

**LAPORAN PENELITIAN
DIPA FMIPA ULM TAHUN 2019**



**STUDI PENDAHULUAN VARIASI WAKTU REAKSI DAN
RASIO MOL ETANOL : SILIKA DALAM PEMBUATAN
TETRAETIL ORTOSILIKAT (TEOS)
DARI SILIKA SEKAM PADI**

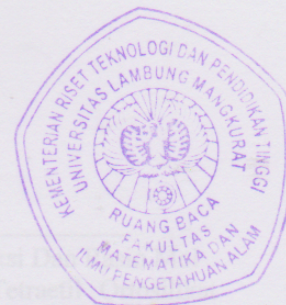
**Biaya oleh DIPA-PBNP FMIPA ULM Tahun Anggaran 2019 Sesuai dengan Surat
Perjanjian Pelaksanaan Penelitian Nomor : 136/UN8.1.28/SP/2019**


Oleh

**Dwi Rasy Mujiyanti, S.Si, M.Si (Ketua)
Prof. Dr. Abdullah, S.Si, M.Si (Anggota)
Dahlana Ariyani, S.Si, M.S (Anggota)**

**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMBUNG MANGKURAT
BANJARBARU
2019**

LAPORAN PENELITIAN
DIPA FMIPA ULM TAHUN 2019



PERPUSTAKAAN
FAKULTAS MIPA
UNIVERSITAS LAMBUNG MANGKURAT
DITERIMA : 13-11-2019
DARI :
No.BUKU : 62 / 001.4.540 / 2019
TTD :
PETUGAS : 

STUDI PENDAHULUAN VARIASI WAKTU REAKSI DAN
RASIO MOL ETANOL : SILIKA DALAM PEMBUATAN
TETRAETIL ORTOSILIKAT (TEOS)
DARI SILIKA SEKAM PADI

Biaya oleh DIPA-PBNP FMIPA ULM Tahun Anggaran 2019 Sesuai dengan Surat
Perjanjian Pelaksanaan Penelitian Nomor : 136/UN8.1.28/SP/2019

Oleh

Dwi Rasy Mujiyanti, S.Si, M.Si (Ketua)
Prof. Dr. Abdullah, S.Si, M.Si (Anggota)
Dahlana Ariyani, S.Si, M.S (Anggota)

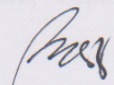
PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMBUNG MANGKURAT
BANJARBARU
2019

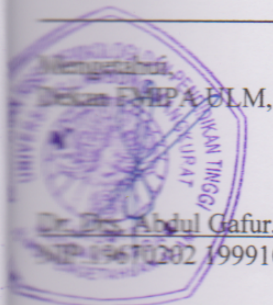
HALAMAN PENGESAHAN
LAPORAN PENELITIAN
DIPA FMIPA ULM TAHUN 2019

1. **Judul Penelitian** : Studi Pendahuluan Variasi Waktu Reaksi Dan Rasio Mol Etanol : Silika Dalam Pembuatan Tetraetil Ortosilikat (TEOS) Dari Silika Sekam Padi
2. **Ketua Peneliti**
- a. Nama Lengkap : Dwi Rasy Mujiyanti, S.Si, M.Si
 - b. Jenis Kelamin : Perempuan
 - c. NIP : 19810516 200801 2 023
 - d. Disiplin Ilmu : Kimia Anorganik
 - e. Pangkat/Golongan : Penata Tk I /IIIc
 - f. Jabatan : Lektor
 - g. Fakultas/Prodi : MIPA/Kimia
 - h. Alamat : Jl. A.Yani Km.36 Banjarbaru
 - i. Telpon/Fax/Email : 0511-4773112
 - j. Alamat Rumah : Jl Kuranji Komplek Nusantara Griya Permai Blok D17 Landasan Ulin 70721
 - k. Telpon/fax/E-mail : 081348475671/drmujiyanti@ulm.ac.id
3. **Jumlah Tim Peneliti** : 2 (dua) orang
- a. Nama Anggota I : Prof. Dr. Abdullah, S.Si, M.Si
 - b. Nama Anggota II : Dahlena Ariyani, S.Si, M.S
4. **Lokasi Penelitian** : Laboratorium Anorganik, Laboratorium FMIPA ULM Banjarbaru
5. **Waktu Penelitian** : 9 (Sembilan) bulan
6. **Biaya Yang Disetujui** : Rp. 9.000.000,00 (Sembilan Juta Rupiah)
7. **Sumber Dana** : DIPA FMIPA ULM

Banjarbaru, 25 September 2019

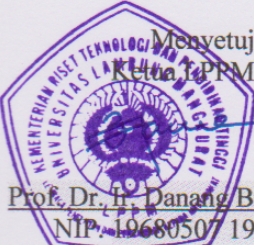
Ketua Peneliti,


Dwi Rasy Mujiyanti, S.Si, M.Si
NIP. 19810516 2008 01 2023



Dr. H. Abdul Gafur, M.Si, M.Sc
NIP. 19670202 1999103 1 013

Menyetujui,
Ketua PPM ULM


Prof. Dr. H. Danang Biyatmoko, M.Si
NIP. 19680507 199303 1 020

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian pembuatan TEOS dari serbuk silikon hasil isolasi dari silikon padi dan etanol dengan menggunakan katalis alumina oksida. Reaksi tersebut berlangsung selama 30 jam dengan perbandingan mol etanol:silika sebesar 4:1. Reaksi pembentukan TEOS dipengaruhi oleh waktu dan perbandingan mol etanol:silika. TEOS yang dihasilkan dianalisis sifat fisiknya meliputi viskositas dan densitas, kemurniannya dengan Liquid Chromatograph- Mass Spectrometry (LC-MS) dan gugus fungsinya menggunakan Fourier Transform InfraRed (FTIR). Pengaruh waktu reaksi pada pembuatan TEOS menunjukkan hasil bahwa nilai viskositas sebesar 3,28 mm²/s setara dengan 3,28 cps dan nilai densitas adalah 0,8068 g/ml. Sedangkan pengaruh mol etanol terhadap rendemen pembuatan TEOS menunjukkan hasil bahwa nilai viskositas sebesar 2,96 mm²/s setara dengan 2,96 cps dan nilai densitas adalah 0,8149 g/ml. Karakteristik TEOS hasil sintesis menggunakan FTIR menunjukkan gugus gugus fungsi yang khas yaitu ulur asimetris (Si-O-Si), ulur Simetris (Si-O), -OH *Stretching*, *Alkyl Stretching*, *Stretching Vibrasi* (C-O), C-H *Stretching* (CH₂), C-H *Bending* (CH₃) gugus fungsi yang sama di miliki oleh TEOS sampel.

Halaman

Pada
dengan nilai
Pembentukan
Terdapat
Pengaruh
1. Densitas
2. DIPA
3. Kena
mengukur
pengaruh
4. Makna
Rachma
Dapat
menyebut
mengukur
Alumina
yang mem

.....	4
.....	4
.....	4
.....	7
.....	8
.....	10
.....	13
.....	13
.....	13
.....	13
.....	14
.....	14
.....	15
.....	15
.....	16
.....	16

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Tetraetil ortosilikat adalah senyawa kimia utama dengan rumus $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$. Senyawa ini sering disingkat TEOS (Magee et al., 2011). TEOS sangat diperlukan oleh pabrik-pabrik semikonduktor yang ada di Indonesia. Penggunaan TEOS sangat banyak diantaranya dalam pembuatan keramik, lapisan tahan korosi, alat-alat semikonduktor, bahan dasar komposit (Dasmawati et al., 2011), katalis heterogen (Fatimah et al., 2008), substrat elektronik, substrat lapisan tipis, adsorben (Suarya et al., 2010) dan insulator listrik (Zawrah et al., 2009; Alhussain et al., 2016). Keuntungan penggunaan TEOS sebagai sumber atau prekursor silika karena TEOS menghasilkan partikel silika yang sangat halus (Alhussain et al., 2016). Selain itu TEOS juga dapat digunakan untuk meningkatkan stabilitas pewarna alami (Molina et al., 2014). Selama ini TEOS masih diimpor dari Cina dan Jepang. Disisi lain, silika banyak sekali terdapat di alam.

