

Sintesis Tetraetil Ortosilikat (TEOS) dari Silika Hasil Kalsinasi Sekam Padi

Rahmi, Umar Kalmar Nizar, Miftahul Khair, Hasnah Sausan Althof, Wenalda Hanifah Azzahra, Deski Beri*

Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang
Jln. Prof. Dr.Hamka, Air Tawar Padang, Indonesia

*deski.beri@fmipa.unp.ac.id

Abstract — Indonesia is an agricultural country. Where agriculture makes an important contribution to the economy and the fulfillment of people's basic needs. It is known that every 1 kg of rice produced, is able to produce 0.28 kg of rice husk. Rice husk is an agricultural waste that is abundant in nature. In this research, the effect of calcination time on silica obtained from rice husk has been determined. The purity level of the extracted silica is 99%. Silica that has been successfully extracted is then used in the TEOS synthesis process by varying the reaction time. A total of 1 mole of ethanol (58.4 ml) and 0.25 ml (7 grams) of silica powder were added to 250 ml neck flask 3 and the addition of alumina catalyst as much as 1 gram, then the mixture was refluxed using 80°C for 5, 7, 10, 15 and 20 hours. The TEOS obtained was then subjected to several parameter tests that provide information about the physical and chemical conditions, so that this can provide information regarding the quality of the resulting solution. The measurements carried out are, Density solution testing, Viscosity and refractive index. From the data obtained the density value of TEOS is 0.986 g/ml - 0.995 g/ml, the viscosity value of TEOS is 0.8176 cps - 0.9337 cps and the refractive index value of TEOS is 1.356 - 1.360. While the yield obtained is from 82.11% - 54.74%.

Keywords — Rice husk, silica, TEOS, synthesis

I. PENDAHULUAN

Tetraetil Ortosilikat (TEOS) adalah cairan yang relatif stabil dan aman yang sering digunakan sebagai zat pengikat silang dalam industri polimer silikon [1]. TEOS merupakan bahan penting dalam banyak industri termasuk industri kimia, elektronik, dan industri pengecatan. TEOS secara tradisional diproduksi menggunakan silikon [2]. Keuntungan penggunaan TEOS sebagai sumber atau prekursor silika dikarenakan TEOS mampu menghasilkan partikel silika yang sangat halus [3]. Sumber silika di alam banyak sekali seperti pasir [4], rumput gajah [5], sekam padi [6] dan sebagainya.

Berdasarkan data yang diperoleh dari Badan Pusat Statistik menunjukkan bahwa pada tahun 2022 Indonesia mengalami peningkatan jumlah produksi padi sebesar 1,25 juta ton dari tahun sebelumnya. Diketahui bahwa setiap 1 kg beras yang diproduksi mampu menghasilkan 0,28 kg sekam padi [7]. Sekam padi merupakan produk samping dari proses penggilingan padi menjadi beras [8]. Abu sekam padi mengandung silika sebanyak 60-97% (Selvakumar et al., 2014; Meliyana et al., 2019). Tingginya kandungan silika yang terdapat di sekam padi berpotensi sebagai bahan baku untuk memproduksi TEOS. Pembuatan TEOS dari serbuk silika dan etanol dengan menggunakan katalis alumina [3] dan katalis KOH [11] telah berhasil dilakukan.

Oleh karena itu pada sintesis TEOS ini akan mengikuti metode yang telah dilakukan oleh alhussein (2016) dengan metode refluks dan pemakaian alumina sebagai katalisnya.

II. METODE PENELITIAN

A. Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan adalah *hot plate*, *stirrer*, *furnace*, ayakan 250 mesh, peralatan gelas (gelas kimia, corong, gelas ukur, erlenmeyer, pipet tetes), termometer, cawan porselen, viskometer, dan piknometer. Adapun bahan-bahan yang digunakan adalah aquades, HCl 10%, HNO₃ 10%, H₂SO₄ 10%, NaOH 1M, etanol 96%, Alumina, dan kertas saring.

B. Prosedur Kerja

1. Kalsinasi

Sekam padi yang telah dikeringkan kemudian di furnace pada suhu 600 °C, 700 °C dan 800 °C selama 6 jam. Kalsinasi bertujuan untuk menghilangkan komponen organik pada sekam padi [12]. Pembakaran sekam padi pada suhu 600 °C – 900 °C mampu menghasilkan abu sebanyak 16 – 25 % [13]. Abu sekam padi kemudian digerus dan di ayak, sehingga didapatkan ukuran yang homogen.

