

DOI: <https://doi.org/10.21009/JRSKT.111.04>

Studi Variasi Suhu dan Konsentrasi Larutan Asam Sitrat terhadap Karakteristik Silika Daun Tebu menggunakan Metode *Leaching*

Rahma Lolita Abustiana^{1*}, Muhamad Mirzan¹, Husain Sosidi², Khairuddin³, Ahmad Ridhay⁴, Jusman⁵

^{1*123455}Program Studi Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Tadulako, Jl. Soekarno Hatta No.KM. 9, Tondo Kec. Mantikulore, Kota Palu 94148, Indonesia

*Email: rahmalolitaabustiana@gmail.com

Received: 16 May 2025
Revised: 29 May 2025
Accepted: 12 June 2025
Online: 27 June 2025
Published: 30 June 2025

Jurnal Riset Sains dan Kimia Terapan
p-ISSN: 2302 - 8467
e-ISSN: 2303 – 0720



Abstrak

Telah dilakukan penelitian tentang studi variasi suhu dan konsentrasi larutan asam sitrat terhadap karakteristik silika daun tebu menggunakan metode leaching dengan 3 variasi suhu 60°C, 80°C, 100°C dan 3 variasi konsentrasi 8%, 10%, 12%. Metode yang dilakukan ialah preparasi daun tebu, sintesis silika daun tebu menggunakan metode leaching dengan asam sitrat, dan pembakaran daun tebu hasil leaching asam sitrat. Pengujian dilakukan untuk memperoleh silika murni. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui variasi suhu dan konsentrasi larutan asam sitrat terhadap karakteristik silika daun tebu yang diperoleh dengan metode leaching. Hasil penelitian diperoleh 3 analisis yaitu, untuk analisis XRD menunjukkan didapatnya hasil struktur silika yang masih amorf. Analisis FTIR menunjukkan gugus fungsi yang terbentuk yaitu -OH, Si-O-Si dan Si-O. Analisis SEM menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu leaching yang diberikan terhadap sampel maka ukuran butir semakin merata.

Kata-kunci: Kosentrasi, Karakteristik Silika, Metode Leaching, Suhu

Abstract

A study has been conducted on the study of temperature variation and concentration of citric acid solution on the characteristics of sugarcane leaf silica using the leaching method with 3 temperature variations of 60°C, 80°C, 100°C and 3 concentration variations of 8%, 10%, 12%. The methods used are sugarcane leaf preparation, sugarcane leaf silica synthesis using the leaching method with citric acid, and burning sugarcane leaves from citric acid leaching. Testing is carried out to obtain pure silica. The purpose of this study was to determine

the variation of temperature and concentration of citric acid solution on the characteristics of sugarcane leaf silica obtained by the leaching method. The results of the study obtained 3 analyzes, namely, for XRD analysis showed that the results of the silica structure were still amorphous. FTIR analysis showed that the functional groups formed were -OH, Si-O-Si and Si-O. SEM analysis showed that the higher the leaching temperature given to the sample, the more even the grain size.

Keywords: *Concentration, Leaching Method, Silica Characteristics, Temperature*

Pendahuluan

Silika merupakan material yang sangat penting dalam kehidupan manusia karena perannya yang besar mulai dari teknologi sederhana. Senyawa ini dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku untuk beragam industri mulai dari produk sederhana dengan teknologi tradisional seperti peralatan rumah tangga, beragam seni hingga produk teknologi tinggi. Silika merupakan senyawa yang paling banyak digunakan dalam pembuatan keramik (Donald et al., 2010). Selain keramik, silika dapat digunakan di bidang elektronik (Laskowski et al., 2019), biomaterial (El-Hamid et al., 2019), dan optik (Xiao et al., 2019). Silika dapat diperoleh dari mineral (penambangan), sintetis (memperkuat struktur tanaman dan ketahanan terhadap patogen), dan organik (seperti sekam padi (*Oryza sativa*) 10-20% (Mahmud et al., 2016), daun bambu (*Bambusoideae*) 5-10% (Agustini et al., 2015), daun jagung (*Zea mays*) 2- 5% (Oktarina et al., 2021), daun tebu (*Saccharum officinarum*) 2-5% (Bursatriannyo, 2017), dan daun serai (*Cymbopogon citratus*) 1-2% (Herminanto, 2010).

Silika yang berasal dari organik masih memiliki banyak logam pengotor. Proses untuk menghilangkan logam pengotor ini dilakukan dengan cara pretreatment dengan metode leaching (Umeda et al., 2010) dan pembakaran hal ini dilakukan untuk meningkatkan konsentrasi silika (Villar-Cociña et al., 2011). Silika juga dapat diperoleh dari limbah pertanian (organik), residu padat pada limbah pertanian menimbulkan masalah pembuangan ke lingkungan karena timbulnya bau, daya Tarik hama yang dapat mempengaruhi kesehatan. Salah satu contoh limbah pertanian yaitu daun tebu yang memiliki kandungan silika sekitar 89,04% (Bursatriannyo, 2017). Limbah daun tebu biasanya akan dibuang, dibakar, atau digunakan sebagai pakan ternak. Hal ini berisiko menimbulkan masalah dan memerlukan pemanfaatan daun tebu yang lebih rasional. Umumnya daun tebu memiliki kandungan silika yang lebih tinggi dibandingkan bagian lain, silika dalam daun tebu jumlahnya bervariasi, biasa berkisar antara 5-10% dari berat kering. Silika tersebut dapat lebih mudah diekstraksi karena sel-selnya lebih lunak, memudahkan penetrasi larutan dan proses leaching (Farok et al., 2011). Salah satu manfaat dari silika daun tebu dalam dunia perawatan kulit (skincare) karena sifatnya yang ringan, kaya akan mineral dan mendukung kesehatan kulit secara alami (Costa, 2023). Penelitian terdahulu telah menunjukkan potensi besar dalam pemanfaatan limbah pertanian sebagai sumber silika. Umeda et al (2010) dan Sinaga et al (2015) menunjukkan bahwa leaching menggunakan asam sitrat efektif dalam menghilangkan logam pengotor tanpa merusak struktur silika. Dalam konteks biomassa seperti daun tebu, penelitian oleh Bursatoannuo (2017) menunjukkan kandungan silika tinggi (hingga 89,04%) yang menjadikan daun tebu sebagai bahan baku yang menjanjikan. Selain itu, penelitian oleh Handayani et al (2016) dan Hidayat et al (2023) menguatkan bahwa abu hasil pembakaran limbah pertanian mampu menghasilkan rendeman silika murni yang cukup tinggi setelah proses leaching.