Senyawa silika di alam ditemukan dalam beberapa bahan alam, seperti pasir, kuarsa, gelas, sekam padi dan sebagainya (Sulastri & Kristianingrum, 2010; Soltani et al., 2014). Sekam padi merupakan residu pertanian yang jumlahnya melimpah di Indonesia, termasuk provinsi Kalimantan Selatan. Badan Pusat Statistik (BPS) mencatat produksi padi di Kalimantan Selatan pada tahun 2015 mencapai 2,14 juta ton atau meningkat sebesar 45 ribu ton yang setara 2,18% jika dibandingkan dengan produksi padi pada tahun 2014 yang tercatat sebesar 2,09 juta ton. Abu sekam padi mengandung silika sebanyak 87% - 97% berat kering (Handayani et al, 2015) sedangkan penelitian pada tahun 2010 yang dilakukan oleh Mujiyanti et al. abu sekam padi mengandung silika sebanyak 95,6%. Tingginya

kandungan silika pada sekam padi berpotensi sebagai bahan baku pembuatan TEOS dan memberikan nilai tambah bagi limbah sekam padi.

Pembuatan TEOS dari serbuk silikon dan etanol dengan menggunakan katalis alumina oksida telah dilakukan oleh Alhussain et al. (2016) dengan rendemen produk sebesar 80%. Reaksi tersebut berlangsung selama 40 jam dengan perbandingan mol etanol:silika sebesar 4:1. Reaksi pembentukan TEOS dipengaruhi oleh waktu dan perbandingan mol etanol:silika. Oleh karena itu pada penelitian pembuatan TEOS dari sekam padi ini, mengikuti metode yang dilakukan oleh Alhussain et al. (2016) dengan variasi waktu reaksi dan rasio mol etanol:silika. TEOS yang dihasilkan dianalisis sifat fisiknya meliputi viskositas dan densitas, kemurniannya dengan Liquid Chromatograph-Mass Spectrometry (LC-MS) dan gugus fungsinya menggunakan Fourier Transform InfraRed (FTIR).

1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan uraian di atas, dapat dirumuskan permasalahan sebagai berikut yaitu:

1. Bagaimana pengaruh waktu reaksi terhadap rendemen pembuatan TEOS?
2. Bagaimana pengaruh mol etanol terhadap rendemen pembuatan TEOS?
3. Bagaimana karakteristik TEOS hasil sintesis tersebut berdasarkan viskositas, densitas, pemeriksaan Liquid Chromatograph-Mass Spectrometry (LC-MS) dan Fourier Transform InfraRed (FTIR)?

1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk :

1. Mengetahui pengaruh waktu reaksi terhadap rendemen pembuatan TEOS
2. Mengetahui pengaruh mol etanol terhadap rendemen pembuatan TEOS
3. Mengetahui hasil karakterisasi TEOS hasil sintesis tersebut berdasarkan viskositas, densitas, pemeriksaan *Liquid Chromatograph-Mass Spectrometry* (LC-MS) dan *Fourier Transform InfraRed* (FTIR)

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah memberikan kontribusi pada khasanah ilmu pengetahuan dan sains, khususnya untuk perkembangan inovasi akan pemanfaatan bahan alam terutama limbah pertanian pada bagian tanaman padi yang memiliki nilai ekonomis rendah. Penelitian ini dilakukan untuk mengurangi limbah sekam padi dan pemanfaatannya dalam pembuatan TEOS.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Deskripsi Dan Komposisi Sekam Padi

Sekam padi merupakan produk samping dari industri penggilingan padi yang dianggap sebagai bahan yang kurang bermanfaat dan bernilai gizi rendah akan tetapi mengandung abu yang cukup tinggi karena menurut penelitian yang dilakukan oleh Mujiyanti *et al.* (2010) menganalisis komponen (unsur) dalam abu sekam padi di daerah Gambut, Kalimantan Selatan. Hasil penelitian tersebut dapat dilihat dalam Tabel 1.

Tabel 1. Kandungan abu sekam padi (Mujiyanti *et al.*, (2010))

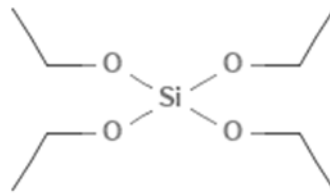
No	Komponen (unsur)	%
1	Si	95,6
2	Ca	1,11
3	Fe	0,16
4	K	2,39
5	Mn	0,65
6	Cu	0,09

Beberapa peneliti telah banyak melakukan penelitian tentang ekstraksi silika dengan proses ekstraksi dengan pelarut alkali dan pengendapan silika dengan asam. Suka *et al.* (2008) mengekstrak silika dari sekam padi menggunakan KOH 5 % dengan waktu ekstraksi 60 menit diasamkan dengan larutan HCl 10%, pada pH 7 didapatkan rendemen sebesar 40,8 %. Agung *et al.* (2013) melakukan ekstraksi silika sekam padi menggunakan

larutan KOH pada berbagai variasi konsentrasi serta larutan HCl 1 N sebagai pengendap, dan mendapatkan massa rendemen terbesar yaitu 5,10 gram dari 10 gram abu sekam padi pada konsentrasi larutan KOH 10% dengan waktu ekstraksi 90 menit.

2.2 TEOS

Etil silikat merupakan nama umum untuk Tetraetil ortosilikat (TEOS) dengan rumus $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ telah diperlukan di seluruh dunia dalam aplikasi sebagai cairan prekursor silika (SiO_2). TEOS menghasilkan partikel silika yang sangat halus, yang dapat bertindak sebagai pengikat untuk refraktori menjadi bentuk keramik atau memberikan lapisan tahan korosi dalam kombinasi dengan debu seng (Alhussain *et al.*, 2016). TEOS dianggap sebagai kebutuhan dalam negeri Indonesia karena etil silikat diperlukan sebagai bahan baku dari pabrik-pabrik semikonduktor yang ada di Indonesia. Etil silikat masih diimpor dari Cina dan Jepang.



Gambar 1. Struktur TEOS (PUBCHEM, 2007)

Reaksi sintesis pada produksi etil silikat berbahan baku sekam padi oleh banyak faktor seperti rasio mol etanol terhadap silikon, temperatur reaksi, dan waktu reaksi. Faktor-faktor tersebut dapat dioptimalkan dengan metode konvensional yaitu melibatkan perubahan satu variabel pada satu kondisi, sambil menjaga faktor-faktor lainnya pada kondisi yang tetap (Zhang *et al.*, 2010). Berikut adalah faktor-faktor yang mempengaruhi

reaksi diantaranya waktu reaksi, rasio perbandingan mol etanol dengan silika dan temperatur.

Waktu reaksi akan mempengaruhi jumlah produk yang didapatkan. Semakin lama waktu reaksi maka semakin banyak produk yang dihasilkan. Hal ini dikarenakan molekul-molekul reaktan saling bertumbukan. Namun setelah kesetimbangan tercapai tambahan waktu reaksi tidak mempengaruhi reaksi. Rasio mol antara etanol dengan silanol juga sangat berpengaruh terhadap TEOS yang dihasilkan. Semakin banyak jumlah etanol yang digunakan maka TEOS yang dihasilkan akan bertambah banyak. Hal ini dikarenakan penambahan etanol berlebih akan menggeser kesetimbangan reaksi ke kanan sehingga produk yang dihasilkan akan semakin banyak. Temperatur mempengaruhi kecepatan reaksi pembuatan TEOS. Semakin naik temperatur maka kecepatan reaksi akan meningkat berarti semakin banyak energi yang dapat digunakan reaksi untuk mencapai energi aktivasi sehingga akan menyebabkan semakin banyak tumbukan yang terjadi antara molekul-molekul reaktan (Kusmiyati, 2008). Temperatur yang diperlukan dalam reaksi pembuatan TEOS ialah 90°C (Alhussain *et al.*, 2016).

Beberapa sifat penting yang harus dimiliki TEOS diantaranya adalah viskositas, densitas, berat molekul dan komposisi silika. Viskositas merupakan ukuran yang menyatakan kekentalan suatu cairan. Kekentalan merupakan sifat cairan yang berhubungan erat dengan hambatan untuk mengalir. Semakin kecil viskositasnya maka cairan kecepatan mengalirnya suatu cairan akan semakin cepat. Jadi viskositas tidak lain menentukan kecepatan mengalirnya suatu cairan. pengukuran viskositas yaitu dengan menggunakan viskosimeter ostwald. Penetapannya dilakukan dengan jalan mengukur waktu yang diperlukan untuk mengalirnya sampel dalam pipa kapiler dari a ke b (Sutiah *et al.*, 2008).

