

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Penelitian

Pada penelitian dengan judul “Pemanfaatan Silika Berbasis Limbah Sekam Padi dan Jerami Padi sebagai Adsorben Zat Warna *Methylene Blue*” memiliki tujuan mengkarakterisasi silika gel menggunakan FTIR dan XRD serta menguji kemampuan adsorpsinya terhadap *methylene blue* menggunakan UV-Vis. Hasil pengujian disajikan pada **Tabel 4.1** dan **Tabel 4.2**.

Tabel 4. 1 Hasil Analisa Gugus Fungsi Silika Gel

Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)	Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹) Teoritis	Literatur
3370	–Si–OH	3700-3200	Andayaningsih dkk.
1036	Si–O–Si	1200-1020	Andayaningsih dkk.
850	Si–O	800-730	Andayaningsih dkk.
649	Si–O–Si	600-450	Andayaningsih dkk.

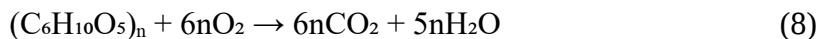
Tabel 4. 2 Pengujian silika sebagai adsorben *Methylene Blue*

<i>Methylene Blue</i> Mula-mula	Massa silika (g)	Waktu adsorpsi (menit)	Abs	Persen Adsorpsi (%)
173,269	0,1	30	0.071	99.841
		45	0.074	99.832
		60	0.033	99.958
		75	0.027	99.977
		90	0.022	99.992
173,269	0,2	30	0.030	99.968
		45	0.044	99.924
		60	0.029	99.971
		75	0.028	99.974
		90	0.025	99.983
173,269	0,3	30	0.040	99.937
		45	0.051	99.903
		60	0.033	99.958
		75	0.032	99.961
		90	0.031	99.964

4.2 Pembahasan

Silika gel pada penelitian ini diekstrak dari campuran abu sekam padi dan abu jerami padi dengan perbandingan 75:25 menggunakan metode sol-gel melalui proses ekstraksi alkali dan presipitasi asam. Sekam padi dan jerami padi dipilih sebagai bahan baku karena keduanya mengandung silika dalam jumlah tinggi yang setelah proses pembakaran terkendali akan terkonsentrasi dalam bentuk silika amorf.

Pada tahap preparasi, sekam padi dan jerami padi dibakar pada suhu 700°C selama 4 jam sehingga komponen organik seperti selulosa, hemiselulosa, dan lignin terdekomposisi, sedangkan silika tetap tertinggal dalam bentuk abu yang kaya SiO₂. Reaksi pembakaran secara sederhana dapat dituliskan sebagai berikut:



Silika yang terkandung dalam biomassa tetap berada dalam abu sebagai silikon dioksida (SiO₂). Selanjutnya abu hasil pembakaran direaksikan dengan larutan NaOH 2,5 M pada suhu 85°C sehingga silika larut membentuk natrium silikat. Reaksi yang terjadi adalah:



Larutan natrium silikat yang terbentuk kemudian diasamkan menggunakan H₂SO₄ hingga pH 6–7 sehingga terjadi pembentukan asam silikat yang selanjutnya mengalami polimerisasi membentuk gel silika. Reaksi yang terjadi dapat dituliskan sebagai berikut:



Asam silikat yang terbentuk kemudian mengalami polimerisasi kondensasi:



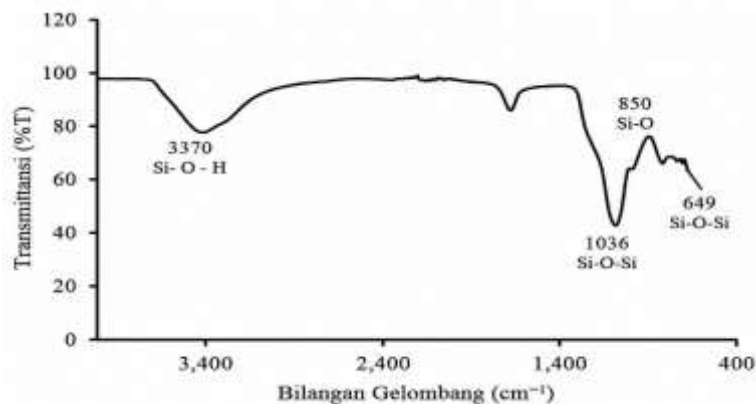
Proses kondensasi tersebut menghasilkan jaringan tiga dimensi silika gel yang tersusun atas ikatan siloksan (Si–O–Si) dan gugus silanol (Si–OH).

