



**ITS**  
Institut  
Teknologi  
Sepuluh Nopember

TUGAS AKHIR - TL 141584

# ANALISA PENGARUH TEMPERATUR PERLAKUAN HIDROTERMAL TERHADAP PEMBENTUKAN SILIKA MESOPORI MCM-41 DARI SEKAM PADI

SLAMET RAHARJO

NRP 02511440000005

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 - TL 141584**

**ANALISA PENGARUH TEMPERATUR  
PERLAKUAN HIDROTERMAL TERHADAP  
PEMBENTUKAN SILIKA MESOPORI MCM-41  
DARI SEKAM PADI**

Slamet Raharjo  
NRP. 02511440000005

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

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*



**FINAL PROJECT - TL 141584**

**EFFECT OF HYDROTHERMAL TREATMENT  
TEMPERATURE ON THE FORMATION OF  
MESOPOROUS SILICA MCM-41 FROM RICE  
HUSK**

Slamet Raharjo  
NRP. 0251144000005

Advisors:

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

**MATERIALS ENGINEERING DEPARTMENT  
Faculty of Industrial Technology  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya 2018**

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

**ANALISA PENGARUH TEMPERATUR PERLAKUAN  
HIDROTERMAL TERHADAP PEMBENTUKAN SILIKA  
MESOPORI MCM-41 DARI SEKAM PADI**

**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

**SLAMET RAHARJO**

NRP 0251144000005

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

Diah Susanti S.T., M.T., Ph.D ..... (Pembimbing I)

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



*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadirat Allah SWT, karena berkat rahmat dan hidayah-Nya penulis diberi kesempatan untuk menyelesaikan Tugas Akhir. Serta tidak lupa shalawat serta salam penulis panjatkan kepada Nabi Muhammad SAW. Laporan tugas akhir ini disusun untuk memenuhi syarat dalam memperoleh gelar Sarjana Teknik (ST) Jurusan Teknik Material Fakultas Teknologi Industri Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya. Penulis telah menyelesaikan Laporan Tugas Akhir yang berjudul **“Analisa Pengaruh Temperatur Perlakuan Hidrotermal Terhadap Pembentukan Silika Mesopori MCM-41 Dari Sekam Padi”**.

Penulis menyadari bahwa tanpa bantuan dan dukungan dari berbagai pihak, Laporan Tugas Akhir ini tidak dapat terselesaikan dengan baik. Oleh karena itu, penulis ingin mengucapkan terima kasih kepada pihak yang telah memberikan dukungan, bimbingan, dan kesempatan kepada penulis hingga Laporan Tugas Akhir ini dapat diselesaikan, diantaranya:

1. Allah SWT berkat pertolongan dan bimbingan-Nya penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir.
2. Bapak Suyono Hadiwiyono selaku orang tua penulis yang telah mendukung secara moril maupun materiil, dan doa yang selalu dipanjatkan demi kesehatan, keselamatan, dan kelancaran dalam mengerjakan Laporan Tugas Akhir.
3. Bapak Dr. Agung Purniawan S.T, M.Eng., selaku Ketua Jurusan Teknik Material FTI-ITS.
4. Ibu Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si., selaku dosen pembimbing penelitian yang telah membimbing, membantu, dan memberikan banyak ilmu kepada penulis dalam pengerjaan Laporan Tugas Akhir.
5. Ibu Diah Susanti, S.T., M.T., PhD. selaku dosen pembimbing Tugas Akhir yang telah membimbing, membantu, dan memberikan banyak ilmu kepada penulis dalam pengerjaan Laporan Tugas Akhir.

6. Ibu Vania Mitha Pratiwi, S.T., M.T. selaku co-dosen pembimbing Tugas Akhir yang telah membimbing, membantu, dan memberikan banyak ilmu kepada penulis dalam pengerjaan Laporan Tugas Akhir.
7. Bapak Sigit Tri Wicaksono, S.Si., M.Si., Ph.D selaku dosen wali yang telah membantu penulis menjalani pendidikan di Jurusan Teknik Material FTI-ITS
8. Seluruh dosen dan karyawan Jurusan Teknik Material FTI-ITS.
9. Karyawan Laboraturium Kimia Material, Laboratorium Karakterisasi Material, Fisika LIPI dan Laboratorium Elektrokimia Teknik Kimia ITS atas bantuannya dalam pengambilan data untuk keperluan penelitian ini
10. Grader Metalurgi (2016-2018) yang saya banggakan serta telah memberikan banyak ilmu yang bermanfaat.
11. Yohan Ervianto selaku partner tugas akhir yang selalu membimbing dan sabar.
12. Laboratorium Kimia Material *Squad* yang selalu memberikan canda tawa dalam kesusahan serta selalu memberikan semangat dalam pengerjaan tugas akhir
13. Keluarga MT 16 yang penulis sayangi, yang telah menemani dan memberikan banyak pengalaman berharga selama jenjang perkuliahan ini.
14. Keluarga Mahasiswa Klaten di Surabaya (KMKS) angkatan 2014 yang menemani dalam suka duka.
15. Dan seluruh pihak yang telah membantu penulis dalam penulisan Tugas Akhir ini.

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

Surabaya, Juli 2018

Penulis

# **ANALISA PENGARUH TEMPERATUR PERLAKUAN HIDROTERMAL TERHADAP PEMBENTUKAN SILIKA MESOPORI MCM-41 DARI SEKAM PADI**

**Nama Mahasiswa** : Slamet Raharjo  
**NRP** : 0251144000005  
**Departemen** : Teknik Material  
**Dosen Pembimbing** : Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D.  
**Co-Pembimbing** : Vania Mitha Pratiwi, S.T., M.T.

## **ABSTRAK**

*Padi merupakan produk utama pertanian di negara-negara agraris termasuk Indonesia. Sekam padi merupakan limbah dari padi yang dapat dijadikan sumber penghasil silika terbesar dalam pembuatan natrium silikat sebagai bahan alternatif pembentukan mesopori silika dengan harga yang murah. Penelitian ini bertujuan untuk mensintesa silika mesopori MCM-41 dari sekam padi (rice husk) dan menganalisa pengaruh temperatur perlakuan hidrotermal terhadap pembentukan mesopori silika tipe MCM-41 yang dihasilkan dengan penambahan surfaktan templating CTAB. Hasil penelitian menunjukkan material memiliki struktur kristal amorfus. Silika mesopori terdiri dari silika yang ditunjukkan adanya gugus siloksan (Si-O-Si). Ukuran partikel yang dihasilkan antara 423,022 nm hingga 655,476 nm dengan bentuk seperti terumbu karang. Material memiliki struktur pori heksagonal seperti sarang lebah sebagai ciri khas dari MCM-41 dengan ukuran pori 2,535 nm, ukuran pori menunjukkan sintesa menghasilkan material silika mesopori. Hasil nitrogen adsorption desorption isotherms menunjukkan bahwa semakin rendah temperatur hidrotermal maka terjadi peningkatan luas permukaan spesifik dan menurunnya ukuran pori rata-rata, dimana nilai luas permukaan adalah 825,365 m<sup>2</sup>/gr dan ukuran pori rata-rata adalah 6,10426 nm yang diperoleh dari proses hidrotermal pada 85°C.*

**Kata kunci : sekam padi, silika mesopori MCM-41, sol-gel,  
hidrotermal**

# ANALYSIS OF HYDROTHERMAL TEMPERATURE EFFECT ON MESOPOROUS SILICA FORMATION FROM RICE HUSK

**Name** : Slamet Raharjo  
**NRP** : 0251144000005  
**Departement** : Materials Engineering  
**Advisor** : Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D.  
**Co-Advisor** : Vania Mitha Pratiwi, S.T., M.T.

## ABSTRACT

*Rice became the main product of agriculture in agrarian countries including Indonesia. Rice husk is a natural waste of rice that can be used as the silica precursor for sodium silicate production. As well as an alternative precursor material of mesoporous silica synthesized with cheap and low cost production. The objectives of this study were to synthesize MCM-41 mesoporous silica from rice husk and analyze the effect of hydrothermal treatment temperature on mesopore formation of an MCM-41 type produced by addition of surfactant templating. The results showed that the material had an amorphous crystal-like structure. The mesoporous silica is composed of silica shown by the siloxane (Si-O-Si) group. The particle size generated between 423,022 nm to 655,476 nm with a coral-like structure. The material has a hexagonal pore structure such as a honeycomb as characteristic of MCM-41 with a pore size of 2,535 nm which includes mesoporous material. The result of nitrogen adsorption-desorption isotherms shows lower hydrothermal temperature will increase the specific surface area and decrease the average pore size, where the surface value is 825,365 m<sup>2</sup>/gr and the average pore size is 6,10426 nm obtained from the hydrothermal process at 85°C.*

**Keywords** : rice husk, mesoporous silica MCM-41, sol-gel, hidrothermal

*(halaman ini sengaja dikosongkan)*

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	i
<b>LEMBAR PENGESAHAN</b> .....	v
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	vii
<b>ABSTRAK</b> .....	ix
<b>ABSTRACT</b> .....	xi
<b>DAFTAR ISI</b> .....	xiii
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	xv
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	xxi
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	1
1.1    Latar Belakang.....	1
1.2    Rumusan Masalah.....	3
1.3    Batasan Masalah.....	3
1.4    Tujuan Penelitian.....	3
1.5    Manfaat Penelitian.....	4
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	5
2.1    Sekam Padi.....	5
2.2    Silika.....	6
2.3    Material Mesopori.....	8
2.4 <i>Mesoporous Silica Nanoparticles</i> (MSNp).....	10
2.5    Surfaktan.....	17
2.6    Metode Sol-Gel.....	21
2.7    Hidrotermal.....	25
2.8 <i>State of The Art</i> (Penelitian Terdahulu).....	29
<b>BAB III METODELOGI PENELITIAN</b> .....	45
3.1    Diagram Alir Penelitian.....	45
3.2    Bahan Penelitian.....	49
3.3    Alat-alat Penelitian.....	49
3.4    Prosedur Penelitian.....	54
<b>BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN</b> .....	69
4.1 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	69
4.2 <i>Fourier-Transform Infrared Spectroscopy</i> (FTIR).....	74
4.3 <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM).....	88
4.4 <i>Transmission Electron Microscope</i> (TEM).....	93

4.5	<i>Nitrogen Adsorption-Desorption Isotherms</i> .....	95
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....</b>		<b>103</b>
5.1	Kesimpulan.....	103
5.2	Saran.....	103
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>		<b>xxiii</b>
<b>LAMPIRAN .....</b>		<b>xxxiii</b>
<b>BIODATA PENULIS.....</b>		<b>lix</b>

## DAFTAR GAMBAR

<b>Gambar 2.1</b> Metode umum yang biasa digunakan dalam sintesis partikel (Lieberman dkk, 2014) .....	7
<b>Gambar 2.2</b> Beberapa bentuk pori dari material mesopori (Johansson, 2010).....	9
<b>Gambar 2.3</b> Distribusi ukuran pori pada solid mikropori, mesopori dan makropori (Kleitz, 2002) .....	9
<b>Gambar 2.4</b> Skema utama sintesis material mesostruktur (A) Liquid crystal templating, (B) self-assembly dan cooperative self-assembly, (C) nanometric building blocks, dan (D) sheet-folding mechanism of (titania) nanotubes (Meynen dkk, 2009).....	12
<b>Gambar 2.5</b> Mekanisme Cooperative templating (Sayari & Liu, 1997) .....	13
<b>Gambar 2.6</b> Mekanisme Ligand-assisted templating (Sayari & Liu, 1997).....	15
<b>Gambar 2.7</b> Mekanisme Neutral templating (Sayari & Liu, 1997) .....	15
<b>Gambar 2.8</b> Skema mekanisme pembentukan MCM-41 (Yang dkk, 2012) .....	16
<b>Gambar 2.9</b> Struktur kimia cetyltrimethylammonium bromide (Maurice & Faouzi, 2014).....	20
<b>Gambar 2.10</b> Skematik dari cetyltrimethylammonium bromide (C16TMABr) pada air (Sayari,1996).....	21
<b>Gambar 2.11</b> Bentuk gugus bercabang tinggi (Singh dkk, 2014) .....	24
<b>Gambar 2.12</b> Grafik Perilaku tekanan-temperatur autoclave yang terisi air dengan berbagai variasi persentase volume (Laudise, 1987) .....	27
<b>Gambar 2.13</b> Grafik peningkatan densitas air dalam autoclave terhadap temperatur (Laudise, 1987) .....	28

<b>Gambar 2.14</b>	Perbandingan persentase isi terhadap temperatur (Laudise, 1987).....	29
<b>Gambar 2.15</b>	Pola difraksi sinar-X dari silika dihasilkan dari abu sedge setelah terbakar pada berbagai suhu 500-800°C (Ghorbani dkk, 2012).....	30
<b>Gambar 2.16</b>	Plot SAXS sudut rendah dari MCM-41 yang dikalsinasi (Ghorbani dkk, 2012).....	31
<b>Gambar 2.17</b>	Isoterm adsorpsi-desorpsi nitrogen dari MCM-41 (Ghorbani dkk, 2012).....	31
<b>Gambar 2.18</b>	Spektrum FT-IR dari MCM-41 (Ghorbani dkk, 2012).....	32
<b>Gambar 2.19</b>	Hasil pengujian SEM MCM-41 dengan perbesaran berbeda. (a) X 10.000 dan (b) X 20.000 (Ghorbani dkk, 2012).....	33
<b>Gambar 2.20</b>	Hasil pengujian Transmission electron microscopy (TEM) MCM-41 yang disintesis. (a) Tampilan atas dan (b) tampilan samping (Ghorbani dkk, 2012) .	33
<b>Gambar 2.21</b>	Pola XRD silika MCM-41 yang dihasilkan dari temperatur yang berbeda (a) 80°C, (b) 90°C dan (c) 100°C (Meléndez-Ortiz dkk, 2013).....	34
<b>Gambar 2.22</b>	Mikrografik TEM MCM-41 yang disintesis dengan kondisi reaksi yang berbeda: (a) 80oC dan (b) 90oC (Meléndez-Ortiz dkk, 2013).....	35
<b>Gambar 2.23</b>	Isoterm adsorpsi-desorpsi nitrogen dari MSN disintesis pada suhu yang berbeda: MSNs-85-33 (a), MSNs-100-33 (b), MSNs-130-33 (c) dan MSNs-170-33 (d) (Gu dkk, 2011) .....	36
<b>Gambar 2.24</b>	Hasil XRD dari sampel (A) sekam padi sebelum dibakar (B) sekam setelah leaching HCl dan kalsinasi 600°C (C) SiO <sub>2</sub> hasil ekstraksi (Purwana, 2017).....	37
<b>Gambar 2.25</b>	Difraktogram dari sampel nanopartikel silika mesopori dengan variasi temperatur perlakuan	

	hidrotermal (A) 85°C, (B) 100°C, (C) 115°C, (D) 130°C dan (E) 145°C. (Purwana, 2017).....	38
<b>Gambar 2.26</b>	Hasil uji FTIR (A) sekam padi (B) abu sekam padi dan (C) silika hasil ekstraksi (Purwana, 2017).....	39
<b>Gambar 2.27</b>	Hasil uji FTIR nanopartikel silika mesopori dengan variasi temperatur perlakuan hidrotermal (A) 85°C, (B) 100°C, (C) 115°C, (D) 130°C dan (E) 145°C (Purwana, 2017).....	40
<b>Gambar 2.28</b>	Hasil uji SEM dari sampel nanopartikel silika mesopori dengan variasi temperatur perlakuan hidrotermal (A) 85°C, (B) 100°C, (C) 115°C, (D) 130°C dan (E) 145°C (Purwana, 2017).....	41
<b>Gambar 2.29</b>	Hasil TEM dari nanopartikel silika mesopori dengan variasi temperatur hidrotermal (A) 85°C, (B) 100°C, (C) 115°C, (D) 130°C, dan (E) 145°C (Purwana, 2017) .....	42
<b>Gambar 3.1</b>	Diagram Alir Tahap Ekstraksi Silika .....	46
<b>Gambar 3.2</b>	Diagram pembentukan silika mesopori.....	48
<b>Gambar 3.3</b>	Timbangan digital .....	49
<b>Gambar 3.4</b>	Spatula.....	49
<b>Gambar 3.5</b>	Crusible ukuran 50ml.....	50
<b>Gambar 3.6</b>	Muffle Furnace.....	50
<b>Gambar 3.7</b>	Kertas Saring Whatman .....	50
<b>Gambar 3.8</b>	Gelas ukur .....	51
<b>Gambar 3.9</b>	Beaker Glass .....	51
<b>Gambar 3.10</b>	Erlenmeyer.....	51
<b>Gambar 3.11</b>	Kertas pH .....	52
<b>Gambar 3.12</b>	Autoclave .....	52
<b>Gambar 3.13</b>	Hot Plate and Magnetic Stirrer.....	52
<b>Gambar 3.14</b>	Bucher Funnel.....	53
<b>Gambar 3.15</b>	Kompressor (pompa penghisap) .....	53
<b>Gambar 3.16</b>	Centrifuge .....	53
<b>Gambar 3.17</b>	Alat uji XRD PANalytical .....	56