Densitas merupakan masa suatu benda per satuan volumenya. Berat molekul merupakan variabel yang penting sebab berhubungan langsung dengan sifat kimia polimer. Umumnya polimer dengan berat molekul tinggi mempunyai sifat yang lebih kuat (Habibah *et al*, 2013).

Tabel 2. Sifat penting yang dimiliki TEOS

Sifat	NILAI
Viskositas	4-7 cps (grade-40) ; 1-3 cps (grade-32) dan 0,97 cps (grade-28)
Densitas	1,05-1,07 g/ml (grade-40); 0,97-1,0 g/ml (grade-32) dan 0,934-0,936 g/ml (grade-28)
Berat molekul	740 g/mol (grade-40); 260 g/mol (grade-32) dan 208,33 g/mol
Komposisi silika	40-42% (grade-40); 32-34% (grade-32) dan 28-30% (grade-28)

Sumber: *China Ethyl Silicate Manufacturers and Factory*

2.3 Katalis Alumina Oksida (Al_2O_3)

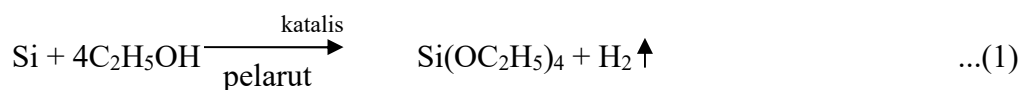
Katalis merupakan perantara dalam reaksi kimia yang bekerja dengan meningkatkan kecepatan dan selektifitas dari reaksi dengan mengubah jalur reaksi tetapi tidak mengubah termodinamika dari reaksi sehingga reaksi kimia dapat mencapai kesetimbangan, tanpa terlibat di dalam reaksi secara permanen (Wibowo, 2004; Richardson, 1989). Beberapa pertimbangan dalam pemilihan katalis adalah umur panjang, harga katalisator murah, mudah atau tidaknya diregenerasi, dan tahan terhadap racun, sehingga umur katalis panjang (Wicakso, 2011). Aluminium oksida (Al_2O_3 atau alumina) tergolong salah satu jenis keramik oksida atau keramik teknik yang aplikasinya cukup luas,

misalnya di bidang elektronik, termal, kimia katalis dan mekanik (Wardani & Pratapa, 2014).

Alumina terdapat dalam dua bentuk, yaitu anhidrat dan terhidrat. Dalam bentuk hidrat (aluminium hidroksida), terdiri dari kandungan gugus hidroksida dan oksida hidroksida. Sedangkan dalam bentuk anhidratnya, alumina terbagi menjadi dua, yaitu alumina stabil atau α - Al_2O_3 yang mempunyai struktur heksagonal dan alumina transisi disebut juga alumina metastabil, karena fasa alumina ini dapat diubah menjadi fasa α - Al_2O_3 dengan pemanasan lebih lanjut (Wicakso, 2011). Keaktifan dan kereaktifan katalis heterogen ditentukan oleh beberapa faktor, antara lain adalah luas permukaan katalis padatan, volume dan besarnya pori serta distribusi sisi aktif. Gamma-alumina banyak digunakan sebagai katalis dan pendukung katalis, karena selain memiliki luas permukaan yang besar (150-300 m^2/g), volume pori yang besar (0,51 cm^3/g), diameter pori meso (3-12 nm), stabil pada suhu tinggi juga memiliki sisi aktif yang bersifat asam dan basa. Katalis ini dapat ditingkatkan aktifitasnya dengan cara menambahkan suatu materi seperti K_2CO_3 atau KHCO_3 sehingga kebasaaan katalis bertambah (Wibowo, 2007; Jannah, 2008).

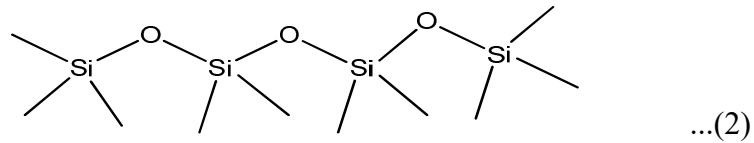
2.4 Reaksi Pembentukan TEOS

TEOS dapat disintesis dari logam Si murni. Reaksi sintesis TEOS dari Si murni dan etanol seperti persamaan 1 (Alhussain *et al.*, 2016).



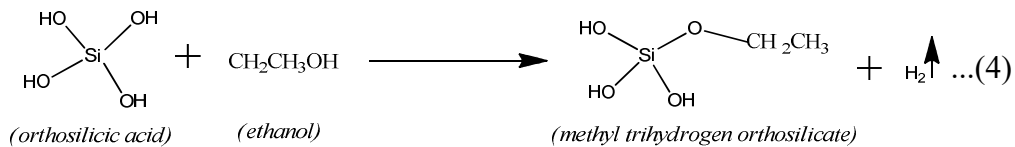
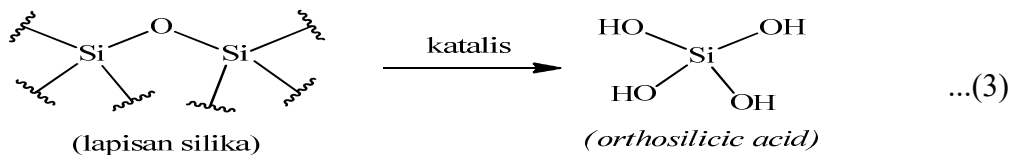
Logam Si murni tidak bebas di alam, sebagian besar logam membentuk oksida dan bercampur dengan oksida logam yang lain, silika terbentuk ketika unsur silikon (Si) teroksidasi secara termal. Lapisan yang sangat tipis terbentuk di permukaan silikon ketika

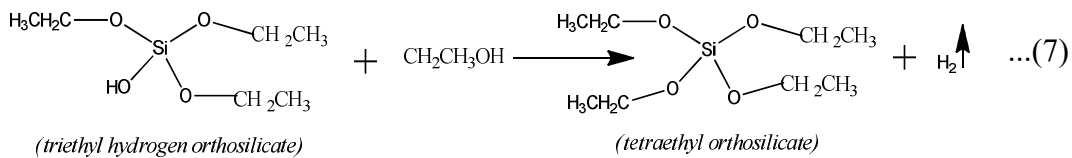
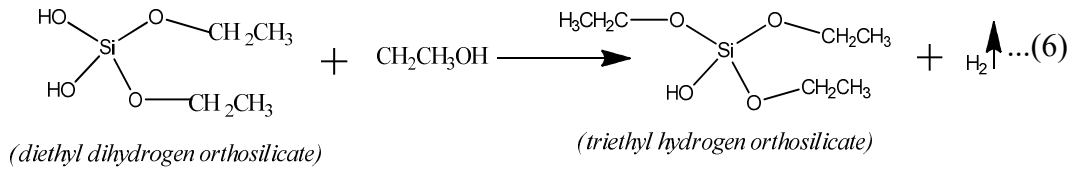
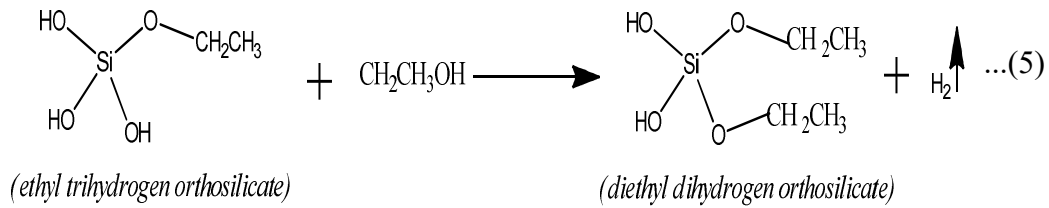
silikon kontak dengan udara struktur seperti pada gambar 1. Lapisan ini yang mencegah silikon bereaksi dengan etanol (Alhussain *et al.*, 2016).



Gambar 2. Struktur lapisan silika (Alhussain *et al.*, 2016).

