

TUGAS AKHIR - TL141584

**ANALISA PENGARUH VARIASI *LEACHING*
DAN PENAMBAHAN TEMPLATE TERHADAP
PEMBENTUKAN HOLLOW MESOPOROUS
SILIKA NANOPARTIKEL**

**NI KOMANG ALIT JULIANI
NRP. 02511340000023**

**Dosen Pembimbing
Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D.
Vania Mitha Pratiwi, S.T., M.T.**

**DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2018**



TUGAS AKHIR - TL141584

**ANALISA PENGARUH VARIASI *LEACHING* DAN
PENAMBAHAN TEMPLATE TERHADAP
PEMBENTUKAN HOLLOW MESOPOROUS SILIKA
NANOPARTIKEL**

NI KOMANG ALIT JULIANI
NRP. 0251134000023

Dosen Pembimbing

Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D
Vania Mitha Pratiwi, S.T.,M.T

**DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2018**

(Halaman ini sengaja dikosongkan)



TUGAS AKHIR - TL141584

**ANALYSIS EFFECT OF LEACHING VARIATIONS AND
TEMPLATE ADDITION TO THE FORMATION OF
HOLLOW MESOPOROUS SILICA NANOPARTICEL**

NI KOMANG ALIT JULIANI
NRP. 0251134000023

Advisor

Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D

Vania Mitha Pratiwi, S.T.,M.T

**MATERIAL AND METALLURGICAL ENGINEERING
DEPARTMENT**

Faculty of Industrial Technology

Sepuluh Nopember Institute of Technology

Surabaya 2018

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

LEMBAR PENGESAHAN

TUGAS AKHIR

Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar
Sarjana Teknik

Pada

Bidang Studi Material Inovatif
Program Studi S-1 Departemen Teknik Material
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh

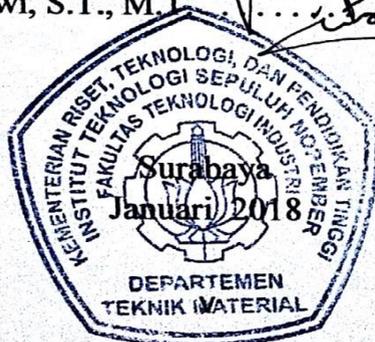
NI KOMANG ALIT JULIANI

NRP. 0251134000023

Disetujui oleh tim penguji tugas akhir:

Diah Susanti, S.T., M.T., PhD. (Pembimbing 1)

Vania Mitha Pratiwi, S.T., M.T. (Pembimbing 2)



(Halaman ini sengaja dikosongkan)

KATA PENGANTAR

Puji Syukur penulis dipanjatkan kehadirat Tuhan Yang Maha Esa yang telah memberikan kekuatan, kemudahan, dan kelancaran selama pengerjaan Tugas Akhir ini sehingga Laporan Tugas Akhir ini dapat selesai dengan baik. Tidak lupa saya sampaikan terima kasih kepada pihak-pihak terkait dalam pengerjaan Tugas Akhir ini:

1. Ayah, ibu, dan seluruh keluarga yang telah mendukung penuh selama pengerjaan Tugas Akhir ini;
2. Ibu Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si., dan Ibu Diah Susanti, S.t., M.T., PhD., sebagai pembimbing pertama yang telah membimbing dan memberikan saran hingga pengerjaan laporan ini selesai;
3. Ibu Vania Mitha Pratiwi, S.T., M.T., sebagai co-pembimbing yang banyak memberikan saran selama proses;
4. Bapak Haniffudin Nurdiansah, dan Bapak Lukman Noeroziem sebagai dosen pengiji;
5. Mbak Yeny Widya Rakhma dan Mbak Is;
6. Petugas dan karyawan Laboratorium Anorganik, Jurusan Kimia-FMIPA, Universitas Gadjah Mada Yogyakarta;
7. Petugas dan karyawan Laboratorium Terpadu, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya;
8. Siti Annisaa Bani Purwana, Anggun Nurhayati, dan Yurian Andromeda selaku sahabat selama proses pengerjaan Tugas Akhir;
9. Seluruh pihak yang namanya tidak dapat penulis sebutkan satu per satu, yang telah membantu penulis dalam hal apapun, baik materi, moral, maupun do'a.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan Tugas Akhir ini masih terdapat banyak kekurangan, besar harapan penulis agar tugas akhir ini dapat bermanfaat bagi semua pihak.

Surabaya 2018

Penulis

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

**ANALISA PENGARUH VARIASI *LEACHING* DAN
PENAMBAHAN TEMPLATE TERHADAP PEMBENTUKAN
HOLLOW MESOPOROUS SILIKA NANOPARTIKEL**

Nama Mahasiswa : Ni Komang Alit Juliani
NRP : 0251134000023
Departemen : Teknik Material
Dosen pembimbing : Diah Susanti, S.T., M.T., PhD
Co-pembimbing : Vania Mitha Pratiwi, S.T., M.T

Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk menganalisa pengaruh efektivitas leaching dalam menghasilkan silika, dan menganalisa pengaruh penambahan senyawa template OA (Octyl Amine) pada pembentukan mesopori silika nanopartikel. Penelitian ini menggunakan bahan dasar sekam padi yang di leaching menggunakan asam kuat yaitu HNO_3 , HCl , dan H_2SO_4 . Berdasarkan hasil pengujian EDX kadar silika yang paling tinggi dihasilkan pada leaching menggunakan HNO_3 sebesar 39.21 (wt%). Gugus fungsi hasil FTIR menjelaskan adanya gugus siloksan. Hasil XRD menunjukkan bahwa silika mesopori silika nanopartikel hasil proses ekstraksi mempunyai fasa amorfus. Hasil SEM pada mesopori silika nanopartikel memiliki bentuk partikel yang lebih kecil dan penyebarannya merata. Dari hasil TEM didapatkan ukuran partikel pada mesopori silika nanopartikel berkisar antara 16-80nm. Mesopori silika nanopartikel memiliki diameter pori rata-rata sebesar 12.6 nm. Penggunaan OA berhasil untuk menyeragamkan ukuran partikel.

Kata kunci: sekam padi, leaching, sol-gel, OA (Octyl Amine), silika mesopori

(Halaman ini sengaja d kosongkan)

ANALYSIS OF EFFECT OF LEACHING VARIATIONS AND ADDITIONAL TEMPLATE TO ESTABLISHING HOLLOW MESOPOROUS SILICA NANOPARTIKEL

Nama Mahasiswa : Ni Komang Alit Juliani
NRP : 0251134000023
Departemen : Teknik Material
Dosen pembimbing : Diah Susanti, S.T., M.T., PhD
Co-pembimbing : Vania Mitha Pratiwi, S.T., M.T

Abstract

This research's aims to analyse the effect of leaching effectiveness in generating silica, and to analyze the effect of addition of OA (Octyl Amine) template compound on mesoporous silica nanoparticle Hollow formation This research uses rice husk base ingredients in leaching using strong acids ie HNO₃, HCl, and H₂SO₄. Based on the results of EDX testing the highest silica content was generated on leaching using HNO₃ of 39.21 (wt%). The functional group of FTIR results explains the presence of siloxane groups. The XRD results show that the silica and mesoporous silica nanoparticles produced by the extraction process have an amorphous phase. The SEM results on the mesoporous silica nanoparticles have smaller particle shapes and the spread is evenly distributed. From the TEM results obtained particle size on mesoporous silica nanoparticles ranged between 16 nm-80 nm. Mesoporous silica nanoparticles have an average pore diameter of 12.6 nm. The use of OA works to uniform the particle size.

Keywords: *rice husk, leaching, sol-gel ,OA (Octyl Amine), mesoporous silica*

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN	v
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	ix
KATA PENGANTAR	xi
DAFTAR ISI	xiii
DAFTAR GAMBAR	xv
DAFTAR TABEL	xix
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Batasan Masalah	2
1.4 Tujuan	3
1.5 Manfaat	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Abu Sekam Padi (Rice Husk Ash)	5
2.2 Mesopori	7
2.3 Silika	8
2.4 Silika Amorf	9
2.5 Penghilangan Senyawa Anorganik	10
2.6 Ekstraksi Padat-Cair	11
2.7 Metode Sol-Gel	11
2.8 Surfaktan	12
2.9 Metode Thermal/Pembakaran	14
2.10 Metoda Sintesa Material Mesopori	16
2.11 Mesoporous Silica Nanoparticles (MSNp)	18
2.12 State Of The Art (Penelitian Terdahulu)	19
BAB III METODOLOGI PERCOBAAN	
3.1 Diagram Alir	39
3.2 Bahan Penelitian	42
3.3 Alat-Alat Penelitian	42
3.4 Prosedur Penelitian	48
3.4.1 Persiapan Bahan	48
3.4.2 Ekstraksi Silika Dari	

Sekam Padi	48
3.4.3 Proses pembuatan <i>mesopori silica nanoparticles (MNSp)</i>	49
3.4.4 Pengujian	49
3.4.4.1 X-Ray Diffraction (XRD)	49
3.4.4.2 Scanning Electron Microscope (SEM)	51
3.4.4.3 Fourier Transform Infra Red (FTIR)	53
3.4.4.4 Transmission Electron Microscope (TEM)	55
3.4.4.5 BET Surface Analysis	57

BAB IV ANALISA DATA DATA DAN PEMBAHASAN

4.1 Analisa data dan pembahasan FTIR	63
4.2 Analisa data dan pembahasan XRD	68
4.3 Analisa data dan pembahasan EDX	71
4.4 Analisa data dan pembahasan Mikroskop Elektron	75
4.5 Analisa data dan pembahasan BET	82

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan	85
5.2 Saran	85

DAFTAR PUSTAKAxxi

LAMPIRAN86

BIODATA PENULISxxv

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Diagram skematis MCM-50 (berlapis-lapis), MCM-41 (heksagonal) dan MCM-48 (kubik).....	7
Gambar 2.2 Sketsa skema susunan atom dalam (a) padatan kristalin, (b) padatan amorf, dan (c) gas	9
Gambar 2.3 Skema Dasar Surfaktan	13
Gambar 2.4 Ilustrasi Pembentukan Template (Liquid Crystal Templating (a) Monomer (konsentrasi surfaktan rendah) (b) Micelle (konsentrasi surfaktan = CMC 1) (c) Fasa Cylinder (konsentrasi surfaktan (CMC 2) > CMC 1) (d) Fasa Hexagonal (konsentrasi surfaktan > CMC 2)	17
Gambar 2.5 Ilustrasi Pembentukan Material Mesopori	18
Gambar 2.6 Famili M41S dari mesoporus molecular sieves meliputi MCM-41, MCM-48, dan MCM-50	19
Gambar 2.7 Difaktogram silika yang diekstraksi dari sekam padi yang diolah dalam 1 N asam HCl diikuti dengan pembakaran pada 600 °C	21
Gambar 2.8 FTIR silika nanopartikel	22
Gambar 2.9 Scanning electron micrograph (SEM) dari: a) RHA yang diproduksi dengan proses leaching dan pembakaran pada suhu 600 °C (20 µm.), b) Nanopartikel silika (1 µm)	23
Gambar 2.10 SEM a) sampel L, b) sampel H. (Skala: 100µm).....	24
Gambar 2.11 Isoterm dan DFT berdasarkan kurva distribusi ukuran pori. a) L, b)H	25
Gambar 2.12 XRD (a) sampel L tanpa kalsinasi, (b) sampel L kalsinasi, (C) sampel H tanpa kalsinasi, dan (d) sampel H kalsinasi	26
Gambar 2.13 TEM (a) tanpa kalsinasi sampel L, (b) kalsinasi sampel L, (c) kalsinasi sampel H	26

Gambar 2.14 Difraktogram dari sampel (A) Sekam padi sebelum dibakar, (B) abu sekam padi hasil proses leaching HCl dan kalsinasi 600°C, (C) SiO ₂ hasil ekstraksi	28
Gambar 2.15 Difraktogram dari sampel silika nanopartikel mesopori (MNSp) (A) Tanpa CTABr, (B) CTABr 1 wt.%, (C) CTABr 1,25 wt.%, (D) CTABr 1,5 wt.%, (E) CTABr 1,75 wt.%, dan (F) CTABr 2 wt.%	30
Gambar 2.16 Grafik pengaruh penambahan Setiltrimetil ammonium bromida (CTABr) terhadap ukuran kristal dari sampel silika nanopartikel mesopori (MNSp)	30
Gambar 2.17 Spektra FTIR dari sampel (A) Sekam padi (B) Abu sekam padi (RHA) dan (C) Silika hasil ekstraksi (SiO ₂)	31
Gambar 2.18 Spektra FTIR dari sampel silika nanopartikel mesopori (MNSp) (A) Tanpa CTABr, (B) CTABr 1 wt.%, (C) CTABr 1.25 wt.%, (D) CTABr 1.5 wt.%, (E) CTABr 1.75 wt.%, dan (F) CTABr 2 wt%	32
Gambar 2.19 Mikrografi TEM dari silika nanopartikel mesopori (MNSp) (A) Tanpa CTABr, (B) CTABr 1 wt.%, (C) CTABr 1,25 wt.%, (D) CTABr 1,5 wt.%, (E) CTABr 1,75 wt.%, dan (F) CTABr 2 wt% dengan perbesaran 20000x dan 80000x	33
Gambar 3.1 Diagram Alir Tahap Ekstraksi Silika	39
Gambar 3.2 Diagram Alir Pembuatan <i>Hollow</i> Mesoporous Silika	41
Gambar 3.3 Timbangan digital	42
Gambar 3.4 Spatula	43
Gambar 3.5 Crucible ukuran 50 mL	43
Gambar 3.6 Muffle Furnace	43
Gambar 3.7 Kertas saring Jepang	44
Gambar 3.8 Gelas ukur	44
Gambar 3.9 Beaker glass	45
Gambar 3.10 Erlenmeyer	45
Gambar 3.11 Kertas pH	46

Gambar 3.12 Buchner funnel	46
Gambar 3.13 Kompresor (pompa penghisap)	47
Gambar 3.14 Centrifuge	47
Gambar 3.15 Hot Plate and Magnetic stirrer	48
Gambar 3.16 Alat uji XRD PANalytical	50
Gambar 3.17 Skema alat uji XRD	50
Gambar 3.18 Alat uji SEM-EDX FEI tipe Inspect S-50.....	52
Gambar 3.19 Skema alat uji SEM	53
Gambar 3.20 Alat uji FTIR	54
Gambar 3.21 Skema alat uji FTIR.....	55
Gambar 3.22 Alat uji TEM JEOL JEM 1400	55
Gambar 3.23 Skema alat uji TEM	57
Gambar 3.24 Skema Alat Uji SAA (fisisorpsi)	58
Gambar 4.1 Spektra FTIR dari sampel (A) sekam padi tanpa leaching, dan sekam padi setelah di leaching menggunakan (B) HNO ₃ , (C) HCl, (D) H ₂ SO ₄	65
Gambar 4.2 Spektra FTIR dari sampel (A) abu sekam padi tanpa leaching, dan setelah di leaching menggunakan (B) HNO ₃ , (C) HCl, (D) H ₂ SO ₄	67
Gambar 4.3 Difraktogram XRD dari sampel (A) silika hasil ekstraksi sekam padi tanpa proses leaching, dan silika hasil ekstraksi sekam padi dengan proses leaching (B) HNO ₃ , (C) HCl, dan (D) H ₂ SO ₄	69
Gambar 4.4 Difraktogram XRD dari sampel OA (Octyl Amine) (A) OA tanpa proses leaching, (B) OA melalui proses leaching dengan HNO ₃ , (C) OA melalui proses leaching menggunakan HCl, dan (D) OA melalui proses leaching menggunakan H ₂ SO ₄	70
Gambar 4.5 Grafik uji EDX pada sekam padi tanpa proses leaching	72
Gambar 4.6 Grafik uji EDX pada sekam padi dengan proses leaching menggunakan HNO ₃	72

Gambar 4.7 Grafik uji EDX pada sekam padi dengan proses leaching menggunakan HCl	73
Gambar 4.8 Grafik uji EDX pada sekam padi dengan proses leaching menggunakan H ₂ SO ₄	73
Gambar 4.9 Mikrografi hasil uji SEM dari sampel silika dengan pembesaran 3000x (A) silika tanpa proses leaching, (B) silika dengan leaching HNO ₃ , (C) silika dengan leaching HCl, dan (D) silika dengan leaching H ₂ SO ₄	76
Gambar 4.10 Mikrografi hasil uji SEM dengan pembesaran 1000x dari penambahan OA (Octyl Amine) (A) OA melalui proses leaching dengan HNO ₃ , (B) OA melalui proses leaching menggunakan HCl, dan (C) OA melalui proses leaching menggunakan H ₂ SO ₄	77
Gambar 4.11 Mikrografi TEM Silika pembesaran 20000x dan 80000x (A) Silika tanpa proses leaching, (B) Silika dengan leaching HNO ₃ , (C) Silika dengan leaching HCl, dan (D) Silika dengan leaching H ₂ SO ₄	78
Gambar 4.12 Mikrografi TEM dari penambahan OA (Octyl Amine) dengan pembesaran 20000x dan 80000x (A) OA tanpa proses leaching, (B) OA dengan leaching HNO ₃ , (C) OA dengan leaching HCl, dan (D) OA dengan leaching H ₂ SO ₄	79

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Komposisi kimia dari abu sekam padi pada perlakuan temperatur yang berbeda	6
Tabel 2.2 Karakteristik Silika Amorf	8
Tabel 2.3 Temperatur pembakaran dan warna abu sekam padi.....	15
Tabel 2.4 Sifat fisik silika yang diekstrak dengan berbagai metode perlakuan asam	20
Tabel 2.5 Kandungan mineral RHA dengan atau tanpa perlakuan asam	21
Tabel 2.6 Komposisi sintesis dua sampel representative	24
Tabel 2.7 Komposisi unsur hasil pengujian EDX dari sekam padi dan abu sekam padi	29
Tabel 4.1 Gugus fungsi pada sampel sekam padi	66
Tabel 4.2 Ukuran Kristal Penambahan Octyl Amine	71
Tabel 4.3 Komposisi unsur hasil pengujian EDX sekam padi dengan variasi leaching	74
Tabel 4.4 Data ukuran surface area, volume pori, dan jari-jari pori dari sampel SiO ₂	82
Tabel 4.5 Data ukuran surface area, volume pori, dan jari-jari pori dari sampel OA(<i>Octyl Amine</i>)	83

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar belakang

Beberapa ratus tahun yang lalu para ilmuwan tertarik untuk meneliti pembuatan nanomaterial berpori. Penelitian yang dilakukan baik dalam hal bentuk, komposisi, dan struktur nanomaterial, serta sifat atau karakteristiknya. Aplikasi potensial dari nanomaterial di berbagai bidang dalam kehidupan sehari-hari, meliputi optik, elektronik, perangkat, sensor, katalis, dan obat-obatan (Nandiyanto, et al., 2010). Salah satu nanomaterial berpori adalah material mesopori yang memiliki ukuran diameter pori 2-50nm. Material mesopori seperti SiO_2 , TiO_2 , ZnO_2 , dan Fe_2O_3 (Johansson, 2010). Aplikasi yang umum digunakan dari material mesopori diantaranya sebagai katalis, bio-medis, material sensor, perangkat elektro-optik, dan teknologi elektronik (Kleitz, 2002).

Menurut Wieslaw J. Roth, et al. (2000), material mesopori dapat dibagi menjadi dua kategori, yakni famili material M41S dan material zeolit berpilar. Kedua material ini menunjukkan keragaman struktural dan komposisi yang luas dengan relatif mudahnya persiapan dalam hal proses pembuatan atau fabrikasinya, sehingga memberikan peluang baru untuk aplikasi sebagai katalis, penyerapan dan dukungan media yang digunakan.

Sedangkan Prawingwong (2011) dan Vartuli et al. (1994) menjelaskan bahwa famili M41S memiliki keunikan karakteristik yang berbeda-beda, misalnya saja MCM-41 memiliki susunan yang heksagonal dari porus 1-dimensional, MCM-48 menunjukkan struktur kubik, dan MCM-50 memiliki susunan lamellar.

Untuk mensintesis mesopori silika dapat dilakukan dengan beberapa metode diantaranya liquid-phase, sol-gel, co-kondensasi, pertukaran ion, induksi listrik microwave (Fadlulloh, 2014). Namun, metode yang umum digunakan adalah metode sol-gel. Surfaktan berfungsi sebagai pembentuk misel di dalam proses pembentukan mesoporus silika.



(Shiquin Liu, 2007) melakukan sebuah penelitian tentang bola berongga yang memiliki aplikasi potensial di bidang teknik karena morfologi dan struktur khusus mereka. Pori-pori di cangkang berongga bisa menjadi jalan bagi zat tamu masuk ke dalam atau keluar dari cekungan, memungkinkan bola berongga diterapkan di bidang adsorpsi, pemisahan, katalisis, reaktor mikro, kapsul, dll. Hal ini juga menunjukkan bahwa bola berongga memiliki sifat mekanik, akustik, optik, elektromagnetik dan termal yang unik, membuat bola berongga menarik sebagai bahan fungsional baru yang maju. Dalam pembuatan bola silika berongga menggunakan TEOS dan template octylamine (OA).

Pada penelitian kali ini, untuk mensintesis silika nanopartikel menggunakan metode sol-gel. Bahan utama yang digunakan pada penelitian ini berasal dari sekam padi yang akan diekstraksi untuk mendapatkan serbuk silika dan dilanjutkan dengan proses pembuatan silika hollow mesopori nanopartikel dengan penambahan OA (Octyl Amine).

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan penjelasan latar belakang di atas, dapat diambil rumusan masalah dalam Tugas Akhir ini, yaitu:

1. Bagaimana pengaruh efektifitas leaching menggunakan larutan asam untuk menghasilkan silika?
2. Bagaimana pengaruh penambahan senyawa template OA (Octyl Amine) pada pembentukan mesoporous silika nanopartikel?

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut.

1. Impuritas pada arang sekam padi diabaikan.
2. Kondisi lingkungan dianggap tidak berpengaruh.
3. Temperatur pada setiap proses dianggap konstan.

1.4 Tujuan

1. Menganalisa pengaruh efektifitas leaching untuk menghasilkan silika.



-
2. Menganalisa pengaruh penambahan senyawa template n-oktilamina pada pembentukan mesoporous silika nanopartikel.

1.5 Manfaat

Penelitian ini diharapkan dapat bermanfaat dalam bidang material berpori yang memanfaatkan sekam padi sebagai bahan dasar pembuatannya.



(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Abu Sekam Padi (Rice Husk Ash)

Sekam padi adalah kulit yang membungkus butiran beras, dimana kulit padi akan terpisah dan menjadi limbah atau buangan. Jika sekam padi dibakar akan menghasilkan abu sekam padi. Secara tradisional, abu sekam padi digunakan sebagai bahan pencuci alat-alat dapur dan bahan bakar dalam pembuatan batu bata. Penggilingan padi selalu menghasilkan kulit gabah / sekam padi yang cukup banyak yang akan menjadi material sisa. Ketika bulir padi digiling, 78% dari beratnya akan menjadi beras dan akan menghasilkan 22% berat kulit sekam. Kulit sekam ini dapat digunakan sebagai bahan bakar dalam proses produksi. Kulit sekam terdiri 75% bahan mudah terbakar dan 25% berat akan berubah menjadi abu. Abu ini dikenal sebagai rice husk ash (RHA) yang memiliki kandungan silika reaktif sekitar 85%- 90%. Dalam setiap 1000 kg padi yang digiling akan dihasilkan 220 kg (22%) kulit sekam.

Jika kulit sekam itu dibakar pada tungku pembakar, akan menghasilkan sekitar 55 kg (25%) RHA. Sekitar 20% dari berat padi adalah sekam padi, dan bervariasi dari 13 sampai 29% dari komposisi sekam adalah abu sekam yang selalu dihasilkan setiap kali sekam dibakar. Nilai paling umum kandungan silika (SiO_2) dalam abu sekam padi adalah 94 – 96% dan apabila nilainya 6 mendekati atau dibawah 90 % kemungkinan disebabkan oleh sampel sekam yang telah terkontaminasi oleh zat lain yang kandungan silikanya rendah. Abu sekam padi apabila dibakar secara terkontrol pada suhu tinggi sekitar (500 – 600 °C) akan menghasilkan abu silika yang dapat dimanfaatkan untuk berbagai proses kimia (Prasetyoko, 2001).

Kandungan kimia sekam padi terdiri atas 50% selulosa, 25–30% lignin, dan 15–20% silica. Pembakaran sekam padi dengan menggunakan metode konvensional seperti fluidised bed combustors menghasilkan emisi CO antara 200 –2000 mg/Nm³ dan emisi NOx antara 200 – 300mg/Nm³ (Armesto, 2002). Metode



pembakaran sekam padi yang dikembangkan oleh COGEN-AIT mampu mengurangi potensi emisi CO₂ sebesar 14.762 ton, CH₄ sebesar 74 ton, dan NO₂ sebesar 0,16 ton pertahun dari pembakaran sekam padi sebesar 34.919 ton pertahun (Marthias, 2000).

Pada tahap awal pembakaran, abu sekam padi menjadi kehilangan berat pada suhu 100°C, pada saat itulah hilangnya sejumlah zat dari sekam padi tersebut. Pada suhu 300°C, zat-zat yang mudah menguap mulai terbakar dan memperbesar kehilangan berat. Kehilangan berat terbesar terjadi pada suhu antara 400°C-500°C, pada tahap ini pula terbentuk oksida karbon. Di atas suhu 600°C ditemukan beberapa formasi kristal quartz. Jika temperatur ditambah, maka sekam berubah menjadi kristal silika. Abu sekam padi yang dihasilkan dari pembakaran sekam padi pada suhu 400-500°C akan menjadi silika amorphous dan pada suhu lebih besar dari 1.000°C akan menjadi silika kristalin. Silika amorphous yang dihasilkan dari abu sekam padi diduga sebagai sumber penting untuk menghasilkan silikon murni, karbid silikon, dan tepung nitrid silicon. Tabel 2.1 mnampilkan komposisi kimia dari abu sekam padi pada perlakuan temperatur yang berbeda. (Katsuki, 2005)

Tabel 2.1. Komposisi kimia dari abu sekam padi pada perlakuan temperatur yang berbeda (Katsuki, 2005)

Temp Bahan	Orgin° (%)	400° (%)	600° (%)	700° (%)	1000° (%)
SiO ₂	88.01	88.05	88.67	92.15	95.48
MgO	1.17	1.13	0.84	0.51	0.59
SO ₃	1.12	0.83	0.81	0.79	0.09
CaO	2.56	2.02	1.73	1.60	1.16
K ₂ O	5.26	6.48	6.41	3.94	1.28
Na ₂ O	0.79	0.76	1.09	0.99	0.73
TiO ₂	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
Fe ₂ O ₃	0.29	0.74	0.46	0.00	0.43

2.2 Mesopori

Material berpori telah menarik banyak minat ilmiah atau penelitian untuk aplikasi pemisahan kimia dan katalis heterogen,

dimana membutuhkan penyelesaian terhadap sintesis, pengolahan, dan karakterisasinya. Idealnya, suatu material berpori harus memiliki distribusi ukuran pori yang bergantung pada aplikasi tertentu dan memungkinkan fleksibilitas. Selain itu, harus menunjukkan sifat kimia yang tinggi, termal, hidrotermal dan stabilitas mekanik, dengan luas permukaan yang tinggi dan volume pori besar. Selanjutnya, materi harus memiliki ukuran partikel yang sesuai dan morfologi. Material berpori awalnya didefinisikan menurut sifat adsorpsinya. Berdasarkan hal tersebut, material berpori dibedakan oleh ukuran porinya.

