENELITIAN	16
A. Waktu dan Tempat	16
B. Objek Penelitian.....	16
C. Variabel Penelitian.....	16
D. Alat dan Bahan.....	16

E. Prosedur Penelitian.....	17
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	22
A. Kalsinasi Sekam Padi	22
B. Pemurnian Silika Abu Sekam Padi	24
C. Hasil Sintesis dan Pengujian TEOS	29
D. Karakterisasi Silika dan TEOS Sintesis	32
BAB V PENUTUP.....	36
A. Kesimpulan	36
B. Saran.....	36
DAFTAR PUSTAKA.....	37
LAMPIRAN	42

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.	(a) Struktur gabah padi, (b) Ilustrasi kandungan sekam padi.....	5
Gambar 2.	(a) Karbonisasi sekam padi, (b) Perubahan warna sekam padi, (c) Kenaikan kandungan abu.....	7
Gambar 3.	Serbuk silika	8
Gambar 4.	Struktur 2D TEOS	11
Gambar 5.	Spektrum hasil analisis XRF	13
Gambar 6.	Spektrum senyawa TEOS dengan katalis Al_2O_3	14
Gambar 7.	(a) Sekam padi sebelum kalsinasi, (b) Abu sekam padi kalsinasi suhu 800°C, 850°C, 900°C (dari kiri ke kanan)	22
Gambar 8.	Kandungan karbon dan abu dari kalsinasi sekam padi	24
Gambar 9.	Abu sekam padi hasil pemurnian	25
Gambar 10.	Perbandingan massa hasil dan massa silikon dioksida	28
Gambar 11.	(a) TEOS hasil sintesis, (b) Hasil uji gelas	29
Gambar 12.	Hubungan nilai densitas dan indeks bias TEOS.....	31
Gambar 13.	Spektrum IR senyawa TEOS (a) 5 jam, (b) 7,5 jam, (c) 10 jam, (d) 15 jam, dan (e) 20 jam	34

DAFTAR TABEL

Tabel 1. Komponen anorganik abu sekam padi (%).....	6
Tabel 2. Struktur kristal utama silika	9
Tabel 3. Sifat fisika TEOS sesuai standar komersial.....	12
Tabel 4. Persentase kandungan unsur hasil analisis XRF	14
Tabel 5. Kandungan abu sekam padi hasil kalsinasi.....	23
Tabel 6. Variasi massa silika dari abu sekam padi hasil pemurnian.....	27
Tabel 7. Nilai densitas TEOS	30
Tabel 8. Nilai viskositas TEOS	31
Tabel 9. Nilai indeks bias TEOS	31
Tabel 10. Perbandingan komposisi kimia hasil karakterisasi XRF	32

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Jadwal pelaksanaan penelitian	42
Lampiran 2. Perkiraan biaya penelitian	43
Lampiran 3. Prosedur kerja	44
Lampiran 4. Pembuatan reagen	46
Lampiran 5. Perhitungan LOI abu sekam padi.....	48
Lampiran 6. Perhitungan massa silikon dioksida	49
Lampiran 7. Data perhitungan densitas.....	50
Lampiran 8. Data perhitungan viskositas.....	51
Lampiran 9. Data karakterisasi XRF	52
Lampiran 10. Data karakterisasi FTIR.....	55
Lampiran 11. Dokumentasi penelitian	58

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Indonesia dikenal sebagai negara agraris karena memiliki lahan pertanian yang luas dan menghasilkan produk pertanian yang besar. Berdasarkan data *Food and Agriculture Organization* (2021) padi menjadi salah satu produk pertanian utama di Indonesia (*Food and Agriculture Organization*, 2021). Padi menjadi produk pertanian utama karena sebagian besar penduduk di Indonesia menjadikan beras sebagai bahan makanan pokok. Salah satu provinsi di Indonesia yang memproduksi padi dengan jumlah besar adalah Sumatera Barat. Berdasarkan data dari Badan Pusat Statistik, Sumatera Barat memproduksi padi sebesar 1.317.209,38 ton pada tahun 2021 dan mengalami peningkatan sebesar 8,02% menjadi 1.422.874 ton pada tahun 2022 (Badan Pusat Statistik, 2022).

Peningkatan jumlah produksi padi menyebabkan jumlah sekam padi semakin melimpah. Akan tetapi pemanfaatan sekam padi di Sumatera Barat masih kurang optimal dan hampir tidak bernilai ekonomis tinggi seperti untuk pakan ternak (Telew dkk., 2017) dan media tanam (Karam dkk., 2022), bahkan seringkali hanya dibiarkan menumpuk begitu saja tanpa dilakukan pengolahan lebih lanjut. Penumpukan sekam padi kerap menjadi permasalahan di kawasan produksi padi terutama pada saat musim panen karena membutuhkan tempat pembuangan yang luas. Adapun cara untuk mengatasi tumpukan sekam padi yang melimpah adalah dengan membakar sekam padi tersebut dalam skala besar di tempat terbuka. Pembakaran sekam padi dapat mengakibatkan pencemaran lingkungan (Shah dkk., 2016).