2. Ekstraksi Silika

Proses ekstraksi sekam padi menjadi silika dilakukan dengan cara memasukkan abu sekam padi dan aquades kedalam gelas kimia dan dilakukan proses pengadukan secara konstan menggunakan *stirrer*. Larutan abu kemudian disaring menggunakan kertas saring, selanjutnya dilakukan pencucian

menggunakan beberapa larutan asam. Dimana abu yang telah disaring kemudian dicuci kembali menggunakan asam HCl 10%, kemudian dilakukan pengadukan secara konstan selama 2 jam. Setelah itu disaring dan dicuci kembali menggunakan aquades. Prosedur pencucian ini dilakukan secara berulang dengan menggunakan larutan HNO₃ 10% dan H₂SO₄ 10%. Selanjutnya, dilakukan pencucian kembali dengan menggunakan HCl diikuti dengan pemanasan pada suhu 100 °C selama 1 jam. Kemudian abu disaring dan dikeringkan menggunakan oven.

Abu yang telah terbentuk kemudian dicampurkan dengan larutan NaOH 1 M dengan temperatur 80 °C selama 2 jam. Larutan ini kemudian disaring menggunakan kertas saring. Larutan yang telah terpisah dari residunya kemudian dinetralkan dengan menggunakan HCl sampai larutan menjadi netral. Larutan yang telah terbentuk kemudian disaring dan di oven dengan suhu 110 °C, sehingga diperoleh silika berwarna putih.

3. Sintesis TEOS

1 mol etanol (58,4 ml) dan 0,25 mol silika (7 gr) dimasukkan kedalam labu leher 3 dengan diikuti penambahan katalis alumina sebanyak 1 gram. Campuran ini kemudian direfluks dengan menggunakan variasi waktu reaksi selama 5, 7, 10, 15 dan 20 jam dengan suhu 80 °C. Katalis yang terdapat dalam larutan kemudian disaring. TEOS yang telah terbentuk kemudian diuji sifat fisiknya meliputi densitas, viskositas serta indeks bias.

4. Penentuan Sifat Fisikokimia

a. Densitas TEOS

Densitas atau yang sering dikenal dengan massa jenis merupakan sifat khas dari suatu zat. Massa jenis didefinisikan sebagai massa (m) per satuan volume (V) [14]. Langkah yang dilakukan yaitu dengan cara menimbang berat dari piknometer, kemudian sampel yang telah ada dimasukkan ke dalam piknometer sampai tanda batas tanpa adanya gelembung udara. Pastikan bahwa bagian luar dari piknometer dalam keadaan kering. Pengukuran ini dilakukan pengulangan sebanyak 2 kali. Densitas (D) dari sampel dapat dihitung dengan persamaan

$$\rho = \frac{W3 - W1}{W2 - W1} \dots\dots\dots (1)$$

dimana W1 adalah berat piknometer kosong, W2 adalah berat piknometer berisi air dan W3 adalah piknometer berisi sampel.

b. Viskositas TEOS

Sampel dimasukkan ke dalam viskometer ostwalk. Prinsip dasar dari viskometer ini adalah mengukur waktu yang diperlukan oleh cairan untuk melewati dua titik yang telah ditentukan pada sebuah tabung kapiler vertikal [15]. Pengukuran dilakukan secara duplo dan dihitung rata-rata dari viskositasnya dengan persamaan 2

$$\eta = \eta_{air} \cdot \frac{r_T \cdot \rho_T}{r_{air} \cdot \rho_{air}} \dots\dots\dots (2)$$

dimana η ada adalah nilai dari viskositas air, t adalah suhu dan ρ adalah nilai densitas.

c. Indeks bias TEOS

Alat yang digunakan untuk menguji indeks bias adalah refraktometer. Sampel yang telah disintesis kemudian ditetaskan pada kaca refraktometer kemudian melihat nilai yang terdapat pada monitor.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Kalsinasi