Material mesopori merupakan material yang memiliki ukuran diameter rata-rata porosnya berada di antara 2-50 nm dimana hal ini mengacu pada klasifikasi IUPAC. Menurut IUPAC, material berpori dibagi menjadi tiga klasifikasi, yaitu mikropori memiliki diameter poros kurang dari 2 nm, mesopori memiliki diameter poros antara 2-50 nm, dan makropori memiliki diameter poros lebih dari 50 nm . Selain itu, poros dapat diklasifikasikan berdasarkan bentuk porosnya, seperti berbentuk bola atau silinder dan variasi struktur yang lain seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.1 (Zeid, 2012).



Gambar 2.1 Diagram skematis MCM-50 (berlapis-lapis), MCM-41 (heksagonal) dan MCM-48 (kubik). (Zeid, 2012)

2.3 Silika

Silika adalah senyawa kimia dengan rumus molekul SiO_2 (silicon dioksida) yang dapat diperoleh dari silika mineral, nabati



dan sintesis kristal. Silika mineral adalah senyawa yang banyak ditemui dalam bahan tambang/galian yang berupa mineral seperti pasir kuarsa, granit, dan feldspar yang mengandung kristal-kristal silika (SiO_2). Selain terbentuk secara alami, silika dengan struktur kristal tridimit dapat diperoleh dengan cara memanaskan pasir kuarsa pada suhu 870°C dan bila pemanasan dilakukan pada suhu 1470°C dapat diperoleh silika dengan struktur kristobalit. Silika juga dapat dibentuk dengan mereaksikan silikon dengan oksigen atau udara pada suhu tinggi (Iler, 1979). Karakteristik silika amorf diperlihatkan dalam Tabel 2.2

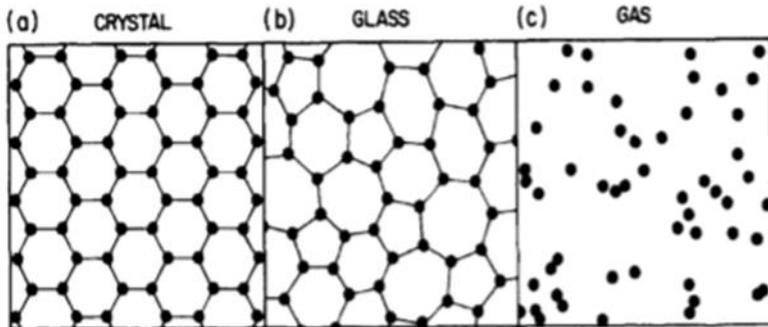
Tabel 2.2. Karakteristik Silika Amorf (Surdia, 2000).

Nama lain	Silikon Dioksida
Rumus Molekul	SiO_2
Berat Jenis (g/cm^3)	2,6
Bentuk	Padat
Daya larut dalam air	Tidak larut
Titik cair ($^\circ\text{C}$)	1610
Titik didih ($^\circ\text{C}$)	2230
Kekerasan (Kg/mm^2)	650
Kekuatan tekuk (Mpa)	70
Kekuatan tarik (Mpa)	110
Modulus elastisitas (Gpa)	73 - 75
Resistivitas (Ωm)	$>10^{14}$
Koordinasi geometri	Tetrahedral
Struktur kristal	Kristobalit, Tridimit, Kuarsa

Silika nabati dapat ditemui pada sekam padi (Dahlia, 2013) dan tongkol jagung (Monalisa, 2013). Silika nabati yang umumnya digunakan saat ini adalah silika sekam padi (Siriluk, 2005). Dalam mendapatkan silika dari sekam padi dapat dilakukan menggunakan metode ekstraksi alkalis (Kalapathy, 2000; Ginting S, 2008) dan metode pengabuan (Haslinawati, 2011; Shinohara, 2004). Silika yang diperoleh melalui metode ekstraksi alkalis adalah berupa larutan sol dimana silika pada fase larutan adalah fase amorf atau mudah reaktif. Sedangkan pada metode pengabuan, sekam padi dibakar pada suhu diatas 200°C selama 1 jam untuk mendapatkan arang sekam padi yang berwarna hitam (Haslinawati, 2011).

2.4 Silika Amorf

Silika non kristalin atau amorf memiliki susunan atom dan molekul berbentuk pola acak dan tidak beraturan seperti pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Sketsa skema susunan atom dalam (a) padatan kristalin, (b) padatan amorf, dan (c) gas (Kirk, 1982).

Baik silika kristalin maupun non kristalin banyak ditemukan di alam seperti di tanah, batubatuan, dan pasir. Kedua bentuk silika ini banyak dimanfaatkan dalam industri kaca, bangunan, dan elektronik. Akan tetapi karena silika kristalin bersifat karsinogenik bagi manusia maka penggunaannya sangat dibatasi. Oleh karena itu silika non kristalin lebih aman dan banyak digunakan dalam industri. Silika amorf biasanya terdapat dalam makhluk hidup seperti diatom, radiolarian, silicoflagellata, dan beberapa sponges. Silika non kristalin atau amorf memiliki susunan atom dan molekul berbentuk pola acak dan tidak beraturan. Akibat pola acak dan tidak beraturan tersebut, silika amorf memiliki struktur sferikal yang rumit. Struktur rumit tersebut menyebabkan luas area permukaan yang tinggi, biasanya diatas $3 \text{ m}^2/\text{g}$ (Kirk, 1982).

Silika amorf dalam berbagai kondisi dianggap lebih reaktif dibanding silika kristalin. Tingkat kereaktifan dari silika amorf disebabkan karena adanya gugus hidroksil (silanol) yang didapat



setelah pemanasan mencapai temperatur 400°C . Gugus silanol ($-\text{SiOH}$) ini dapat ditemukan di atas permukaan dari sampel silika yang menyebabkan terbentuknya daerah yang reaktif (Kirk, 1982).

Silika amorf dapat dibuat menjadi berbagai macam produk komersil. Berdasarkan cara memproduksinya dan cara partikelnya membentuk agregat, silika amorf dapat dibuat menjadi silika sol, silika gel, silika endapan, dan silika pirogenik. Sekitar 40% silika amorf sintetik diproduksi di Eropa, 30% di Amerika Utara, dan 12% diproduksi di Jepang. Walaupun deposit dari silika amorf alami dapat ditemukan di banyak area di dunia, akan tetapi eksploitasi komersial yang paling banyak digunakan untuk perindustrian adalah tanah diatom.

Tanah diatom adalah sisa-sisa cangkang dari ganggang diatom yang telah mati dan hancur membentuk tanah. Tanah diatom dapat dimanfaatkan sebagai bahan peledak, campuran semen, bahan isolasi, dan lain-lain (Kirk, 1982). Silika amorf telah diklasifikasi sebagai material tidak beracun. Tidak seperti silika kristalin, silika amorf tidak menyebabkan silikosis bahkan bagi para pekerja yang telah terpapar lama oleh silika amorf. Akan tetapi silika amorf yang terhirup selama 12 hingga 18 bulan dengan kadar $6,9\text{-}9,9\text{ mg/m}^3$ dapat menyebabkan gangguan pada alat pernapasan (Kirk, 1982)

2.5 Penghilangan Senyawa Anorganik

Zat-zat anorganik dalam sekam padi seperti mineral-mineral dalam jumlah yang sedikit dapat dihilangkan melalui perlakuan dengan asam menggunakan H_2SO_4 , HCl atau HNO_3 (Chandra, 2012). Menurut (Chandrashakar, 2006), asam klorida merupakan bahan kimia yang sangat efektif untuk mengurangi pengotor-pengotor yang terdapat di dalam sekam padi. Akan tetapi sekam padi sendiri cukup berbahaya bagi lingkungan dan manusia. Penggunaan asam kuat membutuhkan biaya yang cukup tinggi untuk peralatan anti korosi, penggunaan air yang banyak untuk membilas sekam padi dan perlu perlakuan khusus untuk penanganan limbahnya (Chandra, 2012).



Asam sitrat ($C_6H_8O_7$) merupakan asam organik dan bersifat non-toksik, sehingga penggunaannya lebih aman dan ramah lingkungan dibandingkan dengan asam klorida yang bersifat korosif. Pembakaran sekam padi yang didahului dengan perlakuan dengan asam sitrat dengan konsentrasi 5% terbukti dapat menghasilkan silika dengan kemurnian yang tinggi dan bersifat amorf walau dibakar hingga temperatur $1000^\circ C$ (Umeda, 2008).

2.6 Ekstraksi Padat-Cair

Ekstraksi padat-cair (leaching) adalah transfer difusi komponen terlarut dari dalam padatan inert ke dalam pelarutnya. Proses ini merupakan proses yang bersifat fisik karena komponen yang terlarut kemudian dikembalikan lagi ke keadaan semula tanpa mengalami perubahan kimiawi. Ekstraksi dari bahan padat dapat dilakukan jika bahan yang diinginkan dapat larut dalam solven pengekstraksi. Ekstraksi berkelanjutan diperlukan apabila padatan hanya sedikit larut dalam pelarut namun, sering juga digunakan pada padatan yang larut. Bila zat padat itu membentuk massa terbuka yang permeabel selama proses leaching itu, pelarutnya mungkin berperkolasi (mengalir melalui rongga-rongga) dalam hamparan zat padat yang tidak teraduk. Pada waktu proses leaching, zat padat itu terdispersi (tersebar) ke dalam pelarut, dan dipisah kemudian dari pelarut itu. Kedua metode itu dapat dilaksanakan dengan batch biasa disebut dengan ekstraksi. Refluks maupun kontinyu (berkelanjutan) yang biasa disebut ekstraksi soxhlet (Lucas, 1949).

Dalam beberapa kasus leaching zat padat pelarutnya mungkin bersifat mudah menguap, sehingga operasinya memerlukan tangki tertutup di bawah tekanan. Tekanan diperlukan apabila padatan hanya sedikit larut dalam pelarut namun, sering juga digunakan pada padatan yang larut.

2.7 Metode Sol-Gel

Sol adalah suspensi koloid yang fasa terdispersinya berbentuk padat dan fasa pendispersinya berbentuk cairan. Suspensi dari partikel padat atau molekul-molekul koloid dalam larutan, dibuat



dengan metal alkoxida dan hidrolisis dengan air, menghasilkan padatan metal hidroksida dalam larutan, reaksinya adalah reaksi hidrolisis (Paveena et al., 2010).

Gel (gelatin) adalah jaringan partikel atau molekul, baik padatan dan cairan, dimana polimer yang terjadi di dalam larutan digunakan sebagai tempat pertumbuhan zat organik. Pertumbuhan anorganik terjadi di gel point, energy ikat lebih rendah. Reaksinya adalah reaksi kondensasi, baik alcohol atau air, yang menghasilkan oxygen bridge (jembatan oksigen) untuk mendapatkan metal oksida (Paveena et al., 2010).

Metode sintesis menggunakan sol-gel untuk material berbasis oksida berbeda-beda bergantung precursor dan berbentuk produk akhir, baik berupa powder, film, aerogel, atau serat. Struktur dan sifat fisik gel sangat bergantung pada beberapa hal, diantaranya:

- a) Pemilihan bahan baku material
- b) Laju hidrolisis dan kondensasi
- c) Modifikasi kimiawi dari system sol-gel.

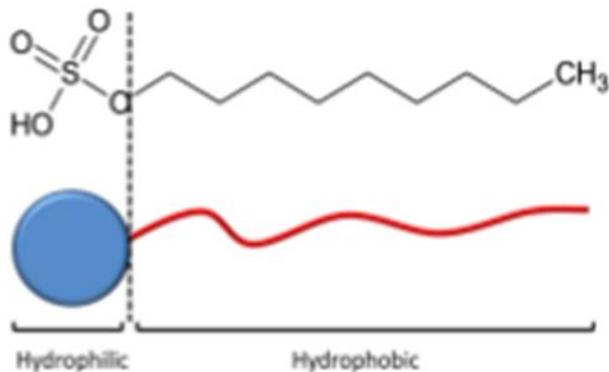
Metode sol-gel cocok untuk preparasi thin film dan material berbentuk powder. Tujuan preparasi ini agar suatu material keramik dapat memiliki fungsional khusus (elektrik, optic, magnetic, dll). Metode sol-gel memiliki keuntungan antara lain:

- a) Mudah dalam control komposisi (kehogenan komposisi kimia baik)
- b) Temperature proses rendah
- c) Biaya murah

Metode sol-gel dikenalkan sebagai salah satu metode sintesis nanopartikel yang cukup sederhana dan mudah. Metode ini merupakan salah satu “wet method” atau metode basah karena pada prosesnya melibatkan larutan sebagai mediana. Pada metode sol-gel, sesuai dengan namanya larutan mengalami perubahan fase menjadi sol (koloid yang mempunyai padatan tersuspensi dalam larutannya) dan kemudian menjadi gel (koloid tetapi mempunyai fraksi solid yang lebih besar daripada sol) (Phumying et al., 2010).

2.8 Surfaktan

Surface active agent (surfaktan) adalah suatu zat yang ketika dilarutkan dalam pelarut maka molekul-molekulnya akan tertarik ke permukaan dan kehadirannya dapat menurunkan tegangan permukaan. Surfaktan terdiri dari gugus yang sangat kuat tertarik ke pelarut polar dan gugus hidrofobik yaitu yang menjauh dari pelarut polar seperti Gambar 2.3 (Utami, 2008).



Gambar 2.3 Skema Dasar Surfaktan (Utami, 2008)

Berdasarkan gugus hidrofiliknya, surfaktan dikelompokkan sebagai berikut:

- Anionik merupakan surfaktan memiliki muatan negatif pada kelompok kepala polar. Kelompok non-polar digunakan untuk menjadi rantai hidrokarbon besar antara kisaran C12 dan C18. Kelompok polar yang banyak digunakan dalam surfaktan jenis ini adalah karboksilat, sulfat, sulfonat dan fosfat.
- Kationik merupakan surfaktan yang memiliki kelompok kepala polar bermuatan positif dan rantai alkil besar sebagai kelompok non-polar. Keluarga ini didasarkan pada atom nitrogen. Produk amonium



amina dan kuartener biasa digunakan sebagai kelompok kepala.

- Non-ionik merupakan surfaktan non-ionik memiliki polieter atau unit polihidroksi sebagai gugus polar. Sebenarnya poli (etilen oksida) adalah gugus polar yang paling umum. Sebagai poli kelompok non polar (propilena oksida) mungkin yang paling umum. Dalam keluarga ini, kita harus menekankan pada kopolimer blok. Kopolimer ini memiliki massa molar yang relatif rendah. Mereka disusun oleh blok monomer terpolimerisasi yang berbeda.
- Zwitterionics merupakan surfaktan yang memiliki dua muatan yang berbeda sehingga dihasilkan muatan netral (Barrabino, 2011).

2.9 Metode Thermal/Pembakaran

Metode Thermal/ Pembakaran Abu yang dihasilkan dari hasil pembakaran sekam padi adalah sebesar ~20% dan lebih dari 90%-nya merupakan silika (Houston, 1972). Temperatur yang dikontrol dengan baik dan lingkungan yang sesuai saat pembakaran dapat menghasilkan kualitas abu sekam padi yang lebih baik karena ukuran partikel dan luas spesifik permukaannya dipengaruhi oleh kondisi pembakaran. Sekam padi yang terbakar sempurna akan berwarna abu hingga putih, sementara abu sekam padi yang tidak terbakar sempurna akan berwarna kehitaman (Chakraverty, 1988).

(Harsono, 2002) melakukan penelitian pembuatan silika amorf dengan melakukan pembakaran sekam padi dalam tangki. Menurutnya untuk mendapatkan silika yang reaktif temperatur pembakaran harus terkontrol. Pembuatan silika amorf ini dilakukan dengan terlebih dahulu melalui proses pengeringan yang bertujuan untuk mengeliminasi kandungan air dalam bahan dengan menguapkan air dalam dari permukaan bahan. Adanya sisa kandungan air dalam abu sekam padi dapat menghalangi proses difusi komponen kimia yang terkandung dalam sekam padi saat dipanaskan pada kemurnian sekam. Pembakaran sekam padi di



tempat terbuka tidak hanya menghasilkan kualitas abu yang buruk tetapi juga dilarang di banyak negara karena menyebabkan polusi. Pembakaran yang tidak terkontrol menghasilkan struktur yang kristalin yang memiliki tingkat kereaktifan rendah. Pembakaran dengan industrial tungku pembakaran sering kali dilakukan dalam industri demi kepentingan ekonomi. Pembakaran dalam industrial tungku pembakaran lebih mudah dikendalikan dan lebih mudah menghasilkan silika dalam bentuk yang amorf dengan kemurnian yang tinggi. (Chakraverty, 1988) melakukan analisis terhadap sekam padi yang dipanaskan dalam tungku pembakaran yang sudah diatur temperatur pembakarannya untuk dibandingkan warna abu yang terbentuk. Hasil pembakaran sekam padi dalam tungku pembakaran dalam temperatur dan waktu tertentu beserta warna abu sekam padi yang dihasilkan dapat dilihat pada Tabel 2.3. **Tabel 2.3** Temperatur pembakaran dan warna abu sekam padi (Chakraverty,1988)

Combustion temperature (°C)	Approx. time (h)	Colour of ash
300	24	Black
	36	Brown
	48	Light brown (whitish)
350	24	Brown
	36	Light brown (whitish)
400	24	Brown
	30	Light brown (whitish)
450	16	Light brown (whitish)
500	5	Light brown (whitish)
600	3.5	Light brown (whitish)
700	1.5	Light brown (whitish)

Berdasarkan tabel di atas, semakin rendah temperatur pembakaran maka waktu yang diperlukan untuk menghasilkan abu sekam padi berwarna keputih-putihan menjadi lebih lama. Hal ini dikarenakan pembakaran pada karbon dalam sekam padi pada



temperatur yang rendah memiliki kecepatan pembakaran yang rendah (Chakraverty, 1988).

Pembakaran sekam padi yang didahului dengan hidrolisis menggunakan HCl menghasilkan warna abu sekam padi yang lebih putih (Chakraverty, 1988). Hal ini dikarenakan saat sekam padi direndam dalam asam kuat, kandungan logam dalam sekam padi yang sangat sedikit dapat larut sehingga sekam padi bebas dari senyawa logam. Selain itu dengan hidrolisis, selulosa dalam sekam padi dipotong menjadi rantai-rantai yang lebih kecil dan membentuk D-glukosa. Hemiselulosa dalam sekam padi dapat dihidrolisis menjadi gula pentosa dan heksosa.

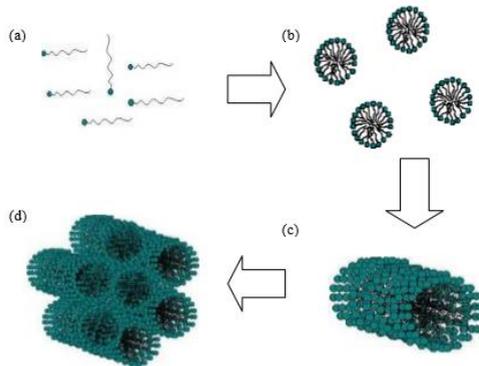
Menurut (Umeda, 2008), pembakaran sekam padi yang didahului dengan perlakuan dengan asam sitrat dengan konsentrasi 5% terbukti dapat menghasilkan silika dengan kemurnian yang tinggi dan bersifat amorf walau dibakar hingga temperatur 1000°C.

2.10 Metoda Sintesa Material Mesopori

Material mesopori disintesa dengan menggunakan kombinasi antara sifat selfassembly dari surfaktan sebagai template, dengan metoda sol-gel untuk membentuk material inorganik disekitar template. Surfaktan, organik molekul yang terdiri dari dua bagian dengan polaritas yang berbeda yaitu bagian non-polar atau hidrofobik dan bagian polar atau hydrophilic, ketika dilarutkan pada suatu pelarut maka energi permukaan larutan tersebut akan berkurang sejalan dengan peningkatan konsentrasi dari surfaktan. Namun, pengurangan energi permukaan tersebut akan berhenti ketika suatu konsentrasi kritis tercapai, dan energi permukaan akan cenderung konstan dengan penambahan konsentrasi surfaktan. Konsentrasi kritis ini disebut Critical Micellar Concentration (CMC). Pada konsentrasi ini surfaktan-surfaktan akan membentuk kumpulan surfaktan yang disebut micelle (Chakraverty, 1999).

Micelle umumnya terdiri dari 15 – 20 monomer surfaktan atau lebih. Pembentukan micelle dikarenakan dari efek hidrofobik dari interaksi surfaktan dengan pelarut, karena sifat ini maka surfaktan dapat membentuk supramolecular array pada pelarut.

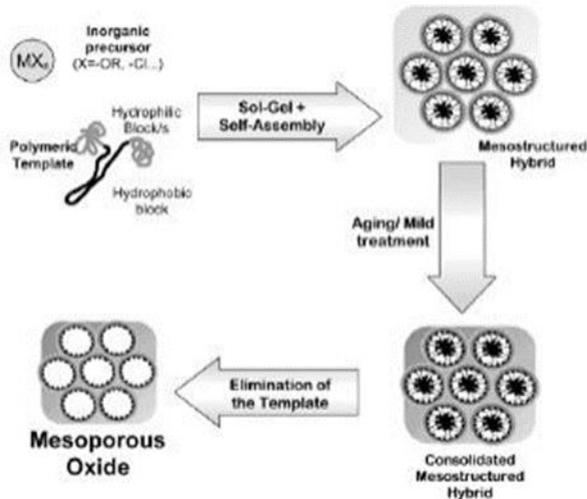
Tergantung dari konsentrasi surfaktan pada pelarut, terdapat beberapa fasa yang berhubungan dengan molekul surfaktan pada pelarut untuk membentuk struktur template seperti di ilustrasikan pada Gambar 2.4. Proses pembentukan ini biasa disebut dengan Liquid Crystal Templating.



Gambar 2.4. Ilustrasi Pembentukan Template (Liquid Crystal Templating) (a) Monomer (konsentrasi surfaktan rendah) (b) Micelle (konsentrasi surfaktan = CMC 1) (c) Fasa Cylinder (konsentrasi surfaktan (CMC 2) > CMC 1) (d) Fasa Hexagonal (konsentrasi surfaktan > CMC 2) (Aderson, 1996)

Secara umum pembentukan mesopori oksida dibagi kedalam dua proses utama yang diilustrasikan pada Gambar 2.4. yaitu :

- a) Pembentukan struktur yang terorganisasi dikarenakan karakteristik selfassembly dari template. Proses ini menghasilkan pemisahan fasa secara mikro dalam dua domain yaitu hidrofobik dan hidrophilic.
- b) Pembentukan struktur inorganik. Material inorganik akan terbentuk disekitar template melalui proses kondensasi pada reaksi sol-gel.



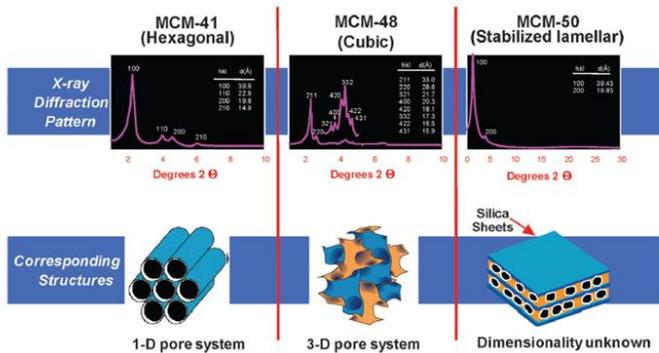
Gambar 2.5. Ilustrasi Pembentukan Material Mesopori (Aderson, 1996)

Untuk menghasilkan struktur mesopori, terdapat tiga interaksi yang menentukan hasil akhir dari material seperti pada Gambar 2.5 : surfaktan – surfaktan, inorganik – inorganik, dan surfaktan – inorganik. Interaksi ini terjadi pada interface antara inorganik – template. Pelarut juga memegang peranan dalam pembentukan struktur meso.

2.11 Mesoporous Silica Nanoparticles (MSNp)

Mesoporus silika merupakan material inorganik yang tersusun dari atom silikon yang berikatan dengan atom oksigen dengan ikatan kovalen. Material mesoporus silika sudah ada sejak lebih dari 10 tahun yang lalu. Pada tahun 1980, tepatnya di penghujung tahun tersebut, tim peneliti Exxon Mobil menemukan famili material mesoporus yang berstruktur nano dan dikenal dengan istilah M41S. MCM-41, merupakan salah satu anggota yang paling terkenal dari famili M41S dimana setiap anggota dari M41S memiliki karakteristik yang berbeda. Famili MCM-41

terdiri dari beberapa keunikan dari anggotanya, diantaranya MCM-41 (heksagonal, p6mm) memiliki susunan yang heksagonal dari porus unidimensional, MCM-48 (kubik, Ia3d) menunjukkan struktur kubik, MCM-50 memiliki susunan lamellar, dan anggota famili yang lain tidak mudah untuk dikategorikan terlihat pada Gambar 2.6. Material ini dapat disintesis dengan metode hidrotermal dengan kation surfaktan berupa alkiltrimetilamonium yang memiliki rantai ikatan alkil yang lebih besar dari 6 atom karbon (Kresge & Roth, 2013).