Katalis diperkirakan berperan untuk membuka lapisan aktif silika yang ada dibagian bawah sehingga terbuka dan dapat bereaksi secara langsung dengan etanol. Katalis yang digunakan dalam penelitian ini adalah alumina oksida (Al_2O_3). Alumina oksida adalah salah satu jenis katalis padat dan katalis heterogen yang mempunyai sifat sebagai insulator panas dan insulator listrik yang baik dan tahan terhadap temperatur tinggi sehingga sering dipakai sebagai katalis atau padatan pendukung katalis (Wicakso, 2011). Gamma-alumina banyak digunakan sebagai katalis dan pendukung katalis, karena selain memiliki luas permukaan yang besar (150-300 m^2/g) juga memiliki sisi aktif yang bersifat asam dan basa (Wibowo, 2007). Mekanisme reaksi pembentukan TEOS dapat dilihat pada persamaan 3- persamaan 7.



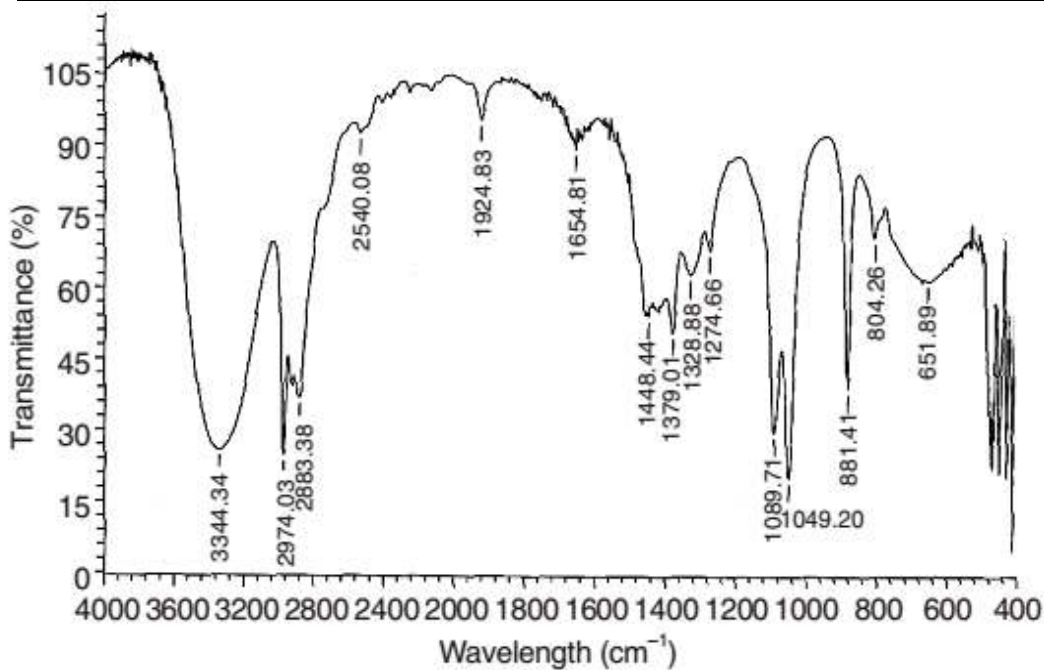


2.5 Fourier Transform InfraRed (FTIR)

FTIR merupakan salah satu instrumen spektroskopi inframerah yang dilengkapi dengan transformasi fourier untuk mendeteksi dan menganalisis hasil spektrumnya (Anam *et al.*, 2007). Spektroskopi inframerah berguna untuk identifikasi senyawa organik karena spektrumnya yang sangat kompleks yang terdiri dari banyak puncak-puncak. Karena masing-masing kelompok fungsional menyerap sinar inframerah pada frekuensi yang unik. Berdasarkan penelitian sebelumnya telah dilakukan untuk mengetahui jenis-jenis gugus fungsi yang dapat mengindikasikan komposisi umum dari TEOS. Hasil analisis dari penelitian sebelumnya dapat dilihat dalam tabel 2 dan gambar 2.

Tabel 3. Hasil analisis TEOS dengan spektroskopi inframerah (Allhussain *et al.*, 2016)

No	Bilangan gelombang (cm ⁻¹)	Jenis Vibrasi
1	3344 b	Regangan O–H
2	2974 s, 2883 m	Regangan asimetris C–H
3	2540 w, 1925 s	Regangan simetris C–H
4	1655 w	Bengkokan O–H
5	1448 m, 1379 s, 1329 m	Bengkokan C–H
6	1275 w	Goyangan CH ₃
7	1090 s, 1049 s	Regangan C–O
8	881 s	Regangan C–C
9	804 w	Regangan asimetris SiO ₄
10	652 w	Regangan simetris SiO ₄



Gambar 3. Spektrum TEOS dari analisis spektroskopi inframerah (Allhussain *et al.*, 2016)

2.6 *Liquid Chromatograph-Mass Spectrometry (LC-MS)*

Analisis TEOS dapat dilakukan dengan menggunakan LC-MS. LC-MS merupakan teknik yang digunakan untuk pemisahan fisik suatu campuran senyawa dan diidentifikasi dengan analisis massa (spektrometri massa). suatu campuran senyawa akan dipisahkan dengan *liquid chromatography* (LC) kemudian diidentifikasi dan diukur dengan spektrometri massa. LC-MS memberikan informasi lebih terstruktur daripada HPLC. Pada LC-MS, identifikasi senyawa secara kualitatif lebih spesifik dibandingkan dengan HPLC karena pada LC-MS tidak hanya waktu retensi yang diamati tetapi juga pemisahan ion suatu senyawa (Turnipseed *et al.*, 2008, Lutter *et al.*, 2011). Sedangkan pada penelitian Alhussain *et al.* (2018) didapatkan data pada analisis GLC yang hanya menunjukkan bahwa larutan tersebut ialah TEOS.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Mei 2019 sampai September 2019 di Laboratorium Anorganik, Laboratorium FMIPA Universitas Lambung Mangkurat Banjarbaru. Analisis spektrofotometer FTIR dilakukan di Laboratorium Kimia Fisika, Laboratorium FMIPA Universitas Lambung Mangkurat Banjarbaru, Analisis produk dengan LC-MS dilaksanakan di LIPI Serpong, Tangerang.

3.1.1 Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah neraca analitik (*Ohaus*), ayakan 250 mesh, seperangkat alat refluks, peralatan gelas (*Pyrex*) seperti gelas piala, kaca arloji, labu takar, gelas ukur, botol kaca; mikro pipet, sudip, pH meter, botol semprot, *hot plate*, cawan petri, oven (*Memmert*), *furnace* (*Thermo Scientific*), cawan *furnace*, viskometer, piknometer, pengaduk magnetik; peralatan analisis seperti spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* (FTIR) *Shimadzu 8201PC*, *Field Emission Scanning Electron Microscope* (FESEM) *JOEL*, *X-Ray Diffraction* (XRD), *Thermogravimetric Analyzers* (TGA), dan analisis BET dengan instrumen *Micromeritics*.

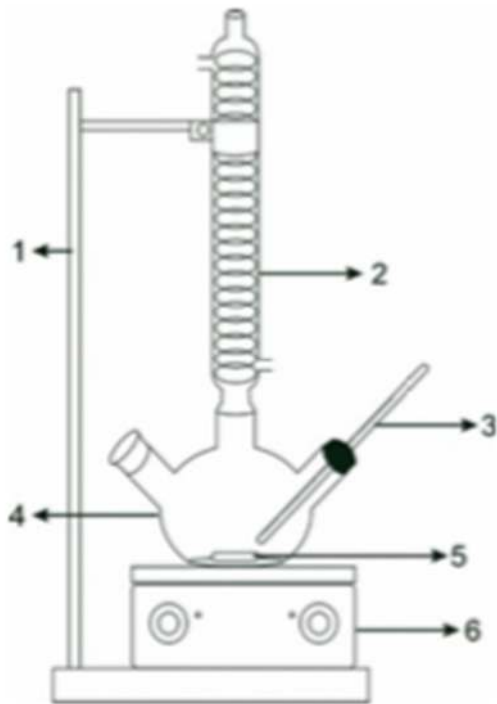
3.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sekam padi dari desa Labuan Tabu Kecamatan Martapura, Etanol p.a, akuades, HCl p.a, Al₂O₃, kertas saring bebas abu, CuCl₂ 2H₂O.