<b>Gambar 3.18</b>	Skema Alat Uji XRD .....	56
<b>Gambar 3.19</b>	Alat Uji FTIR .....	59
<b>Gambar 3.20</b>	Skema Alat Uji FTIR .....	60
<b>Gambar 3.21</b>	Alat uji SEM-EDX FEI tipe Inspect S-50.....	62
<b>Gambar 3.22</b>	Skema Alat Uji SEM.....	63
<b>Gambar 3.23</b>	Alat uji TEM JEOL JEM 1400 .....	63
<b>Gambar 3.24</b>	Skema Alat Uji TEM .....	64
<b>Gambar 3.25</b>	Skema Alat Uji SAA (fisisorpsi).....	66
<b>Gambar 3.26</b>	Enam tipe kurva isoterm adsorpsi sesuai dengan IUPAC .....	68
<b>Gambar 4.1</b>	Difraktogram XRD dari (A) sekam padi, (B) sekam padi setelah proses acid-leaching, (C) abu sekam padi (rice husk ash), dan (D) silika hasil ekstraksi.....	69
<b>Gambar 4.2</b>	Difraktogram XRD dari mesopori silika dengan variasi temperatur (A) 85°C, (B) 100°C, (C) 115°C, dan (D) 130°C .....	73
<b>Gambar 4.3</b>	Spektra pengujian FT-IR dari (A) sekam padi, (B) sekam padi setelah proses acid-leaching, (C) abu sekam padi (rice husk ash), dan (D) silika hasil ekstraksi.....	74
<b>Gambar 4.4</b>	Spektra pengujian FTIR dari (A) CTAB, (B) silika hasil ekstraksi, dan (C) silika setelah dilakukan penambahan surfaktan CTAB .....	79
<b>Gambar 4.5</b>	Spektra pengujian FTIR dari (A) CTAB, (B) silika dengan penambahan CTAB, dan (C) mesopori silika dengan temperatur hidrotermal 80°C .....	81
<b>Gambar 4.6</b>	Spektra pengujian FTIR silika mesopori dengan variasi temperatur perlakuan hidrotermal (A) 85°C, (B) 100°C, (C) 115°C, dan (D) 130°C .....	84
<b>Gambar 4.7</b>	Hasil pengujian SEM dari (A) sekam padi, (B) sekam padi setelah proses acid-leaching, (C) abu sekam padi, dan (D) silika hasil ekstraksi (200 X).....	88

- Gambar 4.8** Hasil pengujian SEM dari (A) Silika hasil ekstraksi, nanopartikel silika mesopori dengan variasi perlakuan temperatur hidrotermal (B) 85°C, (C) 100°C, (D) 115°C, dan (E) 130°C.....91
- Gambar 4.9** Grafik pengaruh temperatur hidrotermal terhadap ukuran partikel silika mesopori .....93
- Gambar 4.10** Hasil pengujian TEM silika mesopori dengan variasi perlakuan temperatur hidrotermal 100°C (A) skala 1:500 nm, (B) skala 1:50 nm, dan (C) bentuk heksagonal pori. ....94
- Gambar 4.11** Hasil pengujian *nitrogen adsorption-desorption isotherms* silika mesopori dengan variasi perlakuan temperatur hidrotermal (A) 85°C, (B) 100°C, (C) 115°C, dan (D) 130°C.....95
- Gambar 4.12** Pengaruh temperatur hidrotermal terhadap ukuran pori rata-rata silika mesopori.....97
- Gambar 4.13** Pengaruh temperatur perlakuan hidrotermal terhadap total volume pori silika mesopori .....98
- Gambar 4.14** Pengaruh temperatur perlakuan hidrotermal terhadap luas permukaan spesifik silika mesopori .....99
- Gambar 4.15** Distribusi ukuran pori dengan metode BJH dari silika mesopori dengan variasi temperatur perlakuan hidrotermal (A) 85°C, (B) 100°C, (C) 115°C, dan (D) 130°C..... 100

*(halaman ini sengaja dikosongkan)*

## DAFTAR TABEL

<b>Tabel 2.1</b> Sifat fisik abu sekam padi (Siddique, 2008) .....	6
<b>Tabel 2.2</b> Komposisi kimia abu sekam padi (Siddique, 2008) .....	6
<b>Tabel 2.3</b> Skematik parameter utama sintesis untuk menghasilkan variasi material mesopori (Meynen dkk, 2009) .....	11
<b>Tabel 2.4</b> Karakteristik MSNs-T-R, CSi-170-30 dan C-170-30 (Gudkk, 2011) .....	36
<b>Tabel 3.1</b> Informasi pengujian XRD.....	57
<b>Tabel 4.1</b> Komposisi sekam padi, sekam padi setelah proses acid-leaching, dan RHA dari hasil pengujian EDX.....	71
<b>Tabel 4. 2</b> Gugus fungsi proses ekstraksi silika dari sekam padi..	77
<b>Tabel 4. 3</b> Gugus fungsi dari proses sintesis silika mesopori .....	82
<b>Tabel 4.4</b> Gugus fungsi dari silika mesopori dengan variasi temperatur perlakuan hidrotermal 85°C, 100°C, 115°C, dan 130°C .....	86
<b>Tabel 4.5</b> Luas permukaan, Ukuran pori rata-rata, dan total volume pori dari pengujian <i>nitrogen adsorption-desorption isotherms</i> .....	96

*(halaman ini sengaja dikosongkan)*

# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar Belakang**

Padi merupakan produk utama pertanian di negara-negara agraris termasuk Indonesia. Produk utama proses penggilingan adalah beras yang digunakan sebagai makanan pokok penduduk Indonesia, sedangkan sekam padi merupakan produk samping penggilingan padi (Hindrayawati & Alimuddin, 2010). Sekam padi sebagai limbah yang berlimpah khususnya di negara agraris, merupakan salah satu sumber penghasil silika terbesar. Sekam padi mengandung silika sebanyak 87%-97% berat kering setelah mengalami pembakaran sempurna. Selain didukung oleh jumlah yang melimpah, silika sekam padi dapat diperoleh dengan sangat mudah dan biaya yang relatif murah (Kalapathy dkk, 2000). Silika dari sekam padi dapat dimanfaatkan menjadi sumber silika dalam pembuatan berbagai material berbahan dasar silika, seperti natrium silikat. Natrium silikat banyak digunakan di industri, terutama untuk bahan pembuatan sabun dan detergen, bahan perekat, bahan baku pembuatan beton dan semen, serta sebagai adsorben (Trivana dkk, 2015).

Natrium silikat juga dapat dijadikan alternatif sebagai sumber silika untuk industri dengan produksi skala besar dari bubuk silika yang diendapkan. Dimana biasanya, alkil ortosilikat digunakan untuk pembuatan partikel silika. Namun, alkil ortosilikat memiliki harga yang tinggi, mudah terbakar, dan kesulitan dalam penanganan dan penyimpanannya. (Maurice & Faouzi, 2014). Sehingga, ekstraksi sekam padi dalam menghasilkan silika dapat dijadikan pengganti sumber silika tersebut. Bubuk silika dapat diperoleh dari abu sekam padi, Dalam pembakaran sekam padi biasanya menghasilkan 20% abu dengan kandungan silika ( $\text{SiO}_2$ ) sebagai komponen utamanya (Coniwanti dkk, 2008).

Umumnya, material berpori dibedakan dengan ukuran pori, distribusi ukuran pori, dan susunan struktural dan tingkat keteraturan pori-pori (Kleitz, 2002). Untuk mendapatkan mesopori silika partikel biasanya digunakan metode Stöber, yang



dikembangkan pada tahun 1968, terus menjadi metode yang digunakan secara luas untuk mensintesis silika partikel dan ditambahkan perlakuan hidrotermal (Lieberman dkk, 2014). Aplikasi potensial dari material mesopori diukur berdasarkan sifat permukaan seperti luas permukaan pori, diameter pori dan volume permukaan pori. Material mesopori yang baik ditandai dengan tingginya luas permukaan pori, diameter pori, dan volume permukaan pori dan juga sifat mekanik serta stabilitas kimia, tekanan dan termal yang baik. Hal tersebut dipengaruhi oleh tingkat kristalinitas pada material mesopori tersebut (Alfaruqi, 2008).

Pada penelitian Siburian (2015) mengenai sintesis dan karakterisasi mesopori silika dari sekam padi dengan metode kalsinasi dengan variasi suhu 800°C, 850°C dan 900°C Dimana didapatkan hasil adsorpsi desorpsi nitrogen isotherm silika memperlihatkan adsorpsi isotherm Tipe IV yang merupakan karakteristik material mesopori dan diperoleh distribusi ukuran pori antara 5 sampai 17 nm serta volume dan luas permukaan silika berdasarkan perhitungan BJH masing-masing 0,817 cm<sup>3</sup>g<sup>-1</sup> dan 243,165 m<sup>2</sup>g<sup>-1</sup>. Data tersebut menunjukkan hasil yang belum maksimal disebabkan tidak adanya template dan temperatur kalsinasi yang tinggi mengakibatkan rusaknya struktur mesopori yang ada.

Sedangkan pada penelitian Purwana, et al., (2017) bertujuan untuk mempelajari metode ekstraksi silika dari sekam padi (*rice husk*), karakteristik mesoporous silika hasil proses sol gel dan surfaktan templating dari sekam padi (*rice husk*) serta pengaruh temperatur hidrotermal terhadap pembentukan mesoporous silika nanopartikel (MSNp). Pada penelitian ini sekam padi (*rice husk*) diekstrak dengan metode sol-gel yang kemudian diikuti dengan perlakuan hidrotermal dengan variasi temperatur 85°C, 100°C, 115°C, 130°C dan 145°C dalam waktu 24 jam. Didapatkan ukuran kristal yang berkisar antara 6,27 hingga 40,3 nm. Namun, hasil dari penelitian ini belum didapatkan hasil dari luas permukaan yang diinginkan untuk dapat diaplikasikan serta



belum bisa menjelaskan pengaruh peningkatan dari temperatur hidrotermal terhadap luas permukaan silika mesopori.

Dalam berbagai penelitian yang telah dilakukan, metodologi yang berbeda dapat digunakan untuk memodifikasi struktur silika mesopori dengan cara mengubah variabel proses. Salah satu proses pembentukan mesopori silika yang mempengaruhi pembentukan mesostruktur atau gel adalah perlakuan hidrotermal. Dalam penelitian ini variabel penelitian yang digunakan adalah temperatur reaksi hidrotermal dengan tujuan mendapatkan silika mesopori yang dapat digunakan dalam aplikasi tertentu.

## 1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang ada didapatkan rumusan masalah dalam Tugas Akhir ini, yaitu:

1. Bagaimana pengaruh temperatur hidrotermal terhadap pembentukan partikel silika mesopori MCM-41?
2. Bagaimana karakteristik silika mesopori MCM-41 hasil sintesis ekstraksi dari sekam padi sebagai *precursor*?

## 1.3 Batasan Masalah

Untuk menganalisis masalah dalam penelitian ini, terdapat batasan masalah sebagai berikut:

1. Kondisi lingkungan dianggap tidak berpengaruh
2. Fluktuasi panas dalam *furnace* dianggap tidak berpengaruh
3. Temperatur ruang, tekanan dan kelembaban dianggap konstan
4. Kualitas sekam padi dianggap sama

## 1.4 Tujuan Penelitian

Dari rumusan masalah yang ada, maka tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Menganalisis pengaruh temperatur hidrotermal terhadap pembentukan silika mesopori MCM-41.
2. Menganalisis karakteristik silika mesopori MCM-41 hasil sintesis ekstraksi dari sekam padi sebagai *precursor*.



---

### 1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat bermanfaat dalam aplikasi bidang nano material yakni *drug release* dan *biosensing*.

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 Sekam Padi**

Sekam padi merupakan produk samping yang dihasilkan dari proses penggilingan padi. Pemanfaatan dari sekam padi sendiri di Indonesia masih terbatas, Dimana kebanyakan hanya menjadi limbah yang belum dimanfaatkan secara optimal. Masyarakat hanya menafoatkannya untuk salah satu bahan pembakar bata merah yang dipakai pada bangunan, selain itu juga hanya dijadikan sebagai media tanaman atau bahkan hanya dibuang begitu saja. Didalam Sekam padi memiliki kandungan silika yang tinggi pada abu hasil pembakarannya sehingga dapat dimanfaatkan sebagai pengganti sumber silika, dan selain itu mudah untuk didapatkan (Warsito dkk, 2008). Pada proses penggilingan padi dapat dihasilkan rata-rata 72% beras, 5-8% dedak dan sekam 20-22%. Dengan demikian, dari 150 juta ton padi yang digiling akan menghasilkan sekitar 33 juta ton sekam padi (Lanning, 1963).

Kandungan silika dari abu sekam yaitu 94 – 96 % dan apabila kandungan silika berada dibawahnya besar kemungkinan disebabkan karena sampel sekam yang telah terkontaminasi dengan zat lain yang kandungan silikanya rendah (Ummah dkk, 2010). Di samping kandungan silika yang tinggi, abu sekam padi memiliki sifat amorf dan abu sekam padi juga dapat dijadikan sebagai bahan pengganti pasir kuarsa sebagai pembuatan silika gel dengan kekerasan yang lebih rendah sehingga untuk peleburan abu sekam padi tidak memerlukan waktu yang lama dan temperatur yang tinggi (Sriyanti dkk, 2005).

Sekam padi yang tidak terbakar mengandung 50% selulosa, 25-30% lignin dan 15-20% silika. Pada saat sekam padi terbakar maka akan dihasilkan abu sekam padi (RHA) dihasilkan. Dimana saat terbakar, selulosa dan lignin keluar meninggalkan abu silika (Siddique, 2008). Komposisi dan sifat fisik dari abu sekam padi adalah sebagai berikut



**Tabel 2.1** Sifat fisik abu sekam padi (Siddique, 2008)

Sifat	Nilai			
	Mehta (1992)	Zhang et al. (1996)	Feng et al. (2004)	Bui et al. (2005)
Ukuran rata-rata partikel ( $\mu\text{m}$ )	-	-	7,4	5
Berat jenis	2,06	2,06	2,10	2,10
Kehalusan : melebihi 45 $\mu\text{m}$ (%)	99	99	-	-

**Tabel 2.2** Komposisi kimia abu sekam padi (Siddique, 2008)

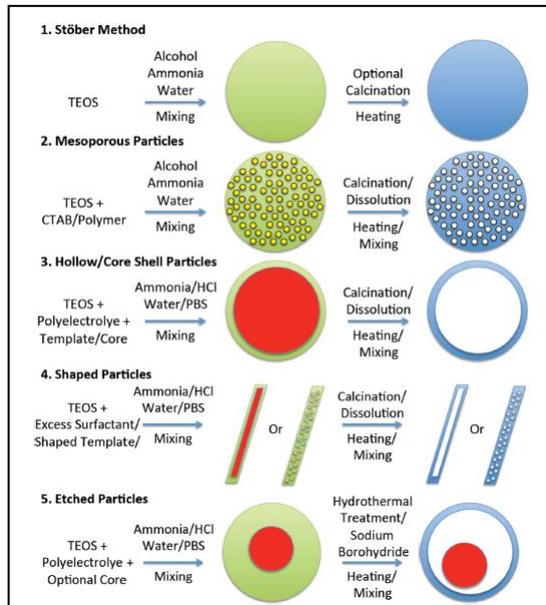
Unsur	Persentase		
	Mehta (1992)	Zhang et al. (1996)	Bui et al. (2005)
Silika ( $\text{SiO}_2$ )	87,2	87,3	86,98
Alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )	0,15	0,15	0,84
Fe (III) Oksida ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ )	0,16	0,16	0,73
Kalsium Oksida ( $\text{CaO}$ )	0,55	0,55	1,40
Magnesium Oksida ( $\text{MgO}$ )	0,35	0,35	0,57
Natrium Oksida ( $\text{Na}_2\text{O}$ )	1,12	1,12	0,11
Pottasium Oksida ( $\text{K}_2\text{O}$ )	3,68	3,68	2,46
Sulfur trioksida ( $\text{SO}_3$ )	0,24	0,24	-
LOI	8,55	8,55	5,14

## 2.2 Silika

Silika (*silicon dioxide*) dengan rumus molekul  $\text{SiO}_2$ , terdapat di alam dalam keadaan tidak murni. Silika terbentuk ketika unsur silicon (Si) teroksidasi secara termal. Lapisan yang sangat tipis terbentuk di permukaan silicon ketika silicon kontak dengan udara. Temperatur tinggi dan lingkungan yang berubah merupakan kondisi yang baik dalam pembentukan lapisan silika (*silicon*



*dioxide*). Silika merupakan bahan kimia yang pemanfaatan dan aplikasinya sangat luas mulai bidang elektronik untuk pengampelasan material bahan IC, fiber optik, bahan cat, pasta gigi, kosmetik, kertas, makanan suplemen, mekanik, medis, seni hingga bidang-bidang lainnya. Salah satu pemanfaatan silika yang cukup luas adalah sebagai penyerap kadar air di udara sehingga memperpanjang masa simpan bahan dan sebagai bahan campuran untuk membuat keramik seni. Selain itu silika yang dihasilkan dari ekstraksi sekam padi dimanfaatkan sebagai bahan penguat komposit karet alam, bahan aditif (pozzolan) dalam pembuatan semen portland, dan bahan pembuatan *mullite whiskers* (Coniwanti dkk,2008).