Gambar 2.6 Famili M41S dari mesoporus molecular sieves meliputi MCM-41, MCM-48, dan MCM-50 (Kresge & Roth, 2013)

Mesoporus silika mengandung porus-porus yang seragam, volum porus yang besar, diameter porus dan kelompok fungsional tertentu yang disesuaikan pada permukaannya. Berdasarkan sifat ini, mesoporus silika dapat diaplikasikan pada berbagai aplikasi, seperti pendukung katalis, sensor, dan sistem pengiriman obat.

2.12 State Of The Art (Penelitian Terdahulu)

Pada penelitian (Ghorbani, 2015) melakukan sebuah penelitian tentang limbah sekam padi dengan kadar silika amorfus yang tinggi. Namun, karena adanya pengotor ion logam dan karbon yang tidak terbakar dalam kandungan sekam padi dapat menimbulkan efek buruk pada warna dan kemurnian produk.



Sekam padi pada saat pembakaran menghasilkan 14-20% abu, yang mengandung silika 80-95% dalam bentuk kristal bersama-sama dengan jumlah jejak kotoran logam (Chandrasekhar, 2005). Dengan metode pretreatment dan mengendalikan kondisi terbakar seperti suhu dan waktu, silika amorf dengan kemurnian tinggi dan ukuran partikel ultrafine dapat diproduksi. Suhu dan waktu pembakaran merupakan dua faktor penting untuk menentukan apakah silika dalam abu sekam padi (RHA) tetap amorf atau menjadi kristal (Della, 2002).

Beberapa penelitian telah dilakukan untuk mengkonfirmasi suhu yang sesuai untuk mempersiapkan silika amorf. Pekerjaan kami sebelumnya (Ghorbani, 2015) mengungkapkan bahwa 600°C adalah suhu optimum untuk menghasilkan silika amorf. Juga, Rozainee dkk. (Rozainee, 2008) menemukan bahwa RHA tetap amorf selama kalsinasi pada suhu 700°C selama 6 jam. Shen et al. (Shen, 2011) menemukan bahwa fase silika RHA sensitif terhadap suhu dan waktu pembakaran. Terbukti, banyak penulis telah menyimpulkan bahwa larutan HCl, HNO₃, H₂SO₄, NaOH dan NH₄OH, dapat secara efektif menghilangkan sebagian besar logam yang terkandung dalam sekam padi.

Sekam padi di berikan 3 larutan perlakuan asam 1N ,yaitu HCl (37%), HNO₃ (90%), dan H₂SO₄ (95% -98%). Proses pembakaran pada furnace dengan suhu 600°C selama 6 jam. Pada proses sintesis menggunakan metode sol-gel dengan temperature kamar.

Tabel 2.4 Sifat fisik silika yang diekstrak dengan berbagai metode perlakuan asam (Farshid ghorbani, 2015).

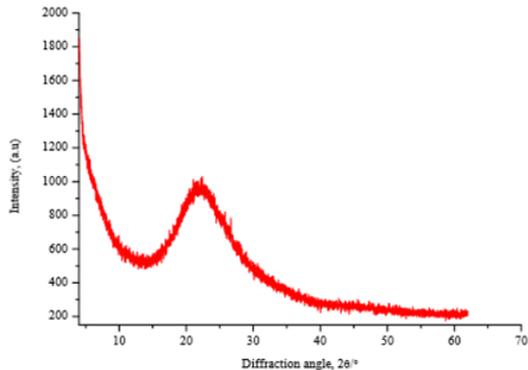
Treatment methods	Ash product (%)	BET (m ² .g ⁻¹)
Leaching by HCl	24.58	272.96
Leaching by H ₂ SO ₄	22.93	299.04
Leaching by HNO ₃	30.92	277.52
No leaching	16.60	19.57

Kandungan abu dan luas permukaan BET dari silika yang diekstraksi dengan menggunakan perlakuan berbeda disajikan pada Tabel 2.4. Kandungan abu minimum 16,60%, yang diperoleh setelah pembakaran sekam padi yang mengacu pada sampel tanpa

perlakuan, dan abu maksimum 30,92% mengacu pada sampel yang diolah dengan asam nitrat. Meskipun ada perbedaan kecil pada kandungan abu dan luas permukaan BET, di antara tiga teknik perlakuan asam yang berbeda, perlakuan HNO_3 menghasilkan hasil terbaik (Shinohara dan Kohyama 2004).

Tabel 2.5 Kandungan mineral RHA dengan atau tanpa perlakuan asam (Farshid ghorbani, 2015).

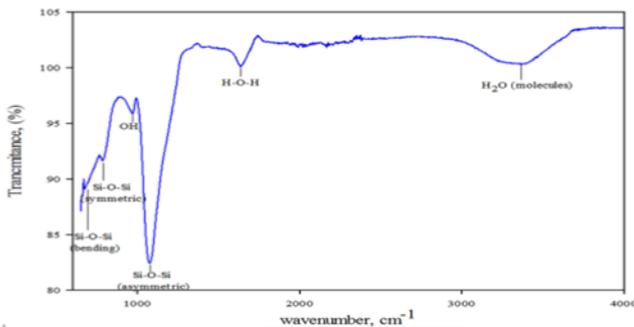
Treatment	Compound (% by wt.)									
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	CaO	K ₂ O	P ₂ O ₅	MnO	LOI*	TOTAL
Leaching by H ₂ SO ₄	92.89	0.08	0.02	0.13	1.14	0.02	0.37	-	5.23	99.88
Leaching by HNO ₃	94.79	0.06	0.02	0.11	0.49	0.11	0.72	0.01	3.17	99.47
Leaching by HCl	95.55	0.13	0.03	0.09	0.56	0.05	0.45	-	2.75	99.63
No treatment	85.15	0.29	0.19	0.92	1.31	4.95	2.50	0.25	3.04	98.86



Gambar 2.7 Difraktogram silika yang diekstraksi dari sekam padi yang diolah dalam 1 N asam HCl diikuti dengan pembakaran pada 600 °C (Farshid ghorbani, 2015).

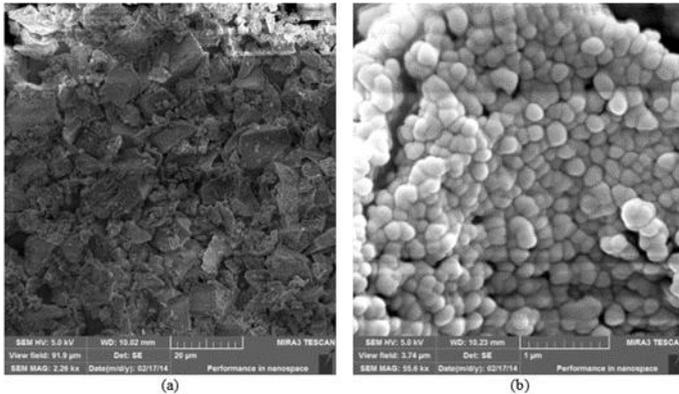
(Ghorbani Farshid,2013), menemukan hasil yang serupa dan menunjukkan bahwa penerapan asam hidroklorida sangat efektif dalam mengurangi kandungan oksida logam alkali (Na_2O dan K_2O) pada abu. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa kandungan silika pada abu hasil pencucian dengan asam hidroklorida 1 N, nitrik dan sulfat meningkat dari 85,15% menjadi 95,55%, 94,79 dan 92,89. Oleh karena itu, kemurnian tertinggi silika amorf

95,55% diperoleh dengan menerapkan perlakuan awal HCl pada sekam padi. Real dan rekan kerja (Nyata, Alcalá et al 1996) telah menunjukkan bahwa perlakuan awal sekam padi dengan larutan HCl sebelum pembakaran pada suhu 600°C dapat menghasilkan silika yang relatif murni sekitar 99,5%. Pola difraksi sinar-X. Silika yang dihasilkan oleh pembakaran sekam padi yang diolah dalam 1 N asam HCl disajikan pada Gambar. 2.7. Bukit seperti puncak di kisaran $2\theta = 15^{\circ}$ sampai 30° , menunjukkan tidak adanya struktur kristal.



Gambar 2.8 FTIR silika nanopartikel (Farshid ghorbani, 2015).

Berdasarkan hasil FTIR pada Gambar 2.8 menunjukkan bahwa peak pada 1075 , 780 dan 665 cm^{-1} adalah tipikal pita Si-O-Si (Ghorbani Farshid., Habibollah Younesi et al 2013). Ketiga puncak ini adalah indeks utama dari bahan silika, yang mewakili keberhasilan produksi silika nanopartikel. H-O-H terdapat pada peak sekitar 1650cm^{-1} (An Dongmin., Guo Yupeng. Et al. 2010). Spektrum tersebut menunjukkan molekul air yang teradsorpsi (Kalapathy, Proctor et al., 2000).



Gambar 2.9 Scanning electron micrograph (SEM) dari: a) RHA yang diproduksi dengan proses leaching dan pembakaran pada suhu 600 °C (20 μm.), b) Nanopartikel silika (1 μm) (Farshid ghorbani, 2015).

Pada Gambar 2.9 menunjukkan hasil pengujian SEM sampel RHA dan Silika Nanopartikel. Sampel RHA yang dihasilkan setelah perlakuan awal dengan HCl 1N dan dibakar pada suhu 600° C pada Gambar 2.9a pada pembesaran lebih dari 2000 kali. Partikel silika menunjukkan struktur serat yang tidak berbentuk bola dan tidak beraturan. Ini sesuai dengan penelitian sebelumnya (Kordatos, Gavela et al 2008). Gambar 2.9b merupakan silika nanopartikel pada pembesaran 55600 kali. Dapat diamati bahwa silika nanopartikel memiliki bentuk melingkar dengan ukuran partikel rata-rata 200 ± 20 nm. Karena sifat nonkonduktif dari silika, muatan cepat terakumulasi pada permukaan bubuk (Lu dan Hsieh 2012).

Pada penelitian (Shiquin Liu, 2007) melakukan sebuah penelitian tentang bola berongga yang memiliki aplikasi potensial di bidang teknik karena morfologi dan struktur khusus mereka. Pori-pori di cangkang berongga bisa menjadi jalan bagi zat tamu masuk ke dalam atau keluar dari cekungan, memungkinkan bola berongga diterapkan di bidang adsorpsi, pemisahan, katalisis, reaktor mikro, kapsul, dll. Hal ini juga menunjukkan bahwa bola berongga memiliki sifat mekanik, akustik, optik, elektromagnetik

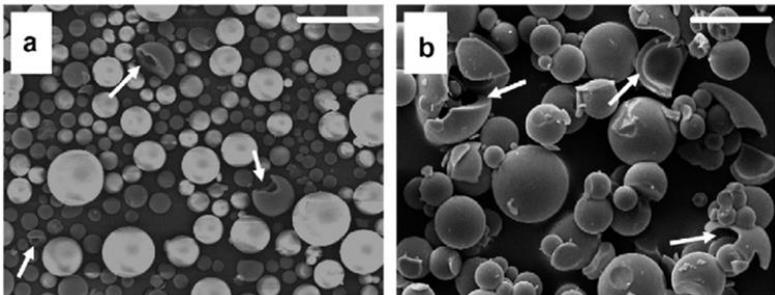
dan termal yang unik, membuat bola berongga menarik sebagai bahan fungsional baru yang maju.

Dalam pembuatan bola silika berongga berukuran puluhan mikrometer dengan menggunakan template octylamine (OA). Pekerjaan saat ini menunjukkan bahwa kulit dari silika berongga yang disintesis memiliki struktur mesostruktur yang berbeda, bergantung pada jumlah TEOS yang digunakan dalam sintesis.

Untuk mensintesis bola berongga, TEOS dan OA pertama kali dicampur selama 3 menit dengan laju pengadukan 600 rpm. Kemudian, air suling yang mengandung sejumlah kecil HCl Ditambahkan dengan cepat, dan dilanjutkan dengan pengadukan selama 5 menit. Endapan yang dihasilkan dikumpulkan dengan filtrasi vakum dan dikeringkan dengan udara. Sampel kering kemudian dikalsinasi sampai 550⁰C selama 6 jam dengan laju pemanasan 10⁰C / menit.

Tabel 2.6 Komposisi sintesis dua sampel representatif (Shiquin Liu, 2007)

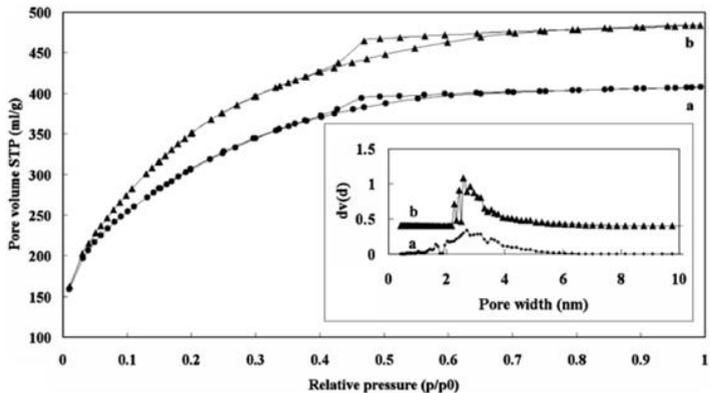
Sample	TEOS/ml	Octylamine/ml	Water/ml	HCl concd./ml
L	11.25	11.25	101.25	0.21
H	33.75	11.25	101.25	0.21



Gambar 2.10 SEM a) sampel L, b) sampel H. (Skala: 100 μ m) (Shiquin Liu, 2007)

Hasil pengujian SEM Gambar 2.10 menyatakan bahwa sampel L dan H dapat dilihat bahwa kedua sampel terdiri dari bola

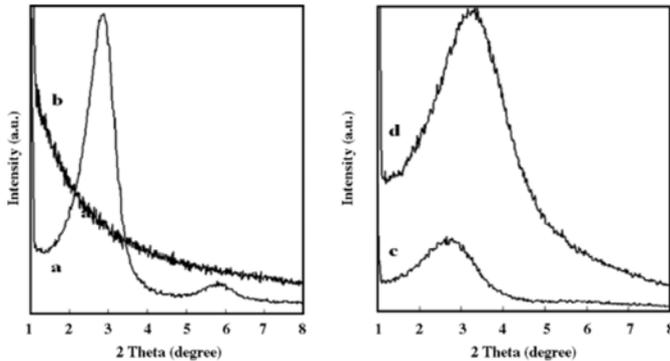
berukuran mikrometer. Partikel yang pecah (lihat tanda panah) menunjukkan bahwa bidangnya kosong. Namun, bola pada sampel L diskrit, sedangkan bola pada sampel H sedikit teragregasi dan umumnya lebih besar dari pada sampel L.



Gambar 2.11 Isotherm dan DFT berdasarkan kurva distribusi ukuran pori. a) L, b)H (Shiquin Liu, 2007)

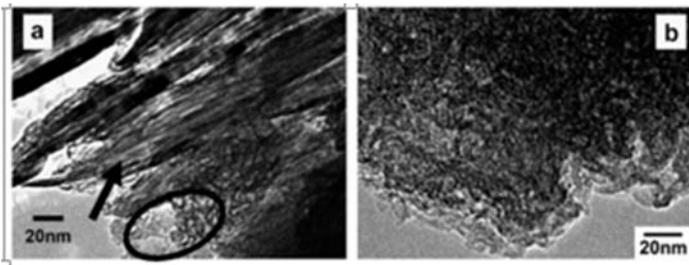
Perhitungan menunjukkan bahwa sampel L memiliki luas permukaan $1123 \text{ m}^2/\text{g}$ dan volume pori $0,6291 \text{ ml/g}$. Untuk sampel H, luas permukaan dan volume pori meningkat menjadi $1322 \text{ m}^2/\text{g}$ dan $0,7465 \text{ ml/g}$. Kurva distribusi ukuran pori (PSD) Gambar 2.11 dari sampel L, menunjukkan bahwa kulit silika berongga memiliki mikropori campuran yang berukuran sekitar $1,6 \text{ nm}$ dan mesopori yang terdistribusi secara luas berpusat sekitar $2,7 \text{ nm}$. Sebaliknya, kurva PSD pada Gambar 2.11 sampel H hanya memiliki mesopori pada kulit silika berongganya. Ukuran mesopori sama dengan yang ada pada sampel L, sedangkan distribusi mesopori lebih sempit.

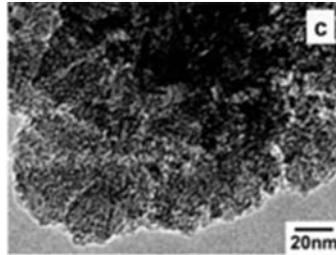
Perbandingan antara eksperimen dan kurva perhitungan penyerapan DFT memberikan kesalahan pengisian $0,342\%$ dan $0,398\%$ untuk sampel L dan H, masing-masing, mengindikasikan akurasi yang baik dari perkiraan ukuran pori oleh model DFT.



Gambar 2.12 XRD (a) sampel L tanpa kalsinasi, (b) sampel L kalsinasi, (C) sampel H tanpa kalsinasi, dan (d) sampel H kalsinasi(Shiquin Liu, 2007)

Hasil dari pengujian XRD pada Gambar 2.12(a) menunjukkan bahwa pada 2θ terdapat dua puncak 2,88 dan 5,8 derajat dari sampel L yang tidak dikalsinasi. Dapat diindeks ke fase lamelar. Setelah sampel dikalsinasi, menunjukkan pola XRD tanpa puncak Gambar 2.12 (b), yang menunjukkan bahwa nanopores, yang ditunjukkan oleh hasil adsorpsi N_2 , didistribusikan secara acak di kulit silika berongga. Sebaliknya, sampel H tanpa kalsinasi terdapat puncak tunggal pada derajat 2,8 2θ Gambar 2.12 (c). Pola XRD yang serupa dicatat untuk sampel kalsinasi H, bahwa puncaknya bergeser ke posisi 2θ pada 3,16 derajat. Pergeseran puncak di atas disebabkan oleh kondensasi dan kontraksi kerangka silika selama kalsinasi.





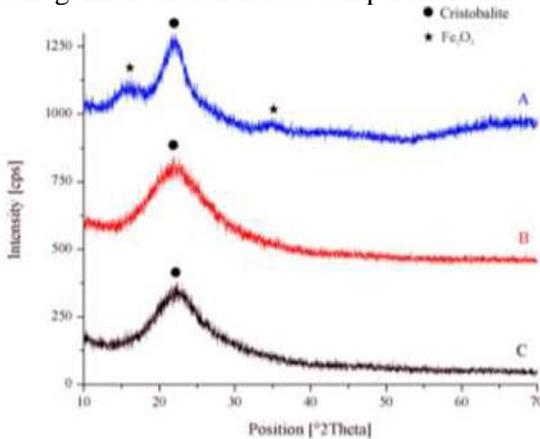
Gambar 2.13 TEM (a) tanpa kalsinasi sampel L, (b) kalsinasi sampel L, (c) kalsinasi sampel H (Shiquin Liu, 2007)

Hasil pengujian TEM pada Gambar 2.13 (a), sampel L yang tidak dikalsinasi menunjukkan struktur lamelar (panah menunjuk daerah). Sementara itu, terdapat segmen hibrida (area yang dilingkari) dengan dua fase campuran, ditunjukkan oleh hitam dan putih. Segmen ini mungkin merupakan tampilan vertikal dari template-silica laminas. Setelah sampel dikalsinasi, struktur lamelar sepenuhnya terganggu karena pengangkatan template organik. Namun, silika laminas dengan nanopores tetap tapi terdistorsi dan melengkung terlihat pada Gambar 2.13 (b). Hasilnya menjelaskan bahwa walaupun tidak ada difraksi difraksi XRD yang diamati untuk sampel kalsinasi L, bola berongga masih memiliki luas permukaan dan volume pori-pori yang tinggi. Pada Gambar 2.13 (c) menunjukkan bahwa bola silika berongga pada sampel H memiliki cacing khas seperti struktur sebagai bahan tempel bertingkat netral tipe HMS. (Tidak banyak perbedaan yang diharapkan pada Gambar TEM dari sampel H yang tidak dikalsinasi dan dikalsinasi, walaupun setelah kalsinasi, posisi tempelan diganti oleh nanopores.

(Umeda dan Kondoh) menyatakan produksi silika amorf dengan kemurnian tinggi dengan 99,5-99,77% massa dari sekam padi pada 800°C.

Pada penelitian (Nurhayati, 2017) menyatakan bahwa material silika nanopartikel mesopori dengan ukuran kristal antara 4 sampai 82 nm. Selain itu, distribusi dan ukuran partikel silika

seragam dengan ukuran antara 8 sampai 150 nm. Gugus fungsi berdasarkan uji FTIR silika nanopartikel mesopori berupa gugus siloksan (Si-O-Si). Pengaruh dari penambahan surfaktan dan perlakuan hidrotermal adalah meningkatkan dan menghomogenkan ukuran kristal dan partikel silika.



Gambar 2.14 Difraktogram dari sampel (A) Sekam padi sebelum dibakar, (B) abu sekam padi hasil proses leaching HCl dan kalsinasi 600°C, (C) SiO₂ hasil ekstraksi (Nurhayati, 2017)

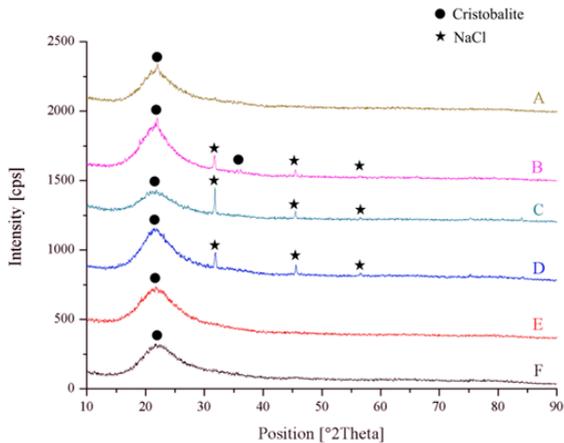
Berdasarkan Gambar 2.14 menunjukkan grafik amorfus dengan puncak 2θ sebesar 22° dimana rentang 2θ untuk menghasilkan silika dengan fasa amorfus sebesar 20°-23°. Puncak-puncak tersebut menunjukkan silika dengan fasa cristobalite yang sesuai dengan RDF card ICDD #00-002-0285. Pada Gambar 2.13(A) menunjukkan pula puncak pada 2θ sebesar 15,0091°, 16,0601°, 34,8023°, 35,3278°, dan 37,2545°. Puncak-puncak tersebut menunjukkan senyawa Besi oksida (Fe₂O₃) berdasarkan PDF card ICDD #00-013-0458.



Tabel 2.7 komposisi unsur hasil pengujian EDX dari sekam padi dan abu sekam padi

Unsur	Sekam padi (wt %)	Abu sekam padi (wt %)
C	28,00	00,85
O	43,56	41,12
Na	00,15	00,29
Mg	00,39	00,32
Si	23,46	54,38
S	00,20	00,47
K	00,41	00,41
Ca	00,78	00,71
Ti	00,92	00,36
Fe	02,13	01,08

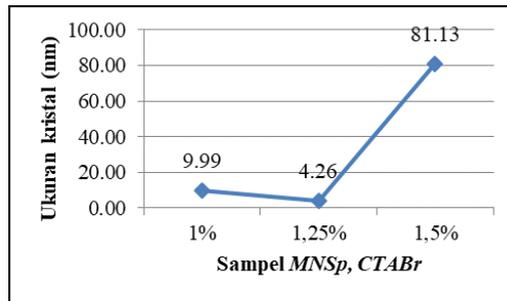
Pada tabel 2.7 menyatakan bahwa menurut Sapei, et al.(2015), pada saat proses acid leaching, logam-logam alkali seperti kalium (K) dan kalsium (Ca) akan mengalami proses penggaraman dengan adanya interaksi antara senyawa-senyawa yang mengandung logam tersebut dengan asam klorida. Sedangkan penurunan kadar logam-logam transisi seperti besi (Fe) akan terjadi pembentukan senyawa kompleks (ion kompleks). Kemudian, ion kompleks ini mampu berikatan dengan logam alkali seperti kalium (K) dan alkali tanah (Ca). Sehingga adanya pembentukan ikatan ini juga turut menyebabkan kadar unsur K dan Ca berkurang. Pada saat dilakukan pencucian dengan air, garam-garam dan senyawa-senyawa yang larut dalam air akan larut sehingga menyebabkan kandungan unsur tersebut berkurang.



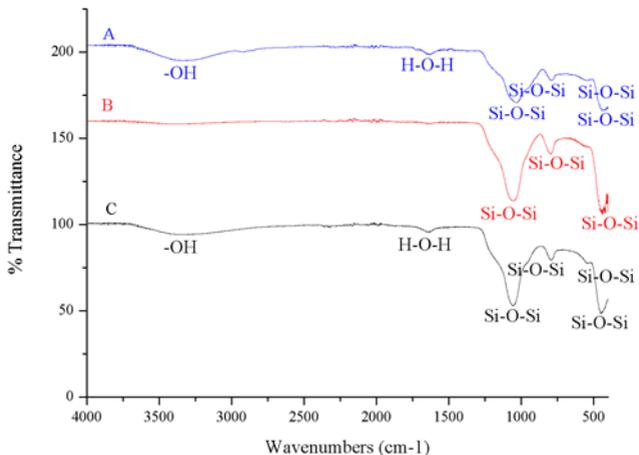
Gambar 2.15. Difraktogram dari sampel silika nanopartikel mesopori (MNSp) (A) Tanpa CTABr, (B) CTABr 1 wt.%, (C) CTABr 1,25 wt.%, (D) CTABr 1,5 wt.%, (E) CTABr 1,75 wt.%, dan (F) CTABr 2 wt.% (Nurhayati, 2017)

Pada Gambar 2.15 terdapat puncak dimana puncak tersebut merupakan puncak dari senyawa Halite atau Natrium klorida (NaCl) berdasarkan PDF card ICDD #00-005-0628 dengan struktur kristalnya berupa kubik. Puncak yang tajam tersebut mengindikasikan adanya pembentukan Na dan Cl yang terjadi selama proses titrasi. Adanya senyawa NaCl pada sampel ini juga mengindikasikan bahwa proses pencucian pada gel kurang bersih sehingga masih ada NaCl yang terjebak pada material silika.

Pada Gambar 2.16 menampilkan sampel CTABr dengan komposisi 1,75 dan 2 wt.% tidak dapat dihitung ukuran kristalnya karena merupakan unmeasured nanomaterial yang berbentuk fasa amorfus. Pori pada kedua sampel tersebut menyebabkan bentuk kurva yang melebar sehingga ukuran partikelnya tidak dapat dihitung (unmeasured).