Keberhasilan sintesis silika gel dari campuran sekam padi dan jerami padi dibuktikan melalui hasil karakterisasi FTIR dan XRD. Analisis FTIR digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terdapat pada silika gel hasil sintesis, sedangkan

analisis XRD digunakan untuk mengetahui struktur material yang terbentuk. Melalui kedua karakterisasi tersebut dapat diketahui apakah silika yang terkandung dalam sekam padi dan jerami padi telah berhasil membentuk silika gel. Hasil yang diperoleh menunjukkan adanya karakteristik khas silika, baik dari gugus fungsi maupun struktur materialnya, sehingga sintesis silika gel dapat dinyatakan berhasil.

4.2.1 Karakterisasi Gugus Fungsi Silika Gel (FTIR)

Karakterisasi menggunakan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terbentuk pada silika hasil sintesis dari campuran sekam padi dan jerami padi. Spektrum FTIR menunjukkan beberapa daerah serapan yang berkaitan dengan ikatan penyusun material silika. Identifikasi gugus fungsi ini digunakan untuk mengonfirmasi keberhasilan proses ekstraksi silika dari kedua bahan baku tersebut melalui keberadaan gugus khas silika, yaitu silanol (Si–OH) dan siloksan (Si–O–Si). Hasil spektrum memperlihatkan puncak-puncak yang khas dari senyawa silika (SiO₂) dan senyawa-senyawa lain yang berkaitan.



Gambar 4.1 Spektrum FTIR Silika Gel Sintesis Berdasarkan Absorbansi

Berdasarkan spektrum FTIR pada **Gambar 4.1**, pita serapan pada bilangan gelombang 3370 cm⁻¹ menunjukkan keberadaan gugus hidroksil yang berkaitan dengan gugus silanol (Si–OH) pada permukaan silika. Pita serapan ini berada pada rentang 3700–3200 cm⁻¹ yang menurut Tsani dkk. merupakan daerah vibrasi ulur (*stretching*) Si–OH. Keberadaan gugus Si–OH menunjukkan bahwa silika hasil sintesis

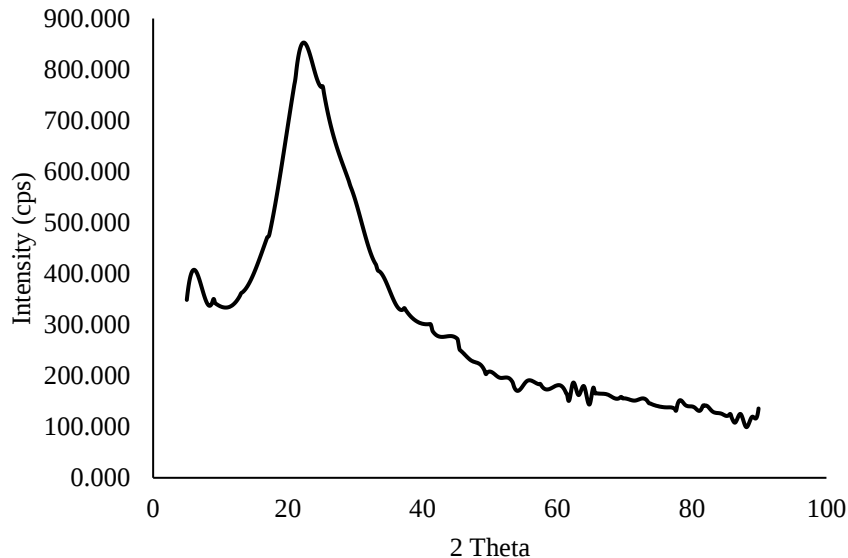
masih memiliki gugus hidroksil pada permukaannya yang berperan dalam meningkatkan sifat reaktif dan kemampuan adsorpsi material. Selain itu, puncak serapan yang muncul pada 1036 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ulur asimetri Si–O–Si yang merupakan karakteristik utama kerangka silika. Pita serapan ini berada pada rentang $1200\text{--}1020\text{ cm}^{-1}$ dan mengindikasikan terbentuknya ikatan siloksan yang menyusun struktur dasar silika hasil sintesis dari campuran sekam padi dan jerami padi (Anisara, dkk., 2024).