Kalsinasi bertujuan untuk menghilangkan atau mendekomposisi semua zat organik yang terdapat pada sekam padi [12], [16]. Pembakaran sekam padi akan menghasilkan abu sekam padi yang berwarna abu ke putih-putihan seperti pada Gambar 1. Logam-logam yang terdapat pada abu sekam padi adalah Fe, Mn, Ca, Na, K, Mg [17] dengan persentase 3 – 13% [18] adapun logam-logam yang terdapat di abu sekam padi mampu mempengaruhi tingkat kemurnian dari silika yang diperoleh. Abu sekam padi yang telah diperoleh kemudian dicari rendemannya, rendemen merupakan perbandingan antara jumlah sampel yang diperoleh dibagi jumlah sampel mula-mula yang dinyatakan dalam bentuk persen (%) dinyatakan dengan persamaan 3.

$$Rendemen\ abu = \frac{abu\ sekam\ padi}{sekam\ padi} \times 100\ \% \dots\dots\dots (3)$$

TABEL 1
HASIL KALSINASI ABU SEKAM PADI

Sampel	Sekam padi (gr)	Abu sekam padi (gr)	Rendemen (%)
Sekam padi	30,0	7,11	23,7
	50,0	13,04	26,08
	100,0	26,34	26,34
	100,0	26,77	26,77
Rendemen abu sekam padi			25,72



Gambar 1. Sekam padi dan abu sekam padi hasil kalsinasi

B. Ekstraksi Silika

Tingkat kemurnian dari abu sekam padi adalah 99, %. Abu silika yang telah diekstraksi kemudian di karakterisasi dengan XRF untuk melihat kadar kandungan silika dalam abu sekam padi. penggunaan HCl mampu meningkatkan persentase berat dari silika yang dihasilkan jika dibandingkan dengan penggunaan CH₃COOH [19]. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Agung, (2013) bahwa, laju pembentukan silika gel pada proses ekstraksi dengan menggunakan HCl membutuhkan waktu yang lebih cepat jika dibandingkan

dengan CH₃COOH [20]. Adapun rendemen silika yang diperoleh dari ekstraksi abu sekam padi dapat dilihat pada Tabel 2.

TABEL 2
HASIL RENDEMEN ABU SEKAM PADI

Sampel	Suhu Kalsinasi	Abu (gr)	Silika (gr)
Abu sekam	600 °C	4	3,77
padi	700 °C	4	3,89
	800 °C	4	3,98

Dari data yang diperoleh diketahui bahwa rata-rata rendemen yang diperoleh dari kalsinasi abu sekam padi adalah 3,88 gram. Adapun hasil XRF silika sekam padi dapat dilihat pada Tabel 3.

TABEL 3
HASIL XRF SILIKA SEKAM PADI

Senyawa	Konsentrasi (%)
SiO ₂	98,665
CaO	1,247
Ti	0,008
Mn	0,027
Fe	0,04
Zn	0,014

C. Sintesis TEOS

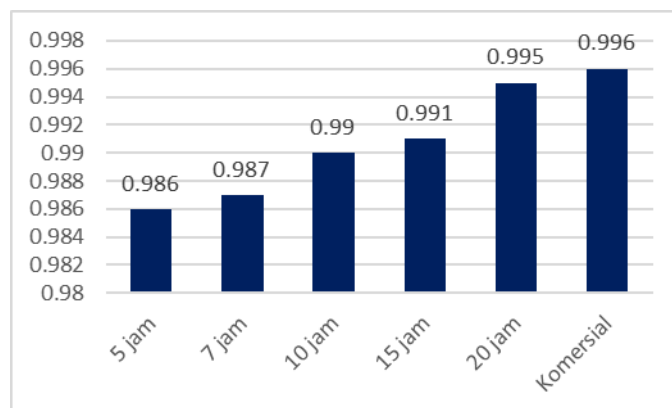
Silika dan etanol direaksikan dengan menggunakan metode refluks dengan variasi waktu reaksi selama 5, 7, 10, 15, dan 20 jam. Hasil yang diperoleh berupa larutan berwarna bening seperti pada Gambar 3.



Gambar 2. Hasil sintesis TEOS

Hasil samping dari sintesis TOES ini adalah katalis dan air. Untuk memisahkan katalis dilakukan dengan cara disaring dengan menggunakan kertas saring. Sedangkan untuk menghilangkan kadar air dilakukan cara dibekukan didalam freezer. Setelah itu larutan disaring dengan menggunakan kertas saring.