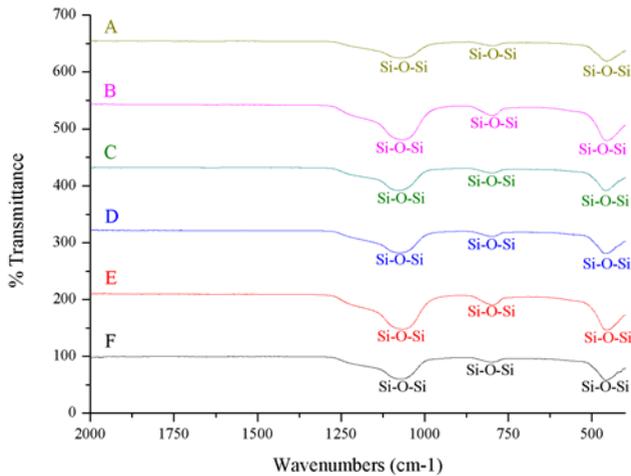
Gambar 2.16 Grafik pengaruh penambahan Setiltrimetil ammonium bromida (CTABr) terhadap ukuran kristal dari sampel silika nanopartikel mesopori (MNSp) (Nurhayati, 2017)



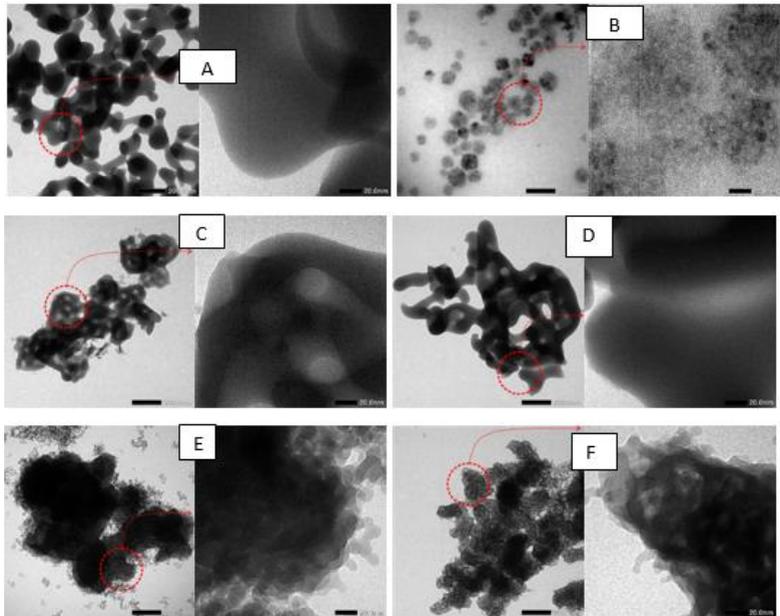
Gambar 2.17 Spektra FTIR dari sampel (A) Sekam padi (B) Abu sekam padi (RHA) dan (C) Silika hasil ekstraksi (SiO₂) (Nurhayati, 2017)

Pada Gambar 2.17 menunjukkan spectra FTIR untuk masing-masing sampel. Pada sampel abu sekam padi sudah tidak menunjukkan adanya gugus -OH, sehingga hal ini menunjukkan

bahwa pada proses pembakaran pada temperatur 600°C cukup efektif dalam penghilangan senyawa-senyawa organik. Di samping itu, silika yang diperoleh dari sekam ini bersifat hydrous, dimana ditunjukkan oleh adanya gugus -OH pada rentang bilangan gelombang 3700-3200 cm^{-1} serta H-O-H yang teradsorpsi pada rentang bilangan gelombang 1630-1600 cm^{-1} . Hal ini menunjukkan bahwa terdapat molekul air yang teradsorpsi pada permukaan silika.



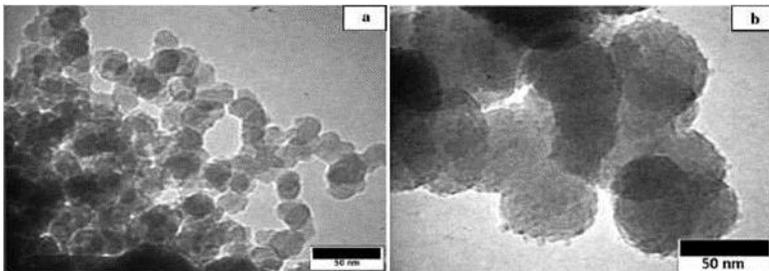
Gambar 2.18 Spektra FTIR dari sampel silika nanopartikel mesopori (MNSp) (A) Tanpa CTABr, (B) CTABr 1 wt.%, (C) CTABr 1.25 wt.%, (D) CTABr 1.5 wt.%, (E) CTABr 1.75 wt.%, dan (F) CTABr 2 wt% (Nurhayati, 2017)



Gambar 2.19. Mikrografi TEM dari silika nanopartikel mesopori (MNSp) (A) Tanpa CTABr, (B) CTABr 1 wt.%, (C) CTABr 1,25 wt.%, (D) CTABr 1,5 wt.%, (E) CTABr 1,75 wt.%, dan (F) CTABr 2 wt% dengan perbesaran 20000x dan 80000x (Nurhayati, 2017)

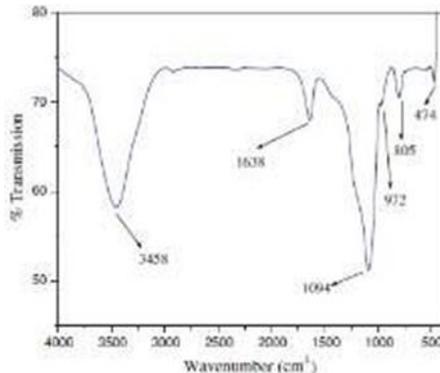
Dari hasil uji TEM, Gambar 2.19, juga dapat diketahui ukuran rata-rata partikel dari masing-masing sampel. Pada sampel dengan variasi CTABr 1 wt.%, didapatkan ukuran rata-rata partikel sebesar 55,45 nm. Pada sampel dengan variasi CTABr 1,25 wt.%, didapatkan ukuran rata-rata partikel sebesar 47,39 nm. Pada sampel dengan variasi CTABr 1,5 wt.%, didapatkan ukuran rata-rata partikel sebesar 66,83 nm. Pada sampel dengan variasi CTABr 1,75 wt.%, didapatkan ukuran rata-rata partikel sebesar 88,48 nm. Dan pada sampel dengan variasi CTABr 2 wt.%, didapatkan ukuran rata-rata partikel sebesar 91,92 nm.

Pada penelitian (Adam, et al., 2011) ini melakukan sintesis mesopori silika nanopartikel dengan morfologi berbentuk bola yang disintesis dari sekam padi. Nanopartikel cukup menarik dan potensial untuk diteliti dan diaplikasikan. Beberapa jurnal menjelaskan aplikasi dari nanosilika diantaranya sebagai adsorben, material pendukung untuk katalis heterogen, pada manufaktur elektronik semikonduktor, sebagai isolasi termal, pada sintesis keramik (silika karbida dan silika nitrida), serta pada fabrikasi beton. Penelitian ini memanfaatkan sekam padi sebagai bahan dasar silika, dimana sekam padi merupakan biomassa pada bidang pertanian. Penggunaan sekam padi ini dikarenakan biayanya murah dan mudah untuk didapatkan. Pada proses sintesis digunakan metode yang sederhana yaitu dengan metode sol-gel pada kondisi ambien, temperatur ruangan (sekitar 30°C) dan tanpa menggunakan template. Pada tahap preparasinya dilakukan proses ekstraksi silika dari sekam padi tanpa adanya proses kalsinasi.

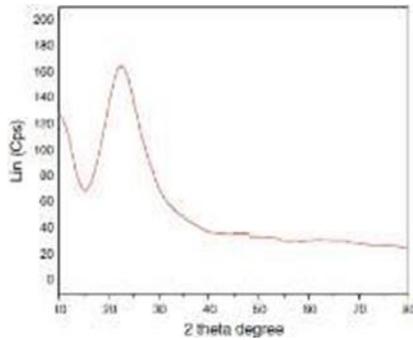


Gambar 2.20 TEM Silika nanopartikel pada pembesaran 600x (a), dan pembesaran 800x(b) (Adam, et al., 2011)

Gambar 2.22 merupakan hasil analisis adsorpsi-desorpsi nitrogen, silika sekam padi menunjukkan luas permukaan BET sebesar 245 m²g⁻¹. Silika nanopartikel memiliki distribusi ukuran pori yang sempit antara 5,6 sampai 9,6 nm. Sedangkan berdasarkan hasil analisa EDX menunjukkan adanya unsur karbon (C), oksigen (O), dan silika (Si). Si dan O mengindikasikan terbentuknya ikatan siloksan (Si-O-Si) dan kelompok silanol (Si-OH) yang menunjukkan kadar karbon yang rendah dari sekam padi dari hasil pengujian FTIR, Gambar 2.23, serta silika yang dihasilkan berupa amorfus yang ditunjukkan dengan lebar dan tingginya intensitas peak yang dihasilkan ($2\theta = 22^\circ$) dari hasil pengujian XRD, Gambar 2.24.



Gambar 2.23 Spektra FTIR RH-Silika (Adam, et al., 2011)



Gambar 2.24 Difraktogram X-ray dari RH-Silika (Adam, et al., 2011)



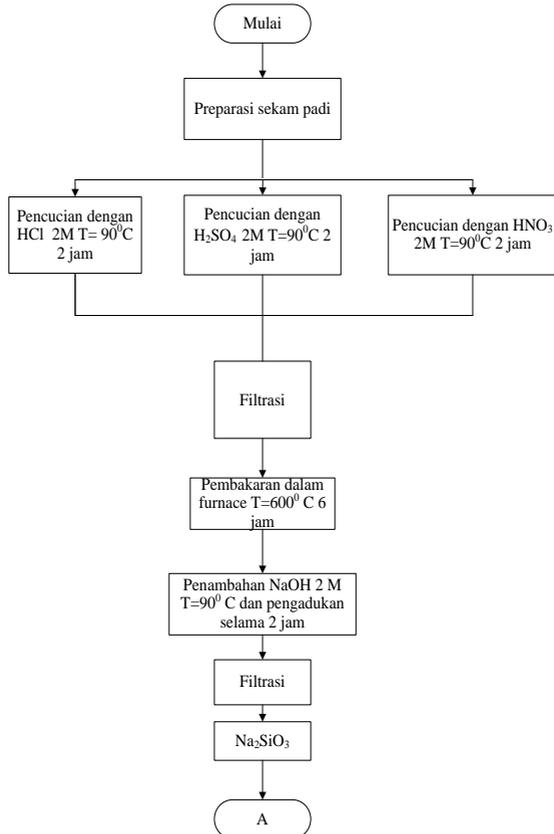
(Halaman ini sengaja dikosongkan)

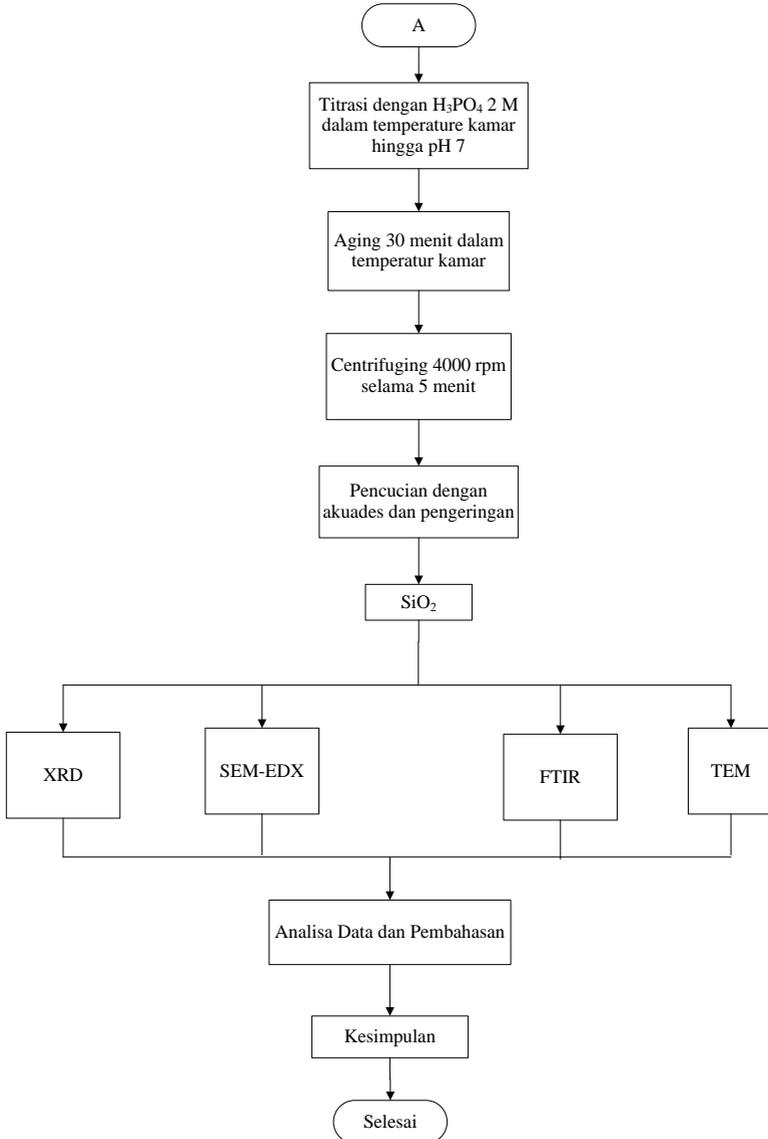
BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Diagram Alir

Pada penelitian ini terdapat dua tahapan yang akan dilakukan, yakni tahap ekstraksi silika dari sekam padi dan sintesa *hollow* mesoporous silika nanopartikel

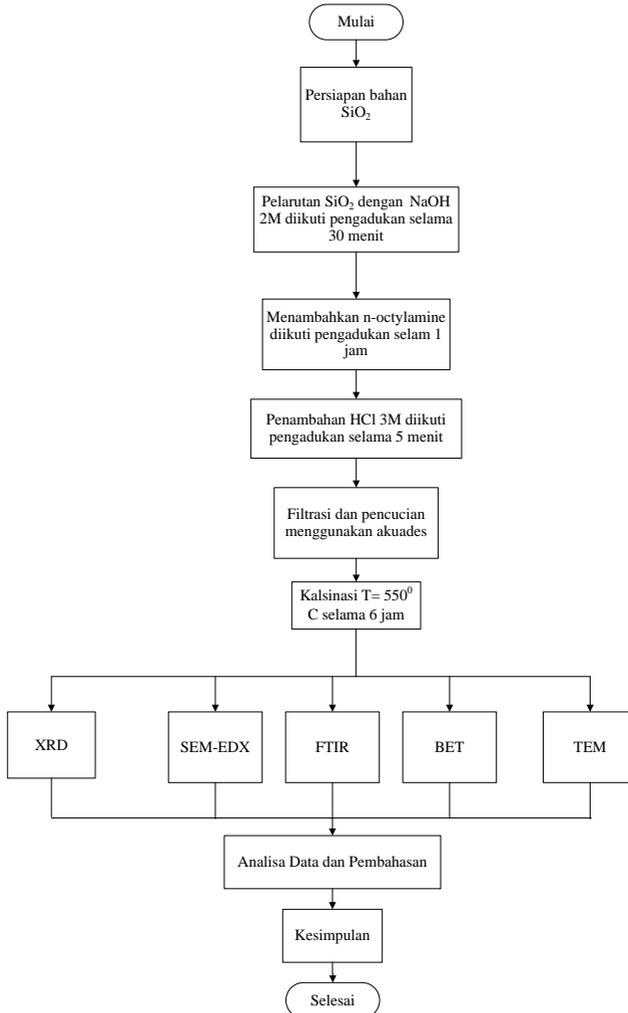




Gambar 3.2 Diagram Alir Tahap Ekstraksi Silika



3.1.1 Sintesa *Hollow Mesoporous Silika Nanopartikel*



Gambar 3.2 Diagram Alir Pembuatan *Hollow Mesoporous Silika*



3.2 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Sekam Padi
2. Larutan Asam klorida (HCl) 37%
3. Aquades
4. Larutan HNO_3
5. Larutan H_2SO_4
6. *Octyl Amine*

3.3 Alat-alat Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Timbangan Digital
Timbangan digital digunakan untuk mengukur massa serbuk.



Gambar 3.3 Timbangan digital

2. *Spatula*
Spatula digunakan untuk mengambil serbuk yang akan digunakan.



Gambar 3.4 *Spatula*

3. *Crusible*

Crusible digunakan sebagai wadah spesimen saat kalsinasi maupun *sintering*.



Gambar 3.5 *Crusible* ukuran 50 mL

4. *Muffle Furnace*

Muffle furnace digunakan untuk proses pengeringan dan kalsinasi.



Gambar 3.6 *Muffle Furnace*



5. Kertas Saring

Kertas saring digunakan untuk memisahkan ampas hasil dari reaksi sekam padi dengan larutan NaOH 2 M dan endapan *mesoporous silica*.



Gambar 3.7 Kertas saring Jepang

6. Gelas Ukur

Gelas ukur digunakan untuk mengukur volum larutan yang akan digunakan.



Gambar 3.8 Gelas ukur

7. *Beaker Glass*

Beaker glass digunakan sebagai wadah spesimen saat pencampuran, pengadukan, maupun pencucian dengan akuades.



Gambar 3.9 *Beaker glass*

8. *Erlenmeyer*

Erlenmeyer digunakan sebagai wadah spesimen saat metode sol-gel.



Gambar 3.10 *Erlenmeyer*

9. Kerta pH

Kertas pH digunakan untuk mengukur pH pada spesimen.



Gambar 3.11 Kertas pH

10. *Buchner Funnel*

Buchner funnel digunakan untuk proses penyaringan yang dipasangkan pada labu penyaring dan pompa penghisap. *Buchner funnel* yang digunakan merupakan hasil buatan



Gambar 3.12 *Buchner funnel*

11. Kompresor

Kompresor berfungsi sebagai pompa penghisap yang dihubungkan pada labu penyaring.



Gambar 3.13 Kompresor (pompa penghisap)

12. *Centrifuge*

Centrifuge digunakan untuk memisahkan bahan tersuspensi dari medianya.



Gambar 3.14 *Centrifuge*

13. Hot Plate and Magnetic stirrer

Hot plate and magnetic stirrer digunakan untuk menghomogenkan suatu larutan dengan pemanasan maupun pengadukan.



Gambar 3.15 Hot Plate and Magnetic stirrer

14. Pengujian

SEM-EDX, XRD/SAXS, FTIR, TEM, BET surface analysis.

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Persiapan Bahan

Sekam padi dicuci terlebih dahulu hingga bersih untuk menghilangkan kotoran, seperti tanah yang dapat larut dengan air. Kemudian, sekam padi dijemur di bawah sinar matahari langsung hingga kering. Lamanya waktu penjemuran menyesuaikan dengan keringnya sekam padi.

3.4.2 Ekstraksi Silika dari Sekam Padi

Ekstraksi silika (SiO_2) dilakukan dengan cara menambahkan HCl 2 M sebanyak 100 ml pada sampel A, H_2SO_4 2M sebanyak 100 ml pada sampel B, HNO_3 2M 100 ml pada sampel C, dan, sambil dipanaskan dengan temperatur 90°C selama 2 jam. Kemudian dicuci hingga pH 7 dan dipanaskan dalam muffle furnace 600°C selama 4 jam. Hasil pemanasan tersebut direaksikan dengan NaOH 2 M sebanyak 100 ml dengan stirring 90°C selama 2 jam. Setelah itu dibiarkan mendingin dan disaring ampasnya menggunakan kertas saring. Larutan hasil saringan dititrasi dengan larutan H_3PO_4 2 M sedikit demi sedikit hingga pH mencapai 7. Setelah itu, dibiarkan 30 menit untuk proses aging.

Proses aging selesai, dimasukkan dalam mesin centrifuge 4000 rpm selama 5 menit kemudian dilanjutkan



dengan mencuci endapan yang terbentuk dengan akuades. Endapan tersebut dicuci minimal tiga kali hingga tidak berkeruh. Endapan tersebut kemudian dilakukan pengeringan (*drying*) dengan suhu 100°C selama dua jam. Hasil dari proses pengeringan tersebut diambil sampel kemudian dilakukan pengujian.

3.4.3 Proses Pembuatan Mesoporous

Dalam tahap ini bahan-bahan yang digunakan adalah silika hasil ekstraksi dari sekam padi (SiO_2), dan Octyl Amine. Sodium silikat sebanyak 2 gr dilarutkan dalam NaOH 2M dan di stirring selama 30 menit. Kemudian ditambahkan Octyl Amine sebanyak 1ml dan di stirring selama 1 jam. Kemudian di titrasi dengan HCl 3M sampai pH 10 stirring selama 5 menit, endapan yang dihasilkan dikumpulkan dengan penyaringan vakum dan dikeringkan dengan udara. Sampel kering kemudian dikalsinasi sampai 550°C selama 6 jam.

3.4.4 Pengujian

Pengujian dilakukan untuk mengetahui fasa, gugus fungsi, struktur dan ukuran porus dari hollow hollow silika nanopartikel mesopori dengan variasi komposisi dalam pembentukannya. Pengujian yang dilakukan sebagai berikut.

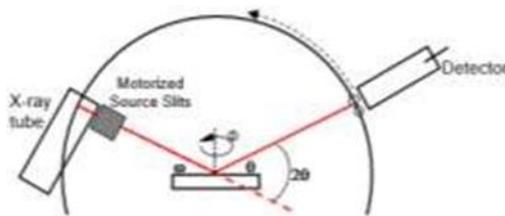
3.4.4.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi ini dilakukan pada semua spesimen uji untuk melihat fasa-fasa yang terbentuk dari silika maupun *hollow* silika nanopartikel mesopori. Uji difraksi Sinar-X (XRD), Gambar 3.16, dilakukan menggunakan seperangkat alat yang disebut difraktrometer Sinar-X. Karakterisasi ini dilakukan pada semua spesimen uji untuk melihat struktur kristal dan fase-fase yang terbentuk.



Gambar 3.16 Alat uji XRD PANalytical

Tahap pertama yang dilakukan dalam analisa sinar-X adalah melakukan analisa pemeriksaan terhadap sampel yang belum diketahui strukturnya. Sampel ditempatkan pada titik fokus hamburan sinar-X yaitu tepat di tengah-tengah *plate* yang digunakan sebagai tempat yaitu sebuah plat tipis yang berlubang di tengah berukuran sesuai dengan sampel (*pellet*) dengan perekat pada sisi baliknya.



Gambar 3.17 Skema alat uji XRD

Secara umum prinsip kerja XRD ditunjukkan oleh Gambar 3.17 berikut:



1. Generator tegangan tinggi berfungsi sebagai catu daya sumber sinar-X.
2. Sampel berbentuk pelet diletakkan diatas tatakan yang dapat diatur.
3. Berkas sinar-X didifraksikan oleh sampel dan difokuskan melewati celah, kemudian masuk ke alat pencacah. Apabila sampel berputar sebesar 2θ maka alat berputar sebesar θ .
4. Intensitas difraksi sinar-X direkam dalam bentuk kurva terhadap jarak antara bidang d.

Analisa yang dilakukan pada hasil XRD menggunakan analisa sebagai berikut:

1. Analisa Kualitatif
Dilakukan dengan menggunakan cara manual, yakni pencocokan puncak kurva dari data terukur hasil XRD dengan data ICDD.
2. Analisa Kuantitatif
Analisa kuantitatif dilakukan untuk menghitung ukuran kristal yang terbentuk dari data XRD.

3.4.4.2 Scanning Electron Microscope (SEM)

Pengujian SEM dilakukan terhadap *hollow* silika nanopartikel mesopori dan hasil ekstraksi silika dari sekam padi untuk mengetahui morfologi dari material tersebut. Pada prinsipnya *Scanning Electron Mikroskop* (SEM), Gambar 3.18, berfungsi sebagai tools (peralatan) untuk melihat struktur permukaan material dengan resolusi tinggi. Skema alat uji SEM ditunjukkan pada Gambar 3.19. Adapun cara kerja dari SEM adalah electron gun memproduksi electron beam, anoda menangkap electron beam untuk kemudian diarahkan ke sampel kemudian serangkaian lensa magnetik memfokuskan beam ini dan menembakkan ke sampel, *scanner* membaca struktur permukaan sampel selanjutnya



menangkap sinyal dari *secondary* dan *back scattered electron* untuk dikirim ke sistem kontrol sehingga dapat dilihat gambarnya pada monitor dan dapat dicetak bila diperlukan. Sampel metalografi yang digunakan pada pengujian SEM dilapisi dengan karbon dan lapisan emas putih yang digunakan antara cetakan sampel dan stub untuk mencegah *charging*.



Gambar 3.18 Alat uji SEM-EDX FEI tipe Inspect S-50

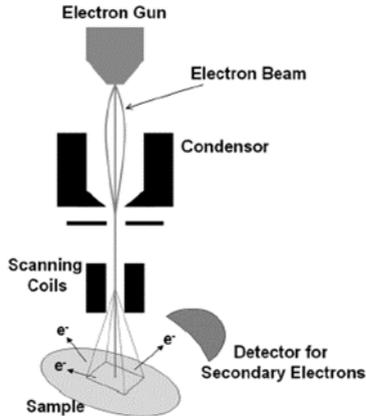
Pengujian SEM dilakukan terhadap hasil ekstraksi silika dari sekam padi untuk mengetahui morfologi dari material tersebut. Pengujian SEM dilakukan dalam 2 tahap:

a. Tahap preparasi

Sampel berupa pelet diletakkan pada holder yang telah disiapkan.

b. Tahap pengujian

Serbuk yang telah diletakkan pada holder dimasukkan ke dalam mesin uji, emudian gambar muncul pada layar komputer.