Metode leaching asam adalah metode yang memanfaatkan pencucian bahan dasar dengan asam untuk mengikat logam-logam pengotor. Salah satu jenis asam yang dapat digunakan yaitu asam lemah seperti asam sitrat (Sinaga et al., 2015). Pemilihan suhu dan konsentrasi sebagai variabel bebas

didasarkan pada literatur yang menyatakan bahwa suhu yang lebih tinggi meningkatkan laju reaksi dan pelarutan logam, sedangkan konsentrasi yang lebih tinggi menyediakan lebih banyak ion H^+ untuk berinteraksi dengan logam pengotor (Qiu et al., 2010; Abd Halim et al., 2019). Pada metode leaching variasi yang dilakukan diantaranya yaitu variasi konsentrasi asam (Aminullah et al., 2015), dan variasi suhu larutan asam (Umeda et al., 2010). Metode pembakaran berfungsi untuk menghilangkan kadar air dan garam-garam organik dari bahan dasar silika (Rangaraj et al., 2017). Hasil dari metode ini berupa abu dengan kandungan silika tinggi. Penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Umeda et al (2010) mengatakan penggunaan metode leaching asam untuk mengekstraksi silika dari abu sekam padi, menunjukkan bahwa leaching dengan asam dapat secara signifikan menghilangkan logam pengotor dan meningkatkan kemurnian silika.

Metode

Penelitian dilaksanakan pada bulan Desember 2024 s/d April 2025 di laboratorium Analitik, Jurusan kimia, Fakultas matematika dan ilmu pengetahuan alam, Universitas Tadulako, Palu. Karakterisasi XRD dilakukan di Laboratorium Penelitian dan Pengembangan Sains (LPPS) FMIPA Universitas Hasanuddin. Karakterisasi FTIR dilakukan di Laboratorium Kimia Terpadu FMIPA Universitas Hasanuddin. Karakterisasi SEM dilakukan di Laboratorium Terpadu FMIPA Institut Teknologi Bandung.

Bahan dan Alat

Bahan dasar yang digunakan yaitu: daun tebu, asam sitrat ($C_6H_8O_7$), aquades, aluminium foil, handskund, dan tisu. Alat yang di gunakan yaitu: gelas kimia 1000 ml, termometer, saringan, baskom, neraca analitik, sendok zat, batang pengaduk, magnetik stirer, cawan petri, lumpang alu, *hotplate*, *oven*, *furnance*, *X-Ray Diffraction (XRD)*, *Fourier Transform Infrared (FTIR)*, dan *Scanning Electron Microscopy (SEM)*.

Prosedur Kerja

Preparasi Daun Tebu (Rendra et al., 2021)

Mencuci daun tebu dengan air sampai bersih, untuk menghilangkan kotoran yang menempel pada daun tebu. Daun tebu dijemur di bawah sinar matahari hingga kering dan berwarna kecoklatan. Selama proses penjemuran daun tebu dipisahkan satu sama lain agar daun tebu kering secara merata. Daun tebu kering kemudian dicuci agar kotoran yang menempel pada daun tebu hilang. Mengeringkan daun tebu dalam oven pada suhu $100^{\circ}C$ selama 5 jam.

Sintesis Silika Daun Tebu dengan Variasi Suhu $60^{\circ}C$, $80^{\circ}C$, dan $100^{\circ}C$ (Rendra et al., 2021)

Menyediakan masing-masing beaker glass 1000 ml. Menimbang asam sitrat sebanyak 50 gram. Melarutkan asam sitrat dengan menambahkan aquades sebanyak 500 ml. Meletakkan larutan asam sitrat pada kompor listrik dan dipanaskan sampai suhu $60^{\circ}C$, $80^{\circ}C$, dan $100^{\circ}C$. Memasukkan daun tebu sebanyak 30 gram ke dalam larutan asam sitrat dan diaduk perlahan pada konsentrasi 10% konstan selama 2 jam. Mendinginkan daun tebu selama 15 menit. Mencuci daun tebu sebanyak 5 kali dengan aquades masing-masing 300 ml selama 15 menit dengan pengadukan konstan pada suhu ruang untuk menghilangkan kandungan asam sitrat pada daun tebu. Menyaring daun tebu hasil cucian menggunakan penyaring dan dikeringkan dalam oven pada suhu $100^{\circ}C$ selama 2 jam. Daun tebu kering dibakar dalam tanur pada suhu $700^{\circ}C$ selama 5 jam hingga didapatkan hasil yaitu abu daun tebu. Abu daun tebu yang dihasilkan tersebut kemudian dilakukan karakterisasi menggunakan XRD, FTIR dan SEM.

Sintesis Silika Daun Tebu dengan Variasi Konsentrasi 8%, 10%, dan 12% (Rendra et al., 2021)

Menyediakan masing-masing beaker glass 1000 ml. Menimbang asam sitrat masing- masing sebanyak 40 gram, 50 gram, dan 60 gram. Melarutkan asam sitrat dengan menambahkan aquades sebanyak 500 ml. Meletakkan larutan asam sitrat pada kompor listrik dan dipanaskan sampai suhu $80^{\circ}C$. Memasukkan daun tebu masing- masing sebanyak 24 gram pada variasi konsentrasi 8%, 30 gram pada variasi konsentrasi 10%, dan 36 gram pada variasi konsentrasi 12% ke dalam larutan asam sitrat

dan diaduk perlahan selama 2 jam. Mendinginkan daun tebu selama 15 menit. Mencuci daun tebu sebanyak 5 kali dengan aquades masing-masing 300 ml selama 15 menit dengan pengadukan konstan pada suhu ruang untuk menghilangkan kandungan asam sitrat pada daun tebu. Menyaring daun tebu hasil cucian menggunakan penyaring dan dikeringkan dalam oven pada suhu 100°C selama 2 jam. Daun tebu kering dibakar dalam tanur pada suhu 700°C selama 5 jam hingga didapatkan hasil yaitu abu daun tebu. Abu daun tebu yang dihasilkan tersebut kemudian dilakukan karakterisasi menggunakan XRD, FTIR dan SEM.

Karakterisasi Sampel

X-Ray Diffraction (XRD) (Munasir et al., 2012)

Karakterisasi XRD bertujuan untuk mengetahui fasa struktur silika, dengan langkah-langkah sebagai berikut: Menyiapkan sampel yang akan dianalisis, kemudian merekatkannya pada kaca dan memasangkan pada tempat yang berupa lempeng tipis berbentuk persegi panjang (sample holder) dengan lilitan perekat. Memasang sampel yang telah disimpan pada sample holder kemudian meletakkan pada sample stand di bagian goniometer. Memasukkan parameter pengukuran pada software pengukuran melalui komputer pengontrol, yaitu meliputi penentuan scan mode, penentuan rentang sudut, kecepatan scan cuplikan, memberi nama cuplikan dan memberi nomor urut data. Mengoperasikan alat difraktometer dengan perintah "start" pada menu komputer, dimana sinar-X akan meradiasi sampel yang terpancar dari target Cu dengan panjang gelombang 1,5406 Å. Melihat hasil difraksi pada komputer dan intensitas difraksi pada sudut 2θ tertentu dapat dicetak oleh mesin printer. Data yang terekam berupa sudut difraksi (2θ), besarnya intensitas (I), dan waktu pencatatan perlangkah (t). Setelah data diperoleh analisis kualitatif dengan menggunakan search match analysis yaitu membandingkan data yang diperoleh dengan data standar (Power Diffraction File Database).