D. Uji Densitas TEOS

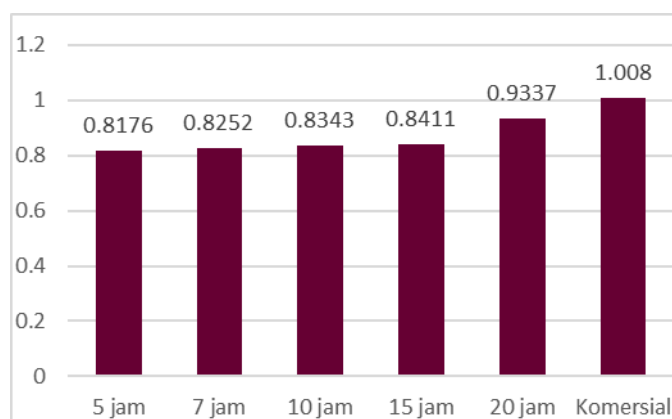


Gambar 3. Densitas TEOS

Salah satu parameter yang memberikan informasi keadaan fisik dan kimia dari suatu bahan adalah densitas atau rapat massa. Densitas atau yang sering dikenal dengan massa jenis merupakan sifat khas dari suatu zat. Massa jenis didefinisikan sebagai massa (m) per satuan volume (V) [14]. Berdasarkan Gambar 4 diketahui bahwa rentang densitas TEOS yang dihasilkan dari rentang 0,986 g/ml – 0,995 g/ml sedangkan densitas dari TEOS komersial adalah 0,996 g/ml.

Pengukuran densitas dari larutan TEOS dapat dilakukan dengan menggunakan piknometer dengan ukuran 10 mL dan timbangan digital. Selain menggunakan piknometer, pengukuran densitas juga dapat digunakan dengan menggunakan floating bulb hydrometer, kolom gradien, dan densitometer tabung isolasi [21].

E. Uji Viskositas TEOS

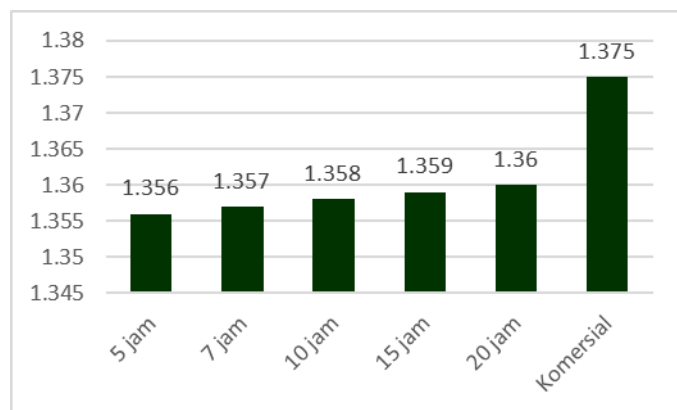


Gambar 4. Viskositas TEOS

Viskositas ialah suatu angka yang menyatakan besarnya perlawanan dari suatu bahan cair untuk mengalir atau ukuran besarnya tahanan geser dari suatu bahan cair. Semakin tinggi viskositasnya, makin kental dan semakin sulit untuk mengalir, sehingga membutuhkan waktu yang lebih lama untuk dapat mengalir [22].

Dari penelitian yang telah dilakukan didapatkan dari viskositas TEOS adalah 0,8176 cps – 0,9337 cps sedangkan nilai viskositas TEOS komersial adalah 1,008 cps. Viskositas berbanding lurus dengan densitas, dimana semakin tinggi viskositas maka densitas juga akan semakin tinggi, begitupun sebaliknya [23].

F. Uji Indeks Bias TEOS



Gambar 5. Indeks bias TEOS

Indeks bias berhubungan dengan tingkat kejernihan dari suatu larutan. Jika suatu larutan semakin jernih, maka nilai indeks biasanya akan semakin kecil dan pembelokan cahaya juga akan semakin kecil [24]. Pengukuran indeks bias dilakukan dengan menggunakan alat yang bernama refraktometer. Prinsip kerja dari refraktometer adalah pengukuran indeks bias ini adalah menggunakan konsep pembiasan cahaya saat melewati dua medium dengan kerapatan yang berbeda [25]. Dari penelitian yang telah dilakukan diketahui bahwa indeks bias TEOS adalah 1,356 – 1,36 sedangkan indeks bias dari TEOS komersial adalah 1,375

Pengukuran densitas, viskositas dan pengukuran indeks bias ini bertujuan untuk mengetahui sifat fisika dan kimia dari TEOS sehingga data yang diperoleh dapat dijadikan sebagai parameter untuk mengkarakterisasi dan mengklasifikasikan kualitas dari TEOS yang telah disintesis. Nilai dari parameter yang telah diuji ini akan mengalami kenaikan ataupun penurunan tergantung bagaimana kualitas TEOS yang dihasilkan.