Sekam padi merupakan bahan sisa dari proses penggilingan padi yang memiliki kandungan silika yang tinggi. Menurut Wang dkk. (2022) sekam padi mengandung silika sebanyak 92,99% (J. Wang dkk., 2022) dan dapat ditingkatkan hingga 99% dengan metode pencucian asam (Bakar dkk., 2016; Park dkk., 2022). Dari data tersebut mengindikasikan bahwa sekam padi dapat dimanfaatkan lebih optimal sebagai sumber penghasil silika dan berpotensi untuk diproduksi skala industri, seperti pembuatan Tetraetil Ortosilikat (TEOS).

Secara umum, TEOS disintesis dari silikon dan pelarut etanol. Adapun silikon untuk sintesis TEOS dapat diperoleh dalam bentuk senyawa silika abu sekam padi (Fukaya dkk., 2017) dan bubuk silika (Nguyen dkk., 2019). Mujiyanti dkk. (2020) telah berhasil melakukan sintesis TEOS dari silika sekam padi dan etanol dengan penambahan katalis aluminium oksida. Hasil sintesis TEOS sesuai dengan standar nilai viskositas komersial (Mujiyanti dkk., 2020). Selain itu, silikon dapat diperoleh melalui natrium silikat yang bersumber dari silika sekam padi. Hal tersebut karena natrium silikat terdiri dari unsur natrium, oksigen, dan silikon (Trivana dkk., 2015). Kandungan silikon pada natrium silikat memungkinkan bahwa natrium silikat dapat dimanfaatkan sebagai bahan untuk sintesis TEOS.

Beberapa manfaat TEOS, antara lain mengurangi porositas keramik (Zhou dkk., 2021), dan bahan dasar komposit (Wang dkk., 2021). Selain itu, TEOS dapat membentuk suatu lapisan anti korosi yang bermanfaat bagi pabrik semikonduktor (Cao dkk., 2019). Namun industri pembuatan TEOS belum tersedia hingga saat ini di Indonesia dan hak patennya belum tersedia secara bebas, sehingga diperlukan

penelitian intensif untuk sintesis TEOS dengan bahan baku yang tersedia secara meluas di Indonesia agar dapat menurunkan nilai ekonomis TEOS.

Berdasarkan uraian di atas, maka penulis tertarik untuk meneliti tentang “Sintesis Tetraetil Ortosilikat dari Silika Hasil Kalsinasi Sekam Padi”. Diharapkan dengan menggunakan silika sekam padi melalui natrium silikat dan etanol dapat diperoleh metode baru untuk sintesis TEOS. Hasil sintesis TEOS kemudian dianalisis sifat fisiknya meliputi titik didih, densitas, viskositas, dan gugus fungsinya dikarakterisasi menggunakan *Fourier Transform Infra Red Spectroscopy* (FTIR).

B. Identifikasi Masalah

Berikut merupakan identifikasi masalah berdasarkan latar belakang yang telah diuraikan:

1. Sekam padi merupakan hasil samping penggilingan padi yang memiliki kandungan silika yang tinggi dan jumlahnya melimpah di Sumatera Barat, namun pemanfaatan sekam padi masih belum optimal pada skala industri.
2. Metode pembuatan TEOS menggunakan natrium silikat belum pernah dilaporkan.
3. Belum tersedia industri pembuatan TEOS di Indonesia.
4. Paten tentang TEOS belum disediakan secara bebas (publik).
5. Nilai ekonomis TEOS sangat tinggi.

C. Batasan Masalah

Adapun batasan masalah pada penelitian ini ialah sebagai berikut:

1. Sekam padi yang digunakan berasal dari Kedai Beras Huler HK Kec. Koto Tangah, Kota Padang.
2. Variasi suhu kalsinasi sekam padi adalah 800°C, 850°C, dan 900°C.
3. Variasi waktu reaksi 5; 7,5; 10; 15; dan 20 jam.
4. Pemakaian natrium silikat dan etanol.

D. Rumusan Masalah

Dari batasan masalah yang ada dapat dirumuskan masalah sebagai berikut:

1. Bagaimana optimasi suhu kalsinasi sekam padi dalam menghasilkan silika sebagai bahan untuk sintesis TEOS?
2. Bagaimana menentukan metode sintesis TEOS dari silika sekam padi melalui natrium silikat?

E. Tujuan Penelitian

Adapun tujuan penelitian ini adalah:

1. Mengetahui optimasi suhu kalsinasi sekam padi dalam menghasilkan silika sebagai bahan untuk sintesis TEOS.
2. Mengetahui metode sintesis TEOS dari silika sekam padi melalui natrium silikat.

F. Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan manfaat seperti:

1. Memperoleh material yang berpotensi untuk diproduksi secara industri.
2. Memperoleh metode baru untuk sintesis TEOS dari silika sekam padi melalui natrium silikat.