Fourier Transform Infra Red (FTIR) (Saudi et al., 2015)

Karakterisasi FTIR bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi silika, dengan langkah-langkah sebagai berikut: Menimbang sampel yang sudah dihaluskan dan sampel padat (bebas air). Menghaluskan kristal KBr murni dalam mortar dan pastle kemudian mengayak KBr tersebut.

Mencampurkan KBr dan sampel kedalam mortar kemudian diaduk rata. Menyiapkan cetakan kemudian mencuci bagian sampel, base dan tablet frame dengan chloroform. Memasukan sampel KBr yang telah dicampur ke dalam cetakan kemudian menghubungkan pompa vakum untuk meminimalkan kadar air. Meletakkan cetakan pada pompa hidrolik kemudian diberi tekanan sebesar 8gauge dan menghidupkan pompa vakum selama 15 menit. Mematikan pompa vakum dan menurunkan tekanan dalam cetakan dengan cara membuka keran udara. Menghidupkan alat agar mengalir sumber listrik, alat interferometer dan komputer. Klik "shortcut 8400" pada layar komputer kemudian menempelkan sampel pada alat interferometer pada komputer kemudian klik FTIR 8400 kemudian mengisi data file.

Scanning Electron Microscopy (SEM) (Brendon et al., 1991)

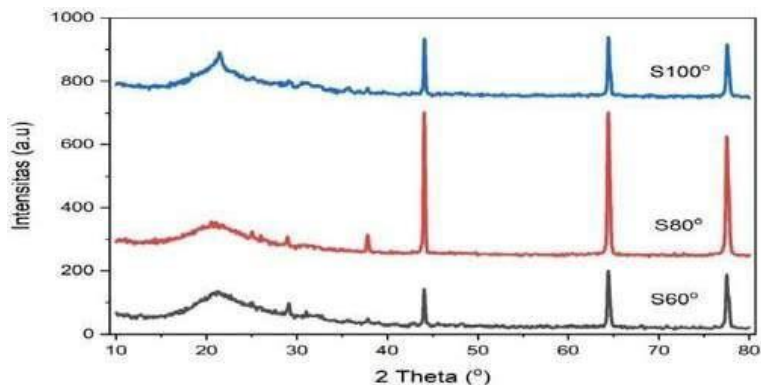
Karakterisasi SEM bertujuan untuk mengetahui struktur mikro silika, dengan langkah-langkah sebagai berikut: Memasukan sampel ke dalam vacuum column untuk dianalisis dengan kondisi udara dipompa keluar agar menciptakan kondisi vakum. Kondisi ini dilakukan agar tidak ada molekul gas yang mengganggu jalannya elektron selama proses berlangsung. Menembakan elektron agar melewati berbagai lensa yang ada menuju ke suatu titik di sampel. Sinar elektron terpantul ke detektor lalu ke amplifier untuk memperkuat sinyal sebelum masuk ke komputer untuk menampilkan gambar yang diinginkan.

Hasil dan Pembahasan

Karakterisasi X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi XRD dilakukan untuk mengidentifikasi struktur kristal atau padatan dengan membandingkan nilai jarak d (bidang kristal) dan intensitas puncak difraksi dengan data standar.

Struktur padatan terbagi dua yaitu fasa *amorf* (fasa yang tidak beraturan) dan fasa kristal, sedangkan fasa kristal silika tersebut ada fasa *tridymite* (fasa SiO₂ yang stabil pada suhu menengah) biasanya stabil pada suhu tinggi, namun bisa terbentuk pada suhu lebih rendah tergantung pada kondisi pemanasan dan pendinginan, sedangkan fasa *cristobalite* (fasa SiO₂ yang stabil pada suhu tinggi), dan fasa *quartz* (fasa pemanasan terus berlanjut, akan berubah menjadi *tridymite* lalu *cristobalite* pada suhu lebih tinggi).



Gambar 1. Difraktogram hasil uji XRD silika daun tebu dengan variasi suhu 60°C, 80°C, dan 100°C

Gambar 1 merupakan difraktogram hasil uji XRD silika daun tebu dengan variasi suhu *leaching* dengan konsentrasi asam sitrat 10%. Dari difraktogram tersebut dapat dilihat pada sampel S60° menunjukkan terbentuknya kristal dan memiliki struktur silika yaitu fasa *tridymite* pada 2θ di sudut 20,760° dan 21,740°. Sudut tersebut merupakan puncak khas dari *tridymite*. Kedua puncak ini cocok dengan pola difraksi dari COD (*Crystallography Open Database*) dengan nomor entry 96-901- 3394. Ini biasanya terlihat dari pola difraksi sinar-X (XRD) yang menunjukkan puncak- puncak tajam (peak) dan menandakan adanya struktur kristal yang teratur.

Tabel 1. Data Hasil Pencocokan Sampel S60°

Data Penelitian			Data Referensi			Fasa
2 Theta (°)	d-spacing [Å]	Int, [%]	2 Theta (°)	d-spacing [Å]	Int, [%]	
20,760	4,2788	1,96	20,747	4,2780	4,81	<i>Tridymite</i>
21,740	4,0881	76,22	21,694	4,0932	44,00	<i>Tridymite</i>

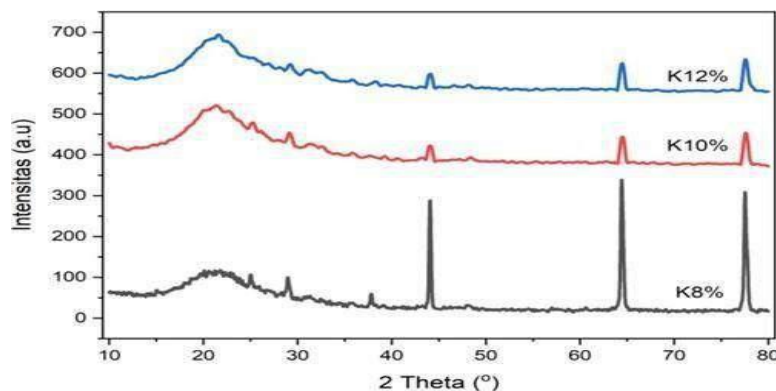
Tabel 2. Data Hasil Pencocokan Sampel S80°

Data Penelitian			Data Referensi			Fasa
2 Theta (°)	d-spacing [Å]	Int, [%]	2 Theta (°)	d-spacing [Å]	Int, [%]	
20,560	4,3200	40,63	20,632	4,3015	96,00	<i>Tridymite</i>
21,800	4,0770	32,25	21,694	4,0932	44,00	<i>Tridymite</i>