3.2 Prosedur Kerja

3.2.1 Preparasi Abu Sekam Padi

Sekam dicuci dengan air untuk menghilangkan kotoran terutama tanah liat, kemudian dikeringkan di bawah sinar matahari. Sekam yang telah kering ditimbang 50 gram sampel. Sampel kemudian dibakar pada suhu 600°C selama 4 jam. Proses pemanasan dengan suhu tinggi dilakukan untuk menghilangkan komponen organik dengan menggunakan tungku pemanas. Kemudian digerus dan diayak dengan ayakan 250 mesh sehingga didapat ukuran yang homogen. (Ginanjari *et al.*, 2014). Abu sekam padi kemudian di karakterisasi FTIR.



Gambar 4. Rangkaian alat ekstraksi silika

KeteranganAlat:

1. Statif
2. Kondensor
3. Termometer
4. Labu Leher Tiga
5. Magnetic Stirrer
6. Hot Plate

3.2.2 Variasi rasio mol etanol - silika

Etanol dan serbuk silika ditambahkan kedalam 250 ml labu alas bulat dengan variasi perbandingan mol 4:1, 6:1, 8:1, 10:1 dan 12:1 diikuti oleh penambahan katalis *alumina oxide* sebesar 1 gram kemudian campuran direfluks selama 40 jam dengan pengadukan yang efektif dan temperatur sebesar 90°C. Reaksi dimonitor sampai keadaan gas hidrogen yang terbentuk stabil dengan terbentuknya gelembung yang merata. Pada akhir reaksi campuran disaring untuk memisahkan TEOS dan katalis. Produk TEOS yang dihasilkan dilakukan uji viskositas dan uji densitas kemudian dianalisis menggunakan FTIR dan LC-MS (Alhussain *et al.*, 2016).

3.2.3 Variasi Waktu Reaksi

Sebanyak 1 mol etanol (58,4 mL) dan 0,25 mol (7 gram) serbuk silika ditambahkan kedalam 250 ml labu alas bulat diikuti oleh penambahan katalis *alumina oxide* sebesar 1 gram kemudian campuran direfluks pada waktu reaksi yang telah divariasikan selama 30, 35, 40, 45 dan 50 jam dengan pengadukan yang efektif dan temperatur sebesar 90°C. Reaksi dimonitor sampai keadaan gas hidrogen yang terbentuk stabil. Pada akhir reaksi campuran disaring untuk memisahkan silikon dan katalis. Produk TEOS yang dihasilkan dilakukan

uji viskositas dan uji densitas kemudian dianalisis menggunakan FTIR dan LC-MS (Alhussain *et al.*, 2016).

3.3 Karakterisasi

3.3.1 Karakterisasi Abu Sekam Padi dan Silika yang dihasilkan

Karakterisasi abu sekam padi dan silika yang terbentuk dilakukan dengan beberapa analisis, diantaranya penentuan gugus fungsional dengan analisis Spektrofotometer FTIR Shimadzu 8201PC pada panjang gelombang 400-4000 cm^{-1} . Morfologi dan ketebalan silika dikarakterisasi dengan analisis SEM menggunakan instrumentasi *Field Emission Scanning Electron Microscope (FESEM JOEL)*. Karakterisasi struktur kristal yang terbentuk oleh silika dilakukan dengan analisis *X-Ray Diffraction (XRD)*.

3.3.2 Identifikasi senyawa TEOS

Senyawa TEOS dianalisis menggunakan *Fourier Transform InfraRed (FTIR)*. Bobot massanya dianalisis menggunakan *Liquid Chromatography-Mass Spectroscopy (LC-MS)*

3.4 Analisis Data

Ukuran puncak (*peak*) data FTIR menggambarkan jumlah atau intensitas senyawa yang terdapat didalam sampel. FTIR menghasilkan data berupa grafik intensitas dan frekuensi. Intensitas menunjukkan tingkatan jumlah senyawa sedangkan frekuensi menunjukkan jenis senyawa yang terdapat dalam sebuah sampel. Data (nilai) viskositas dan densitas kemudian dibandingkan dengan data standar dari TEOS.

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Abu Sekam Padi

Sekam padi dicuci dengan air untuk menghilangkan kotoran terutama tanah liat dan dikeringkan di bawah sinar matahari untuk mengurangi kandungan air dalam sekam padi (Ginanjar *et al.* 2014). Sekam padi yang telah kering ditimbang 50 gram sampel. Sampel dibakar pada suhu 600 °C selama 4 jam. Hal ini dilakukan untuk mendekomposisi bahan-bahan organik seperti selulosa, lignin, dan lain-lain (Krishnarao *et al.*, 2001). Pembakaran dilakukan pada temperatur 600 °C untuk mencegah terjadinya transformasi silika yang berstruktur amorf menjadi kristalin (Chandra *et al.*, 2012). Abu sekam padi kemudian digerus dan diayak untuk menghomogenkan ukuran abu sekam padi agar pemurnian yang dilakukan pada tahap berikutnya menjadi lebih efektif (Sari, 2013). Adapun kandungan abu sekam padi dapat dilihat pada Tabel 4 berikut ini :

Tabel 4. Kandungan Abu dalam Sekam

Sampel	Bobot sekam sebelum dibakar (gram)	Bobot sekam setelah dibakar (gram)	Kandungan abu sekam (%)
	50,00	11,69	23,38
	50,00	11,62	23,24
Sekam	50,00	13,37	26,74
Padi	100	24,28	24,28
Rata-rata kandungan abu sekam			24,41

Hasil analisis kandungan abu sekam (Tabel 4.1) menunjukkan bahwa kandungan abu sekam adalah 24,41 %

4.2 Pemurnian Abu Sekam Padi

Pemurnian abu sekam padi dilakukan melalui proses pencucian dengan HCl pekat, ini dimaksudkan untuk melarutkan oksida-oksida logam, seperti Na₂O, K₂O, MgO, dan Ca dalam abu sekam padi (Sari, 2013) dan pemurnian abu sekam padi bertujuan untuk menghilangkan sisa-sisa karbon yang mungkin masih tertinggal, sehingga diperoleh abu sekam padi dengan kandungan silika yang tinggi (Sriyanto dan Darwanto, 2017). Abu sekam padi yang telah dimurnikan dengan HCl kemudian dicuci dengan aquades panas untuk menghilangkan sisa asam.

Tabel 5. Kandungan Silika

Sampel	Bobot sekam sebelum dimurnikan (gram)	Bobot sekam setelah dimurnikan (gram)	Kandungan silika (%)
	8,00	7,09	88,63
	8,00	7,16	89,50
Sekam	8,00	6,84	85,50
Padi	8,00	7,00	87,50
	8,00	6,99	87,38
Rata-rata kandungan abu sekam			87,70

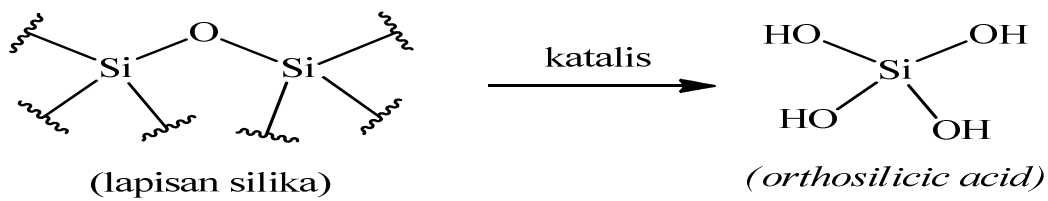
Sumber : Data primer yang diolah

hasil analisis kandungan silika (Tabel 4.2), diperoleh bahwa kandungan silika dari abu sekam adalah 87,70%. Berdasarkan hasil tersebut menunjukkan bahwa unsur silikon (Si) sangat dominan dalam sekam padi.

4.3 Pengaruh Variasi Rasio Mol – Silika terhadap TEOS yang terbentuk

Pembuatan TEOS dengan variasi rasio mol 4:1 antara etanol : silika menggunakan metode refluks selama 40 jam dengan pengadukan efektif. Variasi rasio mol ini dilakukan bertujuan untuk meningkatkan komposisi silika dalam TEOS. Penelitian ini dimulai dengan menambahkan silika 6 gram dan etanol 23 ml kedalam labu alas bulat 250 ml, kemudian ditambahkan katalis alumina oksida sebesar 1 gram.