IV. KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, diketahui bahwa TEOS dapat disintesis dengan menggunakan metode refluks, dimana variasi waktu reaksi mampu mempengaruhi kualitas dan hasil yang diperoleh. Dari data yang telah diperoleh diketahui bahwa variasi yang memiliki kualitas terbaik adalah variasi 20 jam dengan nilai densitas sebesar 0,995 g/ml, nilai viskositas sebesar 0,9337 cps dan nilai indeks bias sebesar 1,36.

REFERENSI

- [1] Y. Nishikawa, H. Nakamura, N. Ukai, W. Adachi, and O. Hara, "Tetraethylorthosilicate as a mild dehydrating reagent for the synthesis of N-formamides with formic acid," *Tetrahedron Lett.*, vol. 58, no. 9, pp. 860–863, 2017, doi: 10.1016/j.tetlet.2017.01.056.
- [2] T. T. H. Nguyen, N. Fukaya, S. J. Choi, K. Sato, J. C. Choi, and S. Kataoka, "Impact of the Water Removal Method on Tetraethyl Orthosilicate Direct Synthesis: Experiment and Process Assessment," *Ind. Eng. Chem. Res.*, vol. 58, no. 43, pp. 19997–20002, 2019, doi: 10.1021/acs.iecr.9b02887.
- [3] O. Y. Alhusein, E. A. M. Elgorashi, and H. Bayahia, "A novel method for synthesis of ethylsilicates and its applications," *Asian J. Chem.*, vol. 28, no. 12, pp. 2741–2744, 2016, doi: 10.14233/ajchem.2016.20106.
- [4] A. T. L. U. I. Vansyah, "Untuk Sintesis Zeolit T," vol. 4, no. 2, 2017.
- [5] N. Annisa Yuliasdini *et al.*, "Efisiensi Termal Alat Pengereng Tipe Tray Dryer Untuk Pengerengan Silika Gel Berbasis Ampas Tebu," *Pros. Semin. Mhs. Tek. Kim.*, vol. 1, no. 1, pp. 29–33, 2020, [Online]. Available: <https://jurnal.polsri.ac.id/index.php/psmtk/article/view/2689>
- [6] W. S. Suharti, J. Bahtiar, and K. Kharisun, "Pengaruh Ragam Sumber Silika Terhadap Pertumbuhan dan Ketahanan Tanaman Padi Terinfeksi *Rhizoctonia solani*," *J. Pertan. Terpadu*, vol. 9, no. 1, pp. 26–39, 2021, doi: 10.36084/jpt.v9i1.297.
- [7] L. Usgodaarachchi, C. Thambiliyagodage, R. Wijesekera, and M. G. Bakker, "Synthesis of mesoporous silica nanoparticles derived from rice husk and surface-controlled amine functionalization for efficient adsorption of methylene blue from aqueous solution," *Curr. Res. Green Sustain. Chem.*, vol. 4, no. 2001, 2021, doi: 10.1016/j.crgsc.2021.100116.
- [8] F. Unglaube, A. Lammers, C. R. Kreyenschulte, M. Lalk, and E. Mejia, "Preparation, Characterization and Antimicrobial Properties of Nanosized Silver-Containing Carbon/Silica Composites from Rice Husk Waste," *ChemistryOpen*, vol. 10, no. 12, pp. 1244–1250, 2021, doi: 10.1002/open.202100239.
- [9] M. Meliyana, C. Rahmawati, and L. Handayani, "Sintesis Silika Dari Abu Sekam Padi Dan Pengaruhnya Terhadap Karakteristik Bata Ringan," *Elkawnie*, vol. 5, no. 2, p. 164, 2019, doi: 10.22373/ekw.v5i2.5533.
- [10] K. V. Selvakumar, A. Umesh, P. Ezhilkumar, S. Gayatri, P. Vinit, and V. Vignesh, "Extraction of Silica from Burnt Paddy Husk," vol. 6, no. 9, pp. 4455–4459, 2014.
- [11] T. T. H. Nguyen, N. Fukaya, K. Sato, J. C. Choi, and S. Kataoka, "Design and assessment of an energy self-supply process producing tetraethyl orthosilicate using rice husk," *Bioresour. Technol.*, vol. 344, no. PB, p. 126188, 2022, doi: 10.1016/j.biortech.2021.126188.
- [12] D. R. Mujiyanti, D. Ariyani, N. Paujiah, M. Lisa, and R. Pradana, "Isolasi dan karakterisasi abu sekam padi lokal kalimantan selatan menggunakan FTIR dan XRD," *J. Pros. Semin. Nas. Lingkung. Lahan Basah*, vol. 6, no. 2, pp. 6–2, 2021.
- [13] M. R. Fadhillah and R. N. Arini, "Pengaruh Abu Sekam Padi Dan High Density Polyethylene Sebagai Substitusi Semen Dan Agregat Halus Terhadap Kuat Tekan Mortar Effect of Rice Husk Ash and High Density Polyethylene As Cement Substitution and Fine Aggregate on Compressive Strength of Mortar," *J. Spektran*, vol. 11, no. 1, pp. 36–44, 2023.
- [14] B. Aryaseta, P. C. Wardhani, and S. Zainab, "Studi Eksperimental Sifat Fisik dan Mekanik Batu Gamping," *KERN J. Ilm. Tek. Sipil*, vol. 8, no. 1, pp. 37–42, 2022, doi: 10.33005/kern.v8i1.64.
- [15] A. N. A. Viscometer and V. Alternatif, "Measurement of viscosity uses an alternative viscometer," vol. 6, no. 2, pp. 127–132, 2018.
- [16] F. Wahyuningsih, W. B. Sediawan, T. Ariyanto, and S. Widiyati, "Kinetika Kalsinasi Seria Zirkonia dari Proses Gelasi Eksternal," vol. 10, pp. 16–22, 2016.
- [17] R. A. Bakar, R. Yahya, and S. N. Gan, "Production of High Purity Amorphous Silica from Rice Husk," *Procedia Chem.*, vol. 19, pp. 189–195, 2016, doi: 10.1016/j.proche.2016.03.092.
- [18] H. Sharifnasab and M. Y. Alamooti, "Persiapan bubuk silika dari