Tabel 3. Data Hasil Pencocokan Sampel S100°

Data Penelitian			Data Referensi			Fasa
2 Theta (°)	d-spacing [Å]	Int, [%]	2 Theta (°)	d-spacing [Å]	Int, [%]	
20,460	4,3409	61,87	20,349	4,3607	75,63	<i>Tridymite</i>
21,480	4,1370	85,11	21,486	4,1324	42,94	<i>Tridymite</i>

Terbentuknya puncak yang tajam berdasarkan 2θ *trydimite* pada bahan dasar silika daun tebu ini menunjukkan adanya kristal dan masih memiliki struktur silika. Kesesuaian puncak-puncak pada sampel S60° (38 peak) menunjukkan jumlah puncak tertinggi, yang menandakan struktur kristal yang paling teratur dan kristalinitas tinggi. Semakin banyak puncak, semakin banyak bidang difraksi yang aktif. Pada sampel S80° (27 peak) menunjukkan penurunan jumlah puncak. Ini bisa diartikan bahwa sebagian struktur kristalnya mulai terganggu atau berubah menjadi struktur semi-kristalin atau sebagian *amorf*. Sedangkan sampel S100° (19 peak) memiliki jumlah puncak paling sedikit, yang menandakan penurunan kristalinitas signifikan, kemungkinan besar akibat peningkatan disorder atau transisi ke fase *amorf*. Hasil analisis ini didukung dengan hasil analisis pada penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Rendra *et al.*, (2021) yang menjelaskan perubahan struktur silika *amorf* menjadi kristalin, dan memiliki fasa *trydimite* sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Hadipramana *et al.*, (2013).



Gambar 2. Difraktogram hasil uji XRD silika daun tebu dengan variasi konsentrasi 8%, 10%, dan 12%

Gambar 2 merupakan difraktogram hasil uji XRD silika daun tebu dengan dengan variasi konsentrasi larutan asam sitrat *leaching* dengan suhu 80°. Dari difraktogram tersebut dapat dilihat pada sampel K8% menunjukkan terbentuknya kristal dan memiliki struktur silika yaitu fasa tridymite pada 2θ di sudut 20,760° dan 21,780°. Sudut tersebut merupakan puncak khas dari *tridymite*. Kedua puncak ini cocok dengan pola difraksi dari COD (*Crystallography Open Database*) dengan nomor entry 96-901-3394. Ini biasanya terlihat dari pola difraksi sinar-X (XRD) yang menunjukkan puncak-puncak tajam (peak) dan menandakan adanya struktur kristal yang teratur.

Tabel 4. Data Hasil Pencocokan Sampel K8%

Data Penelitian			Data Referensi			Fasa
2 Theta (°)	d-spacing [Å]	Int, [%]	2 Theta (°)	d-spacing [Å]	Int, [%]	
20,760	4,2788	93,02	20,747	4,2780	4,81	<i>Tridymite</i>
21,780	4,0807	47,79	21,694	4,0932	44,00	<i>Tridymite</i>

Tabel 5. Data Hasil Pencocokan Sampel K10%

Data Penelitian			Data Referensi			Fasa
2 Theta (°)	d-spacing [Å]	Int, [%]	2 Theta (°)	d-spacing [Å]	Int, [%]	
20,400	4,3535	100,0	20,324	4,3661	82,63	<i>Tridymite</i>
23,000	4,8669	95,61	23,018	4,8607	44,22	<i>Tridymite</i>

Tabel 6. Data Hasil Pencocokan Sampel K12%

Data Penelitian			Data Referensi			Fasa
2 Theta (°)	d-spacing [Å]	Int. [%]	2 Theta (°)	d-spacing [Å]	Int. [%]	
20,580	4,3158	73,12	20,632	4,3015	96,00	<i>Tridymite</i>
21,740	4,0881	83,10	21,694	4,0932	44,00	<i>Tridymite</i>

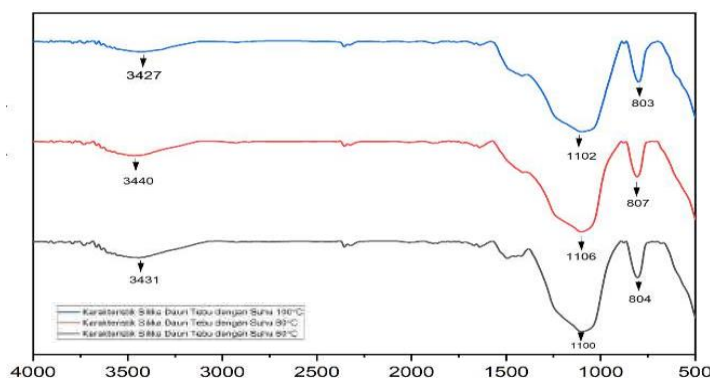
Tidak terbentuknya puncak yang tajam berdasarkan 2θ *trydimite* pada bahan dasar silika daun tebu ini menunjukkan tidak adanya kristal dan masih memiliki struktur silika yang *amorf*. Namun terbentuknya puncak lain yang tajam menunjukkan kristal fasa lain. Kesesuaian puncak-puncak pada sampel K8% (24 peak) hal ini memungkinkan pembentukan kristal yang lebih teratur dan seragam, sehingga menghasilkan lebih banyak puncak difraksi. Pada sampel K10% (9 peak) hal ini memungkinkan oversaturasi, yang menyebabkan nukleasi cepat tetapi pertumbuhan kristal tidak sempurna.

Terbentuk fase amorf atau non-kristalin dalam jumlah lebih besar. Akibatnya, jumlah bidang kristal aktif menurun (lebih sedikit puncak). Ini bisa menunjukkan bahwa struktur menjadi lebih disorder (tidak teratur) atau amorf sebagian besar. Sedangkan sampel K12% (15 peak) jumlah puncak meningkat dibanding 10%, tapi tetap lebih rendah dari 8%. Mungkin terjadi pertumbuhan kristal ulang atau restrukturisasi sebagian, membentuk fase baru atau *crystalline* domain yang cukup stabil. Bisa juga terbentuk campuran fasa kristalin dan *amorf*, menghasilkan pola difraksi campuran (lebih banyak puncak dibanding 10%, tapi tidak sebanyak 8%).

Hasil analisis ini didukung dengan hasil analisis pada penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Rendra *et al.*, (2021) yang menjelaskan perubahan struktur silika *amorf* menjadi kristalin, dan memiliki fasa *trydimite* sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Hadipramana *et al.*, (2013). Hasil analisis ini didukung dengan hasil analisis pada penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Hindryawati *et al.*, (2010) yang menjelaskan perubahan struktur silika *amorf* menjadi kristalin ditunjukkan dan memiliki fasa *trydimite* sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Hadipramana *et al.*, (2013).

Karakterisasi Fourier Transform Infra Red (FTIR)

Karakterisasi FTIR pada penelitian ini dilakukan untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terdapat dalam sampel. Analisis ini dilakukan dengan mencampurkan sampel silika daun tebu ke dalam pelet KBr dengan komposisi sampel 1% terhadap total campuran. Kemudian dilakukan karakterisasi pada bilangan gelombang antara 4000 cm sampai 500 cm⁻¹.