Silika merupakan material yang sudah lama ada dengan aplikasi yang begitu luas. Perkembangan nanoteknologi

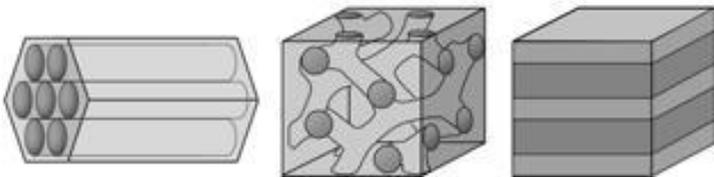
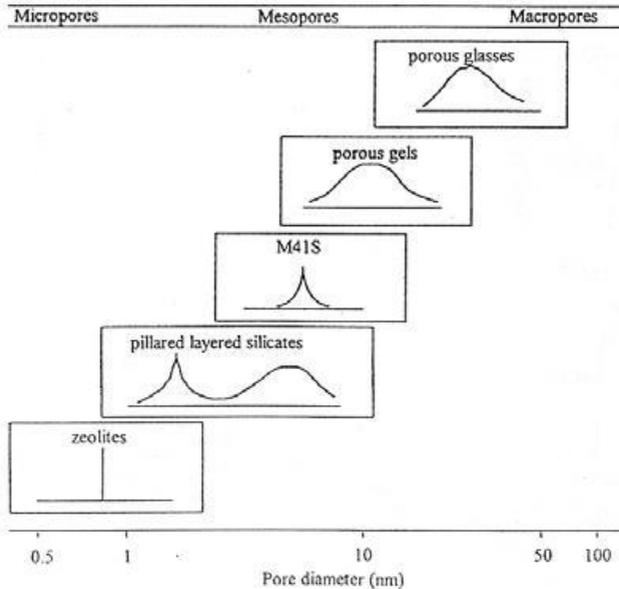


menyebabkan semakin luas penggunaan material ini. Karena sifatnya yang fleksibel, silika dapat dengan mudah dibuat menjadi material monodisperse spheres, nanorods, struktur hollow dan mesostruktur. Silika juga dikenal dengan kegunaannya yang unik sebagai bahan pelapis dan pendukung untuk membentuk material *hybrid*. Material *hybrid* berbasis silika dan silika dapat diaplikasikan dalam katalis, *drug delivery*, pemisahan, nanoreaktor, dan sebagainya. Selain itu, bahan silika dikenal sebagai *sacrifing template* dalam pembuatan bahan fungsional lainnya. Misalnya, karbon berongga dan mesostruktur, logam dan oksida. Karena fleksibilitas silika, pengembangan silika yang berhubungan dengan silika / nanomaterial telah meningkatkan minat dalam beberapa tahun terakhir (Yu dkk, 2012).

Beberapa teknik sintesis telah dikembangkan untuk menghasilkan partikel dengan kisaran ukuran yang sempit dan komposisi hampir seragam. Kebanyakan sintesis dilakukan menggunakan metode sol-gel pada 251°C dengan memperhatikan kontrol reaktan terhadap perbandingan pelarut dengan kontrol ukuran partikel template. Gambar 2.1 menunjukkan beberapa metode umum yang umum digunakan untuk mensintesis partikel silika (Liberman dkk, 2014).

### **2.3 Material Mesopori**

Material berpori telah menarik banyak minat untuk dilakukan penelitian oleh para ilmuwan yang dapat dijadikan sebagai aplikasi pada pemisahan kimia dan katalisis heterogen, dimana hal ini memberikan tantangan pada saat sintesis, pengolahan, dan karakterisasi. Idealnya, material berpori memiliki distribusi ukuran pori yang sempit. Hal ini merupakan aspek yang sangat penting untuk ukuran spesifik pori dalam aplikasinya. Material berpori pada awalnya didefinisikan dengan sifat adsorpsinya. Dari hal tersebut, material berpori dibedakan dengan ukuran porinya. Menurut definisi IUPAC, 3 padatan berpori terbagi dalam 3 kelas: Material mikroporous (<2 nm), mesoporous (2-50 nm) dan makroporous (> 50 nm) (Kleitz, 2002).



**Gambar 2.2** Beberapa bentuk pori dari material mesopori (Johansson, 2010)

Beberapa jenis silika dan alumina yang memiliki ukuran mesopori halus yang sama termasuk dalam bahan mesopori. Oksida mesopori dari niobium, titanium, dan timah juga telah diteliti. Menurut IUPAC, bahan mesopori dapat memiliki mesostruktur yang teratur ataupun tidak. Bahan mesopori dengan geometri teratur memiliki potensi yang luar biasa dalam hal aplikasi praktis seperti katalisis, adsorpsi, penginderaan,



penggunaan medis, ekologi, nanoteknologi, pemisahan kimia dan biologi, kromatografi, perangkat fotonik dan elektronik, pengiriman obat, dan penyimpanan energi (Sharma & Arjariya, 2017).

Pori-pori dapat memiliki bentuk yang berbeda-beda seperti bola atau silindris dan diatur dalam berbagai struktur, Seperti pada Gambar 2.2 . Beberapa struktur memiliki pori-pori yang lebih besar dari 50 nm dalam satu dimensi, hal tersebut terlihat pada dua gambar struktur yang pertama pada Gambar 2.3. Namun lebar pori masih dalam kisaran meso sehingga materialnya masih dianggap mesopori (Johansson, 2010).

#### **2.4 Mesoporous Silica Nanoparticles (MSNP)**

Pada awal 1990-an, material silika mesopori telah menarik perhatian khusus setelah ditemukannya kelompok baru tentang *molecular sieve* yang disebut M41S. M41S terdiri dari tiga mesofasa yaitu MCM-41, MCM-48 dan MCM-50 merupakan material silika mesopori yang paling dikenal dengan perbedaan ukuran pori (2 - 10 nm) dan memiliki karakteristik struktural berupa 2D-heksagonal dan 3D-kubik (Yang dkk, 2012). Material nanopartikel silika mesopori (MSN) memiliki sifat khusus yaitu dapat dilakukan kontrol pada ukuran partikel, porositas, morfologi, dan stabilitas kimia sehingga menjadikan material partikel tersebut sangat menarik untuk diaplikasikan sebagai pembawa obat, katalisis diagnostik, pemisahan dan sensor (Sayari A. , 2003).

Sintesis mesopori silika dapat dilakukan dengan dua metode yaitu metode sintesis dengan menggunakan template dan metode sintesis tanpa menggunakan template. Metode sintesis menggunakan template memiliki dua jenis metode yaitu LCT (*liquid crystal templating*) pada Gambar 2.4 A dan *self-assembly* dan *cooperative self-assembly* (Gambar 2.4 B). Sedangkan, untuk sintesis tanpa menggunakan template juga memiliki dua jenis metode yaitu NBB (*nanometric building blocks*) (Gambar 2.4 C) dan *sheer-folding mechanism of nanotubes* (Gambar 2.4 D). Pada dasarnya, sintesis material mesopori dapat dilakukan kontrol



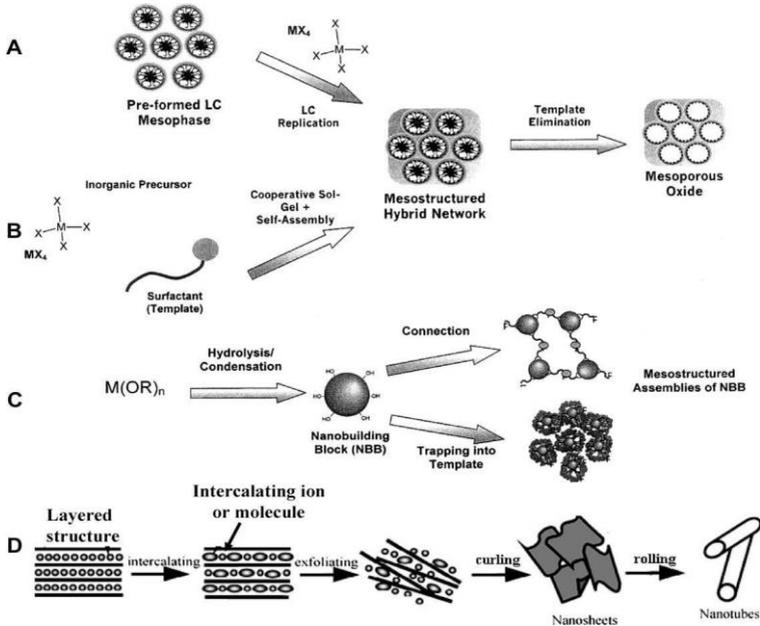
dengan dibatasi pada kombinasi dalam pemilihan jenis surfaktan, mekanisme sintesis dan interaksi sumber silika dengan molekul template (jika ada) seperti terlihat pada Tabel 2.3 (Meynen dkk, 2009).

**Tabel 2.3** Skematik parameter utama sintesis untuk menghasilkan variasi material material mesopori (Meynen dkk, 2009)

Surfaktan	Mekanisme	Interaksi	
<i>MOS (molecular based organized systems)</i>	<i>LCT (liquid crystal template)</i>	Langsung	Ionik
<i>POS (polymeric based organized systems)</i>	<i>Self-assembly</i>		Non-ionik
<i>Textural templates</i>	<i>Cooperative self-assembly</i>	Tidak langsung	Ionik
	<i>Nanometric building blocks</i>		Non-ionik

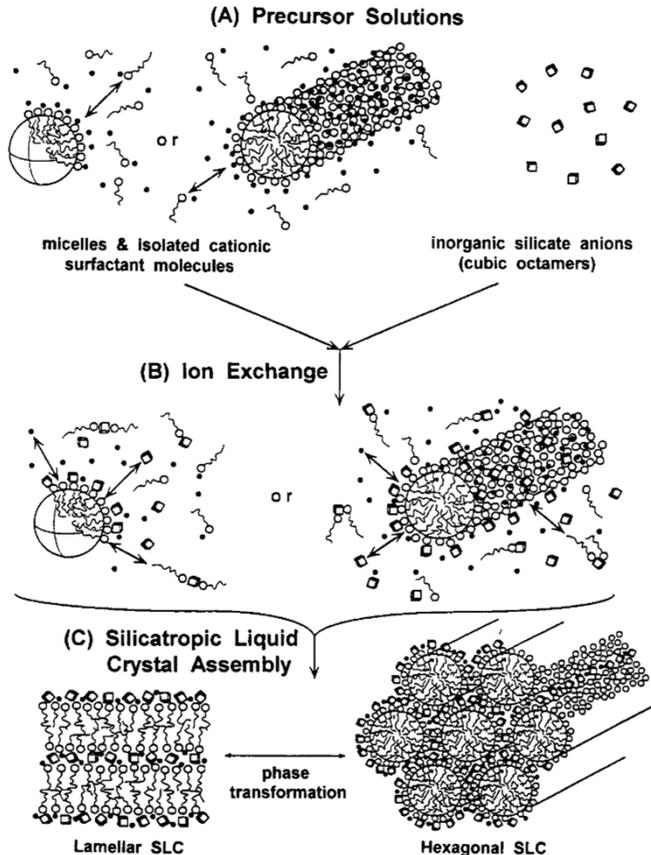
Metode LCT (*Liquid Crystal Templating*) dimulai dengan pembentukan misel kemudian diikuti dengan kondensasi prekursor silikat di sekitar misel untuk membentuk mesostruktur. Langkah terakhir, menghilangkan template dan diperoleh silika mesopori (Gambar 2.4 A). Sedangkan untuk metode *self-assembly* dan cooperative self-assembly adalah kombinasi metode sol-gel dan *self-assembly*. Prekursor silika dan surfaktan merangkai dengan sendirinya menjadi jaringan mesostruktur kemudian dilakukan penghilangan template (Gambar 2.4 B).

Metode NBB (*Nanometric Building Blocks*) dimulai dengan organometalik dengan dilakukan proses hidrolisis dan kondensasi untuk membuat blok *nanobuilding* yang akhirnya unit dari blok *nanobuilding* dirangkai menjadi jaringan mesostruktur (Gambar 2.4 C). Metode *sheer-folding of nanotubes* dilakukan sintesis oleh material struktur lapisan. Struktur lapisan merupakan penambahan ion atau molekul interkalasi dan diikuti *exfoliating*, *curling* dan *rolling* seperti Gambar 2.4 D (Meynen dkk, 2009).



### 2.4.1 Mekanisme Sintesis Mesopori Silika

Sintesis mesopori silika tanpa menggunakan *template* tidak populer karena dalam sintesis yang menggunakan teknologi tinggi dan biaya produksi yang tinggi. Dari hal itu, kebanyakan mesopori silika disintesis dengan metode sintesis dengan menggunakan *template*. Sintesis mesopori silika menggunakan *template* memiliki dua mekanisme; mekanisme *cooperative organization* dan mekanisme *supramolecular templating*.



**Gambar 2.5** Mekanisme Cooperative templating (Sayari & Liu, 1997)

#### 2.4.1.1 Mekanisme *cooperative organization*

Mekanisme sintesis mesopori silika dengan mekanisme *cooperative organization* terdiri dari tiga tahap. Yang pertama adalah perpindahan ion-ion surfaktan dan anion anorganik polivalen atau polycharged dengan interaksi elektrostatik yang menyebabkan pasangan ion organik-anorganik. Kedua, ion organik-anorganik mengatur diri menjadi struktur mesopori seperti



*liquid-crystal*. Akhirnya, ion anorganik terjadi cross-linking dan pembentukan kerangka dari fase *liquid-crystal* yang mendasarinya. Mekanisme sintesis mesopori silika pada kondisi dasar dengan surfaktan kationik ditunjukkan pada Gambar 2.5.