- sekam padi,” 2017.
- [19] J. F. Fatriansyah, F. W. Situmorang, and D. Dhaneswara, “Ekstraksi silika dari sekam padi: metode refluks dengan naoh dengan pengendapan menggunakan asam kuat (hcl) dan asam lemah (CH₃COOH),” *Pros. Semin. Nas. Fis. Univ. Riau ke-3*, vol. 5, no. 1, pp. 123–127, 2018.
- [20] G. F. Agung M, M. R. Hanafie Sy, and P. Mardina, “Ekstraksi Silika Dari Abu Sekam Padi Dengan Pelarut Koh,” *Konversi*, vol. 2, no. 1, p. 28, 2013, doi: 10.20527/k.v2i1.125.
- [21] I. Permanadewi, A. C. Kumoro, D. H. Wardhani, and N. Aryanti, “Analysis of Temperature Regulation, Concentration, and Stirring Time at Atmospheric Pressure to Increase Density Precision of Alginate Solution,” *Teknik*, vol. 42, no. 1, pp. 29–34, 2021, doi: 10.14710/teknik.v42i1.35994.
- [22] S. Wahyuni, Ramli, and Mahrizal, “Pengaruh Suhu Proses Dan Lama Pengendapan Terhadap Kualitas Biodiesel Dari Minyak Jelantah,” *Pillar Phys.*, vol. 6, pp. 33–40, 2015.
- [23] S. M. R. Nadeak and D. Susanti, “variasi temperatur dan waktu tahan kalsinasi terhadap unjuk kerja semikonduktor TiO₂ sebagai dye sensitizer solar cell (DSSC) dengan dye dari ekstrak buah naga merah,” *J. Tek. Pomits*, vol. 1, no. 1, pp. 81–86, 2012, [Online]. Available: <http://ejournal.its.ac.id/index.php/teknik/article/view/883>
- [24] A. Widiandi and Minarni, “Bangun Rancang Sistem Refraktometer Laser Untuk Menentukan Nilai Indeks Bias Madu,” *Pros. Semin. Nas. Fis. Univ. Riau IV*, no. September, pp. 1–5, 2019.
- [25] M. Nasir, “Perbandingan Kualitas Minyak Sawit Bermerk dan Minyak Kelapa Menggunakan Parameter Viskositas dan Indeks Bias,” vol. 12, no. 2, 2020.