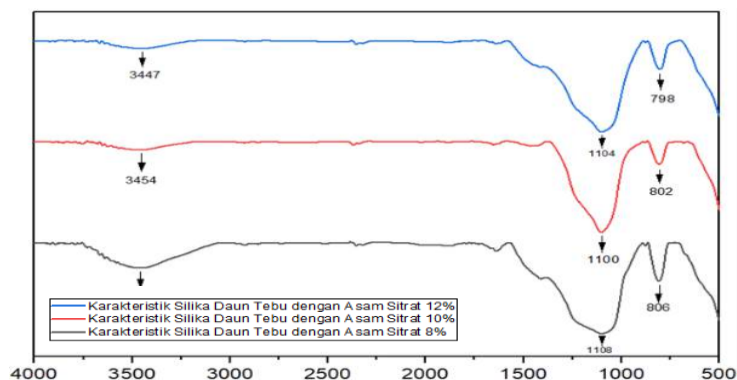
Gambar 3 merupakan hasil analisis FTIR pada suhu *leaching* 60°C, 80°C, dan 100°C dengan konsentrasi asam sitrat 10% yang menunjukkan adanya perbedaan yang tidak signifikan. Hal ini terbukti dengan puncak bilangan gelombang yang terdapat pada setiap spektrum FTIR disetiap konsentrasi asam sitrat menunjukkan bahwa gugus yang terdapat pada setiap suhu masih sama. Pada keseluruhan spektrum FTIR masih terdapat ikatan -OH yang menandakan bahwa setiap suhu masih terdapat kadar air.

Menurut penelitian Saudi *et al.*, (2015) menyatakan bahwa vibrasi gugus -OH juga terjadi pada puncak bilangan gelombang 1632,49 cm⁻¹. Hasil analisis FTIR ini sesuai dengan hasil penelitian Hindrayawati *et al.*, (2010) dan Farok *et al.*, (2011). Diketahui bahwa gugus fungsi yang mendominasi adalah siloksan (Si-O-Si). Hal ini menunjukkan meluasnya vibrasi dari gugus silanol pada permukaan padatan *amorf* (Essien *et al.*, 2012).

Tabel 7. Puncak Spektrum Gugus Fungsi Seluruh Sampel Variasi Suhu

Gugus Fungsi Penelitian	60°C			Referensi		
	(cm ⁻¹)	(cm ⁻¹)	(cm ⁻¹)	(cm ⁻¹)	(cm ⁻¹)	(cm ⁻¹)
O-H	3431	3440	3427	3445	3441	3442
Si-O-Si	1100	1106	1102	1092	1095	1075
Si-O	804	807	803	801	801	801

Tabel 7 menunjukkan bahwa pita gugus hidroksil (-OH) *Stretching* (3430– 3440 cm⁻¹) atau air teradsorpsi pada permukaan silika. Pergeseran kecil (13 cm⁻¹) menunjukkan fluktuasi kelembaban permukaan, mungkin karena: Efisiensi penghilangan pengotor (logam logam pengikat air). Penguapan air berbeda pada tiap suhu. Tidak ada perubahan drastis → gugus -OH tetap stabil, meskipun suhu naik. Pita Si–O–Si *Asimetris* (1100–1106 cm⁻¹) Ini adalah pita utama yang menandakan jaringan silika tiga dimensi (Si–O–Si). Peningkatan menjadi 1106 cm⁻¹ pada 80°C, lalu turun sedikit di 100°C (1102 cm⁻¹). Bisa menunjukkan bahwa pada 80°C, struktur jaringan silika lebih tersusun atau lebih padat sedikit. Namun, selisihnya sangat kecil (<6 cm⁻¹), artinya tidak signifikan secara struktural. Pita Si– O Tabel 7 menunjukkan bahwa pita gugus hidroksil (-OH) *Stretching* (3430– 3440 cm⁻¹) atau air teradsorpsi pada permukaan silika. Pergeseran kecil (13 cm⁻¹) menunjukkan fluktuasi kelembaban permukaan, mungkin karena: Efisiensi penghilangan pengotor (logam logam pengikat air). Penguapan air berbeda pada tiap suhu. Tidak ada perubahan drastis → gugus -OH tetap stabil, meskipun suhu naik. Pita Si–O–Si *Asimetris* (1100–1106 cm⁻¹) Ini adalah pita utama yang menandakan jaringan silika tiga dimensi (Si–O–Si). Peningkatan menjadi 1106 cm⁻¹ pada 80°C, lalu turun sedikit di 100°C (1102 cm⁻¹). Bisa menunjukkan bahwa pada 80°C, struktur jaringan silika lebih tersusun atau lebih padat sedikit. Namun, selisihnya sangat kecil (<6 cm⁻¹), artinya tidak signifikan secara struktural. Pita Si– O.



Gambar 4. merupakan hasil analisis FTIR pada pada konsentrasi asam sitrat *leaching* 8%, 10%, 12% dengan suhu 80°C yang menunjukkan adanya perbedaan yang tidak signifikan. Hal ini terbukti dengan puncak bilangan gelombang yang terdapat pada setiap spektrum FTIR disetiap konsentrasi asam sitrat menunjukkan bahwa gugus yang terdapat pada setiap konsentrasi asam sitrat masih sama. Pada keseluruhan spektrum FTIR masih terdapat ikatan -OH yang menandakan bahwa setiap konsentrasi asam sitrat masih terdapat kadar air. Menurut penelitian Saudi *et al.*, (2015) menyatakan bahwa vibrasi gugus -OH juga terjadi pada puncak bilangan gelombang 1632,49 cm⁻¹. Hasil analisis FTIR ini sesuai dengan hasil penelitian Hindrayawati *et al.*, (2010) dan Farok *et al.*, (2011). Diketahui bahwa gugus fungsi yang mendominasi adalah siloksan (Si-O-Si). Hal ini menunjukkan meluasnya vibrasi dari gugus silanol pada permukaan padatan *amorf* (Essien *et al.*, 2012).