Gambar 3.19 Skema alat uji SEM

3.4.4.3 *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*

Tujuan pengujian ini adalah untuk mengetahui gugus fungsi dari sekam padi dan hasil dari ekstraksi silika. Sistem optik

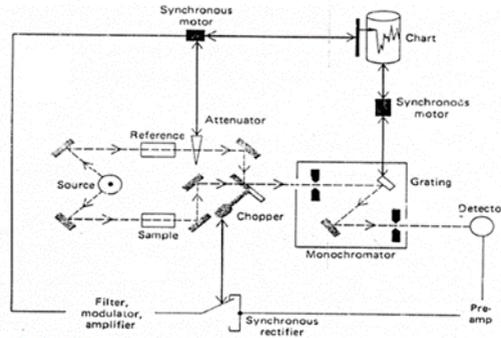
Spektrofotometer Fourier Transform Infra Red (FTIR), Gambar 3.21, ini dilengkapi dengan cermin yang bergerak tegak lurus dan cermin yang diam. Dengan demikian radiasi infra merah akan menimbulkan perbedaan jarak yang ditempuh menuju cermin yang bergerak (M) dan jarak cermin yang diam (F). Perbedaan jarak tempuh radiasi tersebut adalah 2 yang selanjutnya disebut sebagai retardasi (δ). Hubungan antara intensitas radiasi IR yang diterima detektor terhadap retardasi disebut sebagai interferogram. Sedangkan sistem optik dari Spektrofotometer Infra Red yang didasarkan atas bekerjanya interferometer disebut sebagai sistem optik *Fourier Transform Infra Red*.



Gambar 3.20 Alat uji FTIR

Pada sistem optik Fourier Transform Infra Red digunakan radiasi LASER (Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation) yang berfungsi sebagai radiasi yang diinterferensikan dengan radiasi infra merah agar sinyal radiasi infra merah yang diterima oleh detektor secara utuh dan lebih baik.

Detektor yang digunakan dalam Spektrofotometer Fourier Transform Infra Red adalah Tetra Glycerine Sulphate (disingkat TGS) atau Mercury Cadmium Telluride (disingkat MCT). Detektor MCT lebih banyak digunakan karena memiliki beberapa kelebihan dibandingkan detektor TGS, yaitu memberikan respon yang lebih baik pada frekuensi modulasi tinggi, lebih sensitif, lebih cepat, tidak dipengaruhi oleh temperatur, sangat selektif terhadap energi vibrasi yang diterima dari radiasi infra merah. Skema alat uji FTIR ini ditunjukkan pada Gambar 3.21.



Gambar 3.22 Skema alat uji FTIR

3.4.4.4 *Transmission Electron Microscope (TEM)*

Tujuan pengujian ini adalah untuk mendapatkan resolusi yang tinggi hasil pengamatan mikrostruktur dari hollow silika nanopartikel mesopori (MSNp). Gambar 3.23 merupakan alat uji TEM.



Gambar 3.23 Alat uji TEM JEOL JEM 1400

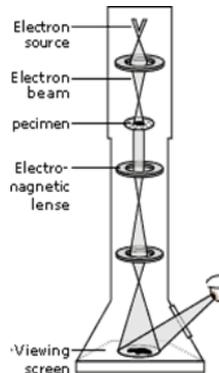


Prinsip kerja dari TEM menyerupai prinsip kerja slide projector. TEM bekerja dengan cara yang sama seperti slide projector, namun sinar cahaya pada proyektor diganti dengan electron beam yang akan menembus spesimen. Transmisi cahaya ini lalu diproyeksikan ke layar fosfor dan membentuk sebuah hasil berupa image atau gambar untuk dilihat oleh penggunanya.

Gambar 2.24 merupakan skema alat uji TEM. Electron source pada bagian atas menggambarkan electron gun yang menghasilkan arus elektron yang monokromatis. Arus ini terfokus menjadi arus yang kecil, tipis dan koheren dengan menggunakan lensa condenser 1 dan 2. Lensa pertama berfungsi untuk mengatur ukuran spot, yaitu ukuran akhir dari titik yang akan menyerang sampel. Lensa kedua berfungsi untuk mengubah ukuran spot pada sampel, yaitu mengubah arus elektron yang sebelumnya berpendar menjadi sebuah titik. Arus tersebut akan terhalang oleh condenser aperture, menghasilkan pantulan dengan sudut yang besar dan akan menghasilkan titik di ujung pantulan yang menuju ke tengah. Arus elektron tersebut akan menembus sampel dan bagian-bagian yang dapat dilaluinya.

Arus yang dapat tembus difokuskan oleh lensa objektif untuk menghasilkan gambar. Celah objektif dan celah area yang dipilih dapat menghambat electron beam, celah objektif menghasilkan kontras dengan membelok elektron dengan sudut yang besar, celah area terpilih memungkinkan pengguna untuk meneliti pola-pola difraksi dari elektron melalui keteraturan susunan atom dalam sampel. Gambar akan melewati lensa intermediate dan lensa proyektor dimana gambar ini akan mengalami pembesaran atau pelebaran. Gambar akan menuju layar fosfor dan cahaya akan muncul, sehingga pengguna dapat melihat gambar tersebut. Bagian gelap pada gambar menunjukkan bahwa didaerah itu hanya ada sedikit elektron yang lewat. Bagian yang terang

menggambarkan bahwa di daerah itu lebih banyak elektron yang lewat. gambar menunjukkan bahwa didaerah itu hanya ada sedikit elektron yang lewat. Bagian yang terang menggambarkan bahwa di daerah itu lebih banyak elektron yang lewat.



Gambar 3.24 Skema alat uji TEM

3.4.4.5 *BET Surface Analysis*

BET Surface Analysis digunakan untuk untuk menentukan luas permukaan material, distribusi pori dari material, dan isotherm adsorpsi suatu gas dari *hollow* silika nanopartikel mesopori.

Pengujian ini menggunakan alat uji berupa Surface Area Analysis (SAA), seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.25. Prinsip kerja dari alat ini dengan menggunakan mekanisme adsorpsi gas, umumnya nitrogen, argon dan helium, pada permukaan suatu bahan padat yang akan dikarakterisasi pada temperatur konstan biasanya temperatur didih dari gas tersebut. Alat uji ini pada dasarnya hanya mengukur jumlah gas yang dapat diserap oleh suatu permukaan padatan pada tekanan dan suhu tertentu. Secara sederhana, jika kita mengetahui berapa volume gas spesifik yang dapat diserap oleh suatu permukaan padatan pada suhu

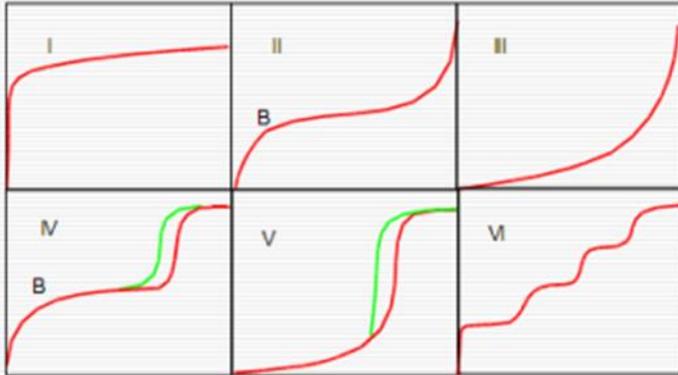
dan tekanan tertentu dan kita mengetahui secara teoritis luas permukaan dari satu molekul gas yang diserap, maka luas permukaan total padatan tersebut dapat dihitung.

Alat uji ini hanya memerlukan sampel dalam jumlah yang kecil. Biasanya berkisar 0,1 sampai 0,01 gram saja. Persiapan utama dari sampel sebelum dianalisa adalah dengan menghilangkan gas-gas yang terserap (degassing). Alat *Surface Area Analyzer* ini terdiri dari dua bagian utama yaitu *Degasser* dan *Analyzer*.



Gambar 3.25 Skema Alat Uji SAA (fisisorpsi)

Metode BET ini menganggap bahwa molekul padatan yang paling atas berada pada kesetimbangan dinamis. Ini berarti jika permukaan hanya dilapisi oleh satu molekul saja, maka molekul-molekul gas ini berada dalam kesetimbangan dalam fase uap padatan. Jika terdapat dua atau lebih lapisan, maka lapisan teratas berada pada kesetimbangan dalam fase uap padatan. Bentuk isoterm tergantung pada macam gas adsorbat, sifat adsorben dan struktur pori.



Gambar 3.26 Enam tipe kurva isoterm adsorpsi sesuai dengan IUPAC

Berdasarkan pengujian yang dilakukan, akan didapatkan kurva isoterm adsorpsi. Kurva isoterm adsorpsi terdiri dari 6 tipe menurut IUPAC yang ditunjukkan pada Gambar 3. Keenam tipe kurva tersebut dapat dijelaskan sebagai berikut.

1. Tipe I berbentuk konkaf terhadap aksis P/P_o , merupakan tipe Langmuir, dengan ciri-ciri pembatasan adsorpsi pada monolayer. Tipe ini diamati pada adsorpsi kimia (kemisorpsi), pada tekanan jauh dibawah P_o . Sedangkan pada adsorpsi fisika (fisorpsi) mengindikasikan material mikropori. Pengisian mikropori ini dilakukan pada tekanan relatif yang rendah karena kecilnya ukuran pori dan tingginya potensi adsorpsi.
2. Tipe II adalah sangat umum dalam kasus adsorpsi fisika dan sesuai dengan pembentukan multilayer dan adsorpsi pada sampel bubuk. Biasanya terjadi pada material non-pori atau makropori. Titik belok (titik B)



- menunjukkan proses pada monolayer sudah selesai dan adsorpsi multilayer dimulai.
3. Tipe III berbetuk konveks terhadap aksis P/P. Tipe ini relatif jarang terjadi, sebagai contoh yaitu adsorpsi nitrogen pada polietilen, adsorpsi nitrogen pada es dan dikarakterisasi oleh panas adsorpsi yang sama atau kurang dari panas liquefaction adsorbat.
 4. Tipe IV dan V sesuai untuk fenomena kondensasi kapiler dan menunjukkan efek histeresis. Biasanya terjadi pada padatan berpori.
 5. Tipe VI yaitu Highly uniform surface, Layer by layer adsorption, Stepped isotherm. Contohnya adsorpsi molekul non pori sederhana pada permukaan yang seragam (e.g. basal plane of graphite).

Analisa kuantitatif pada hasil BET dapat dilakukan perhitungan ukuran poros sebagai berikut berdasarkan hubungan antara nilai interplanar spacing hasil XRD dan isothermal nitrogen dengan menggunakan rumus di bawah ini.

$$S = b \cdot d \sqrt{\frac{\rho V_p}{1 + V_p}} \quad \dots 3.1$$

Dimana S = ukuran poros

b = *constant depend*

d = *interplanar spacing*

V_p = volum mesoporus

ρ = densitas dinding poros (untuk material yang mengandung silika = 2.2 cm³ g)

Selain itu, dapat pula dilakukan perhitungan tebal dinding mesoporus dengan rumus di bawah ini.



$$\text{Tebal dinding} = \frac{2d_{100}}{\sqrt{3}} - D_{BJH} \quad \dots 3.2$$

Dimana :

D_{BJH} = diameter rata-rata poros Barret-Joyner-Halenda

S_{BET} = luas permukaan Brunauer-Emmet-Teller

V_{total} = volum total poros



(halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB IV

ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan berdasarkan prosedur penelitian dan mengacu pada BAB III, maka diperoleh data-data pada pengujian-pengujian yang telah dilakukan seperti pengujian FTIR, XRD, SEM-EDX, TEM, dan BET analisis permukaan. Pengujian FTIR dilakukan untuk memperoleh data gugus fungsi pada material. Pengujian XRD dilakukan pada sekam padi, abu sekam padi, silika hasil ekstraksi, dan silika nanopartikel yang menghasilkan data untuk menentukan fasa yang terbentuk. Pengujian SEM dan TEM dilakukan untuk memperoleh data topografi permukaan dan pori. pengujian BET analisis permukaan untuk memperoleh data ukuran pori dan luas permukaan.

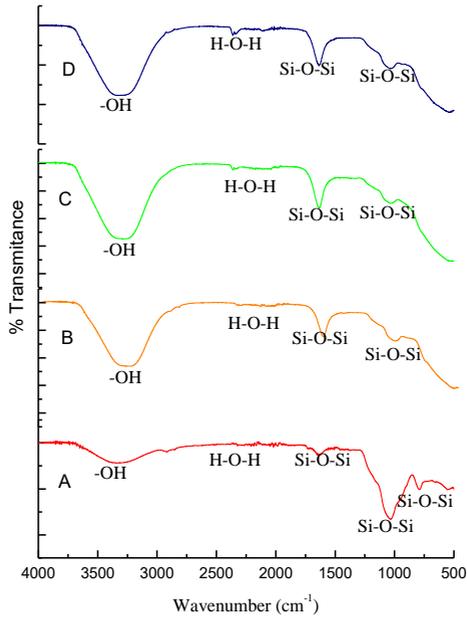
4.1 Analisa Data dan Pembahasan FTIR

Gambar 4.1 menunjukkan spektra hasil pengujian FTIR dari sekam padi dengan variasi *leaching*. Sebelum sekam padi dibakar maka sekam padi terlebih dahulu di *leaching* menggunakan asam kuat. Pada penelitian ini asam kuat yang digunakan yaitu HCl, HNO₃, dan H₂SO₄. Gugus fungsi dari hasil pengujian FTIR untuk semua sampel ditunjukkan pada Tabel 4.1. Pada spektra FTIR sampel sekam padi pada Gambar 4.1(a) terdapat gugus fungsi Si-O-Si pada bilangan gelombang 1634.33 cm⁻¹, 1033.65 cm⁻¹, 789,54 cm⁻¹ yang merupakan pita vibrasi ulur Si-O, vibrasi ulur simetri, dan vibrasi tekuk ikatan Si-O-Si serta pada bilangan gelombang 3338.63 cm⁻¹, dan 2249.00 cm⁻¹ merupakan pita vibrasi ulur gugus -OH dari silanol dan vibrasi tekuk dari molekul air yang terjebak pada matruks silika. Sedangkan pada spectra FTIR sekam padi pada Gambar 4.1(b) terdapat gugus fungsi Si-O-Si pada bilangan gelombang 1636.76 cm⁻¹, dan 1023.75 cm⁻¹ yang merupakan pita vibrasi ulur Si-O, vibrasi ulur simetri, dan vibrasi tekuk ikatan Si-O-Si serta pada bilangan gelombang 3275.58 cm⁻¹, dan 2359.00 cm⁻¹ merupakan pita vibrasi ulur gugus -OH dari silanol dan vibrasi tekuk dari molekul air yang terjebak pada matruks silika.



Sedangkan pada sampel sekam padi Gambar 4.1(c) terdapat gugus fungsi Si-O-Si pada bilangan gelombang 1636.76 cm^{-1} , dan 1023.75 cm^{-1} yang merupakan pita vibrasi ulur Si-O, vibrasi ulur simetri, dan vibrasi tekuk ikatan Si-O-Si serta pada bilangan gelombang 3275.58 cm^{-1} , dan 2349.00 cm^{-1} merupakan pita vibrasi ulur gugus -OH dari silanol dan vibrasi tekuk dari molekul air yang terjebak pada matriks silika. Sekam padi pada Gambar 4.1 (d) terdapat gugus fungsi Si-O-Si pada bilangan gelombang 1636.70 cm^{-1} , dan 1031.05 cm^{-1} yang merupakan pita vibrasi ulur Si-O, vibrasi ulur simetri, dan vibrasi tekuk ikatan Si-O-Si serta pada bilangan gelombang 3325.35 cm^{-1} , dan 2361.99 cm^{-1} merupakan pita vibrasi ulur gugus -OH dari silanol dan vibrasi tekuk dari molekul air yang terjebak pada matriks silika.

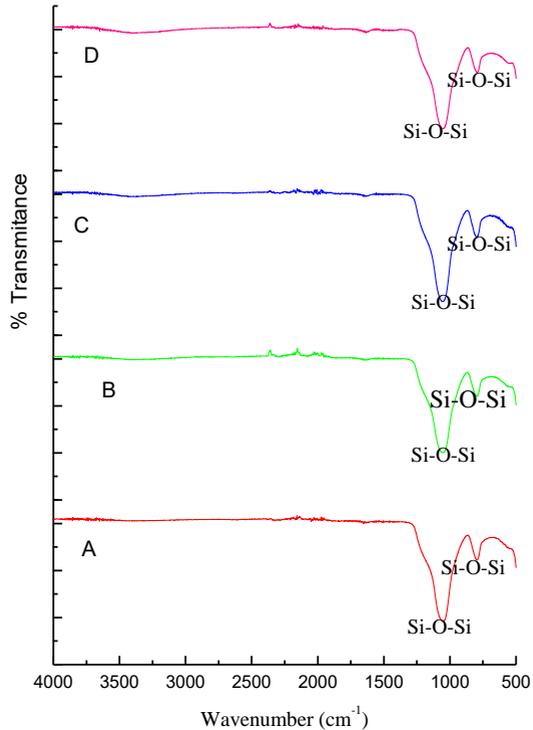
Berdasarkan Gambar 4.1 dan penjelasan di atas maka dapat disimpulkan bahwa, proses *leaching* efektif dilakukan untuk meningkatkan kadar Si-O-Si (siloksan) pada sekam padi terbukti pada sampel sekam padi tanpa *leaching* salah satunya dengan bilangan gelombang 1634.33 cm^{-1} saat dilakukan *leaching* menggunakan HNO_3 , HCl , dan H_2SO_4 meningkat 1635.58 cm^{-1} sampai 1636.76 cm^{-1} .



Gambar 4.1 Spektra FTIR dari sampel (A) sekam padi tanpa *leaching*, dan sekam padi setelah di *leaching* menggunakan (B) HNO_3 , (C) HCl , (D) H_2SO_4

**Tabel 4.1** Gugus fungsi pada sampel sekam padi

Senyawa <i>Leaching</i>	Bilangan gelombang (cm^{-1})	Gugus fungsi	Keterangan
-	3338.63	-OH	Pita vibrasi ulur gugus -OH dari ikatan silanol, Si-OH dan penyerapan molekul air.
	2249.00	H-O-H	Pita vibrasi tekuk dari molekul air
	1634.33	Si-O-Si	Pita vibrasi ulur asimetri Si-O pada ikatan Si-O-Si
	1033.65	Si-O-Si	Pita vibrasi ulur asimetri Si-O pada ikatan Si-O-Si
	789,54	Si-O-Si	Pita vibrasi ulur simetri Si-O pada ikatan Si-O-Si
HNO_3	3275.58	-OH	Pita vibrasi ulur gugus -OH dari ikatan silanol, Si-OH dan penyerapan molekul air.
	2359.00	H-O-H	Pita vibrasi tekuk dari molekul air
	1636.76	Si-O-Si	Pita vibrasi ulur asimetri Si-O pada ikatan Si-O-Si
	1023.75	Si-O-Si	Pita vibrasi ulur asimetri Si-O pada ikatan Si-O-Si
HCl	327.86	-OH	Pita vibrasi ulur gugus -OH dari ikatan silanol, Si-OH dan penyerapan molekul air.
	2349.00	H-O-H	Pita vibrasi tekuk dari molekul air
	1635.58	Si-O-Si	Pita vibrasi ulur asimetri Si-O pada ikatan Si-O-Si
	1030.93	Si-O-Si	Pita vibrasi ulur asimetri Si-O pada ikatan Si-O-Si
H_2SO_4	3325.35	-OH	Pita vibrasi ulur gugus -OH dari ikatan silanol, Si-OH dan penyerapan molekul air.
	2361.99	H-O-H	Pita vibrasi tekuk dari molekul air
	1636.70	Si-O-Si	Pita vibrasi ulur asimetri Si-O pada ikatan Si-O-Si
	1031.05	Si-O-Si	Pita vibrasi ulur asimetri Si-O pada ikatan Si-O-Si



Gambar 4.2 Spektra FTIR dari sampel (A) abu sekam padi tanpa *leaching*, dan setelah di *leaching* menggunakan (B) HNO₃, (C) HCl, (D) H₂SO₄

Spectra FTIR dari sampel abu sekam padi hasil dari pembakaran dengan temperatur 600 °C. Terlihat bahwa pada sampel (A), (B), (C), dan (D) sama-sama memiliki puncak tertinggi dengan bilangan gelombang sekitar 1054 cm⁻¹ yang merupakan gugus fungsi dari Si-O-Si (siloksan). Dimana gugus fungsi ini merupakan pita vibrasi ulur asimetri Si-O pada ikatan Si-O-Si.

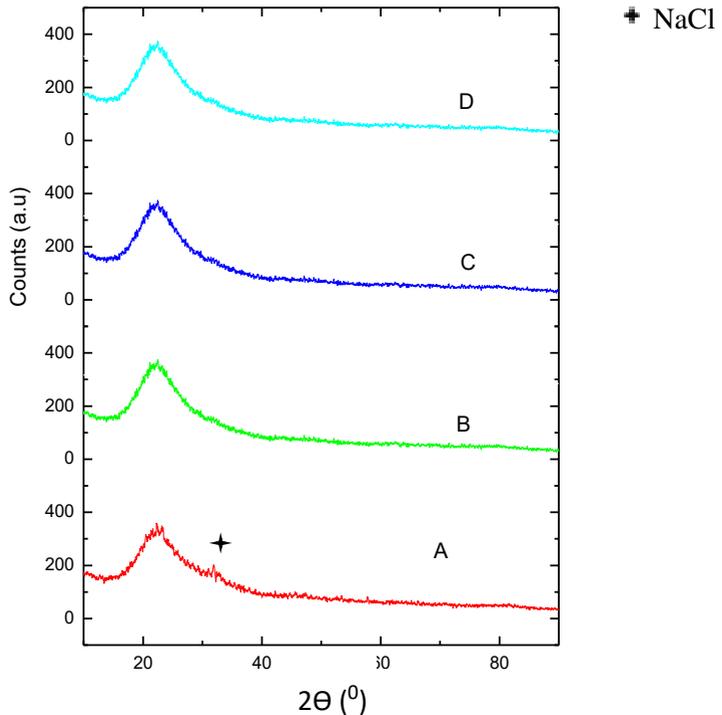


Gambar 4.2 membuktikan bahwa pada proses pembakaran gugus fungsi –OH dan H-O-H menguap, maka dari itu pengaruh *leaching* pada sekam padi ini sudah tidak terlihat lagi setelah menjadi abu sekam padi.

4.2 Analisa Data dan Pembahasan XRD

Gambar 4.3 menunjukkan difraktogram XRD dari beberapa sampel. Gambar 4.3 (A), memiliki merupakan silika hasil dari ekstraksi sekam padi tanpa *leaching*, yang mempunyai tinggi peak sekitar 400[cps] dan nilai 2θ sebesar 22.3601° . Pada sampel ini terlihat masih terdapat pengotor NaCl yang berasal dari proses pembuatan silika dari abu sekam padi. Peak NaCl telah dicocokkan berdasarkan PDF card ICCD #00-005-0628. Silika hasil ekstraksi sekam padi menggunakan proses *leaching* dengan HNO_3 , HCl, dan H_2SO_4 ditunjukkan pada Gambar 4.3 (B), (C), dan (D), mempunyai tinggi peak sebesar 400[cps] dan nilai 2θ sekitar 22° .

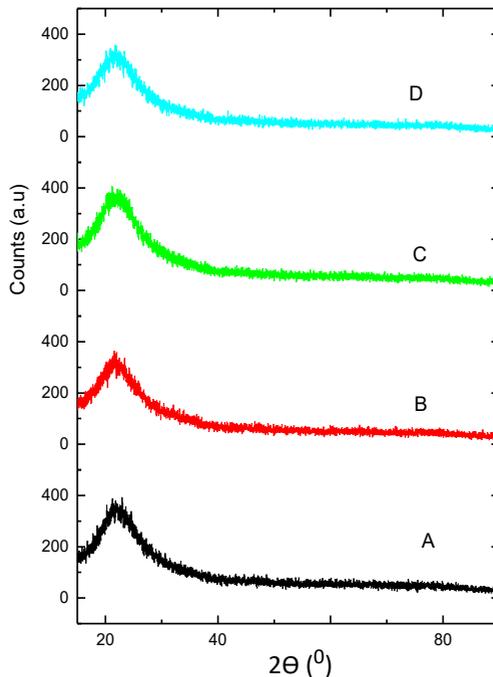
Hasil silika dari ekstraksi sekam padi mempunyai fasa yang sama yaitu amorfus. Hal ini mengindikasikan bahwa abu sekam padi dapat mengkatalisis terjadinya transformasi silika menjadi kristalin berdasarkan penelitian (Umeda, 2008).



Gambar 4.3 Difraktogram XRD dari sampel (A) silika hasil ekstraksi sekam padi tanpa proses *leaching*, dan silika hasil ekstraksi sekam padi dengan proses *leaching* (B) HNO₃, (C) HCl, dan (D) H₂SO₄



Gambar 4.4 menunjukkan difraktogram XRD dari sampel OA (Octyl Amine) dengan variasi *leaching* saat proses ekstraksi sekam padi. Gambar 4.4 (A), (B), (C), dan (D) sama-sama memiliki struktur Kristal amorfus yang memiliki nilai 2θ sekitar 21° dan tinggi peak sebesar 400[cps]. Pada sampel penambahan OA ini memiliki struktur Kristal amorfus yang seragam, karena tujuan penambahan OA ini untuk menyeragamkan ukuran pori. Sedangkan pada Tabel 4.2 menunjukkan ukuran Kristal dari silika berdasarkan hukum Bragg Scherrer.