Pita serapan pada 850 cm^{-1} berkaitan dengan vibrasi ulur simetri Si–O yang berada pada rentang $800\text{--}730\text{ cm}^{-1}$. Munculnya pita serapan ini menunjukkan keberadaan gugus siloksi yang menjadi bagian dari jaringan silika. Sementara itu, pita serapan pada 649 cm^{-1} menunjukkan vibrasi tekuk (*bending*) Si–O–Si yang berada pada rentang $600\text{--}450\text{ cm}^{-1}$. Keberadaan pita serapan Si–O–Si pada daerah ini semakin memperkuat terbentuknya struktur siloksan dalam material yang dihasilkan. Hasil identifikasi gugus fungsi tersebut menunjukkan bahwa silika yang terkandung dalam sekam padi dan jerami padi telah berhasil diekstraksi dan membentuk struktur silika yang ditandai oleh keberadaan gugus Si–OH, Si–O, dan Si–O–Si. Karakteristik spektrum FTIR yang diperoleh memiliki kesesuaian dengan penelitian (Anisara, dkk., 2024). yang melaporkan gugus fungsi utama silika gel berupa vibrasi ulur Si–OH, vibrasi ulur asimetri Si–O–Si, vibrasi ulur simetri Si–O, serta vibrasi tekuk Si–O–Si. Kesesuaian tersebut menunjukkan bahwa silika hasil sintesis dari campuran sekam padi dan jerami padi memiliki karakteristik yang serupa dengan silika gel yang diperoleh dari biomassa lainnya (Tsani, dkk., 2024)

4.2.2 Karakterisasi Struktur Silika dari Sekam Padi dan Jerami Padi Menggunakan X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) dilakukan untuk mengetahui struktur silika yang dihasilkan dari sekam padi dan jerami padi. Hasil pengujian XRD ditunjukkan pada **Gambar 4.2**. Berdasarkan pola difraksi yang diperoleh, terlihat adanya puncak yang melebar (*broad peak*) pada daerah difraksi tertentu serta tidak ditemukan puncak-puncak tajam yang teridentifikasi dengan jelas.

Pola difraksi tersebut menunjukkan bahwa silika yang dihasilkan lebih dominan berada dalam fase *amorf*.



Gambar 4.2 Grafik Hasil Uji XRD Silika Gel dari Sekam Padi dan Jerami Padi

Fase amorf menunjukkan bahwa atom-atom penyusun SiO_2 belum tersusun secara teratur seperti pada material kristalin. Hal ini ditunjukkan oleh bentuk kurva yang melebar dan tidak membentuk puncak-puncak difraksi yang tajam. Hasil penelitian ini sejalan dengan (Fitriya, 2023) yang melaporkan bahwa pola difraksi yang tidak menunjukkan puncak kristalin yang jelas menandakan dominasi fase amorf pada material silika. Menurut penelitian tersebut, fase amorf masih mendominasi ketika struktur kristal belum terbentuk secara sempurna, sedangkan peningkatan kristalinitas akan ditandai dengan munculnya puncak difraksi yang semakin tajam.

Dominannya fase amorf pada silika hasil sintesis menjadi salah satu faktor yang mendukung penggunaannya sebagai adsorben. Struktur amorf umumnya memiliki luas permukaan yang lebih besar dibandingkan struktur kristalin sehingga menyediakan lebih banyak area kontak bagi adsorbat. Selain itu, keberadaan gugus silanol (Si-OH) pada permukaan silika dapat berfungsi sebagai situs aktif yang berinteraksi dengan molekul *methylene blue* selama proses adsorpsi berlangsung. Hasil penelitian (Kusumawati, et al., 2022)(Widyastuti, dkk., 2022) (Kusumawati, dkk., 2022)

menunjukkan bahwa silika gel yang disintesis dari abu sekam padi mampu mengadsorpsi *methylene blue* dengan kapasitas adsorpsi yang cukup baik. Karakteristik tersebut menunjukkan bahwa silika dari sekam padi dan jerami padi yang pada penelitian ini didominasi oleh fase *amorf* memiliki potensi untuk digunakan sebagai adsorben dalam proses penyerapan *methylene blue*.