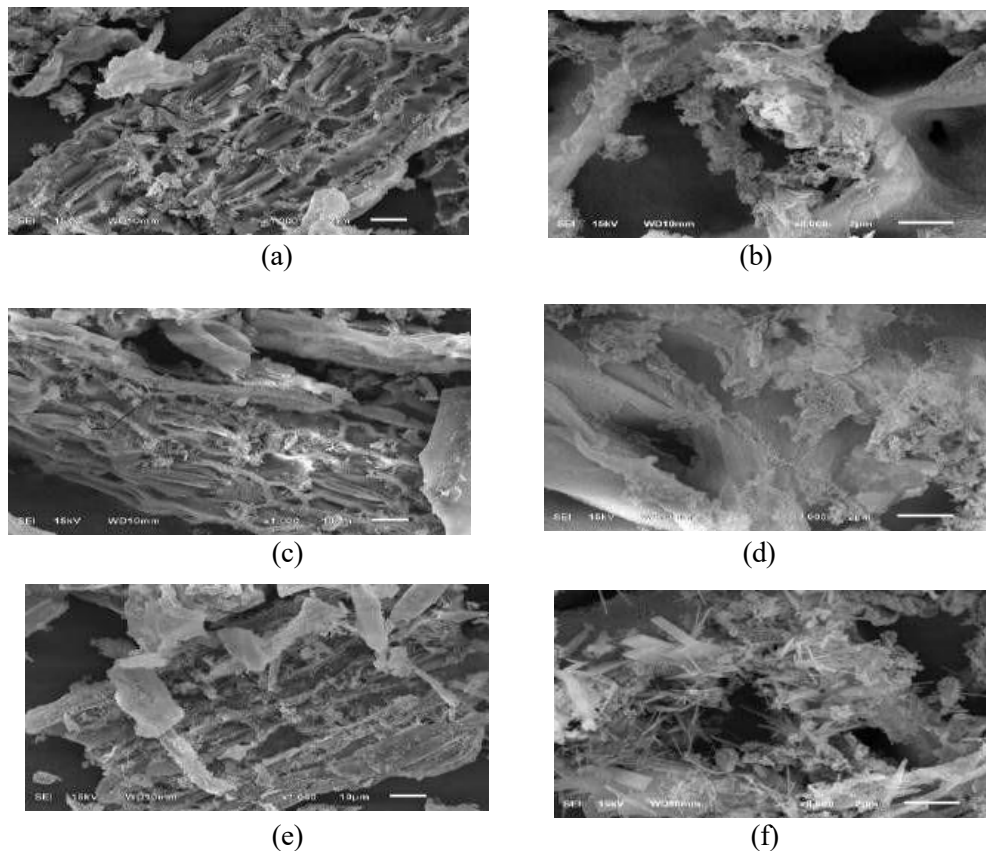
Tabel 8. Puncak Spektrum Gugus Fungsi Seluruh Sampel Variasi Konsentrasi

Gugus Fungsi	Penelitian			Referensi		
	8% (cm ⁻¹)	10% (cm ⁻¹)	12% (cm ⁻¹)	8% (cm ⁻¹)	10% (cm ⁻¹)	12% (cm ⁻¹)
O-H	3454	3454	3447	3445	3441	3442
Si-O-Si	1108	1100	1104	1092	1095	1075
Si-O	806	802	798	801	801	801

Tabel 8 menunjukkan bahwa pita gugus hidroksil (-OH) *Stretching* (3450 cm⁻¹) atau air teradsorpsi pada permukaan silika. Nilai relatif konstan pada 3454 → 3447 cm⁻¹ menunjukkan bahwa kandungan air/-OH relatif stabil di ketiga sampel. Sedikit pergeseran (dari 3454 ke 3447 cm⁻¹) mungkin mencerminkan penurunan jumlah gugus -OH bebas, menandakan permukaan silika lebih bersih pada konsentrasi 12%. Pita paling kuat dan penting dalam silika, menandakan struktur jaringan Si-O-Si *Asimetris* (1100 cm⁻¹) Perubahan dari 1108 → 1100 → 1104 cm⁻¹ menunjukkan perbedaan kecil dalam keteraturan struktur jaringan silika. Tidak ada pergeseran tajam, artinya struktur dasar silika tetap tidak berubah secara signifikan. Mewakili getaran *simetris* (800 cm⁻¹) dari gugus Si-O tetrahedral. Pergeseran dari 806 → 802 → 798 cm⁻¹ mencerminkan sedikit perubahan lingkungan lokal silika, kemungkinan akibat perbedaan kecil dalam ikatan atau ukuran pori. Namun, perubahan ini tetap sangat kecil (kurang dari 10 cm⁻¹), menandakan bahwa semua sampel memiliki struktur yang hampir identic. Ketiga spektrum menunjukkan struktur silika *amorf* yang konsisten. Perbedaan kecil dalam pergeseran pita (2–8 cm⁻¹) tidak cukup untuk menyimpulkan adanya perubahan struktur besar. Hal ini mengindikasikan bahwa variasi konsentrasi asam sitrat dari 8% hingga 12% tidak menyebabkan perubahan signifikan dalam komposisi atau struktur gugus fungsional silika. Dengan kata lain, proses *leaching* efektif untuk membersihkan pengotor tanpa merusak jaringan Si-O-Si, terlepas dari konsentrasi asam dalam kisaran tersebut.

Karakterisasi Scanning Electron Microscopy (SEM)

Karakterisasi SEM dapat mendeteksi struktur mikro dalam sampel. Berikut hasil karakterisasi SEM silika daun tebu menggunakan metode *leaching* asam sitrat dengan konsentrasi asam sitrat 10% (pada suhu 60°C, 80°C, 100°C) dan suhu 80°C (pada konsentrasi asam sitrat 8%, 10%, 12%) yang ditunjukkan pada gambar berikut dengan pembesaran 1000x dan 8000x. Perbesaran yang dilakukan bertujuan untuk melihat dengan lebih jelas penyatuan dan keseragaman butiran, batas butir, dan pori pada sampel silika daun tebu yang dianalisis.