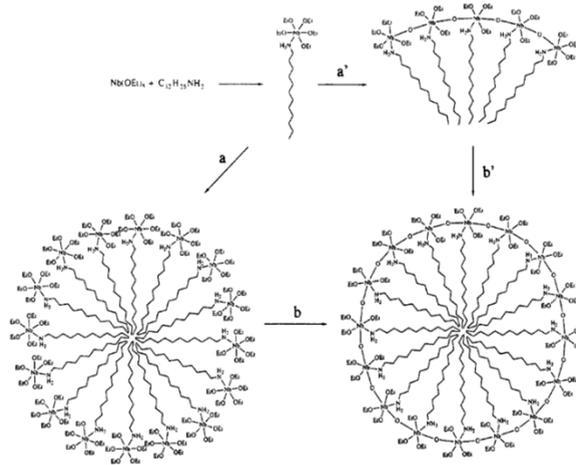
#### 2.4.1.2 Mekanime *supramolecular templating*

Mekanisme *supramolecular templating* menerangkan bahwa sintesis mesopori silika yang dapat dengan template netral ( $N^{0T^0}$ ) dan non-ionik ( $S^{0T^0}$ ) seperti surfaktan alkilamina dan polietilenoksida. Mesopori silika yang diperoleh menunjukkan sistem non-order nanopores silinder dengan distribusi ukuran sempit seperti HMS dan MSU-n.

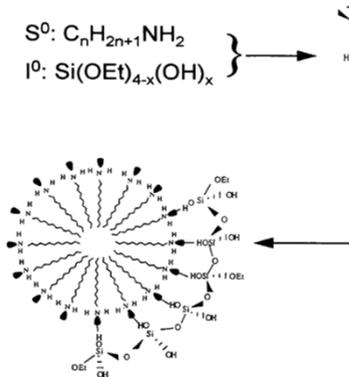
Mekanisme sintesis mesopori silika dengan adanya surfaktan netral yang diawali proses hidrolisis dari *tetraethylorthosilicate*. Kemudian hidrolisis *tetraethylorthosilicate* terjadi ikatan hidrogen dengan kelompok surfaktan amina menjadi kompleks organik-anorganik dengan kelompok kepala yang sangat besar. Pertimbangan *packing parameter*, kompleks organik-anorganik yang diperoleh memiliki *packing parameter* yang kecil untuk menjadikan pembentukan misel dengan kelengkungan yang tinggi seperti misel *rodlike* dimana menunjukkan kecenderungan alami untuk merakit diri menjadi mesopori silika heksagonal lyotropik. Setelah itu, proses ini terjadi kondensasi gugus silanol dan pembentukan dinding silika yang kaku.

Mekanisme non-ionik dengan metode *ligand-assisted templating* (Sayari & Liu, 1997). Metode ini menggambarkan pembentukan mesopori oksida logam transisi dengan cara pembentukan ikatan kovalen antara kelompok organik dan anorganik. Langkah pertama adalah pembentukan ikatan kovalen Nb-N antara  $Nb(OEt)_5$  dan surfaktan amina rantai panjang. Langkah selanjutnya adalah kondensasi intermolekuler dalam air yang mengarah ke pembentukan misel silinder seperti Gambar 2.6 (a 'to b'). Kondensasi intermolekul muncul dengan pembentukan

misel dengan gaya van der waal sebelum langkah kondensasi seperti Gambar 2.6 (a sampai b). (Prawingwong, 2011)



Gambar 2.6 Mekanisme *Neutral templating* (Sayari & Liu, 1997)

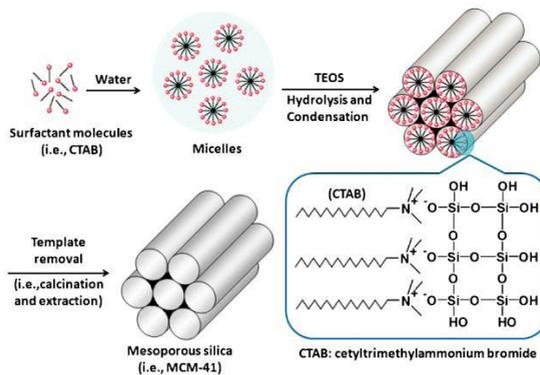


Gambar 2.7 Mekanisme *Ligand-assisted templating* (Sayari & Liu, 1997)

Material M41S disintesis melalui mekanisme templating supramolekul dengan menggunakan surfaktan berupa rantai panjang alkiltrimetilamonium dalam kondisi pada umumnya. Saat



ini, silika mesopori dapat dibuat pada kondisi yang sangat luas. Gambar 2.7 menunjukkan secara skematis, parameter struktural yang telah dilakukan penelitian dalam material mesopori periodik. Selain surfaktan alkiltrimetilamonat kationik, terdapat beberapa molekul *amphiphile* yang juga termasuk surfaktan anionik, netral, zwitterionik, bola *amphiphile*, gemini dan divalen serta banyak oligomer komersial dan kopolimer triblock yang tersedia secara komersial dan campurannya yang sesuai untuk digunakan sebagai silika mesopori periodik (Sayari A. , 2003).



Pembuatan MCM-41 seperti pada Gambar 2.8, dimana material silika mesopori disintesis dengan adanya penempelan template berupa *micelle* surfaktan kationik yang berfungsi sebagai agen yang menjadikan struktur tertentu dengan mempolimerisasi komponen silika menggunakan prinsip interaksi elektrostatis (Yang dkk, 2012).

Menurut penelitian (Wu dkk, 2012) disebutkan bahwa metode *templating* telah banyak digunakan untuk pembuatan material silika mesopori dengan luas permukaan yang besar, ukuran pori yang *tunable*, volume pori yang besar dan bentuk morfologi yang beragam. Karena adanya perbedaan dari mesofasa dan morfologi kristal *liquid* dalam penempelan surfaktan, dimana template



surfaktan silika mesopori dapat disesuaikan untuk memberikan berbagai mesostruktur (misal disordered, seperti *worm hole*, heksagonal, kubik, dan lamellar mesofasa), morfologi (misalnya *spheres*, *hollow spheres*, *fibers*, *tubules*, *gyroids*, *helical fibers*, *crystals* dan banyak struktur yang lain), dan dimensi (nanometer sampai sentimeter) dengan mengendalikan kondisi reaksinya (seperti suhu reaksi, nilai pH, konsentrasi surfaktan, sumber silika dll.

## 2.5 Surfaktan

Surfaktan adalah zat yang apabila ada pada konsentrasi rendah dalam suatu sistem, memiliki sifat untuk menyerap ke permukaan atau *interface* sistem dan akan mengubah tingkat energi pada permukaan atau permukaan yang ditandai ataupun energi bebas pada *interfacial* dari permukaan tersebut (atau *interface*). Istilah *interface* menunjukkan batas antara dua fase yang bercampur; Istilah permukaan menunjukkan *interface* untuk satu fasa berupa gas, biasanya udara.

Surfaktan memiliki karakteristik struktur molekul yang terdiri dari kelompok struktural yang memiliki daya tarik sangat kecil untuk pelarut, yang dikenal sebagai kelompok *lyophobic*, bersama dengan kelompok yang memiliki daya tarik kuat untuk pelarut, yang disebut kelompok *lyophilic*. Ini dikenal sebagai struktur *amphipathic*. Ketika sebuah molekul dengan struktur *amphipathic* dilarutkan dalam pelarut, kelompok *lyophobic* dapat mengubah struktur dari pelarut dan meningkatkan energi bebas dari sistem. Ketika itu terjadi, sistem merespon dengan cara tertentu untuk meminimalkan kontak antara kelompok *lyophobic* dan pelarutnya.

Pengelompokan struktur kimia yang sesuai sebagai bagian *lyophobic* dan *lyophilic* dari molekul surfaktan berbeda dengan sifat pelarut dan kondisi penggunaannya. Dalam pelarut yang sangat polar seperti air, kelompok *lyophobic* dapat berupa rantai hidrokarbon atau fluorokarbon atau siloksan dengan panjang yang tepat, sedangkan dalam pelarut yang kurang polar hanya beberapa yang mungkin sesuai (mis., Rantai fluorokarbon atau siloksan



dalam polipropilena glikol). Dalam pelarut polar seperti gugus air, ion atau yang sangat polar dapat menjadi gugus *lyophilic*, sedangkan pada pelarut nonpolar seperti heptana dapat bertindak sebagai kelompok *lyophobic*. Karena kondisi suhu dan penggunaan yang bervariasi (mis., Adanya elektrolit atau aditif organik), modifikasi pada struktur *lyophobic* dan *lyophilic* mungkin diperlukan untuk mempertahankan aktivitas permukaan pada tingkat yang tertentu. Jadi, untuk aktivitas permukaan dalam sistem tertentu, molekul surfaktan harus memiliki struktur kimiawi yang *amphiphathic* dalam pelarut pada kondisi penggunaannya.

Kelompok hidrofobik biasanya merupakan residu hidrokarbon dengan rantai panjang, dan rantai hidrokarbon halogen atau oksigen yang kurang terdetoksik atau siloksan; kelompok hidrofilik adalah gugus ionik atau kelompok yang sangat polar. Berdasarkan sifat gugus hidrofilik, surfaktan diklasifikasikan sebagai:

1. Anionik : Bagian permukaan molekul yang aktif mengandung muatan negatif, misalnya  $\text{RCOO}^-\text{Na}^+$  (soap),  $\text{RC}_6\text{H}_4\text{SO}_3^-\text{Na}^+$  (alkylbenzene sulfonate).
2. Kationik : Bagian permukaan molekul yang aktif mengandung muatan positif, misalnya  $\text{RNH}_3^+\text{Cl}^-$  (garam amina rantai panjang),  $\text{RN}(\text{CH}_3)_3^+\text{Cl}^-$  (quaternary ammonium chloride).
3. *Zwitterionic* : Baik muatan positif maupun negatif mungkin ada di bagian aktif permukaan, misalnya  $\text{RN}^+\text{H}_2\text{CH}_2\text{COO}^-$  (rantai panjang amino asam),  $\text{RN}^+(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{SO}_3^-$  (sulfobetaine).
4. Non-ionik : Bagian aktif permukaan tidak memiliki muatan ionik yang jelas Contohnya,  $\text{RCOOCH}_2\text{CHOHCH}_2\text{OH}$  (monogliserida dari rantai panjang lemak asam),  $\text{RC}_6\text{H}_4(\text{OC}_2\text{H}_4)_x\text{OH}$  (alkilfenol polioksietilenat),  $\text{R}(\text{OC}_2\text{H}_4)_x\text{OH}$  (alkohol polioksietilenat).



---

Sebagian besar permukaan secara alami bermuatan negatif. Oleh karena itu, jika permukaannya dibuat hidrofobik (*water-repellent*) dengan menggunakan surfaktan, maka jenis surfaktan yang terbaik untuk digunakan adalah kationik. Surfaktan jenis ini akan menyerap ke permukaan dengan kelompok kepala hidrofilik bermuatan positif yang berorientasi pada permukaan bermuatan negatif (karena daya tarik elektrostatik) dan kelompok hidrofobiknya yang berorientasi untuk menjauh dari permukaan, membuat permukaan akan menolak air (*water-repellent*). Di sisi lain, jika permukaannya dibuat hidrofilik (*air-wettable*), maka surfaktan kationik harus dihindari. Jika permukaannya harus bermuatan positif, bagaimanapun, maka anionik akan membuatnya hidrofobik dan harus dihindari jika permukaannya dibuat hidrofilik.

Non-ionik akan menyerap ke permukaan dengan kelompok hidrofilik atau hidrofobik yang berorientasi ke permukaan, tergantung pada sifat permukaan yang ada. Jika gugus polar yang mampu mengikat H dengan gugus hidrofilik surfaktan yang ada di permukaan, maka surfaktan mungkin akan teradsorpsi dengan kelompok hidrofiliknya yang berorientasi ke permukaan akan membuat permukaan lebih hidrofobik; Jika kelompok tersebut tidak ada di permukaan, maka surfaktan mungkin akan berorientasi pada kelompok hidrofobiknya ke permukaan, membuatnya lebih hidrofilik.

*Zwitterionic*, karena membawa muatan positif dan negatif maka akan dapat menyerap permukaan yang bermuatan negatif maupun bermuatan positif tanpa mengubah muatan permukaan secara signifikan. Di sisi lain, adsorpsi kationik ke permukaan yang bermuatan negatif dapat mengurangi muatan pada permukaan dan bahkan dapat membalikkannya menjadi muatan positif (jika kationik cukup teradsorpsi). Dengan cara yang sama, adsorpsi surfaktan anionik ke permukaan yang bermuatan positif dapat mengurangi muatan permukaannya dan dapat bahkan dapat membalikkannya ke muatan negatif. Adsorpsi non-ionik ke permukaan pada umumnya tidak mempengaruhi muatan secara

---

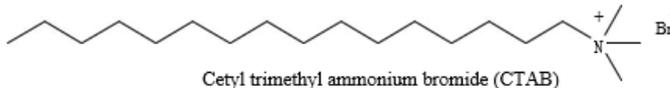


signifikan, walaupun kepadatan muatan efektif dapat dikurangi jika lapisan yang teradsorpsi tebal.

Perbedaan sifat kelompok hidrofobik biasanya kurang menonjol dibandingkan dengan sifat gugus hidrofilik. Umumnya residu hidrokarbon rantai panjang. Namun, terdapat juga struktur yang berbeda yang lainnya seperti:

- a. Rantai lurus, gugus alkil panjang ( $C_8-C_{20}$ )
- b. rantai bercabang, gugus alkil panjang ( $C_8-C_{20}$ )
- c. Residu *alkylbenzene* dengan rantai panjang ( $C_8-C_{15}$ )
- d. Residu *alkylnaphthalene* ( $C_3$  dan gugus alkil yang lebih panjang)
- e. Turunan rosin
- f. High-molecular-weight propylene oxide polymers (turunan polyoxypropylene glycol)
- g. Gugus *perfluoroalkyl* dengan rantai panjang
- h. Gugus *polysiloxane*
- i. Turunan lignin

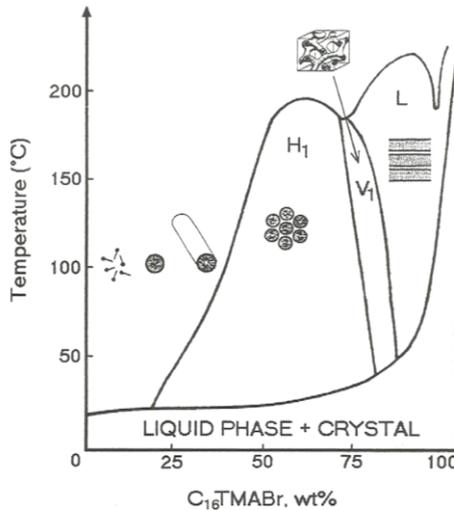
(Rosen, 2004)



*Crystalline nanoporous silicates* yang paling banyak dipelajari adalah yang dibuat melalui medium air dengan adanya alkiltrimetilamonium hidroksida atau halida dengan rantai panjang dalam kondisi dasar. Oleh karena itu, praktis hal tersebut merupakan aspek yang harus diperhatikan dahulu, kemudian mempertimbangkan kondisi pH, surfaktan dan pendekatan sintesis lainnya. Pada tahap ini, penting untuk mempelajari agregasi surfaktan dalam air. Surfaktan yang biasa digunakan adalah



*cetyltrimethylammonium bromide*. Gambar 2.9 menunjukkan struktur kimia dari *cetyltrimethylammonium bromide* (Maurice & Faouzi, 2014). Seperti pada Gambar 2.10 menunjukkan diagram fasa skematik dari *cetyltrimethylammonium bromide* ( $C_{16}TMABr$ ) pada air (Sayari A. , 1996).



## 2.6 Metode Sol-Gel

Material sol-gel diketahui sejak awal 1960-an, ketika material anorganik pertama disiapkan dengan menggunakan metode ini. Metode pengolahan sol-gel pertama kali digunakan secara historis untuk bahan dasar. Dalam 30 tahun terakhir, banyak aplikasi baru telah dikembangkan. Ilmuwan dan insinyur dalam bidang material telah menunjukkan minat yang meningkat terhadap teknologi ini, sebagai metode alternatif untuk menciptakan material dengan sifat baru. Material sol-gel adalah padatan metastabil yang terbentuk dalam reaksi kinetik yang terkontrol dari prekursor molekuler, yang merupakan *building blocks* untuk material selanjutnya.



---

Dimana hal tersebut menjadikan semua parameter reaksi memiliki pengaruh, termasuk sifat prekursor yang menentukan struktur dan dengan demikian juga sifat-sifat bahan sol-gel tersebut.