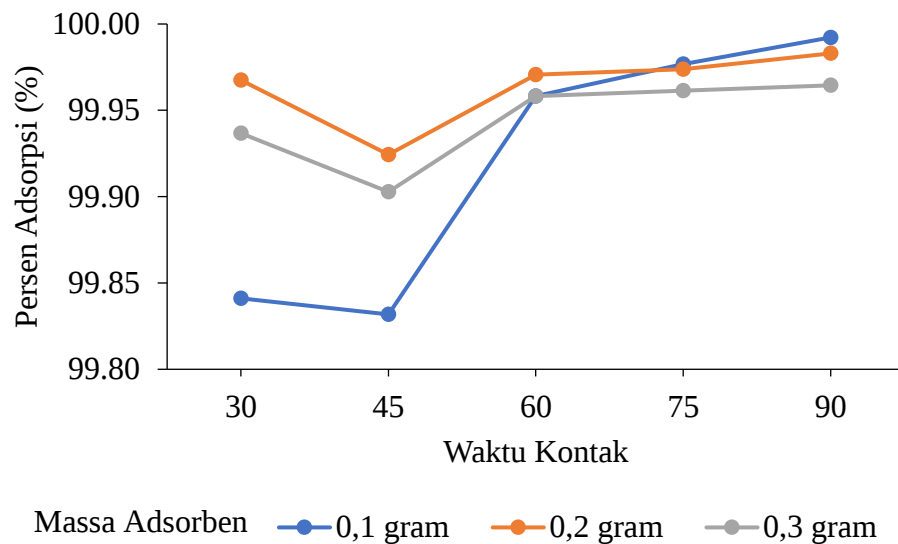
4.2.3 Pengaruh Waktu Kontak dan Massa Adsorben terhadap Persen Adsorpsi *Methylene Blue*

Kemampuan silika gel sebagai adsorben *methylene blue* dipengaruhi oleh keberadaan gugus aktif pada permukaannya, terutama gugus silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si) yang teridentifikasi melalui analisis FTIR. Keberadaan gugus silanol dan siloksan pada silika gel menunjukkan bahwa silika hasil sintesis memiliki karakteristik yang sesuai sebagai adsorben *methylene blue* (Anisara dkk., 2024). Gugus silanol diketahui berperan sebagai situs aktif adsorpsi, sedangkan gugus siloksan berperan dalam membentuk kerangka silika yang mendukung proses adsorpsi.

Selain itu, ikatan siloksan (Si-O-Si) berfungsi sebagai kerangka utama penyusun silika yang membentuk struktur berpori sehingga memudahkan molekul *methylene blue* masuk dan teradsorpsi pada permukaan silika. Dengan demikian, gugus silanol (Si-OH) merupakan gugus yang paling berperan dalam proses adsorpsi *methylene blue*, sedangkan gugus siloksan (Si-O-Si) berperan dalam membentuk kerangka dan pori-pori silika yang mendukung proses penyerapan zat warna.

Adsorpsi *methylene blue* oleh silika gel dipengaruhi oleh waktu kontak dan massa adsorben yang digunakan. Waktu kontak menentukan lamanya interaksi antara *methylene blue* dan adsorben, sedangkan massa adsorben mempengaruhi banyaknya permukaan adsorben yang dapat berinteraksi dengan molekul zat warna. Semakin lama waktu kontak, semakin banyak molekul *methylene blue* yang terserap ke dalam pori-pori silika gel sehingga jumlah zat warna yang teradsorpsi semakin meningkat. Menurut (Anisara, dkk., 2024), proses adsorpsi terjadi ketika molekul *methylene blue* berdifusi ke dalam pori adsorben, kemudian jumlah zat yang teradsorpsi akan terus bertambah hingga mencapai kondisi kesetimbangan.

Pada penelitian ini digunakan variasi massa adsorben sebesar 0,1; 0,2; dan 0,3 g dengan waktu kontak 30, 45, 60, 75, dan 90 menit. *Persentase* adsorpsi yang diperoleh berada pada rentang 99,83–99,99%, yang menunjukkan bahwa silika gel hasil sintesis memiliki kemampuan adsorpsi yang sangat baik terhadap *methylene blue*. Hubungan antara waktu kontak dan massa adsorben terhadap persen adsorpsi *methylene blue* dapat dilihat pada **Gambar 4.3**.