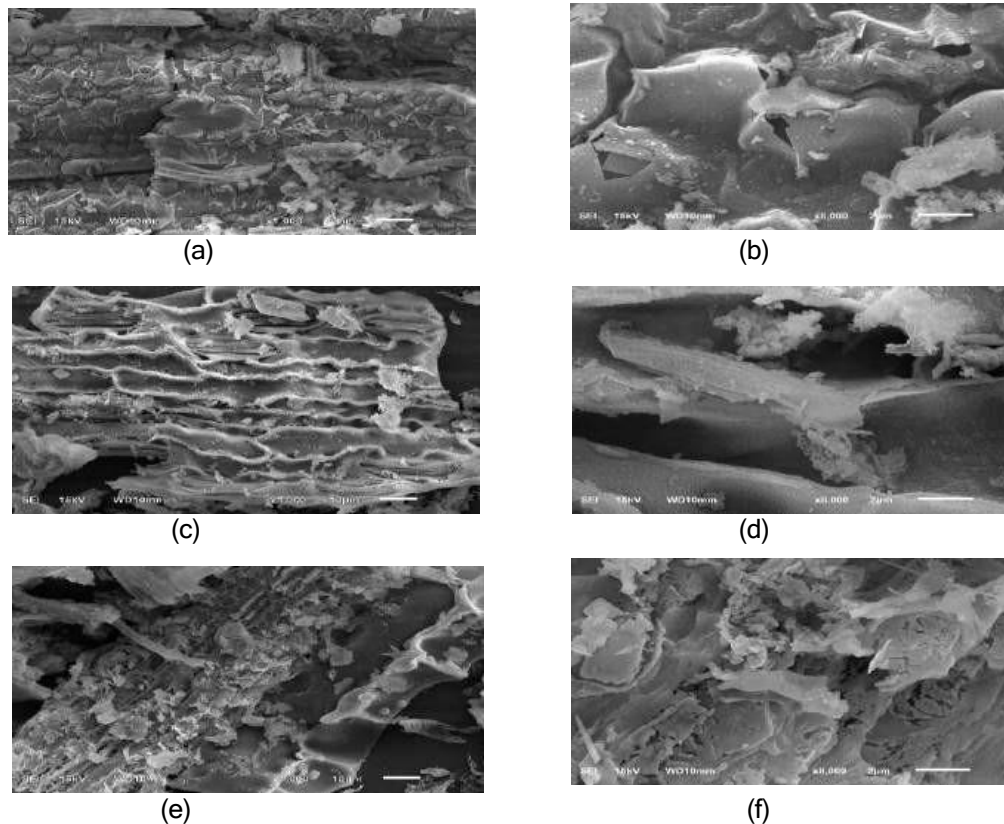


Gambar 5. Struktur mikro silika daun tebu pada suhu 60°C (a) suhu 80 °C (c) dan suhu 100°C (e) dengan perbesaran 1000x. Struktur mikro silika daun tebu pada suhu 60°C (b) suhu 80 °C (d) dan suhu 100 °C (f) dengan perbesaran 8000x

Setelah sampel dikarakterisasi dengan SEM, hasil analisis struktur mikro permukaan sampel (a) dengan suhu 60°C, terlihat pada permukaan sampel memiliki struktur yang tidak beraturan, butiran berbentuk batang dan belum menyatu, ukurannya cenderung heterogen atau tidak seragam antara satu dengan lainnya, memiliki tekstur yang kasar, serta masih memiliki pori yang cukup banyak. Sampel (b) merupakan sampel dengan suhu 60°C dengan perbesaran 8000x. Hasil analisis struktur mikro permukaan sampel (c) dengan suhu 80°C, terlihat pada permukaan sampel memiliki struktur yang mulai merata, butiran mulai menyatu, tekstur masih kasar dan masih terdapat pori. Sampel (d) merupakan sampel dengan suhu 80°C dengan perbesaran 8000x.

Hasil analisis struktur mikro permukaan sampel (e) dengan suhu 100°C, terlihat pada permukaan sampel memiliki struktur yang cukup merata, butiran menyatu, tekstur masih kasar dan pori sudah mulai berkurang. Sampel (f) merupakan sampel dengan suhu 100°C dengan perbesaran 8000x menunjukkan butiran yang berbentuk batang, runcing dan tajam.

Ditemukan bahwa peningkatan suhu *leaching* dari 60°C ke 80°C memperbaiki kebersihan permukaan dan penghilangan pengotor, menghasilkan partikel yang lebih halus dan homogen. Namun, suhu di atas 90°C dapat menyebabkan fusi partikel (agglomerasi), merusak porositas dan permukaan (Faridah *et al.*, 2020).



Gambar 6. Struktur mikro silika daun tebu pada konsentrasi asam sitrat 8% (a) 10% (c) dan 12% (e) dengan perbesaran 1000x. Struktur mikro silika daun tebu pada konsentrasi asam sitrat 8% (b) 10% (d) dan 12% (f) dengan perbesaran 8000x

Setelah sampel dikarakterisasi dengan SEM, hasil analisis struktur mikro permukaan sampel (a) dengan konsentrasi asam sitrat 8%, terlihat pada permukaan sampel memiliki struktur yang tidak beraturan, butiran-butiran kecil dan belum menyatu, dan masih memiliki pori yang cukup banyak. Sampel (b) merupakan sampel dengan konsentrasi asam sitrat 8% dengan perbesaran 8000x.

Hasil analisis struktur mikro permukaan sampel (c) dengan konsentrasi asam sitrat 10%, terlihat pada permukaan sampel memiliki struktur yang belum merata, butiran mulai menyatu, tekstur masih kasar dan masih terdapat pori. Sampel (d) merupakan sampel dengan konsentrasi asam sitrat 10% dengan perbesaran 8000x.

Hasil analisis struktur mikro permukaan sampel (e) dengan konsentrasi asam sitrat 12%, terlihat pada permukaan sampel memiliki struktur yang belum juga merata, ukurannya cenderung heterogen atau tidak seragam antara satu dengan lainnya, butiran mulai menyatu, tekstur masih kasar dan pori masih cukup banyak. Sampel (f) merupakan sampel dengan konsentrasi asam sitrat 12% dengan perbesaran 8000x. Hasil ini serupa dengan penelitian yang dilakukan oleh Cocina *et al.*, (2011) yang menyatakan bahwa morfologi yang teratur dengan beberapa partikel halus di atasnya.

Ditemukan bahwa *leaching* dengan asam sitrat menunjukkan efisiensi tinggi pada konsentrasi 10– 11%, dan SEM menunjukkan permukaan partikel yang bersih dan terdispersi baik (Islam *et al.*, 2012).

Peningkatan suhu *leaching* dari 60°C ke 100°C menghasilkan pertumbuhan kristal silika yang lebih besar dan homogen, yang ditunjukkan dari morfologi SEM yang semakin tajam, padat, dan tersebar merata. Fenomena ini sejalan dengan temuan Abbas *et al.* (2014), yang menyatakan bahwa

suhu tinggi meningkatkan kristalisasi silika melalui pengurangan kandungan organik yang menghalangi nukleasi.

Hasil pengamatan SEM pada konsentrasi 10% menunjukkan permukaan silika yang lebih halus dan homogen dibandingkan konsentrasi 8% dan 12%. Temuan ini mendukung studi Umeda et al. (2010) dan Sinaga et al. (2015) yang menunjukkan bahwa terdapat batas optimal konsentrasi asam sitrat untuk efisiensi pelarutan logam pengotor, setelah itu viskositas meningkat dan menghambat difusi ion. Distribusi ukuran partikel berdasarkan analisis visual SEM berkisar antara 200–400 nm pada suhu 100°C, dengan distribusi lebih sempit pada konsentrasi 10%.

Kesimpulan

Analisis XRD dengan variasi suhu sampel S60° menunjukkan terbentuknya fasa *tridymite* pada 2θ di sudut 20,760° dan 21,740°. Pada sampel S80° menunjukkan terbentuknya fasa *tridymite* pada 2θ di sudut 20,560° dan 21,800°. Pada sampel S100° menunjukkan terbentuknya fasa *tridymite* pada 2θ di sudut 20,460° dan 21,480°. Sedangkan variasi konsentrasi sampel K8% menunjukkan terbentuknya fasa *tridymite* pada 2θ di sudut 20,760° dan 21,780°. Pada sampel K10% menunjukkan terbentuknya fasa *tridymite* pada 2θ di sudut 20,400° dan 23,000°. Pada sampel K12% menunjukkan terbentuknya fasa *tridymite* pada 2θ di sudut 20,580° dan 21,740°.