Hasil yang didapatkan kemudian disaring untuk memisahkan endapan yang tidak larut. Larutan yang dihasilkan berwarna kuning bening. Metode refluks ini dilakukan dengan mengacu pada penelitian yang dilakukan oleh Alhussain, et al.(2016). Reaksi yang terjadi pada proses pembuatan TEOS sebagai berikut :



Gambar 5. Reaksi proses pembuatan TEOS

Pada saat reaksi berlangsung, lapisan silika di permukaan silikon diputus oleh katalis selanjutnya akan digantikan oleh gugus-gugus hidroksi (-OH) membentuk silanol (SiOH_4), terbentuknya silanol akan memudahkan reaksi antara silika dan etanol dimana gugus hidroksil digantikan oleh gugus etoksi sehingga Si akan berikatan dengan gugus etoksi membentuk TEOS.



Gambar 6. Sampel pembuatan TEOS untuk variasi mol:etanol (4:1)

4.4 Pengaruh Variasi Waktu terhadap TEOS yang terbentuk

Proses pembuatan TEOS dengan katalis alumina oksida dari silika sekam padi dan etanol dilakukan pada variasi waktu reaksi yaitu 30, 35, 40, 45 dan 50 jam yang dilakukan pada kondisi operasi suhu 80°C , jumlah katalis yaitu 1 gram, dan rasio mol etanol terhadap silika yaitu 4:1. Berdasarkan variasi waktu yang telah dilakukan yaitu 30 jam, didapatkan hasil yaitu volume hasil reaksi sebesar 30 ml berwarna bening.



Gambar 7. Sampel pembuatan TEOS untuk variasi waktu 30 jam

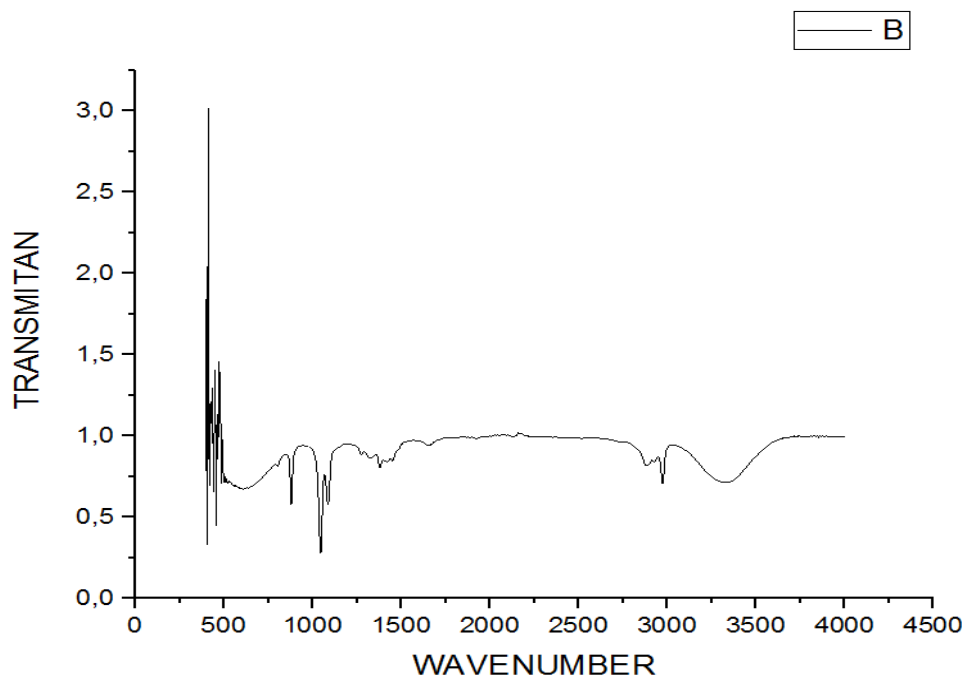
Hasil yang didapatkan kemudian disaring untuk memisahkan endapan yang tidak larut. Larutan yang dihasilkan berwarna kuning bening. Metode refluks ini dilakukan

dengan mengacu pada penelitian yang dilakukan oleh Alhussain, et all.(2016). Reaksi yang terjadi pada proses pembuatan TEOS dapat dilihat pada Gambar 5. Pada saat reaksi berlangsung, lapisan silika di permukaan silikon diputus oleh katalis selanjutnya akan digantikan oleh gugus-gugus hidroksi (-OH) membentuk silanol (SiOH_4), terbentuknya silanol akan memudahkan reaksi antara silika dan etanol dimana gugus hidroksil digantikan oleh gugus etoksi sehingga Si akan berikatan dengan gugus etoksi membentuk TEOS.

4.5 Karakterisasi TEOS

4.5.1 Analisis Gugus Fungsional (FTIR)

TEOS yang diperoleh dari hasil reaksi dengan metode refluks dianalisis dengan spektrofotometer Fourier Transform Infrared (FT-IR). Karakterisasi sampel TEOS hasil variasi rasio mol dan variasi waktu. Gambar 1 dan 2 merupakan spektrum FT-IR dari TEOS hasil reaksi pada kisaran bilangan gelombang $3600\text{-}600\text{ cm}^{-1}$.



Gambar 8. Spektra FT-IR untuk sampel variasi mol (4:1)

Spektrum yang diperlihatkan pada gambar 8 menunjukkan beberapa puncak yang menandakan adanya gugus fungsi pada sampel.

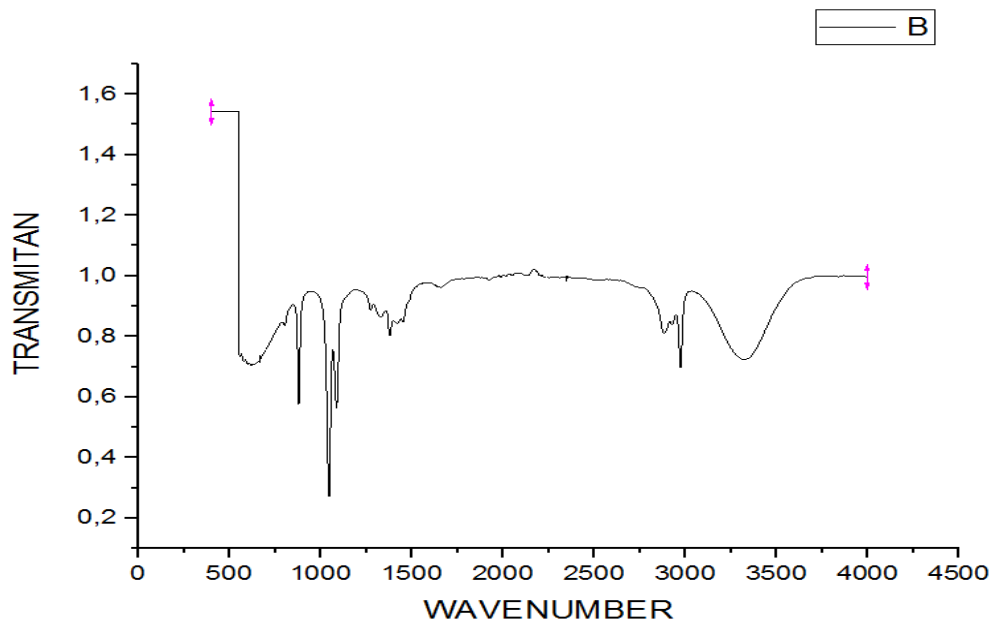
Tabel 6. Perbandingan Bilangan Gelombang (cm^{-1}) dan gugus fungsi TEOS (referensi) dengan TEOS (sampel)

No	Gugus Fungsi	Panjang Gelombang (cm^{-1})		
		Referensi	TEOS	Sampel Cair
1	Ulur asimetris (Si-O-Si)	1080-1200	1101	1101
2	Ulur Simetris (Si-O)	720-808	791	791
3	-OH <i>Stretching</i>	3100-3600	3592	3592
4	<i>Alkyl Stretching</i>	2850-2950	2946	2946
5	<i>Stretching Vibrasi</i> (C-O)	1000-1100	1005	1005
6	C-H <i>Stretching</i> (CH ₂)	2974	2970	2974
7	C-H Bending (CH ₃)	1381	1388	1382

Sumber : Irani *et al.* (2011), (2) Trisko *et al.* (2013), (3) Bryaskova *et al.* (2010), (4) Rubia F *et al.* (1998)

Prekursor TEOS terdeteksi 7 gugus fungsi yang khas yaitu Ulur asimetris (Si-O-Si), Ulur Simetris (Si-O), -OH *Stretching*, *Alkyl Stretching*, *Stretching Vibrasi* (C-O), C-H *Stretching* (CH₂), C-H Bending (CH₃), dan gugus fungsi yang sama di miliki oleh TEOS sampel. Gugus fungsi Si-O-Si (siloksan) terdeteksi pada bilangan gelombang 1101 cm^{-1} . Gugus Si-O-Si adalah hasil dari reaksi kondensasi. Adanya gugus fungsi Si-O-Si diperkuat dengan adanya puncak pada bilangan gelombang 791 cm^{-1} , yang menunjukkan ikatan Si-O. Pada bilangan gelombang 1101 cm^{-1} terdeteksi gugus fungsi OH pada sampel

dengan demikian dalam TEOS yang digunakan sebagai sampel di yakini terdapat gugus hidroksil.