Gambar 4.3 Pengaruh Waktu Kontak dan Massa Adsorben terhadap Persen Adsorpsi *Methylene Blue*

Berdasarkan **Gambar 4.3**, nilai persen adsorpsi *methylene blue* pada seluruh variasi massa adsorben berada pada rentang 99,832–99,992%. Pada massa adsorben 0,1 g, persen adsorpsi meningkat dari 99,841% pada waktu kontak 30 menit menjadi 99,992% pada 90 menit. Pola serupa juga terlihat pada massa 0,2 dan 0,3 g, meskipun pada waktu kontak 45 menit terjadi sedikit penurunan nilai adsorpsi. Pada massa 0,2 g nilai adsorpsi menurun dari 99,968% menjadi 99,924%, sedangkan pada massa 0,3 g menurun dari 99,937% menjadi 99,903%. Penurunan ini relatif kecil sehingga diduga disebabkan karena proses adsorpsi belum mencapai kondisi optimum. Setelah waktu kontak mencapai 60 menit, persen adsorpsi kembali meningkat hingga mencapai nilai tertinggi pada waktu kontak 90 menit. Kondisi ini menunjukkan bahwa sebagian besar molekul *methylene blue* telah terikat pada permukaan adsorben dan sistem mulai

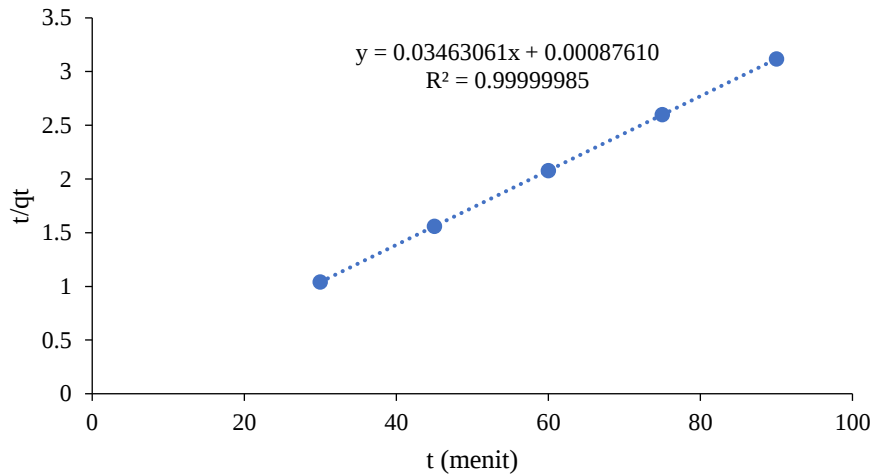
mendekati kondisi optimum adsorpsi. Hasil ini sejalan dengan penelitian (Widyastuti, dkk., 2022) yang melaporkan bahwa persentase penjerapan *methylene blue* meningkat dengan bertambahnya waktu kontak dan menunjukkan kondisi yang relatif stabil setelah mencapai waktu optimum adsorpsi pada 60 menit. Peningkatan persen adsorpsi menunjukkan bahwa semakin lama waktu kontak, semakin besar kesempatan molekul *methylene blue* untuk berinteraksi dengan permukaan silika gel sehingga jumlah zat warna yang teradsorpsi semakin meningkat. Nilai adsorpsi tertinggi diperoleh pada massa adsorben 0,1 g dengan persen adsorpsi sebesar 99,992%. Hasil ini menunjukkan bahwa kondisi optimum adsorpsi *methylene blue* menggunakan silika gel hasil sintesis dicapai pada waktu kontak 90 menit dan massa adsorben 0,1 g karena pada kondisi tersebut diperoleh persen adsorpsi tertinggi dibandingkan variasi lainnya. Pada rentang waktu 60-90 menit, peningkatan nilai adsorpsi mulai melambat dan cenderung stabil, yang menunjukkan bahwa sistem adsorpsi mulai mendekati kondisi optimum.

Berdasarkan hasil penelitian menunjukkan bahwa waktu kontak memberikan pengaruh terhadap persen adsorpsi *methylene blue*. Semakin lama waktu kontak, semakin besar kesempatan molekul *methylene blue* untuk berinteraksi dengan permukaan silika gel sehingga jumlah zat warna yang teradsorpsi semakin meningkat. Sementara itu, variasi massa adsorben menghasilkan nilai persen adsorpsi yang tidak berbeda jauh pada setiap waktu kontak. Hal ini menunjukkan bahwa massa adsorben yang digunakan telah mampu menyediakan permukaan adsorpsi yang cukup untuk menyerap *methylene blue* secara efektif. Persen adsorpsi tertinggi diperoleh pada waktu kontak 90 menit, yang menunjukkan bahwa proses adsorpsi berlangsung lebih optimal pada waktu kontak yang lebih lama.