Secara bahasa, Sol adalah suspensi stabil partikel koloid (partikel) dalam cairan. Partikel bisa berbentuk amorf atau kristal, dan mungkin memiliki substruktur padat, berpori, atau polimer. Yang terakhir dapat disebabkan oleh agregasi unit kimia subcolloidal. Sedangkan Gel terdiri dari jaringan padat tiga dimensi yang berpori yang mengelilingi dan menunjang fasa cair kontinyu ("*wet gel*"). Dalam kebanyakan sistem sol-gel untuk sintesis bahan oksida, gelasi (yaitu pembentukan gel) adalah karena pembentukan ikatan kovalen antara partikel sol. Pembentukan gel bisa reversibel saat ikatan lainnya dilibatkan, seperti gaya van der Waals atau ikatan hidrogen. Struktur jaringan gel sangat bergantung pada ukuran dan bentuk partikel sol.

Aglomerasi atau agregasi partikel halus (partikel sol) disebabkan oleh gaya tarik van der Waals dan/atau minimalisasi total energi permukaan atau energi antar muka sistem. Untuk mencegah agregasi (yaitu, untuk menstabilkan sol), gaya tolak dari dimensi yang diperlukan harus sebanding untuk mengatasinya selama proses gelasi. Stabilisasi dapat dicapai dengan mengadsorpsi lapisan zat organik ("*steric barrier*") atau dengan membuat gaya tolak elektrostatik antar partikel. (Levy & Zayat, 2015)

Metode sol-gel adalah teknik kimia basah yang banyak digunakan di bidang ilmu material dan keramik. Nama lain yang digunakan untuk proses ini adalah metode deposisi larutan kimia (*chemical solution deposition method*). Dalam proses sol-gel, diawali dengan suspensi koloid (yang disebut sol) yang disiapkan untuk pertumbuhan jaringan anorganik dan kemudian proses pembentukan gel dari sol dengan membentuk jaringan dalam fase cair kontinyu (yaitu disebut gel). Prekursor yang digunakan untuk mensintesis koloid ini biasanya terdiri dari elemen metal atau metalloid yang dikelilingi oleh berbagai ligan reaktif. Bahan awal diproses untuk membentuk oksida yang dapat

---

## **BAB II DASAR**

### **TEORI**



---

terdispersi dan membentuk sol pada saat kontak dengan air atau asam encer. Penghilangan cairan dari sol menghasilkan gel; Ukuran dan bentuk partikel dikendalikan oleh transisi sol/gel. Kalsinasi gel akan menghasilkan oksida. Reaksi kimia yang terjadi dalam sol-gel yang utama didasarkan reaksi hidrolisis yang diikuti dengan kondensasi logam alkoksida dimana oksida dan campuran oksida yang sesuai dengan stoikiometri yang berbeda. Saat ini metode ini banyak digunakan untuk mensintesis bahan mesopori dengan morfologi yang berbeda. Untuk sintesis bahan mesopori dengan proses sol-gel, template yang berbeda dapat digunakan sebagai agen pengarah struktur seperti surfaktan kationik, kopolimer triblock dan molekul kecil organik (Kumar dkk, 2017).

### 2.6.1 Material dasar berupa silika

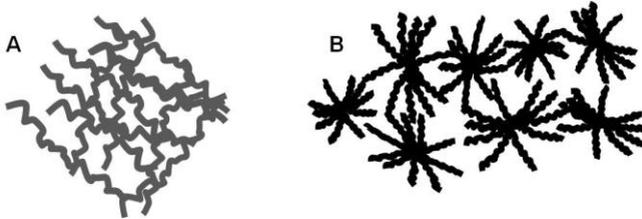
Prinsip dasar kimia pada pemrosesan sol-gel dari bahan berbasis silika adalah transformasi pada jenis Si-OR dan Si-OH yang mengandung senyawa siloksan dengan dengan reaksi kondensasi. Dilihat dari strukturalnya, ini berhubungan dengan tetrahedra  $\text{SiO}_4$  (atau tetrahedra  $\text{RSiO}_3$  pada bahan hibrida) dengan berbagi sudut. Untuk mendapatkan gel yang stabil, jumlah ikatan siloksan (Si-O-Si) harus dimaksimalkan dan akibatnya jumlah kelompok silanol (Si-OH) dan alkoksi (Si-OR) harus diminimalkan. Prekursor yang paling umum adalah larutan silikat ("*water glass*") dan alkoksida silikon,  $\text{Si(OR)}_4$ , kebanyakan tetramethoxysilane (TMOS) atau tetraethoxysilane (TEOS).

Proses sol-gel bergantung pada sifat prekursor yang digunakan, dapat dibagi menjadi dua kelas yaitu anorganik prekursor (klorida, nitrat, sulfida, dll) dan prekursor alkoksida. Prekursor yang digunakan secara luas adalah *tetramethoxy silane* dan *tetraethoxy silane*. Dalam proses ini, reaksi logam alkoksida dan air, dengan adanya asam atau basa, membentuk larutan satu fasa yang melewati transisi larutan menjadi gel untuk membentuk sistem dua fase yang kaku yang terdiri dari oksida logam padat dan pelarut berisi pori-pori. Sifat fisik dan elektrokimia dari bahan yang dihasilkan sangat bergantung pada jenis katalis yang digunakan

---



dalam reaksi. Dalam kasus alkoksida silika, reaksi katalis asam menghasilkan polimer linier cross-linked yang lemah. Polimer ini memiliki belitan dan membentuk cabang tambahan menuju ke gelasi. Sedangkan, reaksi dasar katalis yang disebabkan oleh hidrolisis yang cepat dan kondensasi silanida alkoksida akan membentuk gugus dengan cabang yang tinggi (Gambar 2.11).

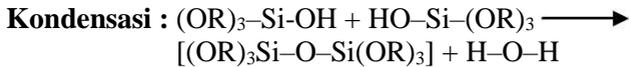


**Gambar 2.11** Bentuk gugus bercabang tinggi (Singh dkk, 2014)

Perbedaan dalam pembentukan gugus ini disebabkan oleh kelarutan oksida logam yang dihasilkan dalam media reaksi. Kelarutan oksida silikon lebih banyak dalam media basa yang menyukai keterkaitan gugus silika daripada medium asam. proses solgel secara umum mencakup empat tahap yaitu hidrolisis, kondensasi, pertumbuhan dan agregasi.



Hidrolisis secara lengkap membentuk  $\text{M}(\text{OH})_4$  sangat sulit dicapai. Sebaliknya, kondensasi dapat terjadi antara dua gugus -OH atau M-OH dan gugus alkoxi untuk membentuk *bridging* oksigen, molekul air atau alkohol. Reaksi kondensasi antara dua -OH dengan penghilangan air ditunjukkan di bawah ini. Reaksi kondensasi antara dua jenis logam hasil hidroksilasi menyebabkan ikatan M-O-M yang kemudian diikuti pelepasan air (oksolasi). Reaksi antara hidroksida dan alkoksida menyebabkan terbentuknya ikatan M-O-M yang kemudian diikuti pelepasan alkohol (alkoksolasi).



Reaksi hidrolisis dan polikondensasi diawali di banyak tempat dan kinetika dari reaksi karenanya kompleks. Bila ada banyak ikatan M-O-M yang saling berhubungan terbentuk di wilayah tertentu, mereka berinteraksi secara kooperatif untuk membentuk partikel koloid atau sol. Seiring waktu, partikel koloid saling terhubung membentuk jaringan tiga dimensi. Mekanisme yang mungkin terjadi untuk reaksi asam dan basa yang dikatalisis dalam kasus alkoksida silikon. (Singh dkk, 2014)

## 2.7 Hidrotermal

Mesopori silikat pada umumnya dibuat dalam kondisi "hidrotermal". Proses sol-gel merupakan salah satu proses hidrotermal. Proses hidrotermal memiliki beberapa langkah. Pertama, larutan yang homogen diperoleh dengan melarutkan surfaktan dalam pelarut. Air adalah pelarut dan medium yang paling umum. Prekursor silikat kemudian ditambahkan ke dalam larutan di mana akan terjadi hidrolisis yang dikatalisis oleh katalis asam atau basa dan diubah menjadi sol oligomer silikat. Sebagai hasil interaksi antara oligomer dan misel surfaktan, perakitan secara kooperatif dan agregat akan menghasilkan presipitasi dari gel. Selama tahap ini, pemisahan mikrofil dan kondensasi oligomer silikat terjadi terus menerus. Pembentukan mesopori silikat terjadi secara cepat, hanya 3-5 menit dalam larutan surfaktan kationik, yang ditunjukkan dari presipitasi. Setelah presipitasi terjadi, *well-ordered mesoporous silica* bisa dideteksi. Pembentukan mesostruktur terjadi secara lambat jika yang digunakan sebagai templat adalah surfaktan nonionik, biasanya dalam 30 menit atau lebih lama.

Perlakuan hidrotermal adalah salah satu metode yang paling efisien untuk meningkatkan keteraturan produk *mesoscopic*. Setelah reaksi larutan, mesostruktur mengalami reorganisasi, pertumbuhan, dan kristalisasi selama perlakuan hidrotermal.



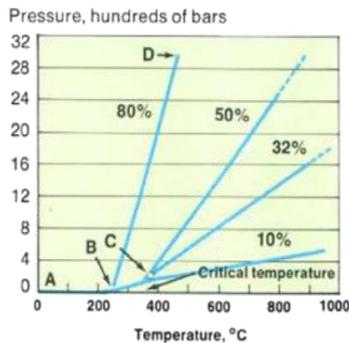
Temperatur perlakuan relatif rendah, antara 80 dan 150°C, dimana kisaran 95-100°C banyak digunakan. Suhu tinggi akan mengakibatkan degradasi *ordering* dan dekomposisi surfaktan, yang dapat mengarahkan pembentukan material mikroporous (untuk surfaktan kationik), misalnya ZSM-5 dan silicalite-1. Temperatur hidrotermal dapat lebih tinggi dengan surfaktan non-ionik, yang memiliki ikatan ikatan *double layer* hidrogen yang lemah dengan golongan silikat.

Hidrolisis dan *cross-linkage* golongan anorganik dan perakitan selanjutnya berlanjut selama tahap ini. Pada kondisi sangat basa dimana MCM-41 terbentuk dengan tingkat polimerisasi yang rendah memungkinkan transisi fase dari MCM-41 ke MCM-48 selama perlakuan hidrotermal. Ini merupakan jenis silikat yang dikondensasi secara longgar yang memfasilitasi pembentukan fiksasi Ia3hd kubik bicontinuous melalui polimerisasi silika yang terus menerus dan peningkatan *cross-linkage*. Material 2D *hexagonal* MCM-41 adalah produk yang biasa dihasilkan dalam sistem surfaktan CTAB pada suhu kamar. Perlakuan hidrotermal langsung dari *mother liquor* pada temperatur 110°C selama 3 hari dapat menyebabkan transformasi mesofase ke 3D *cubic bicontinuous* MCM-48. Ini adalah cara termudah untuk mensintesis MCM-48 bila menggunakan kadar surfaktan yang kecil. Memperpanjang waktu hidrotermal pada suhu tertentu (misalkan pada 135 atau 140°C) menyebabkan transformasi fase kontinyu serupa dari MCM-41 ke MCM-48 dan ke mesostruktur berlapis. Sifat adsorptif dan struktural mesopori silikat juga dapat disesuaikan sampai tingkat tertentu, dengan memvariasikan waktu dan suhu perlakuan hidrotermal. (Wan & Zhao, 2007)

Hidrotermal didefinisikan juga sebagai metode pertumbuhan ukuran kristal yang disebabkan karena proses pemanasan material oleh uap air. Uap air tersebut dihasilkan dengan kondisi supersaturasi yang dibutuhkan untuk pertumbuhan kristal. Kondisi hidrotermal di laboratorium dihasilkan dengan menerapkan gradien temperatur pada baja bertekanan tinggi yang disebut dengan *autoclave* dimana kristal akan tumbuh.



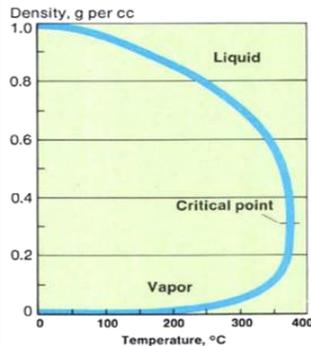
Untuk memahami perilaku cairan padat pada tekanan tinggi, pertama-tama perlu untuk mengetahui bagaimana perilaku pada berbagai kondisi tekanan, volume, dan temperatur dengan berbagai variasi. Gambar 2.12 menunjukkan perilaku temperatur-tekanan air yang terkandung dalam *autoclave* yang terisi pada berbagai persentase dari volume penuh *autoclave*. Garis A-C adalah kurva tekanan uap (koeksistensi), di mana cairan dan gas saling berdampingan. C adalah titik kritis untuk air: 374 ° C, 220 bar. Pada titik kritis ini, densitas gas dan cairan adalah 0,32 g per cc.



Jika *autoclave* pada temperatur kamar diisi sampai 80% volume bebasnya dan kemudian dipanaskan, tekanan di dalamnya akan meningkat seperti yang ditunjukkan oleh kurva tekanan uap. Densitas dari *liquid water* berkurang dan densitas uap air meningkat saat temperatur naik, seperti yang ditunjukkan (pada tekanan konstan) pada Gambar 2.13, menyebabkan tingkat cairan di *autoclave* naik sampai *autoclave* sepenuhnya terisi dengan *liquid water* pada temperatur 250°C, seperti ditunjukkan pada baris atas diagram pada Gambar 2.15. Pada titik ini B pada Gambar 2.13, tekanan di *autoclave* meningkat dari kurva tekanan uap naik



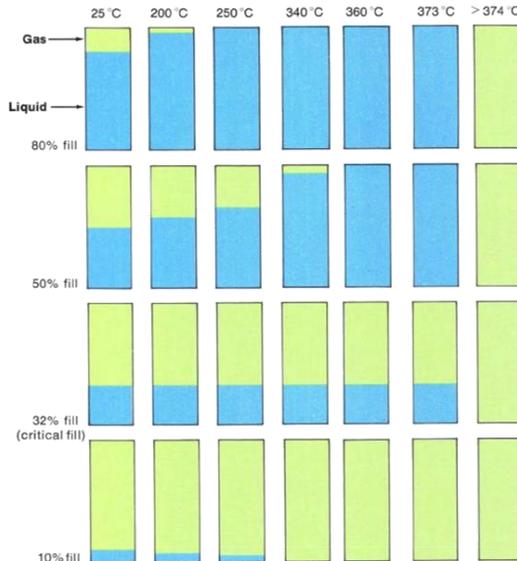
di sepanjang kurva B-D. Densitas air akan menjadi 0,80 g per cc dalam kondisi ini. Jadi, ketika tekanan dan temperatur sedemikian rupa sehingga hanya cairan atau gas yang ada di *autoclave*, densitas cairan identik dengan pengisian persen awal yang dibagi dengan 100.



Di atas titik kritis, tidak terdapat cairan sehingga fluida dalam *autoclave* akan berupa gas. Tapi tidak ada diskontinuitas yang terjadi saat cairan melewati titik kritis. Dalam setiap *autoclave* yang diisi lebih dari 32% dengan air, cairan akan mengembang, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.14, saat mengisi *autoclave* pada temperatur di bawah suhu kritis. Semakin tinggi persentase pengisian, semakin rendah temperatur dikarenakan *autoclave* menjadi penuh cairan. Jika *autoclave* diisi awalnya sampai 32%, tingkat cairan akan tetap dimana tidak terjadi perubahan saat temperatur naik. Uap air meniskus akan menghilang pada temperatur kritis dan fenomena titik kritis klasik, seperti opalescence, terjadi. Ketika *autoclave* diisi awalnya sampai kurang dari 32%, tingkat cairan turun saat temperatur meningkat karena cairan hilang dan *autoclave* mendidih kemudian kering pada temperatur di bawah temperatur kritis. Perilaku serupa juga terjadi pada cairan lainnya. Jika cairan mengandung zat terlarut, perilaku kritis dari komponen individual harus dipertimbangkan,

## BAB II DASAR TEORI

namun perilaku larutan air encer secara garis besar seperti yang dijelaskan di sini (Laudise, 1987).