Gambar 4.4 Difraktogram setelah penambahan OA (*Octyl Amine*) pada silika (A) tanpa proses *leaching*, (B) *leaching* dengan HNO_3 ,



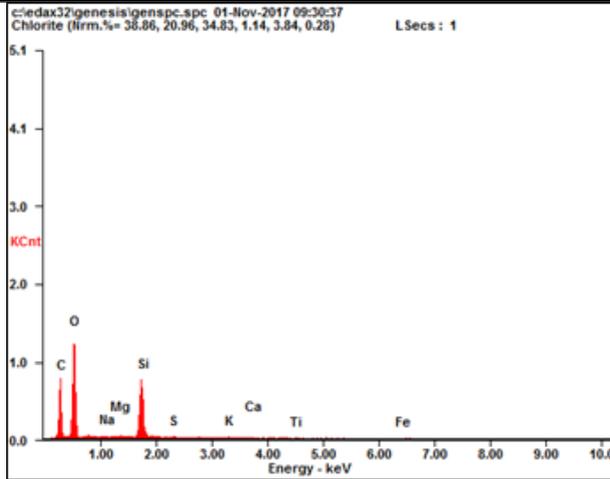
(C) *leaching* menggunakan HCl, dan (D) *leaching* menggunakan H₂SO₄

Tabel 4.2 Ukuran Kristal penambahan OA (Octyl Amine)

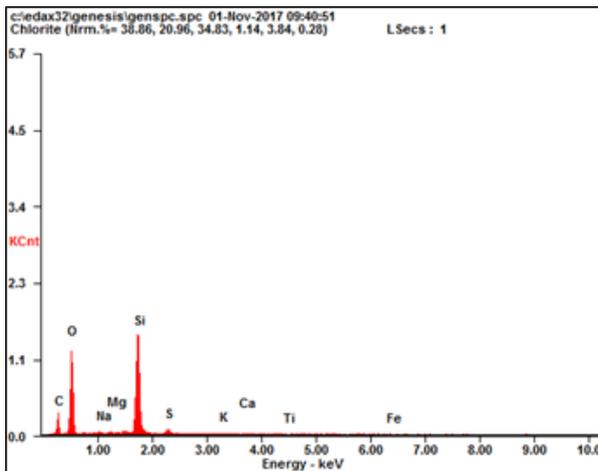
Sampel	Pos. [2θ]	FWHM [2θ]	K	λ (\AA)	B (rad)	COS θ	d (\AA)	d (nm)
OA NoL	21.5908	0.9792	0.90	1.5406	1.53	0.982	0.920	0.092
OA HNO ₃	21.6743	0.090	0.90	1.5406	0.1409	0.982	10.016	1.0016
OA HCl	21.2853	0.090	0.90	1.5406	0.314	0.983	4.489	0.4489
OA H ₂ SO ₄	21.4234	0.090	0.90	1.5406	1.533	0.982	0.920	0.0926

4.3 Analisa dan Pembahasan EDX

Menurut penelitian Sapei, et al.(2015), pada saat proses acid *leaching*, logam-logam alkali seperti kalium (K) dan kalsium (Ca) akan mengalami proses penggaraman dengan adanya interaksi antara senyawa-senyawa yang mengandung logam tersebut dengan asam kuat. Terlihat pada Gambar 4.5-4.8 kadar silika pada sekam padi berdasarkan *leaching* yang digunakan.

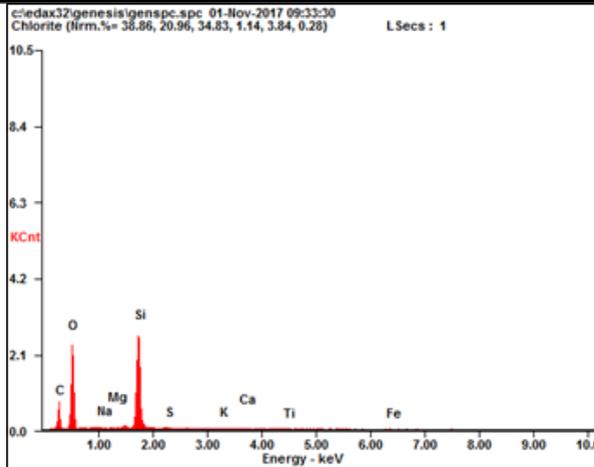


Gambar 4.5 Grafik uji EDX pada sekam padi tanpa proses *leaching*

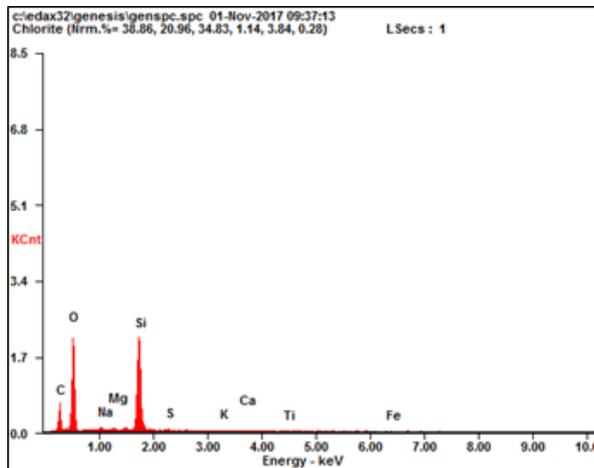


Gambar 4.6 Grafik uji EDX pada sekam padi dengan proses *leaching* menggunakan HNO_3

BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN



Gambar 4.7 Grafik uji EDX pada sekam padi dengan proses *leaching* menggunakan HCl



Gambar 4.8 Grafik uji EDX pada sekam padi dengan proses *leaching* menggunakan H₂SO₄

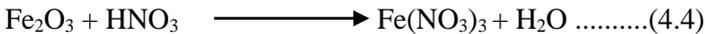
BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN



Tabel 4.3 Komposisi unsur hasil pengujian EDX sekam padi dengan variasi *leaching*

Element	Sekam No <i>Leaching</i> (wt%)	Sekam <i>Leaching</i> HNO ₃ (wt%)	Sekam <i>Leaching</i> HCl (wt%)	Sekam <i>Leaching</i> H ₂ SO ₄ (wt%)
C	28.79	15.61	17.49	15.94
O	46.88	41.68	42.38	44.02
Na	0.37	0.19	0.32	0.53
Mg	0.48	0.17	0.23	0.19
Si	21.39	39.21	37.26	35.68
S	0.22	0.95	0.63	0.4
K	0.62	0.27	0.35	0.58
Ca	0.31	0.25	0.2	0.9
Ti	0.35	0.12	0.27	0.44
Fe	0.6	1.55	0.86	1.31

Reaksi kimia yang terjadi pada unsur kimia pada sekam padi saat di *leaching* dengan HNO₃ sebagai berikut:



Sedangkan saat sekam padi di *leaching* menggunakan HCl menghasilkan reaksi kimia sebagai berikut:



Saat sekam padi di *leaching* menggunakan H₂SO₄ menghasilkan reaksi kimia sebagai berikut:



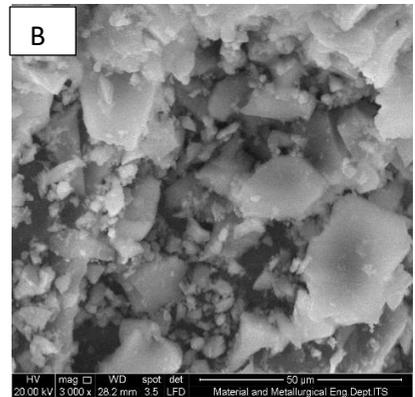
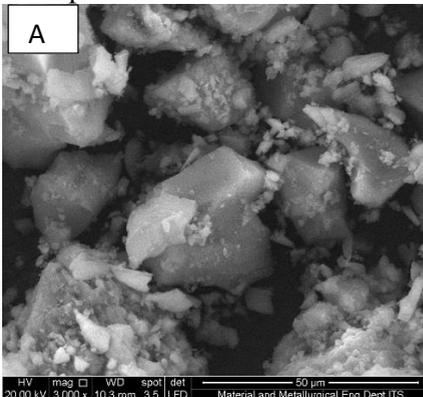
BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

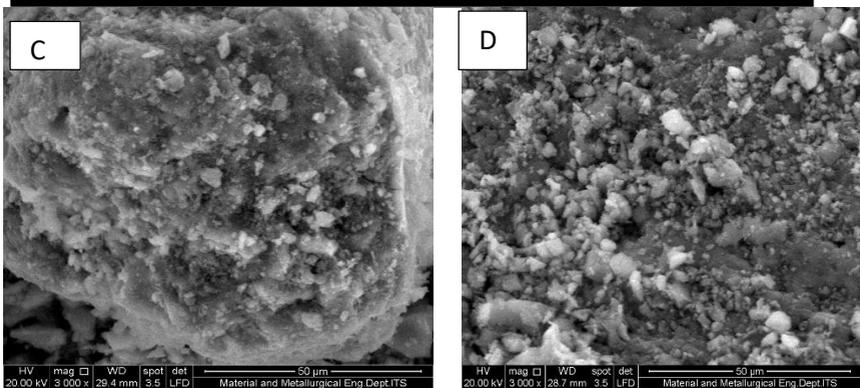


Proses *leaching* menggunakan HNO_3 , HCl , dan H_2SO_4 pada sekam padi dapat meningkatkan kadar Silika. Berdasarkan perhitungan yield silika pada sekam padi menghasilkan kadar silika pada sekam padi dengan *leaching* menggunakan HNO_3 sebesar 83.3%, sedangkan menggunakan HCl sebesar 74.19%, dan menggunakan H_2SO_4 sebesar 66.81%. Maka dapat disimpulkan asam kuat yang cocok digunakan pada sekam padi untuk meningkatkan kadar silika yaitu HNO_3 berdasarkan perhitungan yield yang di dapatkan dalam data uji EDX sekam padi pada Tabel 4.3.

4.4 Analisa Data dan Pembahasan Pengujian Mikroskop Elektron

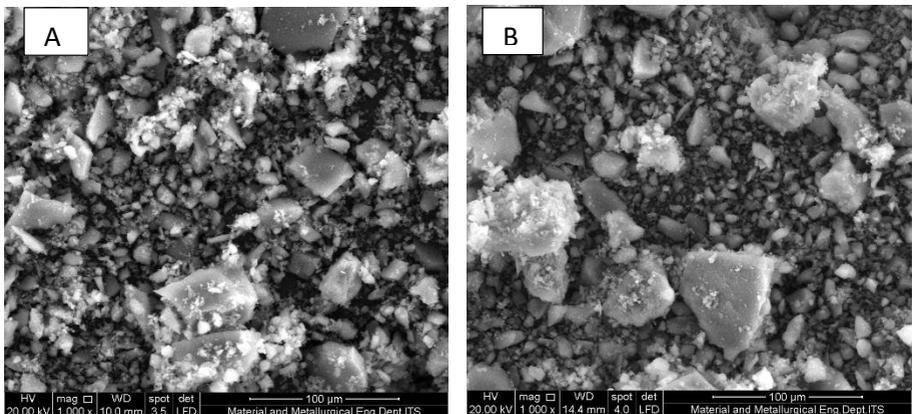
Pada pengujian mikroskop electron dilakukan 2 buah pengujian yaitu SEM pada silika dan TEM pada silika nanopartikel mesopori.



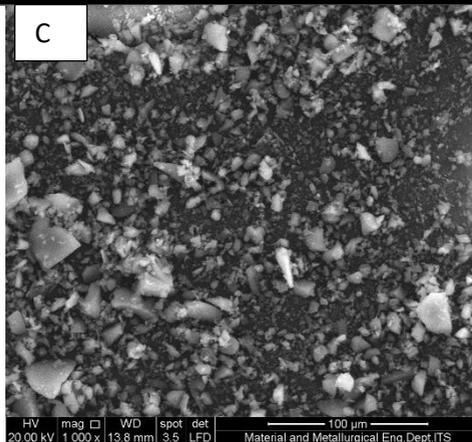


Gambar 4.9 Mikrografi hasil uji SEM dari sampel silika dengan pembesaran 3000x (A) silika tanpa proses *leaching*, (B) silika dengan *leaching* HNO₃, (C) silika dengan *leaching* HCl, dan (D) silika dengan *leaching* H₂SO₄

Gambar 4.9 menunjukkan mikrografi hasil uji SEM dari silika. Terlihat bahwa permukaan partikel dari silika tidak merata dan mempunyai ukuran yang besar dan mempunyai gumpalan (*aglomerat*), dan pada penelitian ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan (Adam, et al., 2011) yang menyatakan morfologi silika yang berbentuk bulat.



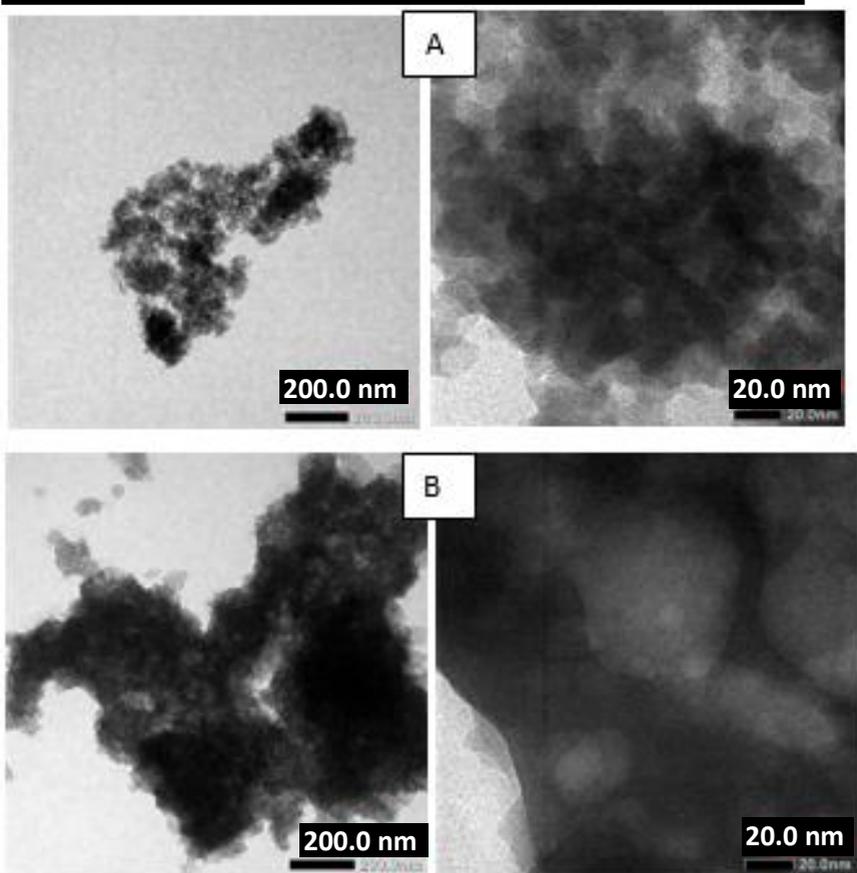
BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

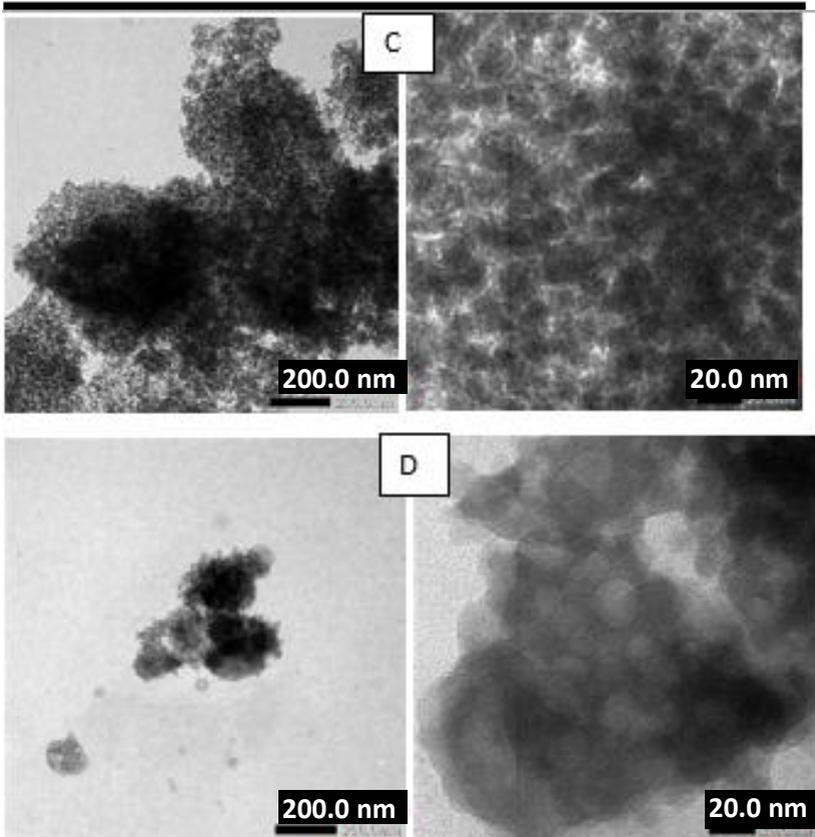


Gambar 4.10 Mikrografi hasil uji SEM dengan pembesaran 1000x dari penambahan OA (*Octyl Amine*) pada silika (A) *leaching* dengan HNO_3 , (B) *leaching* menggunakan HCl , dan (C) *leaching* menggunakan H_2SO_4

Dari Gambar 4.10 terlihat dengan jelas bahwa permukaan sampel cukup merata dan hanya terdapat sedikit gumpalan (aglomerat), yang mengindikasikan adanya ukuran butir yang cukup beragam. Hal ini menunjukkan penambahan OA (*Octyl Amine*) dapat mempengaruhi ukuran pori pada SiO_2 .

Gambar 4.11 menunjukkan mikrografi TEM dari sampel silika hasil ekstraksi sekam padi dengan pembesaran 20000x dan 80000x. Pada sampel ini terlihat bahwa silika mempunyai pori.



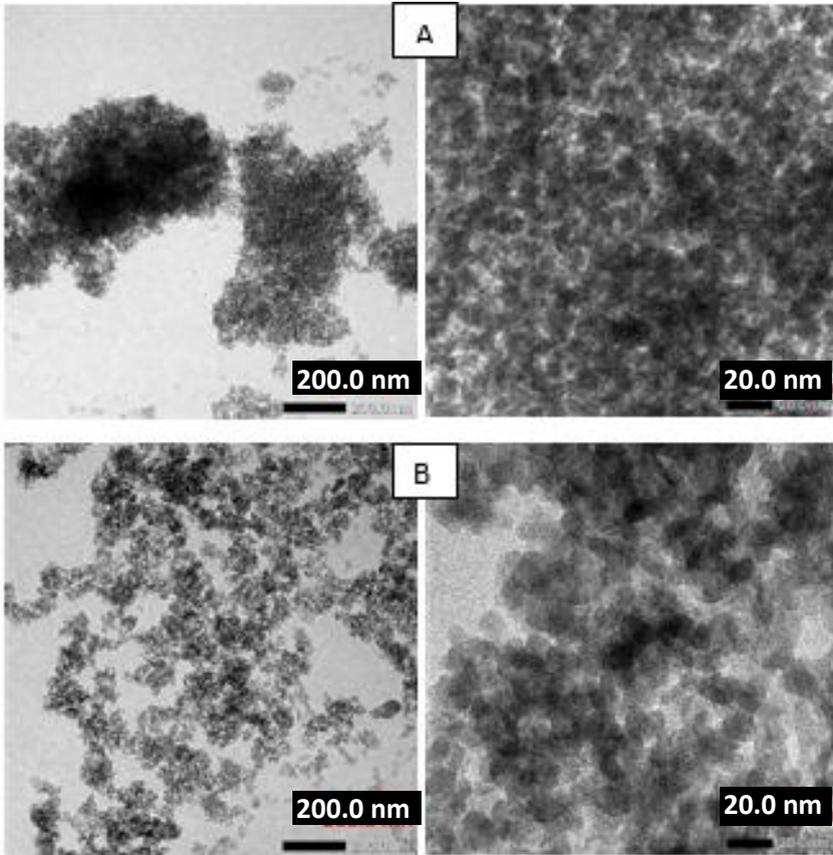


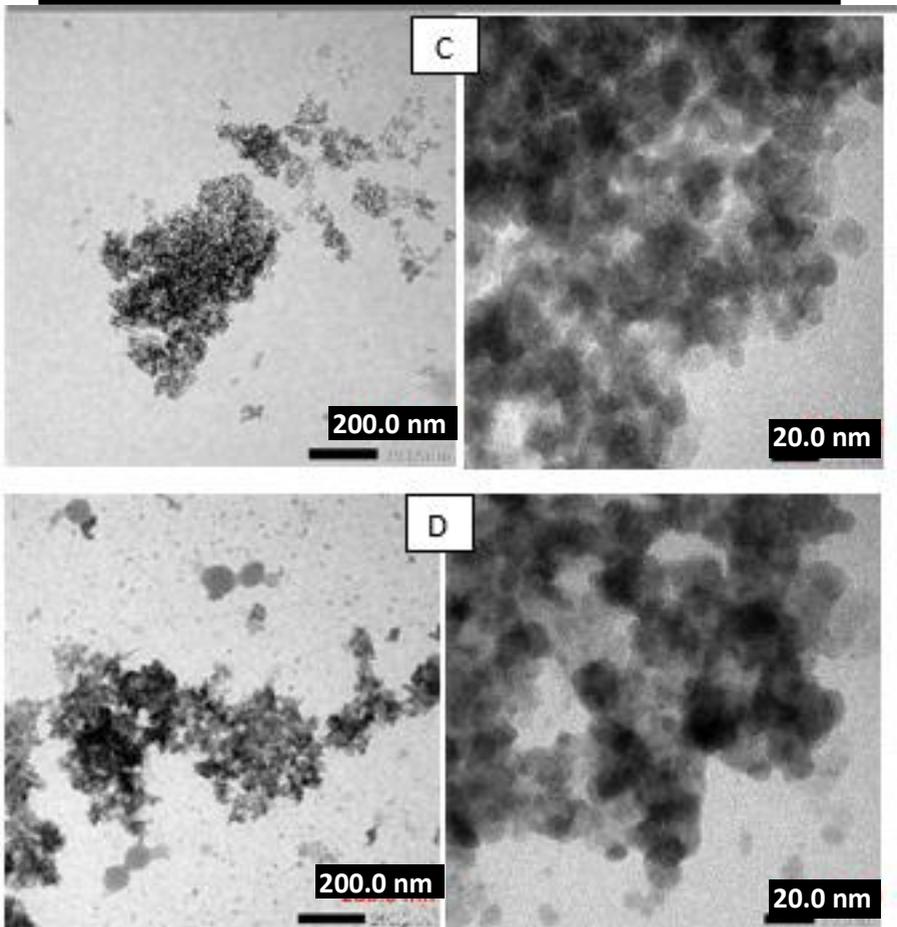
Gambar 4.11 Mikrografi TEM Silika pembesaran 20000x (kiri) dan 80000x (kanan) (A) Silika tanpa proses *leaching*, (B) Silika dengan *leaching* HNO₃, (C) Silika dengan *leaching* HCl, dan (D) Silika dengan *leaching* H₂SO₄

Secara umum partikel-partikel SiO₂ memiliki ukuran partikel sekitar 50nm pada sampel (A), 18nm pada sampel (B), 20nm pada sampel (C), dan 18.7nm pada sampel (D), ukuran partikel ini diperoleh berdasarkan pengukuran menggunakan ruler



image. Partikel-partikel ini membentuk gumpalan yang tidak beraturan dan bulat sehingga ketika diberikan transmisi electron diberikan gambar yang dihasilkan menjadi gelap dibanding gambar yang dihasilkan pada Gambar 4.12.





Gambar 4.12 Mikrografi TEM dari penambahan OA (*Octyl Amine*) dengan pembesaran 20000x(kiri) dan 80000x (kanan) (A) OA tanpa proses *leaching*, (B) OA dengan *leaching* HNO_3 , (C) OA dengan *leaching* HCl , dan (D) OA dengan *leaching* H_2SO_4

Gambar 4.12 (A) menunjukkan mikrografi TEM dari silika tanpa *leaching* dengan penambahan OA (*Octyl Amine*) yang



mempunyai bentuk partikel sedikit beraturan, terang, dan mempunyai ukuran rata-rata partikel 40 nm. Gambar 4.13 (B) menunjukkan mikrografi TEM dari silika *leaching* HNO₃ dengan penambahan OA (*Octyl Amine*) yang mempunyai bentuk partikel lebih beraturan, terang, pipih dan mempunyai ukuran rata-rata partikel 15.8 nm.

Gambar 4.12 (C) menunjukkan mikrografi TEM dari silika *leaching* HCl dengan penambahan OA (*Octyl Amine*) yang mempunyai bentuk partikel lebih beraturan, terang, pipih dan mempunyai ukuran rata-rata partikel 18.3 nm. Gambar 4.12 (D) menunjukkan mikrografi TEM dari silika *leaching* H₂SO₄ dengan penambahan OA (*Octyl Amine*) yang mempunyai bentuk partikel lebih beraturan, terang, pipih dan mempunyai ukuran rata-rata partikel 16.7 nm.

Dari semua sampel maka dapat disimpulkan, silika dengan penambahan OA (*Octyl Amine*) mempunyai partikel yang beraturan, pipih, dan tidak menggumpal sehingga ketika diberikan transmisi electron diberikan gambar yang dihasilkan menjadi lebih terang dibanding gambar yang dihasilkan pada Gambar 4.12.

4.5 Analisa Data dan Pembahasan Pengujian BET Analisis Area

Hasil uji adsorpsi-desorpsi nitrogen pada sampel SiO₂ dengan variasi *leaching* pada proses ekstraksi sekam padi ditunjukkan pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4 Data ukuran surface area, volume pori, dan jari-jari pori dari sampel SiO₂

Sampel	Surface (m ² /g)	Volume Pori (cc/g)	Diameter Pori (nm)
SiO ₂ tanpa <i>leaching</i>	247.647	2.972	51.3604
SiO ₂ <i>leaching</i> HNO ₃	210.462	1.463	18.1266



SiO ₂ leaching HCl	1.594	1.690	3.0808
SiO ₂ leaching H ₂ SO ₄	64.051	0.618	18.1492

Luas permukaan pada silika gel sebesar 163 m²/g (Irma 2017). Untuk penelitian ini di dapatkan data uji BET seperti Tabel 4.4. Dari data tersebut di peroleh untuk sampel SiO₂ dengan leaching HNO₃ dan H₂SO₄ sama-sama memiliki diameter pori sekitar 18.1 nm, sedangkan pada sampel SiO₂ tanpa leaching memiliki jari-jari pori sebesar 259.802Å dan pada SiO₂ dengan leaching HCl mempunyai jari-jari pori sebesar 15.404.

Tabel 4.5 Data ukuran surface area, volume pori, dan jari-jari pori dari sampel OA(*Octyl Amine*)

Sampel	Surface (m ² /g)	Volume pori (cc/g)	Diameter pori (nm)
OA leaching HNO ₃	305.494	1.451	15.04
OA leaching HCl	18.853	1.225	12.72
OA leaching H ₂ SO ₄	148.066	0.799	12.62

Berdasarkan hasil pengujian BET pada sampel penambahan OA (*Octyl Amine*) didapatkan data seperti Tabel 4.5. Pada sampel penambahan OA pada hasil leaching menggunakan HNO₃, HCl dan H₂SO₄ memiliki jari-jari pori sekitar 63Å, sedangkan pada sampel penambahan OA pada hasil leaching menggunakan HNO₃ memiliki jari-jari sebesar 75Å.

Dari semua pengujian yang telah dilakukan seperti FTIR, XRD, SEM, TEM, EDX, dan BET, maka dapat disimpulkan pengujian yang dianjurkan digunakan pada penelitian ini yaitu XRD, dan BET. XRD, karena dengan pengujian ini dapat melihat struktur Kristal dari SiO₂ karena untuk membuat material mesopori dari bahan alam struktur Kristal dari SiO₂ harus amorfus.