4.2.4 Kinetika Adsorpsi

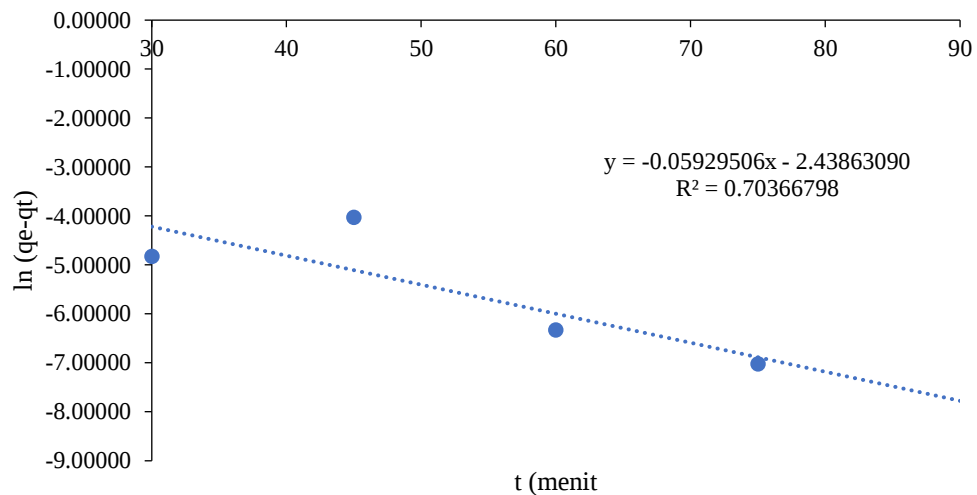
Kinetika adsorpsi dilakukan untuk mengetahui kinetika yang paling sesuai dalam menggambarkan proses adsorpsi *methylene blue* oleh silika gel. Pada penelitian ini, kinetika adsorpsi dianalisis menggunakan kinetika pseudo second order dan pseudo first order. Penentuan kinetika yang paling sesuai dilakukan berdasarkan nilai koefisien

determinasi (R^2). Semakin mendekati nilai 1, maka semakin baik kinetika tersebut dalam menggambarkan proses adsorpsi yang terjadi.



Gambar 4.4 Kurva Kinetika Adsorpsi Pseudo Second Order

Berdasarkan **Gambar 4.4**, hasil linearisasi kinetika pseudo second order menghasilkan nilai koefisien determinasi (R^2) sebesar 0,99999985. Nilai tersebut sangat mendekati 1, sehingga menunjukkan bahwa kinetika pseudo second order memiliki kesesuaian yang sangat baik dalam menggambarkan proses adsorpsi methylene blue oleh silika gel. Tingginya nilai R^2 menunjukkan bahwa data hasil percobaan memiliki hubungan yang linier dengan persamaan pseudo second order. Hal ini mengindikasikan bahwa proses adsorpsi berlangsung melalui interaksi antara methylene blue dengan gugus aktif yang terdapat pada permukaan silika gel.



Gambar 4.5 Kurva Kinetika Adsorpsi Pseudo First Order

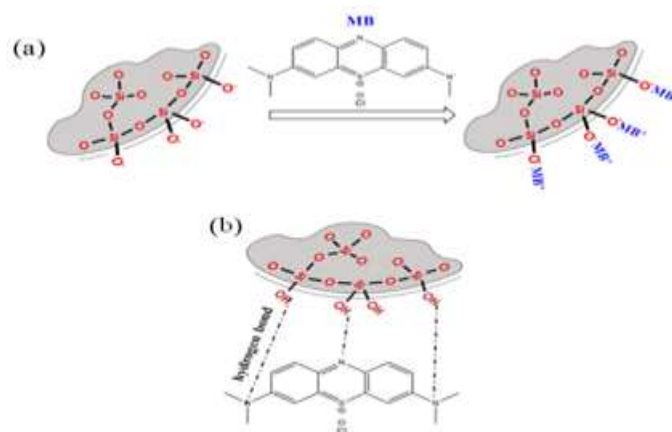
Berdasarkan **Gambar 4.5** hasil linearisasi kinetika pseudo first order menghasilkan nilai koefisien determinasi (R^2) sebesar 0,70366798. Nilai tersebut lebih rendah dibandingkan dengan kinetika pseudo second order. Nilai R^2 yang tidak terlalu mendekati 1 menunjukkan bahwa kinetika pseudo first order kurang mampu menggambarkan proses adsorpsi methylene blue oleh silika gel. Hal ini menunjukkan bahwa proses adsorpsi yang terjadi tidak sepenuhnya mengikuti kinetika pseudo first order.