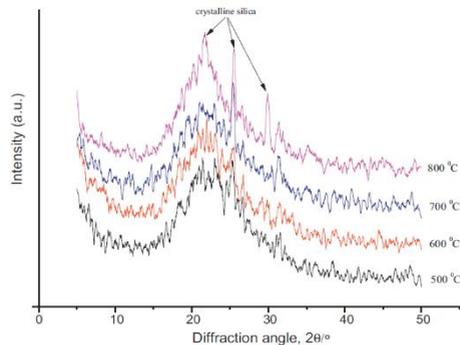
**Gambar 2.14** Perbandingan persentase isi terhadap temperatur (Laudise, 1987)

### 2.8 State of The Art (Penelitian Terdahulu)

Penelitian Ghorbani dkk (2012) mengembangkan prosedur untuk memperoleh dan mengkarakterisasi silika amorf dari *Sedge (Carex riparia)* yang berasal dari gulma limbah pertanian dan aplikasinya untuk sintesis silika mesopori MCM-41. Metode yang digunakan merupakan modifikasi dari penelitian (Bhagiyalakshmi dkk, 2010) yang mensintesis MCM-41 mesopori, MCM-48 dan SBA-15 menggunakan abu sekam padi (RHA) sebagai sumber silika. Pembakaran *sedge* dilakukan dengan temperatur di kisaran 500-800°C. Dimana pada pengujian XRD dihasilkan pola difraksi x-ray dari silika yang dihasilkan menunjukkan bahwa 600°C adalah temperatur optimum untuk mendapatkan silika amorf. Abu putih, yang mengandung mayoritas SiO<sub>2</sub>. Pola difraksi sinar-X dari

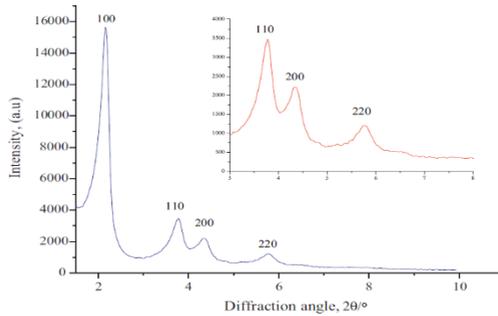


serbuk silika pada 500, 600, 700 dan 800°C selama 6 jam ditunjukkan pada Gambar 2.25 Puncak difraksi tajam pada  $[2\theta] = 21.58^\circ, 25.56^\circ, 31.52^\circ$  dan  $34.08^\circ$  menunjukkan adanya bentuk kristalin cristobalite dan tridymite silika pada 700 dan 800°C. Tetapi di bawah 700°C struktur amorf yang khas, bukit seperti puncak di kisaran  $[2\theta] = 15^\circ$  sampai  $30^\circ$ , mengindikasikan tidak adanya struktur kristal yang teratur dan struktur silika yang sangat tidak teratur. Oleh karena itu, *sedge* diolah dengan panas pada temperatur 600°C selama 6 jam untuk mempertahankan fase amorf silika dan juga mengurangi karbon yang tidak terbakar.

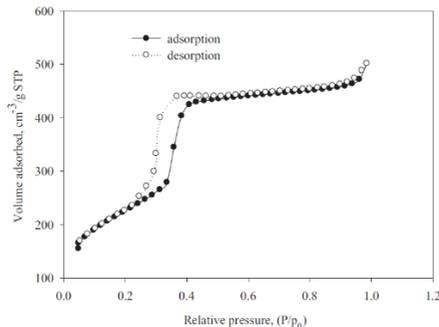


**Gambar 2.15** Pola difraksi sinar-X dari silika dihasilkan dari abu *sedge* setelah terbakar pada berbagai suhu 500-800°C (Ghorbani dkk, 2012)

Pola XRD dari MCM-41 yang dihasilkan menunjukkan pola khas mesofasa heksagonal. Sesuai dengan XRD, struktur heksagonal pori-pori MCM-41 yang ditunjukkan pada Gambar 2.15 Spektrum ini menunjukkan bahwa diperoleh struktur mesopori heksagonal satu dimensi dari MCM-41. Pola MCM-41 Pada Gambar 2.16 menunjukkan puncak difraksi yang sangat tajam (1 0 0) pada 2,18 dan tiga puncak tambahan dengan orde tinggi (1 1 0, 2 0 0 dan 2 2 0) dengan intensitas yang lebih rendah pada 3,78, 4,33 dan 5,76 masing-masing. Nilai d-spacing untuk puncak XRD masing-masing adalah 40,52, 23,35, 20,37 dan 15,31Å.



**Gambar 2.16** Plot SAXS sudut rendah dari MCM-41 yang dikalsinasi (Ghorbani dkk, 2012)

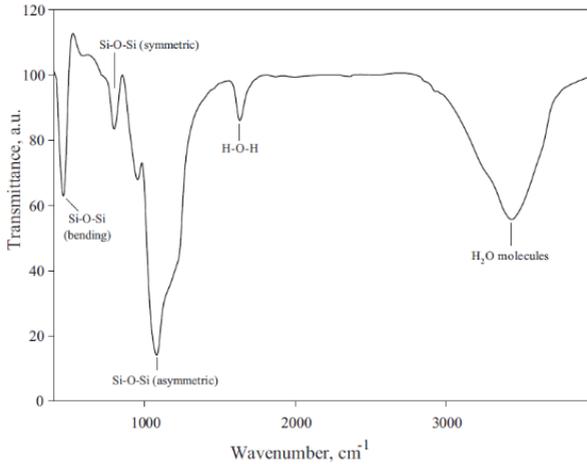


**Gambar 2.17** Isotherm adsorpsi-desorpsi nitrogen dari MCM-41 (Ghorbani dkk, 2012)

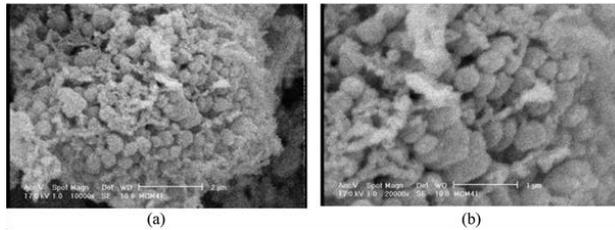
Hasil adsorpsi N<sub>2</sub> menunjukkan bahwa MCM-41 yang disintesis memiliki ukuran pori yang besarsekitar 4,1 nm, luas permukaan tinggi sampai 1174 m<sup>2</sup>/g dan volume pori total 0,98 cm<sup>3</sup>/g. Isotherm adsorpsi dan desorpsi nitrogen pada MCM-41 menunjukkan isotherm tipe IV yang khas berdasarkan nomenklatur IUPAC untuk MCM-41 (Gambar 2.17).



Pada pengujian Spektroskopi FTIR digunakan untuk mendeteksi adanya kelompok pengikat pada MCM-41 yang dikalsinasi (Gambar 2.18). Sinyal getaran sekitar 1100, 793 dan 457  $\text{cm}^{-1}$  adalah pita Si-O-Si khas masing-masing dengan peregangan asimetris, peregangan simetris dan pembengkokan. Pita serapan untuk getaran lentur H-O-H di air sekitar 1650  $\text{cm}^{-1}$ . Spektrum tersebut menunjukkan pita lebar sekitar 3070-3750  $\text{cm}^{-1}$ , yang disebabkan oleh molekul air yang teradsorpsi.

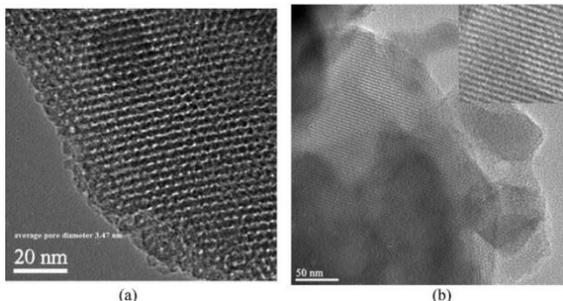


Selama sintesis MCM-41, jenis silikat secara bertahap mengkristal untuk membentuk jaringan siloksan (Si-O-Si). SEM mikrograf MCM-41 pada Gambar 2.19 menunjukkan partikel teraglomerasi dengan bentuk bola yang memiliki ukuran distribusi 0,3-1 mm.



**Gambar 2.19** Hasil pengujian SEM MCM-41 dengan perbesaran berbeda. (a) X 10.000 dan (b) X 20.000 (Ghorbani dkk, 2012)

Analisis TEM yang ditunjukkan pada Gambar 2.20 dilakukan untuk memperoleh informasi tambahan mengenai struktur pori sampel kalsinasi. Hasil TEM tampak atas (a) dan sisi (b) yang menunjukkan gambar tiga dimensi MCM-41 yang dikristalisasi. MCM-41 yang sangat teratur terdiri dari kumpulan silikat bola. Pola *cross sectional* (tampak atas) menunjukkan struktur heksagonal atau *honey-comb* yang merupakan ciri khas MCM-41. Diameter pori yang diperkirakan dari tampak atas sekitar 3,47 nm. Hasil dari XRD, adsorpsi N<sub>2</sub> dan TEM menggambarkan dengan baik perilaku material mesopori (definisi IUPAC: ukuran pori 2-50 nm) dalam pengukuran porosimetri.

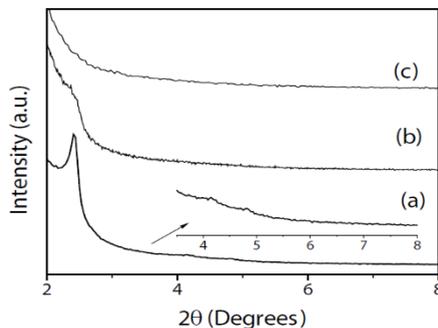


**Gambar 2.20** Hasil pengujian Transmission electron microscopy (TEM) MCM-41 yang disintesis. (a) Tampilan atas dan (b) tampilan samping (Ghorbani dkk, 2012)



Dalam penelitian (Meléndez-Ortiz dkk, 2013) silika mesopori MCM-41 dibuat dengan sintesis hidrotermal menggunakan Natrium silikat komersial ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ) sebagai sumber silika, *heksadecyltrimethyl-ammonium bromide* (CTAB) sebagai agen *template* dan etil asetat sebagai pengatur pH. Pengaruh yang dapat dipelajari dalam penelitian ini adalah rasio molar CTAB /  $\text{SiO}_2$ , waktu reaksi, temperatur *aging*, dan jenis co-surfaktan pada sifat struktural dan sifat morfologi silika yang diperoleh. Molekul MCM-41 mesopori yang teratur (*ordered mesoporous*) diperoleh pada temperatur  $80^\circ\text{C}$  dengan menggunakan kisaran rasio molar CTAB /  $\text{SiO}_2$  dari 0,35 sampai 0,71 dan waktu reaksi sampai 72 jam dan isopropanol (i-PrOH) sebagai co-surfaktan.

Percobaan dilakukan dengan menggunakan rasio molar CTAB /  $\text{SiO}_2$  0,71 dan i-PrOH sebagai co-surfaktan dan variasi temperatur yaitu 80, 90 dan  $100^\circ\text{C}$ . Gambar 2.21 menunjukkan difraktogram XRD dari sampel ini. Hal ini terbukti bahwa peningkatan temperatur mempengaruhi secara negatif pembentukan silika MCM-41.

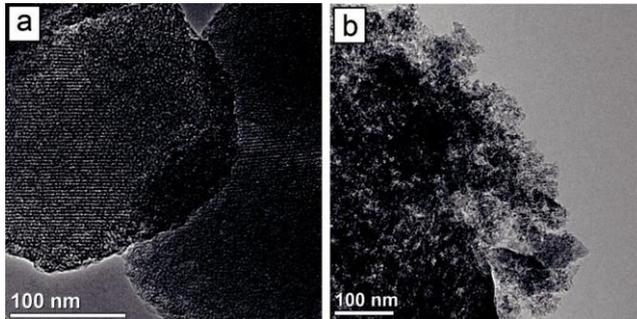


**Gambar 2.21** Pola XRD silika MCM-41 yang dihasilkan dari temperatur yang berbeda (a)  $80^\circ\text{C}$ , (b)  $90^\circ\text{C}$  dan (c)  $100^\circ\text{C}$  (Meléndez-Ortiz dkk, 2013)

Gambar 2.22 menunjukkan gambar silika MCM-41 yang diperoleh pada perlakuan hidrotermal dengan temperatur  $80^\circ\text{C}$  (a) dan  $90^\circ\text{C}$  (b). Sampel MCM-41 yang diperoleh pada suhu  $80^\circ\text{C}$



menunjukkan bentuk bola (*spherical*) yang terdefinisi dengan baik dengan susunan panjang heksagonal yang sangat teratur dari saluran dan struktural yang beruntun sedangkan sampel yang dengan perlakuan hidrottermal pada temperatur 90 °C tidak menunjukkan susunan struktural karena sifat kristalinitasnya yang buruk. Hal ini sesuai dengan hasil XRD (Gambar 2.21).



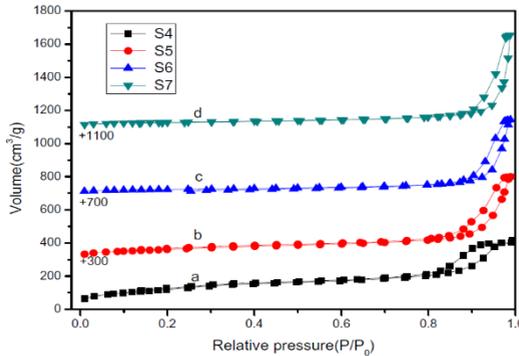
**Gambar 2.22** Mikrografik TEM MCM-41 yang disintesis dengan kondisi reaksi yang berbeda: (a) 80oC dan (b) 90oC (Meléndez-Ortiz dkk, 2013)

Pada penelitian (Gu dkk, 2011) menggunakan Metode sintesis hidrotermal satu pot (*one-pot hydrothermal synthesis*) yang efektif berdasarkan strategi pertumbuhan tertekan yang ditemukan untuk menghasilkan nanopartikel silika mesopori (MSNs). Dalam sistem TEOS-CTAB-NH<sub>4</sub>OH-air-formaldehida, formaldehid digunakan sebagai penekan yang membentuk kulit polimer pada permukaan luar dari MSN untuk mengendalikan ukuran partikel sampai sekitar 30 nm. Kerangka karbon nanoporous diperoleh saat prekursor dikarbonisasi di N<sub>2</sub> diikuti oleh pencucian HF dari silika. Ukuran pori karbon sekitar 30 nm.

Isoterm adsorpsi-desorpsi nitrogen pada 77 K dan distribusi ukuran pori-pori dari MSNs-T-R ditunjukkan pada Gambar 2.23. MSNs-85-33 dan MSNs-100-33 memiliki pori-pori dengan diameter sekitar 2,3 nm, yang merupakan pori khas dari kebanyakan material mesopori yang dibuat dengan surfaktan



CTAB. Distribusi ukuran pori-pori MSN-130-33 menunjukkan puncak yang lemah sekitar 2,3 nm dan MSNs-170-33 sama sekali tidak memiliki puncak. Puncak besar dan lebar antara 20 dan 100 nm dikaitkan dengan ruang antarpartikel.



**Gambar 2.23** Isoterm adsorpsi-desorpsi nitrogen dari MSN disintesis pada suhu yang berbeda: MSNs-85-33 (a), MSNs-100-33 (b), MSNs-130-33 (c) dan MSNs-170-33 (d) (Gu dkk, 2011)

**Tabel 2.4** Karakteristik MSNs-T-R, CSi-170-30 dan C-170-30 (Gu dkk, 2011)

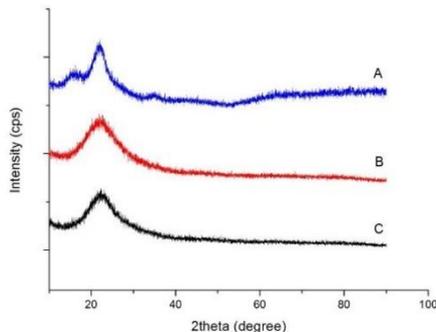
No	Sampel	$S_{BET}$ ( $m^2g^{-1}$ ) <sup>a</sup>	Volume pori ( $cm^3g^{-1}$ ) <sup>b</sup>	Volume mesopori ( $cm^3g^{-1}$ ) <sup>c</sup>	Diameter pori (nm) <sup>d</sup>
S3	MSNs-85-33	440	0.65	0.16	2.3
S4	MSNs-100-33	224	0.79	0.08	2.3
S5	MSNs-130-33	115	0.69	0.01	2.3
S6	MSNs-170-33	93	0.66	0.01	-

Temperatur hidrotermal mempengaruhi perakitan surfaktan selama sintesis MSNs. Dimana CTAB *micelle* tidak stabil pada temperatur tinggi, CTAB bahkan terurai pada temperatur di atas 130°C. Temperatur tinggi juga menyebabkan hidrolisis dan polimerisasi TEOS terjadi dengan cepat. Kedua hal



ini menyebabkan kekacauan mesopori MSN yang disintesis dengan temperatur hidrotermal yang tinggi. Dan luas permukaan BET MSNs dan volume mesopori antara 2 dan 4 nm menurun seiring dengan kenaikan temperatur (Tabel 2.4).