Sedangkan pengujian BET dilakukan untuk melihat surface area dan jari-jari pori.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Dari penelitian yang sudah dilakukan, maka dapat disimpulkan bahwa:

1. Sintesa silika dari sekam padi menghasilkan material mesoporous silika nanopartikel. Pada proses sintesa, sekam padi di *leaching* menggunakan HNO_3 , HCl , dan H_2SO_4 dimana dalam proses *leaching* ini menghasilkan kadar silika yang berbeda beda berdasarkan perhitungan rata-rata kadar silika dalam sekam padi berdasarkan hasil uji EDX. Saat sekam padi di *leaching* menggunakan HNO_3 memiliki kadar silika sebesar 83.3%, sedangkan menggunakan HCl sebesar 74.19%, dan saat menggunakan H_2SO_4 sebesar 66.81%. Berdasarkan hasil rata-rata perhitungan kadar silika dalam sekam padi menunjukkan bahwa sekam padi dengan *leaching* menggunakan HNO_3 lebih efektif untuk meningkatkan kadar silika. Hasil dari sintesa silika menghasilkan fasa amorf dan memiliki ukuran partikel sebesar 18nm-50nm. Selain itu , karakteristik dari material silika tersebut menghasilkan ukuran distribusi partikel yang lebih homogen. Ukuran diameter pori yang dihasilkan pun termasuk material mesopori yang memiliki ukuran diameter 2 nm -50 nm.
2. Penambahan template OA (*Octyl Amine*) pada silika hasil sintesa dari sekam padi berhasil dilakukan untuk menghasilkan mesoporous silika nanopartikel yang berbentuk lebih homogen dengan ukuran partikel sebesar 16 nm-40 nm. Hal ini menunjukkan bahwa material silika yang dihasilkan merupakan nanomaterial, akan tetapi belum berhasil membentuk *hollow* mesoporous silika nanopartikel. Karena pada proses etching yang kurang merata pada template sehingga rongga mengecil, yang menyebabkan pembentukan *hollow* mesoporousnya kurang nampak.

5.2Saran

Dari pembahasan dan kesimpulan yang telah di dapatkan, maka penulis merekomendasikan beberapa hal sebagai berikut:



-
1. Diperlukan penelitian lebih lanjut terhadap proses pembuatan *hollow* mesopori yang berbahan dasar dari bahan alam.
 2. Untuk mengecek garam pada gel sebaiknya ditetesi dengan AgNO_3 apakah dia mengalami pengendapan atau tidak.
 3. Untuk pengujian TEM diperlukan metode *High Resolution TEM (HRTEM)* agar terlihat struktur Kristal.
 4. Perlu dilakukannya pencucian ulang untuk sampel serbuk mesoporous silika nanopartikel yang dilanjutkandengan proses pengeringan untuk menghilangkan senyawa Natrium Klorida (NaCl) yang terdapat pada serbuk.

DAFTAR PUSTAKA

- Armesto, L., Bahillo, A., Veijonen, K., Cabanillas, A., & Otero, J. (2002). Combustion Behaviour of Rice Husk in a Bubbling Fluidised Bed. *Biomass and Bioenergy*. 23: 171 – 179.
- Adam Farook.; Jimmy Nelson A.; Radhika T.; Mohd Asri Mohd N; *Appl.Surf. Sci.*,(2010), 257, 811
- Barrabino, A. (2011). Synthesis of mesoporous silica particles with control of both pore diameter and particle size Master of Science Thesis in Materials and Nanotechnology program. 8-10.
- Chakraverty, A., Mirsha, P., & Banerjee, D. (1988). Pengaruh Proses Pengeringan, Normalitas HCl, dan Temperatur Pembakaran Pada Pembuatan Silika Dari Sekam Padi. *Jurnal teknik kimia*. 15.
- Chandra, A. (2012). Isolasi dan karakterisasi dari sekam padi. Lembaga Penelitian dan Pengabdian kepada masyarakat, Perjanjian No:III/LPPM/2012-09/80-P.
- Chandrasekhar, S., & Pramadana, P. N. (2006). Rice Husk Ash as An Adsorbent for Methylene Blue-Effect of Ashing Temperature, *Adsorption*, 12. 27-43.
- Chandrasekhar, S., P, P., & L, P. (2005). Effect of organic acid treatment on the properties of rice husk silica ." *Journal of Materials Science*. 6535-6544.
- Dahlia, D., Sembiring, S., & Simanjuntak, W. (2013). Pengaruh Suhu Sintering Terhadap Karakteristik Fisis Komposit MgO-Si Berbasis Silika Sekam Padi. *Jurnal Teori dan Aplikasi Fisika*. Vol 1. No 1. 49-52.

- Della, V. P., Hotza, D., & Khun, I. (2002). "Rice husk ash as an alternate source for active silica production." *Materials Letters*. 818-821.
- Ghorbani, F., Sanati, A. M., & Maleki, M. (2015). Production of Silica Nanoparticles from Rice Husk as Agricultural Waste by Environmental Friendly Technique . 56-63.
- Ginting S, I., Wasinton S, & Trisnawati, E. (2008). Karakteristik Silika Sekam Padi Dari Provinsi Lampung Yang Diperoleh Dengan Metode Ekstraksi MIPA dan Pembelajarannya, Vol 37, No 1.
- Harsono, H. (2002). Pembuatan Silika Amorf Dari Limbah Sekam Padi. *Jurnal Ilmu Dasar*. 98-103.
- Haslinawati, M. M., Matori, K. A., Wahab, Z. A., Sidek, H. A., & Zainal, A. T. (2011). Effect of Temperature on Ceramic from Rice Husk Ash. *International Journal of Basic and Applied Science*. Vol 9. No 9. 22-25.
- Houston, D. F. (1972). *Rice Chemistry and Technology*, American Association Of Cereal " Chemist Inc. St. Paul, Minnesota.
- Iler, R. K. (1979). *Silica Gels and Powders*. In: *The Chemistry of Silica*. John Wiley.
- Johansson, E.M. (2010). "Controlling The Pore Size And Morphology Of Mesoporous Silica". Tesis Pada Department Of Physics, Chemistry, and Biology (IFM), Linkoping University, Sweden.
- Kalapathy, C., Protor , A., & Shultz, J. (2000). A Simple Method for Production of Pure Silica From Rice Husk Ash. *Biosorce Teknology*. Vol 73. 257-264.

- Katsuki, H., Faruta, S., Watari, T., & Komarneni, S. (2005). ZSM-5 zeolite/porous carbon composite Conventional- and Microwave-Hydrothermal Synthesis from Carbonized Rice Husk. *Microporous and Mesoporous Materials*. 86: 145-151.
- Kirk, & Othmer. (1982). *Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology*, Vol. 17, John Wiley and Sons, Inc., Canada. .
- Kleitiz, Freddy. (2002). "Ordered Mesoporous Materials: Template Removal, Frameworks, and Morphology". Disertasi Pada Fakultas Kimia, Ruhr-Universitas Bochum, Saverne.
- Lucas, Howard, J., & Pressman, D. (1949). *Principles and practice In organic Chemistry*.
- Marthias, A. J. (2000). Environmental Benefits of Biomass Energy Projects. Paper Presented at Seminar on Environmental Impact of Developing Biomass Energy Projects for Power Generation/Cogeneration, Bangkok, Thailand, October. 24 – 26.
- McCabe, W. L., Smith, J. C., & Harriott, P. (1993). *Unit operations of chemical engineering* .
- Monalisa, Y., Djamas, D., & Ratnawulan. (2013). Pengaruh Variasi Suhu Annealing Terhadap Struktur Dan Ukuran Butir Silika Dari Abu Tongkol Jagung Menggunakan X-ray Diffractometer. 102-110.
- Nurhayati, A. (2017). Analisa Pengaruh Penambahan Cetyltrimethylammonium Bromide sebagai Template terhadap Pembentukan Silika Nanopartikel Mesopori dari Sekam Padi.
- Prasetyoko, D. (2001). Pengoptimuman Sintesis Zeolit Beta dari pada Silika abu sekam padi Pencirian dan Tindak Balas

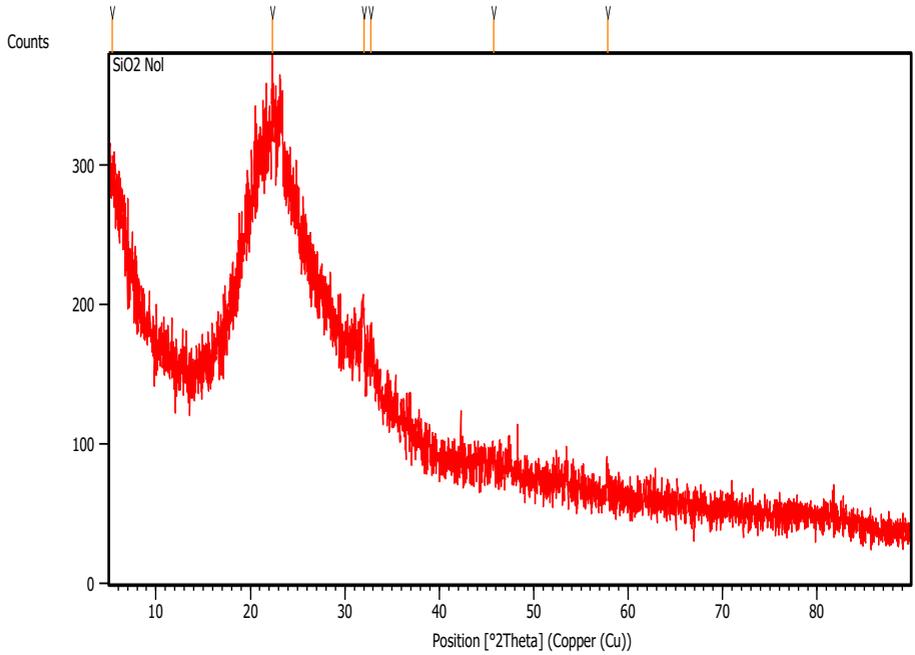
Pemangkinan Friedel Crafts,Universiti Teknologi Malaysia (TESIS).

- Rozainee, M., Ngo, P. S., Tan, G. K., & Salema, A. A. (2008). Fluidized bed combustion of rice husk to produce amorphous siliceous ash." *Energy for Sustainable Development*. 33-42.
- Shen, J., Liu, X., Zhu, S., Zang, H., & Tan, J. (2011). Effects of calcination parameters on the silica phase of original and leached rice husk ash. *Materials Letters*. 1179-1183.
- Shinohara, Y., & Kohyama, N. (2004). Quantitative Analysis of Tridymite and Cristobalite Crystallized in Rice Husk Ash by Heating. *Industrial Health*. Vol. 42, pp. 227-285.
- Siriluk, C., & Yuttapong, S. (2005). Structure of Mesoporous MCM-41 Prepared from Rice Husk Ash. *The 8th Asian Symposium on Visualization*. Chiangmai. Thailand. p. 1-7.
- Surdia, T., & Saito, S. (2000). *Pengetahuan Bahan Teknik*. Jakarta: Pradnya.
- Umeda, J., & Kondoh, K. (2008). 'High-Purity Amorphous Silica Originated in Rice Husks via Carboxylic Acid Leaching Process', *Journal of Materials Science*, Vol. 43(22), pp. . 7084-7090.
- Utami, R. T. (2008). pengaruh konsentrasi surfaktan sodium lauryl sulfate (SLS). inisiator ammonium proxodisulfate (APS) dan teknik polimerisasi terhadap ukuran dan distribusi ukuran partikel pada homopolimerisasi butil akrilat. 9-11.
- Zeid, A. (2012). *Fundamental Aspects of Silicate Mesoporous Materials* . 280-282.

LAMPIRAN

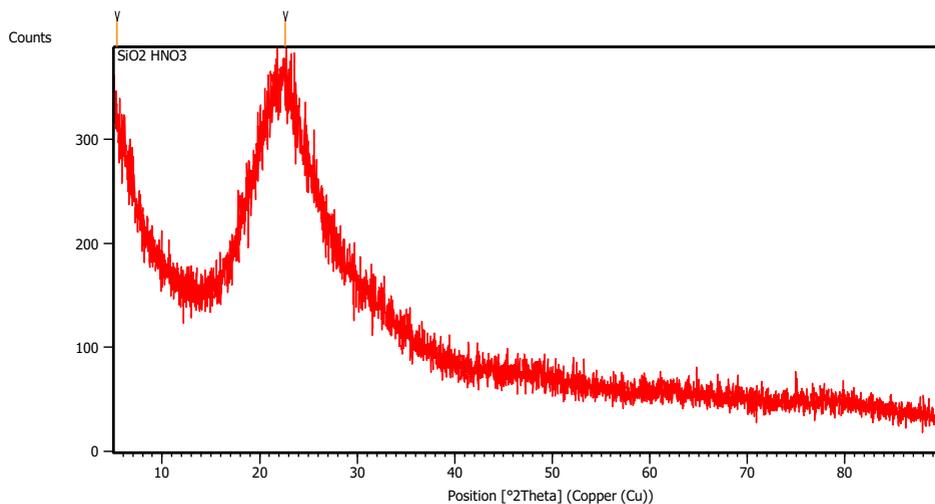
Difraktogram XRD

1. Silika tanpa leaching



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
22.1907	25.66	0.0900	4.00275	100.00

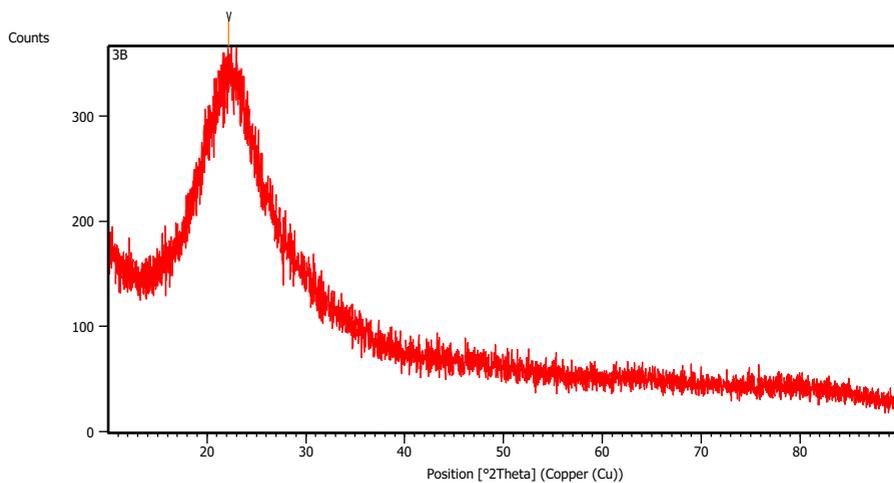
2. Silika hasil leaching HNO₃



Pos. [$^{\circ}$ 2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}$ 2Th.]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
22.3659	24.02	0.0900	3.97180	100.00

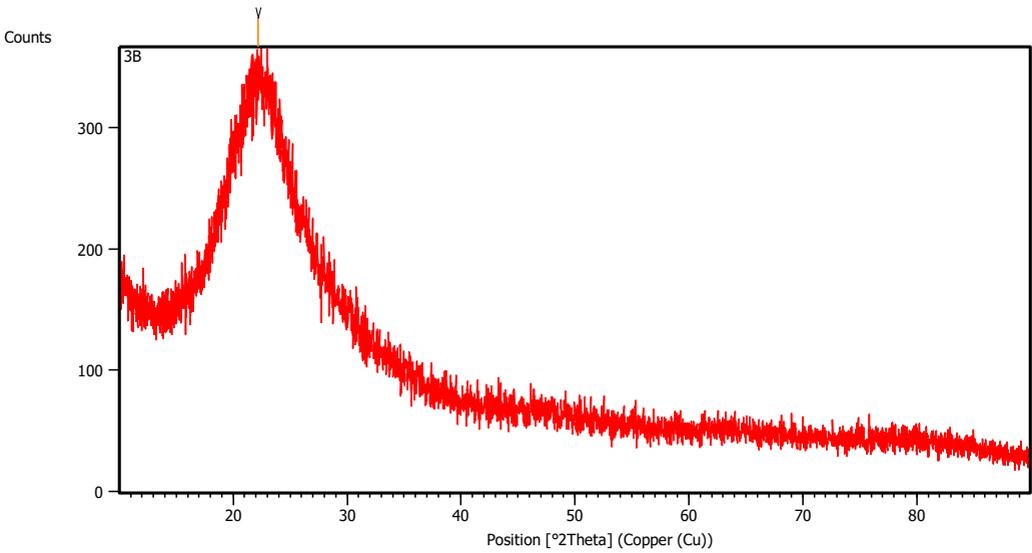
3. Silika hasil leaching HCl

Pos. [$^{\circ}$ 2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}$ 2Th.]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
22.3659	24.16	0.0900	3.97180	100.00

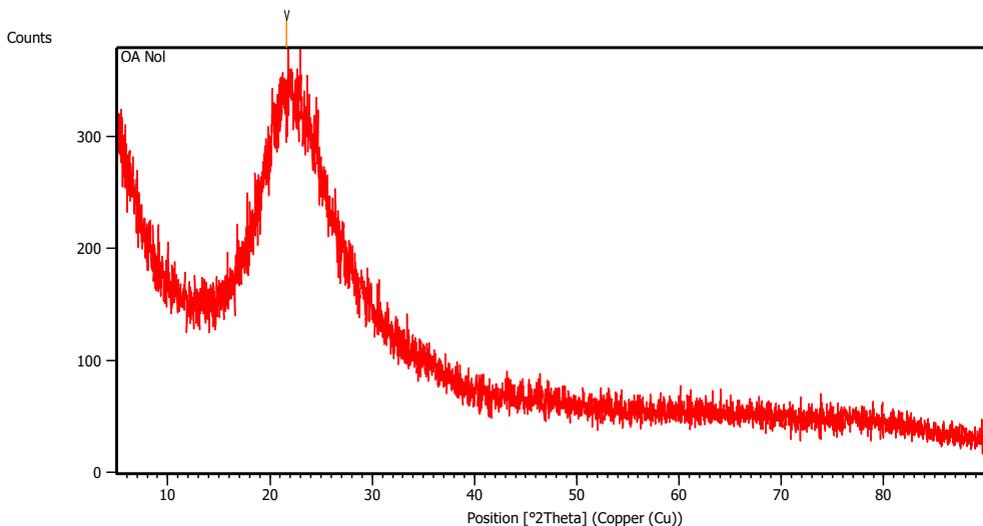


4. Silika hasil leaching H₂SO₄

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
21.6652	24.15	0.0900	4.09864	100.00



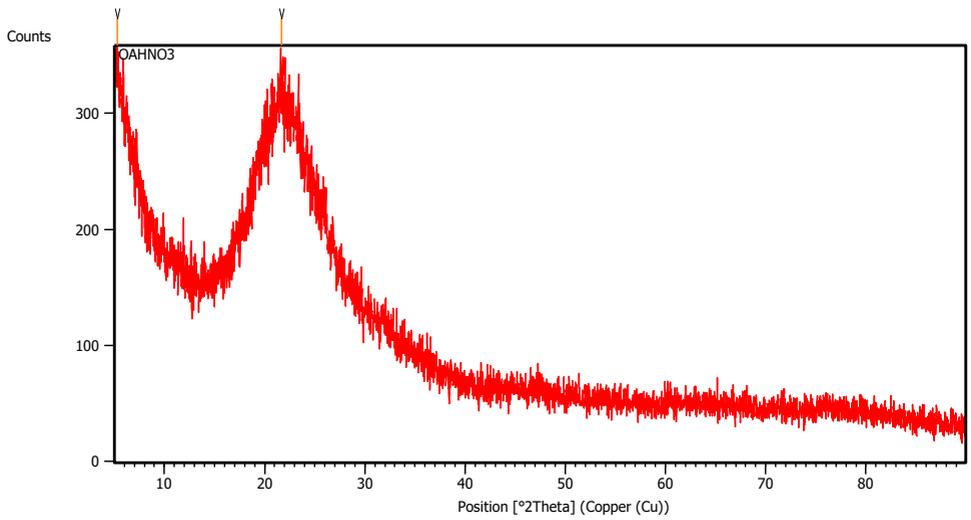
5. OA tanpa leaching



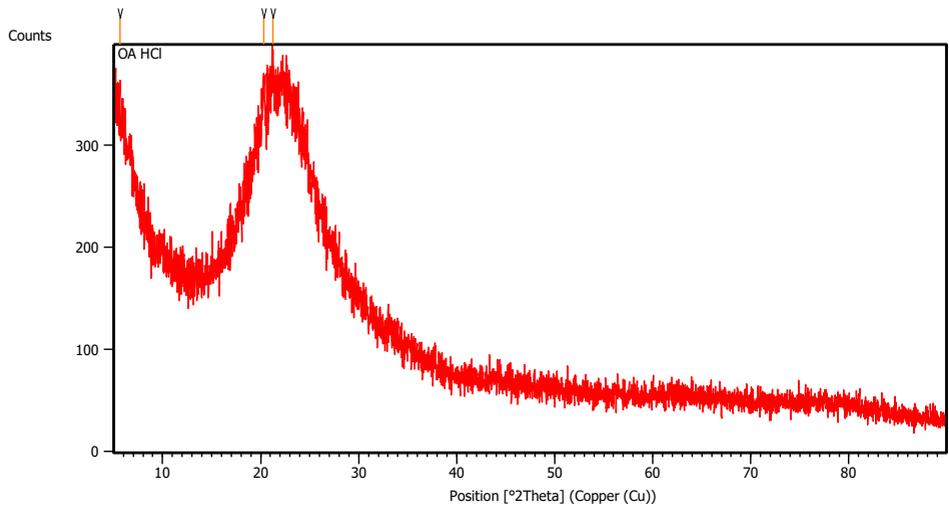
Pos. [$^{\circ}$ 2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}$ 2Th.]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
21.5908	24.43	0.9792	4.11260	100.00

6. OA leaching HNO_3

Pos. [$^{\circ}$ 2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}$ 2Th.]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
5.2855	78.90	0.4896	16.70643	100.00
21.6743	38.45	0.0900	4.09694	48.73

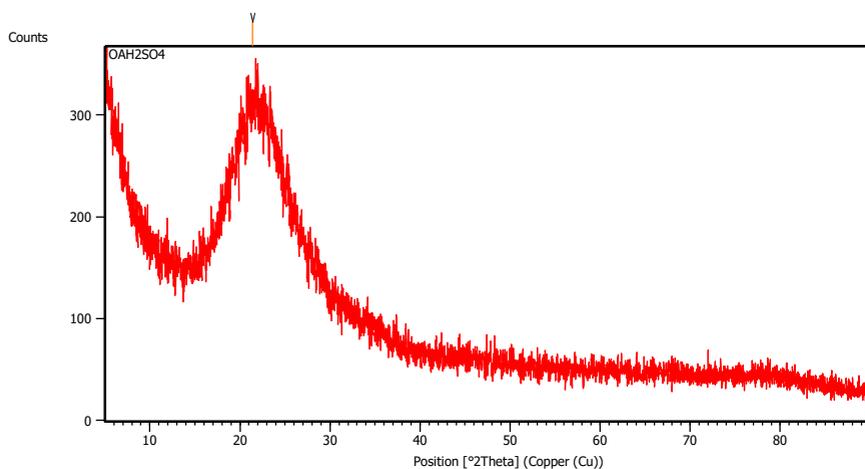


7. OA leaching HCl



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.6648	83.87	0.1004	15.60146	100.00
20.2915	63.39	0.2007	4.37651	75.59
21.2853	57.75	0.2007	4.17439	68.85

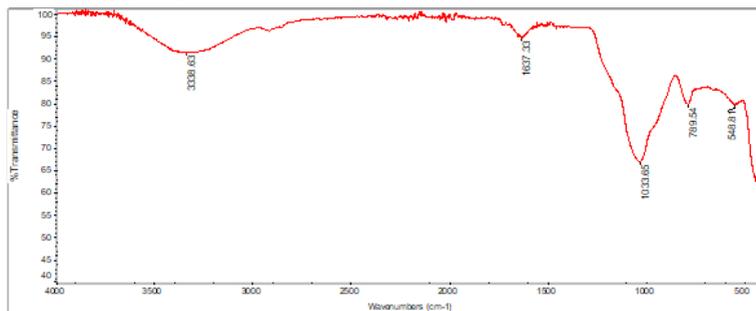
8. OA leaching H₂SO₄



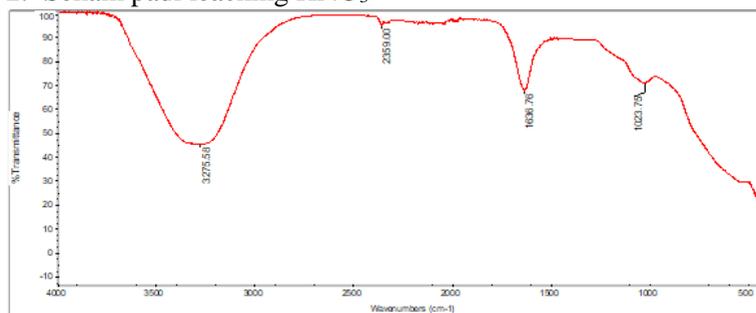
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
21.4234	18.99	0.9792	4.14436	100.00