Gambar 9. Spektra FT-IR untuk sampel variasi waktu

Spektrum yang diperlihatkan pada gambar 9 menunjukkan beberapa puncak yang menandakan adanya gugus fungsi pada sampel. Prekursor TEOS terdeteksi 7 gugus fungsi yang khas yaitu Ulur asimetris (Si-O-Si), Ulur Simetris (Si-O), -OH *Stretching*, *Alkyl Stretching*, *Stretching Vibrasi* (C-O), C-H *Stretching* (CH₂), C-H Bending (CH₃), dan gugus fungsi yang sama di miliki oleh TEOS sampel. Gugus fungsi Si-O-Si (siloksan) terdeteksi pada bilangan gelombang 1101 cm⁻¹. Gugus Si-O-Si adalah hasil dari reaksi kondensasi. Adanya gugus fungsi Si-O-Si diperkuat dengan adanya puncak pada bilangan gelombang 791 cm⁻¹, yang menunjukkan ikatan Si-O. Pada bilangan gelombang 1101cm⁻¹ terdeteksi gugus fungsi OH pada sampel. Data bilangan gelombang ditunjukkan pada tabel 7 berikut ini :

Tabel 7. Perbandingan Bilangan Gelombang (cm^{-1}) dan gugus fungsi TEOS (referensi) dengan TEOS hasil variasi waktu(sampel)

No	Gugus Fungsi	Panjang Gelombang (cm^{-1})		
		Referensi	TEOS	Sampel Cair
1	Ulur asimetris (Si-O-Si)	1080-1200 ¹	1101	1090
2	Ulur Simetris (Si-O)	720-808 ²	791	880
3	-OH <i>Stretching</i>	3100-3600 ¹	3592	3350
4	<i>Alkyl Stretching</i>	2850-2950 ¹	2946	2883
5	<i>Stretching Vibrasi</i> (C-O)	1000-1100 ³	1005	1046
6	C-H <i>Stretching</i> (CH ₂)	2974 ⁴	2970	2976
7	C-H Bending (CH ₃)	1381 ³	1388	1382

Sumber : Irani *et al.* (2011), (2) Trisko *et al.* (2013), (3) Bryaskova *et al.* (2010), (4) Rubia F *et al.* (1998)

4.5.2 Penentuan Viskositas

Nilai viskositas pada variasi mol:etanol sebesar $3,28 \text{ mm}^2/\text{s}$ setara dengan 3,28 cps dan variasi waktu sebesar $2,96 \text{ mm}^2/\text{s}$ setara dengan 2,96 cps. Berdasarkan nilai viskositas pada table 2 maka dapat diketahui bahwa hasil pengukuran viskositas sampel sesuai dengan nilai nilai viskositas TEOS pada tabel 2(nilai standar) .

4.5.3 Penentuan Densitas

Hasil pengukuran densitas sampel hasil reaksi adalah $0,8068 \text{ g/ml}$ untuk hasil reaksi pengaruh variasi mol:etanol dan $0,8149 \text{ g/ml}$ untuk variasi waktu. Berdasarkan hasil

pengukuran tersebut, nilai densitas hasil pengukuran rendah jika dibandingkan dengan nilai densitas yang ada pada tabel 2 (nilai standar).

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan maka dapat ditarik beberapa kesimpulan sebagai berikut:

1. Pengaruh waktu reaksi pada pembuatan TEOS menunjukkan hasil bahwa nilai viskositas sebesar $3,28 \text{ mm}^2/\text{s}$ setara dengan $3,28 \text{ cps}$ dan nilai densitas adalah $0,8068 \text{ g/ml}$
2. Pengaruh mol etanol terhadap rendemen pembuatan TEOS menunjukkan hasil bahwa nilai viskositas sebesar $2,96 \text{ mm}^2/\text{s}$ setara dengan $2,96 \text{ cps}$ dan nilai densitas adalah $0,8149 \text{ g/ml}$
3. Karakteristik TEOS hasil sintesis menggunakan FTIR menunjukkan gugus gugus fungsi yang khas yaitu ulur asimetris (Si-O-Si), ulur Simetris (Si-O), -OH *Stretching*, *Alkyl Stretching*, *Stretching Vibrasi* (C-O), C-H *Stretching* (CH₂), C-H Bending (CH₃), dan gugus fungsi yang sama di miliki oleh TEOS sampel. Gugus fungsi Si-O-Si (siloksan) terdeteksi pada bilangan gelombang 1101 cm^{-1} . Dan juga gugus fungsi yang menunjukkan ikatan Si-O. pada bilangan gelombang 1101 cm^{-1} dengan demikian dalam TEOS yang digunakan sebagai sampel di yakini terdapat gugus hidroksil.

5.2 Saran

Penelitian selanjutnya diperlukan kajian variasi jenis katalis dalam pembuatan TEOS untuk menghasilkan TEOS dengan nilai standar yang lebih baik lagi. Serta identifikasi lebih menyeluruh untuk analisis HPLC.

Lampiran 2 : Contoh Perhitungan

1. Contoh perhitungan viskositas variasi rasio mol pada konsentrasi 4:1

Diketahui : waktu alir 1 (t_1) = 964 detik $C_1 = 0,003411$

Waktu alir 2 (t_2) = 1.231 detik $C_2 = 0,002663$

Ditanya : Viskositas Kinematik = ?

$$\begin{aligned} \text{Jawab : Viskositas Kinematik} &= \frac{(t_1 \times C_1) + (t_2 \times C_2)}{2} \\ &= \frac{(964 \times 0,003411) + (1.231 \times 0,002663)}{2} = 3,28 \text{ mm}^2/\text{s} \end{aligned}$$

2. Contoh perhitungan viskositas variasi waktu pada reaksi waktu 30 jam

Diketahui : waktu alir 1 (t_1) = 864 detik $C_1 = 0,003411$

Waktu alir 2 (t_2) = 1.116 detik $C_2 = 0,002663$

Ditanya : Viskositas Kinematik = ?

$$\begin{aligned} \text{Jawab : Viskositas Kinematik} &= \frac{(t_1 \times C_1) + (t_2 \times C_2)}{2} \\ &= \frac{(864 \times 0,003411) + (1.116 \times 0,002663)}{2} = 2,96 \text{ mm}^2/\text{s} \end{aligned}$$

3. Contoh perhitungan densitas variasi rasio mol pada rasio mol 4:1

Diketahui : Berat piknometer kosong = 26,8806 gram

Berat piknometer berisi sampel = 35,1099 gram

Volume piknometer = 10,2 ml

Ditanya : Densitas =?

$$\begin{aligned} \text{Jawab : Densitas} &= \frac{\text{piknometer berisi sampel (g)} - \text{piknometer kosong (g)}}{\text{volume piknometer (ml)}} \\ &= \frac{35,1099 - 26,8806}{10,2} = 0,8068 \text{ g/ml} \end{aligned}$$

4. Contoh perhitungan densitas variasi pada reaksi waktu 30 jam

Diketahui : Berat piknometer kosng = 22,4400 gram

Berat piknometer berisi sampel = 42,8138 gram

Volume piknometer = 25 ml

Ditanya : Densitas =.....?