Penelitian Siti Annisaa Bani Purwana (2017) bertujuan untuk mempelajari metode ekstraksi silika dari sekam padi (rice husk), karakteristik mesoporous silika hasil proses sol gel dan surfaktan templating dari sekam padi (rice husk) serta pengaruh temperatur hidrotermal terhadap pembentukan mesoporous silika nanopartikel (MSNp). Pada penelitian ini sekam padi (rice husk) diekstrak dengan metode sol-gel yang kemudian diikuti dengan perlakuan hidrotermal dengan variasi temperatur 85°C, 100°C, 115°C, 130°C dan 145°C dalam waktu 24 jam.

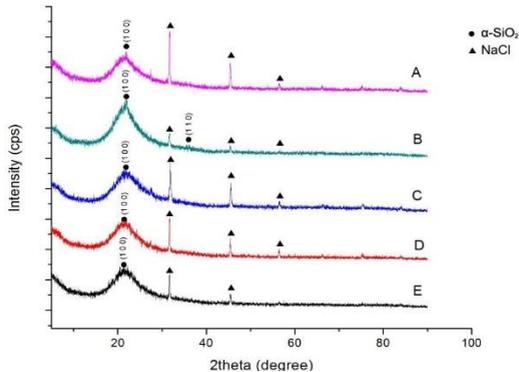


**Gambar 2.24** Hasil XRD dari sampel (A) sekam padi sebelum dibakar (B) sekam setelah *leaching* HCl dan kalsinasi 600°C (C) SiO<sub>2</sub> hasil ekstraksi (Purwana, 2017)

Gambar 2.24 merupakan difraktogram hasil pengujian XRD untuk sampel sekam padi, abu sekam padi serta serbuk silika yang telah melalui proses *acid leaching* dengan HCl dan dikalsinasi dengan temperatur 600°C, serta SiO<sub>2</sub> hasil dari ekstraksi. Dari hasil difraktogram dapat terlihat bahwa ketiga sampel memiliki grafik yang menunjukkan fasa amorfus. Pada difraktogram sekam (Gambar 2.24. (A)), terdapat



nilai  $2\theta$  sebesar  $22,1523^\circ$  menunjukkan fasa silika amorfus. Pada diagram terdapat pula *peak* lain dengan nilai  $2\theta$  sebesar  $15,0091^\circ$  ;  $16,0601^\circ$  ;  $34,8023^\circ$  ;  $35,3278^\circ$  ;  $37,2545^\circ$  yang menunjukkan adanya kandungan besi oksida, bersesuaian dengan ICDD #00-013-0458. Pada difraktogram abu sekam padi (Gambar 2.24. (B)), terdapat kurva yang melebar dengan nilai  $2\theta$  sebesar  $22,3659^\circ$  yang menunjukkan fasa silika amorfus. Pada difraktogram silika hasil ekstraksi (Gambar 2.24. (C)), terdapat puncak yang melebar dengan nilai  $2\theta$  sebesar  $22,1907^\circ$  yang menunjukkan fasa amorfus silika. Tidak adanya puncak yang tajam menunjukkan tidak adanya struktur kristalin pada silika nanopartikel hasil ekstraksi.

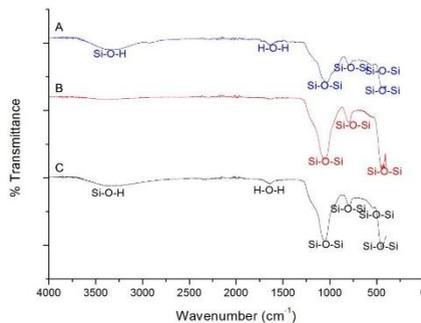


Gambar 2.25 merupakan difraktogram hasil pengujian XRD untuk sampel partikel silika mesopori dengan variasi temperatur perlakuan hidrotermal (A)  $85^\circ\text{C}$ , (B)  $100^\circ\text{C}$ , (C)  $115^\circ\text{C}$ , (D)  $130^\circ\text{C}$  dan (E)  $145^\circ\text{C}$ . Dari hasil difraktogram dapat terlihat puncak tertinggi dengan nilai  $2\theta$  sebesar sekitar  $22^\circ$ . Pada grafik juga menunjukkan keberadaan senyawa Na dan Cl, puncak-puncak yang tajam pada nilai  $2\theta$  sebesar sekitar  $31,7^\circ$ ;  $45,4^\circ$ ; dan  $56,4^\circ$

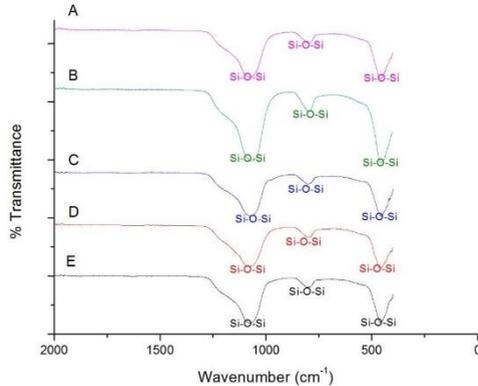
## BAB II DASAR TEORI



mengindikasikan Na dan Cl yang terbetuk pada proses titrasi. Selain itu semakin tingginya keberadaan puncak dengan indeks miller 110 menunjukkan meningkatnya derajat ke Dari diagram terlihat bahwa sampel dengan variasi temperatur hidrotermal 100°C memiliki keteraturan susunan yang paling baik. Adanya kurva yang melebar pada difraktogram XRD pada sampel nanopartikel silika mesopori dengan variasi temperatur hidrotermal 145°C menunjukkan ukuran kristal yang tereduksi menjadi nano material serta telah menunjukkan ukuran pori. Adanya pori tersebut kemudian mempengaruhi bentuk kurva yang melebar dan ukuran kristal menjadi tidak dapat di kalkulasi semakin meningkatnya temperatur hidrotermal, maka ukuran kristal dari sampel akan semakin meningkat pula, tetapi dengan temperatur hidrotermal diatas 145°C akan menyebabkan ukuran kristal menjadi tidak terukur karena berstruktur amorfus.



Gambar 2.26. menunjukkan pada hasil FTIR dari sekam padi dan abu sekam padi yang telah di beri perlakuan *acid leaching*, terdapat puncak menunjukkan vibrasi ulur dari Si-O-Si, vibrasi ulur simetris dari Si-O-Si, vibrasi tekuk H-O-H serta terdapat pita melebar yang mengindikasikan gugus Si-OH.



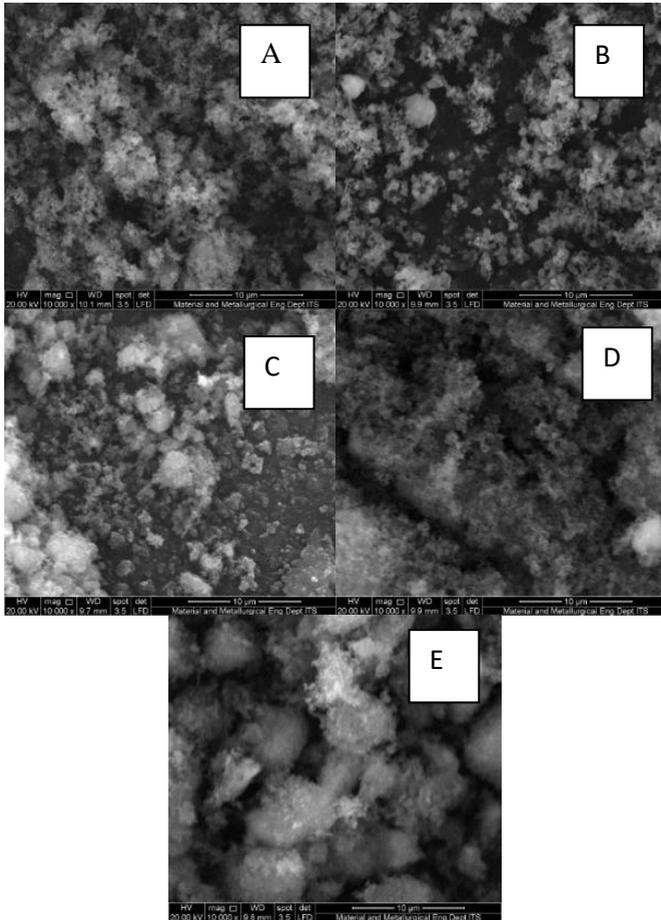
Grafik pada Gambar 2.27. menunjukkan hasil pengujian FTIR pada silika dengan penambahan CTAB 1 % wt dengan variasi temperatur perlakuan hidrotermal 85°C, 100°C, 115°C, 130°C dan 145°C. Terdapat puncak menunjukkan vibrasi ulur asimetri dari Si-O-Si.

Hasil uji SEM pada sampel nanopartikel silika mesopori ditunjukkan pada Gambar 2.28. merupakan hasil SEM pada perbesaran 10.000x, dimana menunjukkan sampel yang memiliki bentuk partikel bulat yang memiliki ukuran seragam. Sampel dengan perlakuan hidrotermal dengan temperatur 85°C (Gambar 2.28. (A)) menunjukkan persebaran partikel yang cukup merata, dan pada sampel dengan perlakuan hidrotermal dengan temperatur 100°C (Gambar 2.28. (B)) persebaran partikel yang merata. Dapat dilihat pada sampel dengan perlakuan hidrotermal dengan temperatur 115°C, 130°C dan 145°C (Gambar 2.28. (C, D, dan E)) bahwa sampel terdiri dari gumpalan (*cluster*). Yang mengindikasikan adanya ukuran butir yang cukup beragam dengan distribusi yang tidak merata pada permukaan. Pemisahan antara

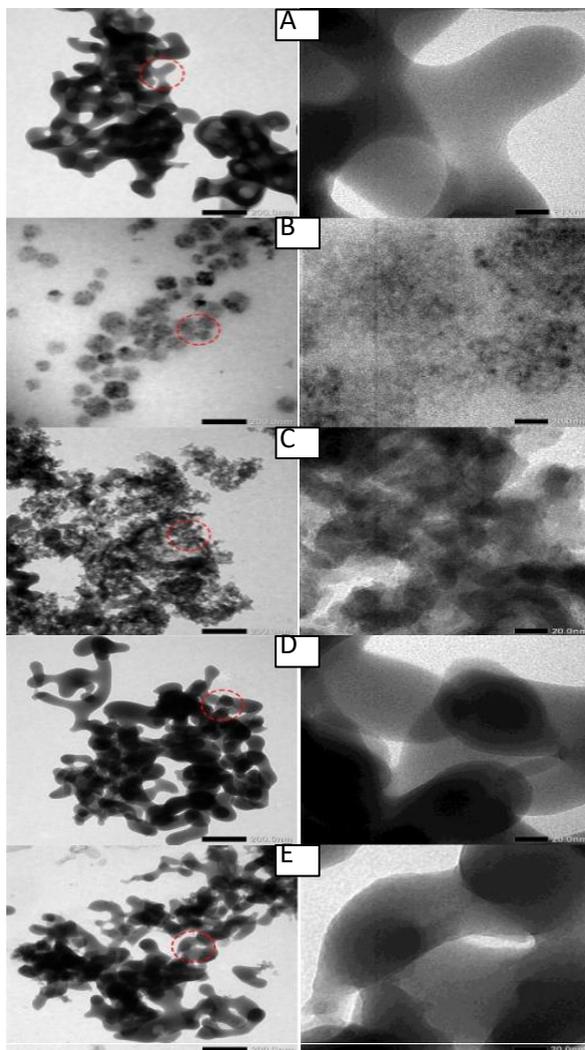
## BAB II DASAR TEORI



gumpalan dapat terlihat dengan cukup jelas. Hasil SEM (Gambar 2.28) juga memperlihatkan bahwa terjadi peningkatan ukuran partikel pada temperatur perlakuan hidrotermal yang semakin tinggi.



**Gambar 2.28** Hasil uji SEM dari sampel nanopartikel silika mesopori dengan variasi temperatur perlakuan hidrotermal (A) 85°C, (B) 100°C, (C) 115°C, (D) 130°C dan (E) 145°C (Purwana, 2017)





Hasil pengujian TEM ditunjukkan oleh Gambar 2.29. Berdasarkan hasil pengujian TEM, nanopartikel silika berbentuk bulat dan seragam. Akan tetapi, pada beberapa sampel uji, seperti sampel dengan perlakuan hidrotermal dengan temperatur 85°C (Gambar 2.29 (A)), 130°C (Gambar 2.29 (D)) dan 145°C (Gambar 2.29 (E)), menunjukkan bahwa antar partikel silika membentuk satu kesatuan sehingga tidak terlihat jelas batas antar partikelnya. Selain itu, secara morfologi terlihat bahwa sampel dengan perlakuan hidrotermal dengan temperatur 100°C (Gambar 2.29 (B)), dan 115°C (Gambar 2.29 (C)) merupakan sampel yang memiliki ukuran partikel paling seragam. Pada sampel dengan variasi temperatur hidrotermal 85°C, didapatkan ukuran rata-rata partikel sebesar 69,69 nm. Pada sampel dengan variasi temperatur hidrotermal 100°C, didapatkan ukuran rata-rata partikel sebesar 73,54 nm. Pada sampel dengan variasi temperatur hidrotermal 115°C, didapatkan ukuran rata-rata partikel sebesar 79,65 nm. Pada sampel dengan variasi temperatur hidrotermal 130°C, didapatkan ukuran rata-rata partikel sebesar 84,03 nm. Dan pada sampel dengan variasi temperatur hidrotermal 85°C, didapatkan ukuran rata-rata partikel sebesar 84,42 nm.

Hasil pengujian adsorpsi-desorpsi nitrogen dari nanopartikel silika mesopori dengan variasi temperatur hidrotermal 85°C menghasilkan nilai luas permukaan, volume pori serta diameter pori. Didapatkan luas permukaan sebesar  $1065 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ , serta volume pori sebesar  $5,137 \text{ cm}^3 \cdot \text{g}^{-1}$ . Hasil uji BET menunjukkan ukuran diameter pori sebesar 19,29 nm, dimana ukuran diameter pori tersebut masuk kedalam klasifikasi mesopori (diantara 2-50 nm).