Analisis FTIR dengan variasi suhu dan konsentrasi menunjukkan gugus fungsi yang terbentuk yaitu –OH, Si-O-Si dan Si-O dan Analisis SEM dengan variasi suhu dan konsentrasi menunjukkan bahwa pengaruh signifikan terhadap morfologi permukaan sampel.

Daftar Pustaka

- Agustini, D., and Asmi, D. 2015. Sintesis Keramik Silika Daun Bambu dengan Metode Sol-Gel dan Karakterisasi pada Suhu Kalsinasi 800°C-1000°C. *Jurnal Teori dan Aplikasi Fisika*. Vol. 03. No. 1. Pp. 17–23.
- Aminullah., Rohaeti, E., and Irzaman. 2015. Reduction of High Purity Silicon from Bamboo Leaf as Basic Material in Development of Sensors Manufacture in Satellite Technology. *Procedia Environmental Sciences*. Vol. 24. No. 3. Pp. 308–316.
- Bursatriannyo. 2017. Integrasi Tebu- Ternak di KP. Karang Ploso. Artikel Pusat Penelitian dan Pengembangan Perkebunan. Diakses 2 Oktober 2018.
- Cocina, E. V., V. M. Morales., S. F. Santos., H. Savastano., and M. Frias. 2011. Pozzolanic Behavior of Bamboo Leaf Ash: Characterization and Determination of the Kinetic Parameters. *Cement and Concrete Composites*. Vol. 33. No. 1. Pp. 68-73.
- Costa, M. 2023. *Natural sources of silica and their applications in skincare*. *Journal of Herbal and Natural Remedies*, 15(2), 123–130.
- Donald, R. Askeland., Pradeef P.Fulay., and Wendelin J. Wrigh. 2010. *The Science and Engineering of Materials*. 6th Edition. Global Engineering. USA.
- El-Hamid, H.K.A., and Radwan, M.M. 2019. Influence of Nano-Silica Additions on Hydration Characteristics and Cytotoxicity of Calcium Aluminate as Biomaterial. *Journal of Heliyon*. Vol. 5. No. 02135. Pp. 1-7.
- Essien, E.R., Oluyemi, A. Olaniyi., and Adams, L.A. Shaibu. 2012. Sol-Gel Derived Porous Silica: Economic Synthesis and Characterization. *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering*. Vol. 11. No. Pp. 976-981.

- Faridah, S., Nugroho, A., & Lestari, D. 2020. Pengaruh suhu *leaching* terhadap karakteristik silika dari abu sekam padi. *Jurnal Teknologi Material*, 8(2), 101–109.
- Farok, A., Thiamseng, C., and Jeyashelly, A. 2011. A Simple Template Free SolGel Synthesis of Spherical Nanosilica from Agricultural Biomass. *Jurnal SolGel Sci Technology*. Vol. 59. No. 2. Pp. 580-583.
- Hadipramana, J., Samad, A. A. A., Zaidi, A. M. K., Mohammad, N., and Riza, F.V. 2013. Effect of Uncontrolled Burning Rice Husk Ash in Foamed Concrete. *Advance Materials Research*. Vol. 626. No. 2. Pp. 769-775.
- Handayani, N., Suryani, E., & Wijaya, A. 2016. Kandungan silika dalam abu daun tebu dan potensinya sebagai bahan baku zeolit. *Jurnal Kimia Terapan Indonesia*, 5(2), 45–52.
- Hermianto, Nurtati, Kristianti D.M. 2010. Potensi Serai Untuk Mengendalikan Hama *Callosobrochus analis* F. Pada Kedelai Dalam Penyimpanan. Purwokerto. Jurusan Hama dan Penyakit Tumbuhan. Fakultas Pertanian, Universitas Jendral Soedirman.
- Hindryawati, N., and Alimuddin. 2010. Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Abu Sekam Padi dengan Menggunakan Natrium Hidroksida (NaOH). *Jurnal Kimia Mulawarman*. Vol. 7. No. 2. Pp. 75-77.
- Islam, M. N., Rahman, M. M., & Hasan, M. A. 2012. Extraction and characterization of silica from agricultural waste using citric acid leaching. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 3(1), 45–52.
- Laskowski, L., Laskowska, M., Vila, N., Schabikowski, M., and Walcarius, A. 2019. Mesoporous Silica-Based Materials for Electronics-Oriented Applications. *Journal of Molecules*. Vol. 24. No. 2395. Pp. 1-31.
- Mahmud, A., Ahmad, F. and Farezzuan, A. A. 2016. Acid Leaching as Efficient Chemical Treatment for Rice Husk in Production of Amorphous Silica Nanoparticles. *Journal of Engineering and Applied Science*. Vol.11. No. 22. Pp. 13384–13388.
- Oktarina, M. I. Wahyudi, dan B. Tripama. 2021. Komparasi Tingkat Serapan Si Pada Beberapa Jenis Dan Metode Aplikasi Pupuk Si Serta Implikasinya Terhadap Peningkatan Produktivitas Dan Ketahanan Alami Tanaman Jagung (*Zea mays*). *Jurnal Agroqua*, 17(2), 115–125. <https://doi.org/10.32663/ja>.
- Rangaraj, S., and Venkatachalam, R. 2017. A Lucrative Chemical Processing of Bamboo Leaf Biomass to Synthesize Biocompatible Amorphous Silica Nanoparticles of Biomedical Importance. *Applied Nanoscience (Switzerland)*. Vol.7. No. 5. Pp. 145–153.
- Sinaga, T. S., & Lestari, R. (2015). Ekstraksi Silika Dari Abu Sekam Padi Menggunakan Asam Sitrat. *Jurnal Sains Kimia*, 4(1), 1–7.
- Rendra A.Y, Asmi D, Suprihatin, 2021, Pengaruh Variasi Suhu Larutan Asam Sitrat Terhadap Karakteristik Silika Daun Bambu Dengan Metode *Leaching*, *Journal of Energy Material and Instrumentation Technology*. (2021).
- Umeda, J., and Kondoh, K. 2010. High- Purification, of Amorphous Silica Originated from Rice Husks by Combination of Polysaccharide Hydrolysis and Metallic Impurities Removal. *Industrial Crops and Products*. Vol. 32. No. 3. Pp. 539-544.
- Villar-Cociña., E. Morales, E. V., Santos, S. F., Junior, H. S., and Frias, M. 2011. Pozzolanic Behavior of Bamboo Leaf Ash: Characterization and Determination of The Kinetic Parameters. *Cement and Concrete Composites*. Vol. 33. No. 1. Pp. 68–73.
- Qiu, H., Li, Z., & Xie, X. (2010). The effect of leaching conditions on silica content of biomass-derived ash. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 49(22), 11670–11675.

Xiao, W., Ding, L., He, J., and Huang, J. 2019. Preparation of Lucigenin- Doped Silica Nanoparticles and their Application in Fiber Optic Chloride Ion Sensor. *Journal of Optical Materials*. Vol. 98. No. 109467. Pp. 1-7.