Jawab : Densitas = $\frac{\text{piknometer berisi sampel (g)} - \text{pinometer kosong (g)}}{\text{volume piknometer (ml)}}$

$$= \frac{42,8138 - 22,4400}{25} = 0,8149 \text{ g/ml}$$

Lampiran 3 : Tabel Konversi Satuan Viskositas

Absolute Viscosity		Kinematic Viscosity			
centiPoise ($10^{-3} N$ $s/m^2, cP$)	poise ($10^{-1} N$ $s/m^2, P$)	centiStokes ($10^{-6} m^2/s,$ $mm^2/s, cSt$)	stokes (10^{-4} $m^2/s,$ S)	Saybolt Seconds Universal (SSU) ¹⁾	
				at 100 °F (37.8 °C)	at 210 °F (98.9 °C)
1 ²⁾	0.01	1	0.01		
2	0.02	2	0.02	32.6	32.8
4	0.04	4	0.04	39.2	39.5
7	0.07	7	0.07	48.8	49.1
10	0.1	10	0.1	58.8	59.2
15	0.15	15	0.15	77.4	77.9
20	0.2	20	0.2	97.8	98.5
25	0.24	25	0.24	119.4	120.2
30	0.3	30	0.3	141.5	142.5
40	0.4	40	0.4	186.8	188.0
50	0.5	50	0.5	233	234
60	0.6	60	0.6	279	280
70	0.7	70	0.7	325	327
80	0.8	80	0.8	371	373
90	0.9	90	0.9	417	420
100	1	100	1	463	467
120	1.2	120	1.2	556	560
140	1.4	140	1.4	649	
160	1.6	160	1.6	741	
180	1.8	180	1.8	834	
200	2	200	2	927	
220	2.2	220	2.2	1019	
240	2.4	240	2.4	1112	
260	2.6	260	2.6	1204	
280	2.8	280	2.8	1297	
300	3	300	3	1390	
320	3.2	320	3.2	1482	
340	3.4	340	3.4	1575	



260	2.6	260	2.6	1204	
280	2.8	280	2.8	1297	
300	3	300	3	1390	
320	3.2	320	3.2	1482	
340	3.4	340	3.4	1575	
360	3.6	360	3.6	1668	
380	3.8	380	3.8	1760	
400	4	400	4	1853	
420	4.2	420	4.2	1946	
440	4.4	440	4.4	2038	
460	4.6	460	4.6	2131	
480	4.8	480	4.8	2224	
500	5	500	5	2316	
550	5.5	550	5.5		
600	6	600	6		
700	7	700	7		
800	8	800	8		
900	9	900	9		
1000	10	1000	10		
1100	11	1100	11		
1200	12	1200	12		
1300	13	1300	13		
1400	14	1400	14		
1500	15	1500	15		
1600	16	1600	16		
1700	17	1700	17		
1800	18	1800	18		
1900	19	1900	19		
2000	20	2000	20		
2100	21	2100	21		



2100	21	2100	21		
2200	22	2200	22		
2300	23	2300	23		
2400	24	2400	24		
2500	25	2500	25		
3000	30	3000	30		
3500	35	3500	35		
4000	40	4000	40		
4500	45	4500	45		
5000	50	5000	50		
5500	55	5500	55		
6000	60	6000	60		
6500	65	6500	65		
7000	70	7000	70		
7500	75	7500	75		
8000	80	8000	80		
8500	85	8500	85		
9000	90	9000	90		
9500	95	9500	95		
15000	150	15000	150		
20000	200	20000	200		
30000	300	30000	300		
40000	400	40000	400		
50000	500	50000	500		
60000	600	60000	600		
70000	700	70000	700		
80000	800	80000	800		
90000	900	90000	900		
100000	1000	100000	1000		
125000	1250	125000	1250		



3000	30	3000	30		
3500	35	3500	35		
4000	40	4000	40		
4500	45	4500	45		
5000	50	5000	50		
5500	55	5500	55		
6000	60	6000	60		
6500	65	6500	65		
7000	70	7000	70		
7500	75	7500	75		
8000	80	8000	80		
8500	85	8500	85		
9000	90	9000	90		
9500	95	9500	95		
15000	150	15000	150		
20000	200	20000	200		
30000	300	30000	300		
40000	400	40000	400		
50000	500	50000	500		
60000	600	60000	600		
70000	700	70000	700		
80000	800	80000	800		
90000	900	90000	900		
100000	1000	100000	1000		
125000	1250	125000	1250		
150000	1500	150000	1500		
175000	1750	175000	1750		
200000	2000	200000	2000		

Lampiran 4: Dokumentasi Penelitian



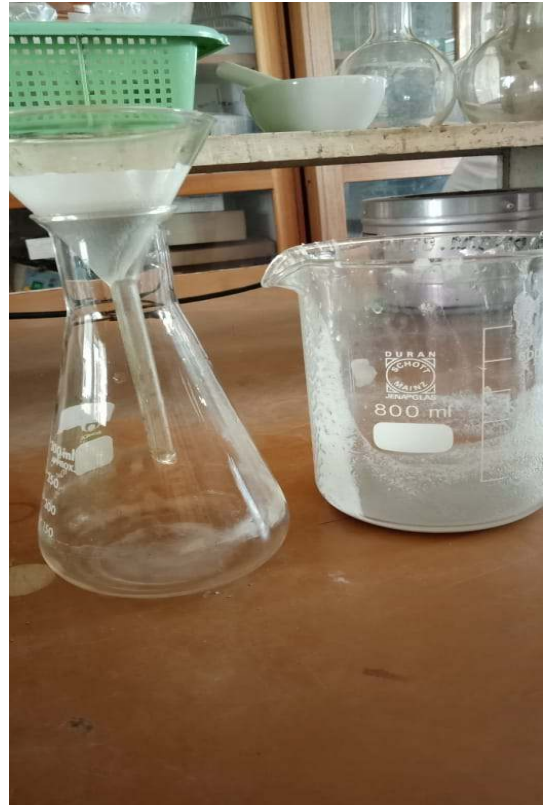
Sekam padi



Abu sekam padi



Pemurnian abu sekam padi



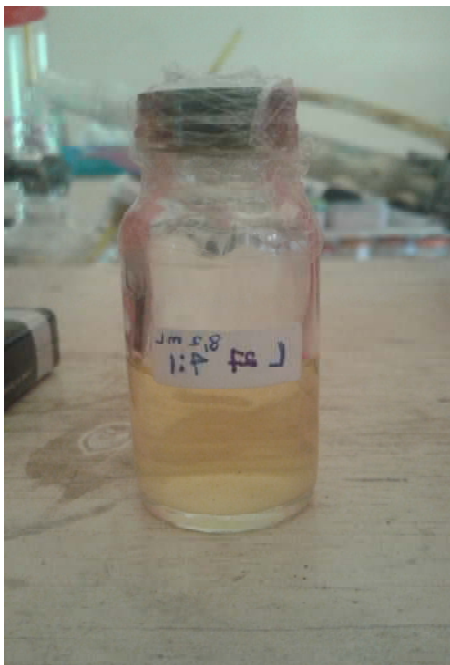
Penyaringan setelah dimurnikan



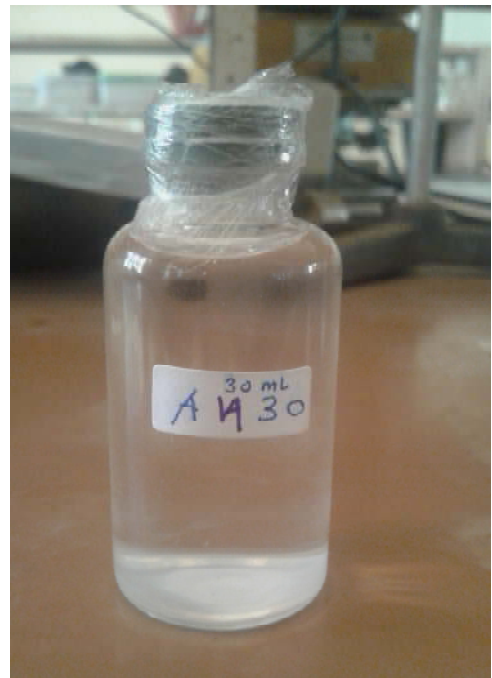
Silika hasil pemurnian



Pembuatan TEOS dengan reflux



Hasil reaksi (variasi mol)



Hasil reaksi (variasi waktu)