Grafik FTIR

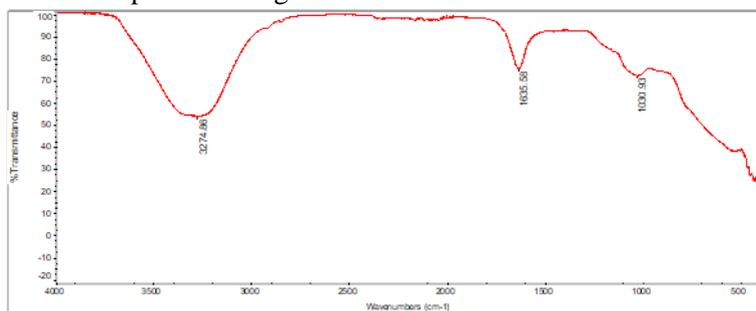
1. Sekam Padi



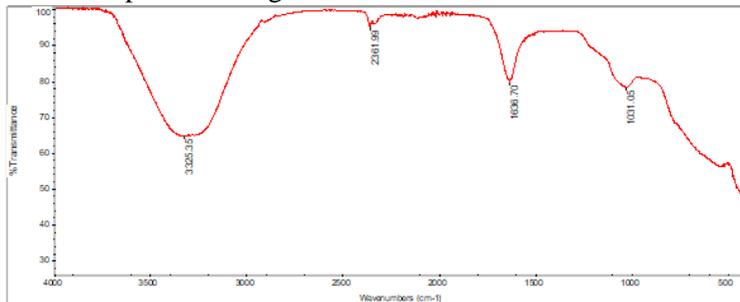
2. Sekam padi leaching HNO₃



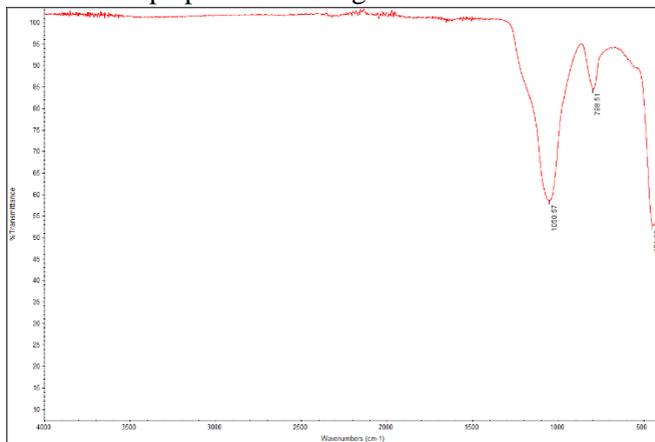
3. Sekam padi leaching HCl



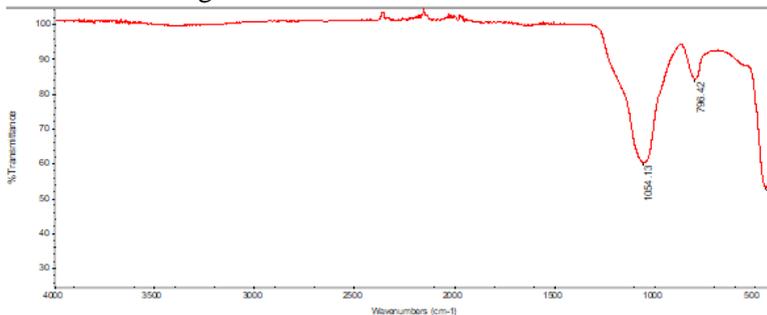
4. Sekam padi leaching H_2SO_4



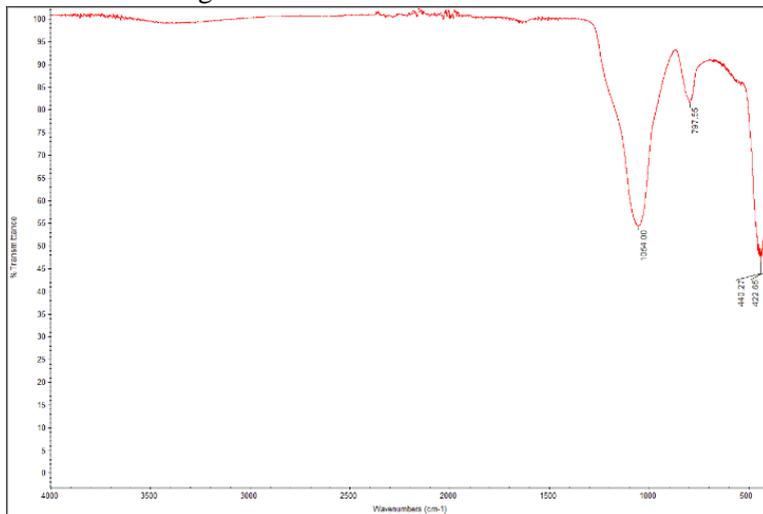
5. RHA tanpa proses leaching



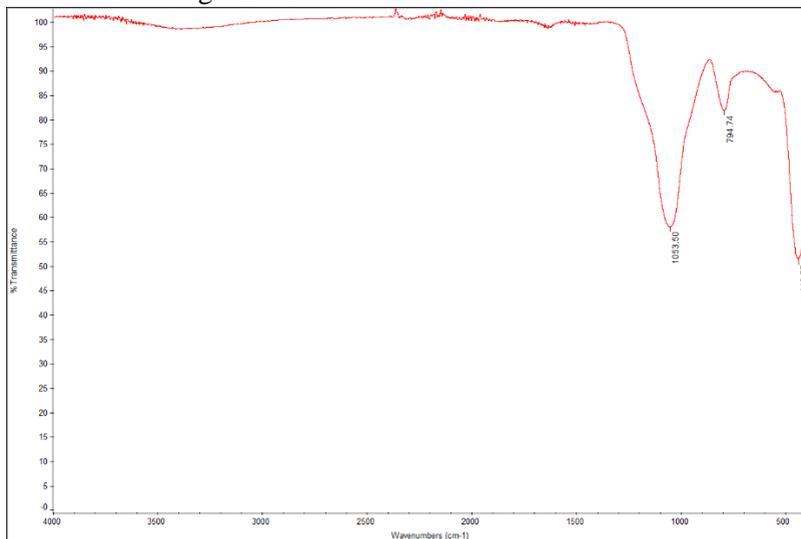
6. RHA leaching HNO_3



7. RHA leaching HCl

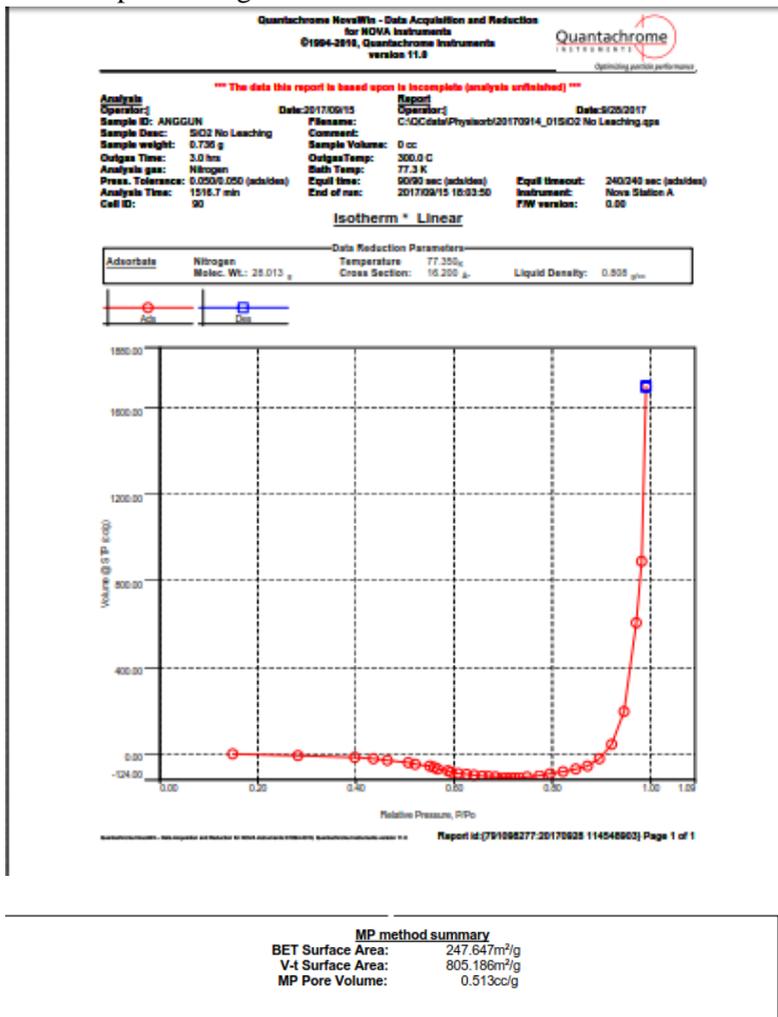


8. RHA leaching H₂SO₄

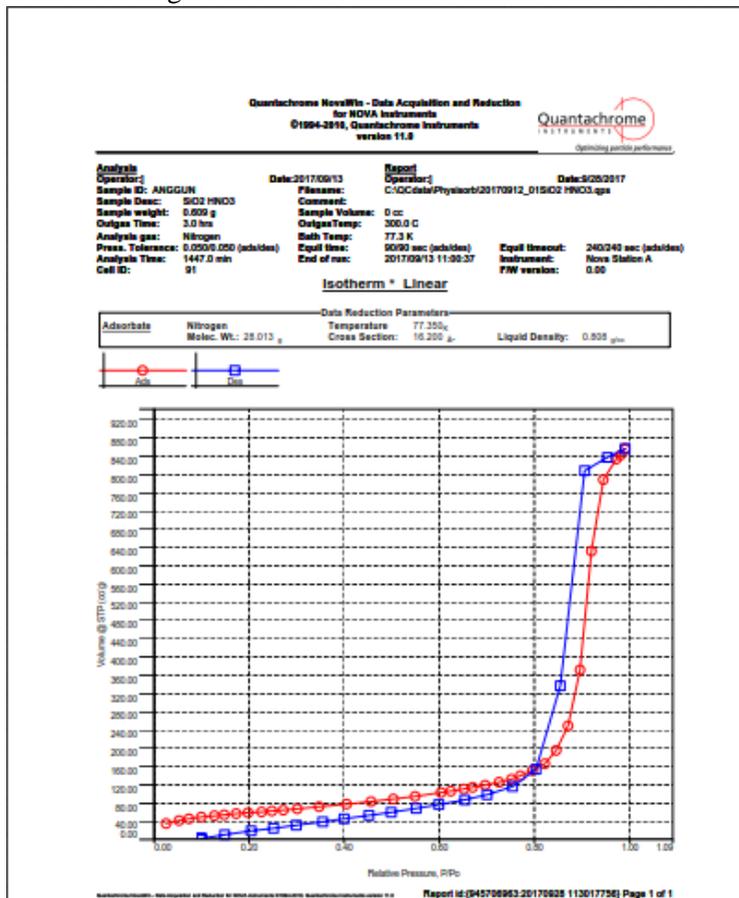


Hasil uji BET

1. Silika tanpa leaching



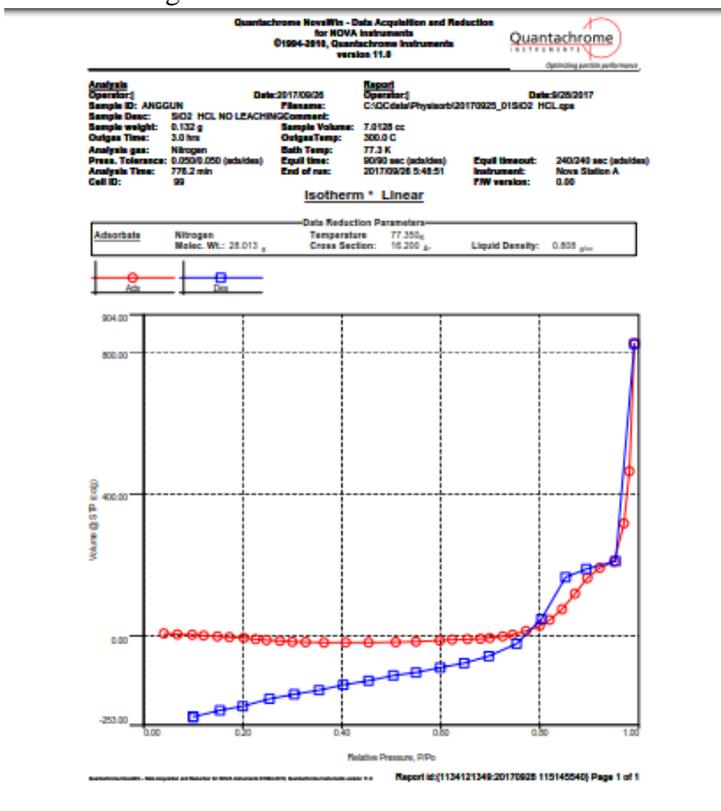
2. Silika leaching HNO₃



BJH desorption summary

Surface Area = 356.954 m²/g
 Pore Volume = 1.463 cc/g
 Pore Radius Dv(r) = 90.633 Å

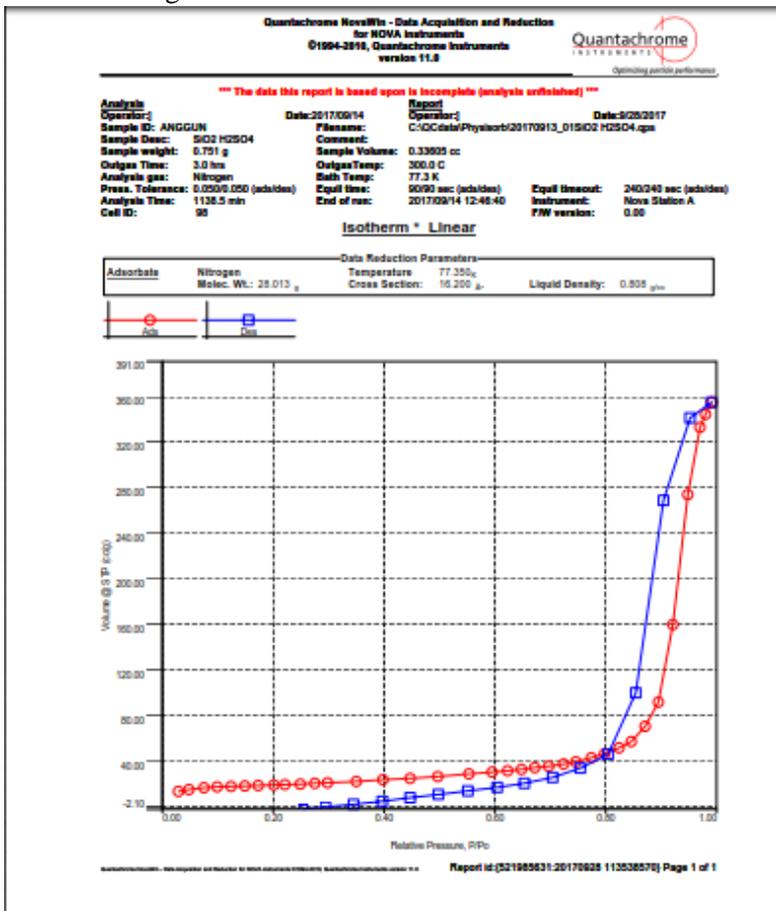
3. Silika leaching HCl



BJH desorption summary

Surface Area = 365.325 m²/g
 Pore Volume = 1.690 cc/g
 Pore Radius Dv(r) = 15.404 Å

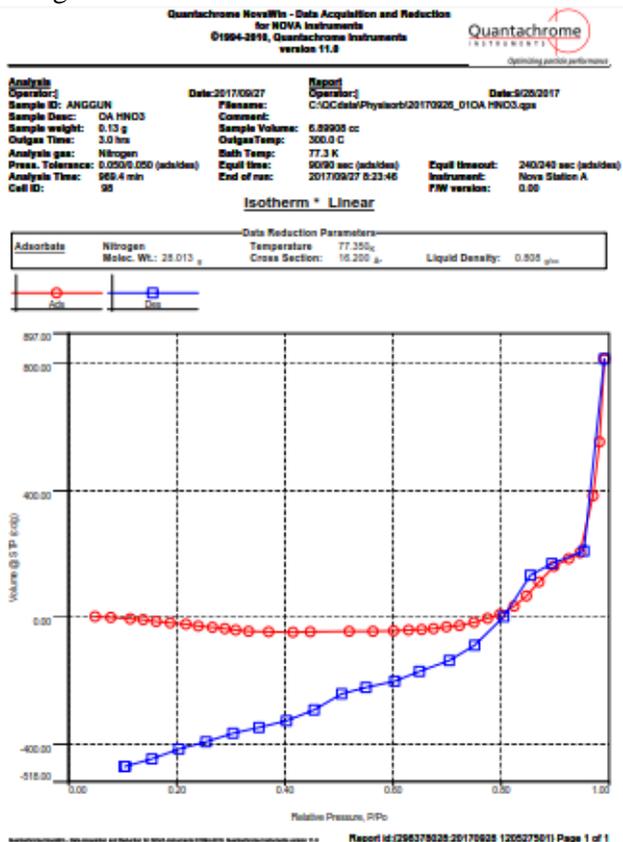
4. Silika leaching H₂SO₄



BJH desorption summary

Surface Area =	133.116 m ² /g
Pore Volume =	0.618 cc/g
Pore Radius Dv(r) =	90.746 Å

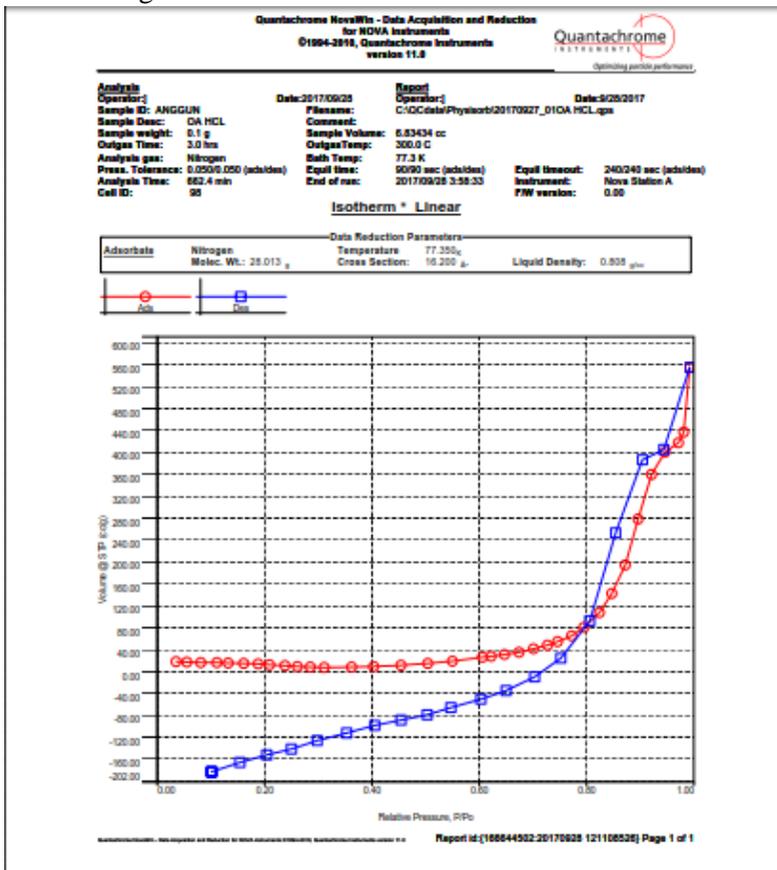
5. OA leaching HNO_3



BJH desorption summary

Surface Area = 692.258 m²/g
 Pore Volume = 2.134 cc/g
 Pore Radius Dv(r) = 19.334 Å

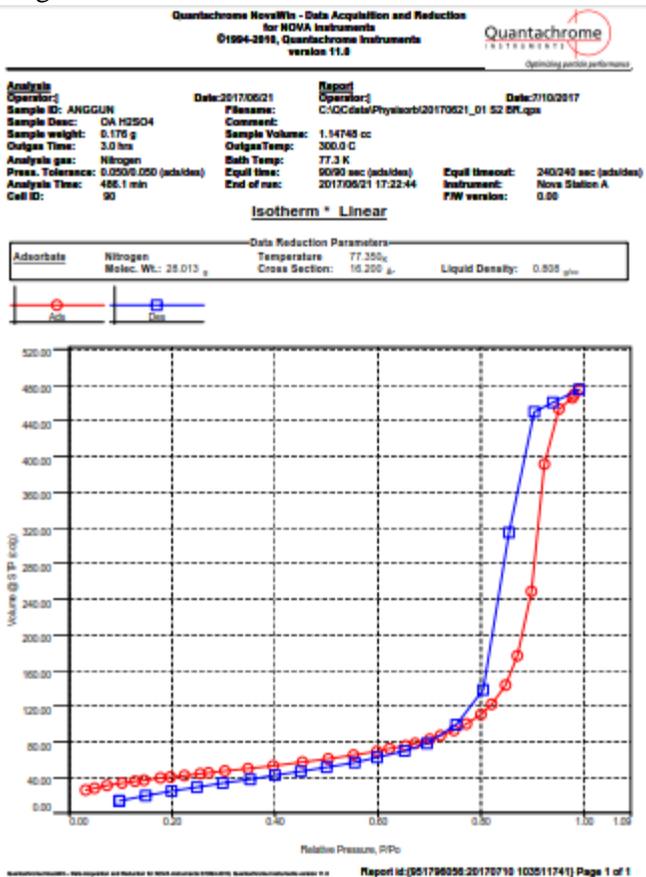
6. OA leaching HCl



BJH desorption summary

Surface Area = 385.475 m²/g
 Pore Volume = 1.225 cc/g
 Pore Radius Dv(r) = 63.622 Å

7. Leaching H₂SO₄



BJH desorption summary

Surface Area =	230.139 m ² /g
Pore Volume =	0.799 cc/g
Pore Radius Dv(r) =	63.080 Å

PDF card ICDD #00-005-0628**Name and formula**

Reference code:	00-005-0628
Mineral name:	Halite, syn
Compound name:	Sodium Chloride
Empirical formula:	ClNa
Chemical formula:	NaCl

Crystallographic parameters

Crystal system:	Cubic
Space group:	Fm-3m
Space group number:	225
a (Å):	5.6402
b (Å):	5.6402
c (Å):	5.6402
Alpha (°):	90.0000
Beta (°):	90.0000
Gamma (°):	90.0000
Calculated density (g/cm ³):	2.16
Measured density (g/cm ³):	2.17
Volume of cell (10 ⁶ pm ³):	179.43
Z:	4.00
RIR:	4.40

Subfiles and quality

Subfiles: Common Phase
Educational pattern
Excipient
Forensic
Inorganic
Mineral
NBS pattern
Pharmaceutical
Quality: Star (S)

Comments

Color: Colorless
Creation Date: 1/1/1970
Modification Date: 1/11/2011
Additional Patterns: See PDF 01-072-1668
Color: Colorless
General Comments: An ACS reagent grade sample
recrystallized twice from
hydrochloric acid
Melting Point: 1077 K
Temperature of Data Collection: Pattern taken at 299 K
Unit Cell Data Source: Powder Diffraction.

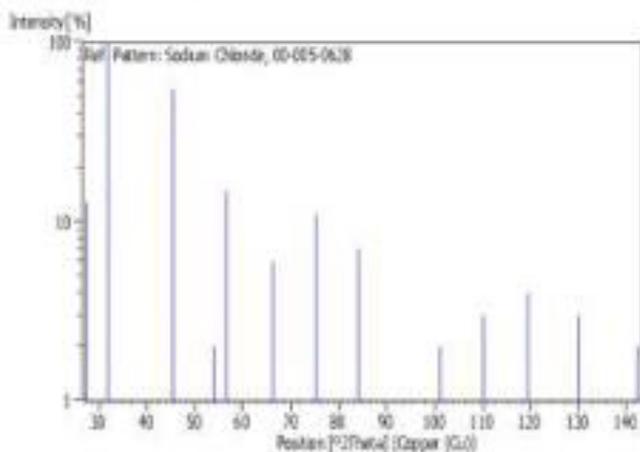
References

Primary reference: Swanson, Fuyat., *Natl. Bur. Stand. (U. S.), Circ. 539, II, 41, (1953)*
Optical data: *Dana's System of Mineralogy, 7th Ed., II, 4*

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	1	1	3.26000	27.335	13.0
2	2	0	0	2.82100	31.693	100.0
3	2	2	0	1.99400	45.450	55.0
4	3	1	1	1.70100	53.854	2.0
5	2	2	2	1.62800	56.479	15.0
6	4	0	0	1.41000	66.229	6.0
7	3	3	1	1.29400	73.066	1.0
8	4	2	0	1.26100	75.304	11.0
9	4	2	2	1.15150	83.973	7.0
10	5	1	1	1.08550	90.409	1.0
11	4	4	0	0.99690	101.193	2.0
12	5	3	1	0.95330	107.809	1.0
13	6	0	0	0.94010	110.046	3.0
14	6	2	0	0.89170	119.505	4.0
15	5	3	3	0.86010	127.170	1.0
16	6	2	2	0.85030	129.894	3.0
17	4	4	4	0.81410	142.240	2.0

Stick Pattern



Ucapan Terimakasih

Penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Bapak Dr. Agung Purniawan, S.T., M.Eng., selaku Ketua Departemen Teknik Material FTI – ITS;
2. Bapak Dr. Eng. Hosta Ardhyanta, S.T., M.Sc., selaku Kepala Program Studi S1 Departemen Teknik Material FTI – ITS;
3. Bapak Wikan Jatimurti, S.T., M.Sc., selaku dosen wali;
4. Tim Dosen Penguji seminar dan sidang Tugas Akhir, serta seluruh dosen dan staf Departemen Teknik Material FTI – ITS;
5. Petugas dan karyawan Laboratorium Metalurgi, Fisika Material, Kimia Material, dan Divisi Karakterisasi Material, Departemen Teknik Material FTI-ITS;
6. Kawan-kawan MT-15, Departemen Teknik Material FTI-ITS angkatan 2013. terutama sahabat-sahabat terdekat saya, Meilati Pasca Muna, Novia Diajeng, Ferdiansyah Iqbal, Hana Mutialif, Anggun Nurhayati, Annisaa Bani purwana.
7. Seluruh pihak yang namanya tidak dapat penulis sebutkan satu per satu, yang telah membantu penulis dalam hal apapun, baik materi, moral, maupun do'a.

BIODATA PENULIS



Penulis bernama Ni Komang Alit Juliani yang lahir di Tabanan, 27 Juli 1995 dari pasangan Dewa Komang Sedana dan Ni Made Sukarati. Penulis tinggal di kota Tabanan Bali, lebih tepatnya di Desa Kubontingguh, kelurahan Denbantas. Penulis merupakan anak ke tiga dari tiga bersaudara, memiliki dua kakak perempuan yang bernama Putu Deciana Damiyanti dan Ni Made Jeniari. Penulis pernah menempuh pendidikan formal di TK Harapan Bangsa, SD

Negeri 3 Denbantas, SMP Negeri 1 Tabanan, dan SMA Negeri 1 Tabanan. Penulis merupakan mahasiswa aktif di Jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS tahun masuk 2013.

Selama menjalankan pendidikan di kampus ITS Surabaya, penulis berpartisipasi aktif dalam organisasi TPKH (Tim Pembina Kerohanian Hindu) sebagai staf ahli dan HMMT(Himpunan Mahasiswa Teknik Material dan Metalurgi) sebagai sekretaris departemen Hubungan Luar.

Semasa kuliah penulis juga melakukan kerja praktik di PT. Pertamina Balongan, di Indramayu, Jawa Barat.

E-mail: nikomangalitjuliani27@gmail.com

Kontak: 081246472735