Berdasarkan **Gambar 4.4** dan **4.5** dapat diketahui bahwa kinetika pseudo second order memiliki nilai koefisien determinasi yang lebih tinggi dibandingkan kinetika pseudo first order. Nilai R^2 kinetika pseudo second order sebesar 0,99999985 lebih mendekati 1 dibandingkan kinetika pseudo first order yang hanya sebesar 0,7037. Hasil tersebut menunjukkan bahwa proses adsorpsi methylene blue oleh silika gel hasil sintesis lebih sesuai mengikuti kinetika pseudo second order. Kesesuaian terhadap kinetika pseudo second order menunjukkan bahwa adsorpsi methylene blue dipengaruhi oleh interaksi antara molekul methylene blue dengan gugus aktif pada permukaan silika gel. Hasil penelitian ini sejalan dengan penelitian (Rosita dkk., 2022), yang melaporkan bahwa kinetika pseudo second order memiliki tingkat kesesuaian yang lebih baik dalam menggambarkan proses adsorpsi dibandingkan pseudo first order karena menghasilkan nilai koefisien determinasi yang lebih tinggi.

Kesesuaian adsorpsi methylene blue terhadap kinetika pseudo second order menunjukkan bahwa proses adsorpsi berlangsung melalui interaksi yang cukup kuat antara adsorben dan adsorbat. Interaksi tersebut diduga terjadi melalui gaya elektrostatis dan ikatan hidrogen antara molekul methylene blue dengan gugus aktif yang terdapat pada permukaan silika gel. Adanya gugus silanol (Si-OH) pada silika gel yang teridentifikasi berdasarkan hasil analisis FTIR diduga berperan dalam pembentukan ikatan hidrogen selama proses adsorpsi. Mekanisme interaksi antara methylene blue dan silika gel dapat dilihat pada **Gambar 4.6**.

4.2.5 Mekanisme Adsorpsi Methylene blue oleh Silika Gel

Mekanisme adsorpsi methylene blue pada silika gel hasil sintesis terjadi melalui interaksi antara gugus aktif pada permukaan adsorben dengan molekul methylene blue. Adsorpsi berlangsung melalui dua mekanisme utama, yaitu interaksi elektrostatis dan pembentukan ikatan hidrogen. Gugus aktif pada permukaan silika gel berperan dalam proses penjerapan molekul methylene blue sehingga zat warna dapat terikat pada permukaan adsorben. Mekanisme tersebut mendukung kemampuan silika gel dalam mengadsorpsi methylene blue secara efektif. **Gambar 4.6** menunjukkan mekanisme adsorpsi methylene blue pada permukaan silika gel hasil sintesis.



Gambar 4.6 Mekanisme Adsorpsi *Methylene blue* pada Permukaan Silika Gel (a) elektrostatis (b) Ikatan *hydrogen*

Berdasarkan **Gambar 4.6**, adsorpsi *methylene blue* oleh silika gel terutama terjadi melalui interaksi elektrostatis antara gugus silanol (Si-OH) pada permukaan

silika gel dan molekul *methylene blue* yang bermuatan positif (MB^+). Gugus silanol dapat mengalami ionisasi membentuk gugus bermuatan negatif (SiO^-) yang kemudian menarik molekul *methylene blue* melalui gaya elektrostatis. Interaksi ini menyebabkan molekul zat warna terikat pada permukaan silika sehingga konsentrasi *methylene blue* dalam larutan berkurang (Ma, dkk., 2022)

Selain interaksi elektrostatis, adsorpsi *methylene blue* juga terjadi melalui pembentukan ikatan hidrogen antara gugus silanol (Si-OH) dan atom nitrogen pada molekul *methylene blue*. Keberadaan gugus silanol yang teridentifikasi melalui analisis FTIR menunjukkan bahwa silika gel mendukung proses adsorpsi. Kombinasi gaya tarik elektrostatis dan ikatan hidrogen memperkuat interaksi antara silika gel dan *methylene blue* sehingga meningkatkan kemampuan adsorpsi adsorben (Ma, dkk., 2022).