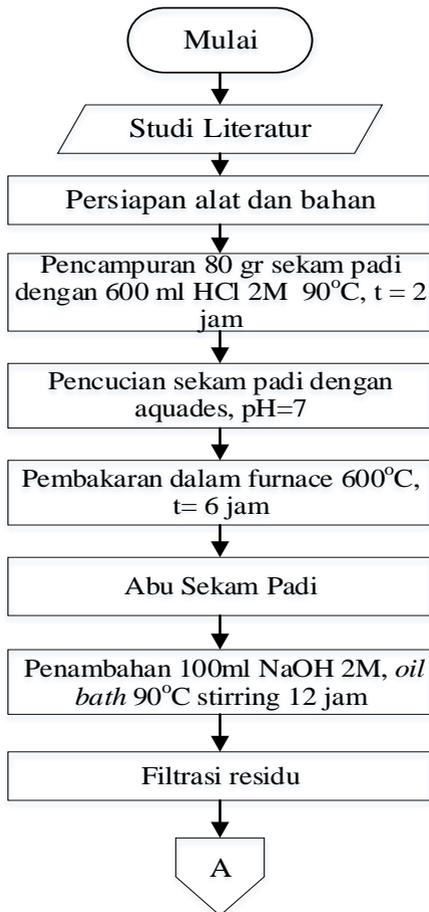
*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

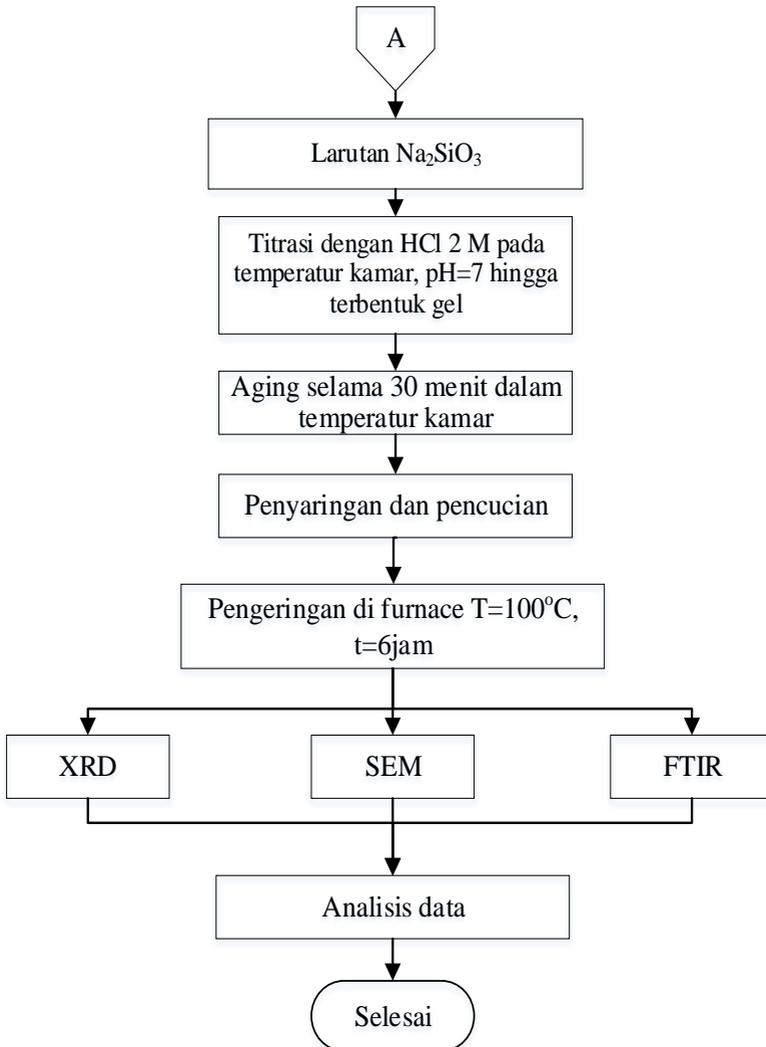
## BAB III METODELOGI PENELITIAN

### 3.1 Diagram Alir Penelitian

Dalam penelitian ini, terdapat dua tahapan yang akan dilaksanakan, yakni tahap ekstraksi silika dari sekam padi dan pembentukan silika mesopori.

#### 3.1.1 Tahapan ekstraksi silika

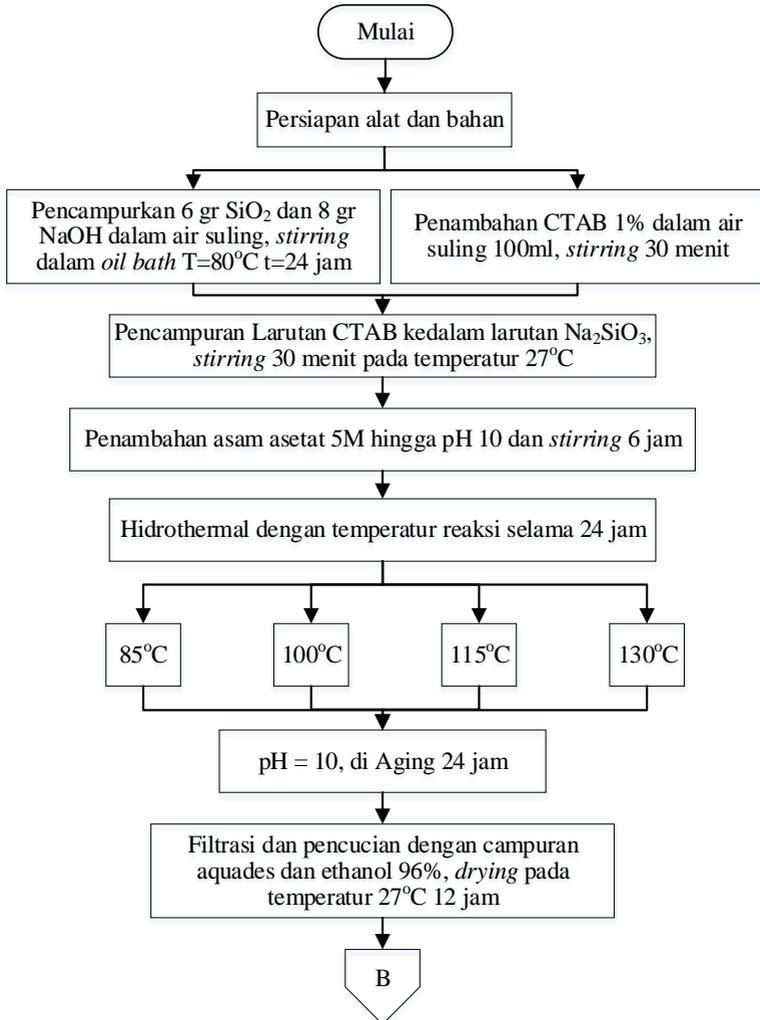


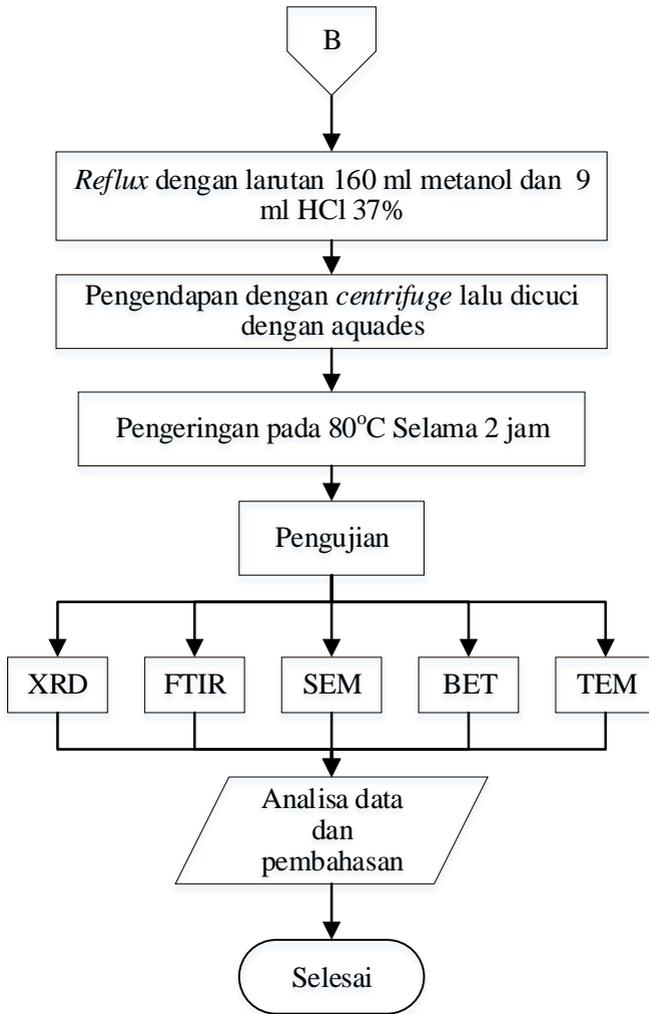


**Gambar 3. 1** Diagram Alir Tahap Ekstraksi Silika



### 3.1.2 Tahapan pembentukan silika mesopori





Gambar 3. 2 Diagram pembentukan silika mesopori



---

### 3.2 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Sekam padi
2. Larutan Asam klorida (HCl) 37%
3. Pellet Natrium hidroksida (NaOH)
4. Larutan Asam asetat ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ )
5. Aquades
6. Serbuk Setiltrimetil amonium bromida (CTABr) 99%
7. Ethanol ( $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ ) 96%
8. Methanol ( $\text{CH}_3\text{OH}$ ) 100%

### 3.3 Alat-alat Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Timbangan Digital

Timbangan digital merek Mettler Toledo digunakan untuk mengukur massa serbuk.



**Gambar 3. 3** Timbangan digital

2. *Spatula*

*Spatula* digunakan untuk mengambil serbuk-serbuk dan bahan kimia yang akan digunakan.



**Gambar 3. 4** *Spatula*



3. *Crusible*

*Crusible* digunakan sebagai wadah spesimen saat proses Pembakaran maupun *drying*.



**Gambar 3. 5** *Crusible* ukuran 50ml

4. Muffle Furnace

*Muffle Furnace* merek Thermo Scientific Thermolyne digunakan untuk proses Pembakaran dan pengeringan.



**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 silika mesopori.



**Gambar 3. 7** Kertas Saring *Whatman*



6. Gelas Ukur

Gelas ukur digunakan untuk mengukur volume 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. Kertas pH

Kertas pH digunakan untuk mengukur pH dari larutan.



**Gambar 3. 11** Kertas pH

10. *Autoclave*

*Autoclave* digunakan untuk melakukan perlakuan hidrotermal



**Gambar 3. 12** *Autoclave*

11. *Hot Plate and Magnetic stirrer*

*Hot Plate and Magnetic Stirrer* digunakan untuk memanaskan dan menghomogenkan larutan dengan pengadukan.



**Gambar 3. 13** *Hot Plate and Magnetic Stirrer*



12. *Bucher Funnel*

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



**Gambar 3. 14** *Bucher Funnel*

13. Kompresor

Kompresor berfungsi sebagai pompa penghisap yang dihubungkan pada labu penyaring.



**Gambar 3. 15** Kompresor (pompa penghisap)

14. *Centrifuge*

*Centrifuge* digunakan untuk memisahkan bahan tersuspensi dari medianya.



**Gambar 3. 16** *Centrifuge*



- 
15. Pengujian: SEM-EDX, XRD, FTIR, TEM, BET surface analysis

### 3.4 Prosedur Penelitian

#### 3.4.1 Persiapan bahan

Pertama mempersiapkan bahan utama berupa sekam padi. Sekam padi tersebut 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. Setelah itu, membuat larutan HCl 2M dan asam asetat 5M.

#### 3.4.2 Ekstraksi Silika dari Sekam Padi

Ekstraksi  $\text{SiO}_2$  dari sekam padi dilakukan dengan cara menambahkan sekam padi 80 gram pada larutan HCl 2M 600ml dalam *beaker glass* disertai pemanasan hingga temperatur  $90^\circ\text{C}$  selama 2 jam. Selanjutnya sekam padi dicuci dengan aquades hingga pH 7. Sekam padi tersebut kemudian dimasukkan kedalam *crucible* dan dibakar dalam *furnace* pada temperatur  $600^\circ\text{C}$  selama 6 jam. Hasil dari proses pembakaran disebut *rice husk ash* (RHA). RHA yang diperoleh selanjutnya ditimbang sebanyak 6gr dan dimasukkan kedalam larutan NaOH 2M sebanyak 67ml dan di *stirring*  $90^\circ\text{C}$  dalam *oil bath* selama 12 jam. Larutan campuran RHA dan NaOH kemudian disaring untuk memisahkan residu yang ada. Kemudian larutan tersebut dilakukan proses titrasi dengan HCl hingga pH 7 dan terbentuk gel. Hasil berupa gel tersebut lalu di *Aging* selama 30 menit dan gel disaring dengan *vacum kompressor* menggunakan *bucher fummel* dan dicuci menggunakan aquades. Terakhir gel dimasukkan kedalam *crucible* dan di *drying* dalam *furnace* selama 6 jam pada temperatur  $100^\circ\text{C}$ .  $\text{SiO}_2$  yang dihasilkan kemudian dikeluarkan dan diambil sampel untuk dilakukan pengujian.



### 3.4.3 Proses Pembuatan Mesoporous Silika

Dalam tahap ini bahan-bahan yang digunakan adalah silika hasil ekstraksi dari sekam padi ( $\text{SiO}_2$ ), Natrium hidroksida ( $\text{NaOH}$ ), Asam asetat ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ), Ethanol, Aquades dan Setiltrimetil amonium bromida (CTABr). Silika ( $\text{SiO}_2$ ) sebanyak 6 gram dan 8 gram  $\text{NaOH}$  dimasukkan kedalam 100ml aquades pada erlenmeyer di *stirring* dalam *oil bath* pada temperatur  $80^\circ\text{C}$  selama 24 jam yang akan menghasilkan larutan natrium silikat ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ). Kemudian mencampurkan larutan CTABr dengan konsentrasi 1% yang dilarutkan dengan aquades ke dalam larutan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  dengan di *stirring* selama 30 menit pada temperatur kamar. Selanjutnya menambahkan asam asetat ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) 5M hingga pH 10 dan di *stirring* selama 6 jam. Kemudian sol-gel yang diperoleh dilakukan proses hidrotermal dengan *autoclave* didalam *muffle furnace* dengan variasi temperatur  $85^\circ\text{C}$ ,  $100^\circ\text{C}$ ,  $115^\circ\text{C}$  dan  $130^\circ\text{C}$  selama masing-masing 24 jam. Hasil dari proses hidrotermal dan dilakukan *aging* selama 24 jam pH dijaga agar tetap 10. Setelah itu, dilakukan filtrasi dan pencucian dengan campuran aquades dan etanol dengan vacum kompressor menggunakan *bucher fummel* minimal dilakukan 10 kali kemudian dilakukan *drying* pada temperatur kamar selama 12 jam. Kemudian dilakukan penghilangan surfaktan dengan *reflux* menggunakan 160 ml methanol dan 9 ml  $\text{HCl}$  37% selama 12 jam. Setelah itu, dilakukan pengendapan menggunakan *centrifuge* lalu dicuci dengan aquades. Selanjutnya padatan mesopori dilakukan pengeringan dengan *muffle furnace* pada temperatur  $80^\circ\text{C}$  selama 2 jam. Padatan mesopori dari proses pengeringan dilakukan *milling* agar menjadi serbuk dan hasil tersebut diambil sampel kemudian dilakukan pengujian.

### 3.4.4 Pengujian

Pengujian dilakukan untuk mengetahui fasa, struktur dan sifat dari silika mesopori dengan variasi temperatur hidrotermal dalam pembentukannya. Pengujian yang akan dilakukan sebagai berikut:

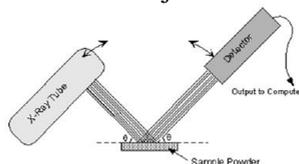


#### 3.4.4.1 X-Ray Diffraction (XRD)

XRD merupakan alat yang digunakan untuk mengkarakterisasi struktur kristal, ukuran kristal dari suatu material. Semua material yang memiliki kristal tertentu ketika dianalisa menggunakan XRD akan memunculkan puncak – puncak yang spesifik. Sehingga kelemahan alat ini tidak dapat untuk mengkarakterisasi bahan yang bersifat amorf. Karakterisasi ini dilakukan pada penelitian ini untuk melihat fasa-fasa yang terbentuk dari silika maupun silika partikel mesopori. Metode difraksi umumnya digunakan untuk mengidentifikasi senyawa yang belum diketahui yang terkandung dalam suatu material dengan cara membandingkan dengan data difraksi dengan database yang dikeluarkan oleh JCPDS (*Joint Committee of Powder Diffraction Standard*). Uji difraksi Sinar-X (XRD), dilakukan menggunakan seperangkat alat yang disebut difraktrometer Sinar-X seperti pada Gambar 3.17.



Gambar 3. 17 Alat uji XRD PANalytical



Gambar 3. 18 Skema Alat Uji XRD



Pada gambar 3.18 menunjukkan Metode XRD dimana Tabung Sinar-X (*X-ray tube*) akan menembak sampel padatan kristalin dari material, kemudian mendifraksikan sinar ke segala arah dengan menggunakan Hukum Bragg. Detektor bergerak dengan kecepatan sudut yang konstan untuk mendeteksi berkas sinar-X yang didifraksikan oleh sampel. Sampel serbuk atau padatan kristalin memiliki bidang-bidang kisi yang tersusun secara acak dengan berbagai kemungkinan orientasi, begitu pula partikel-partikel kristal yang terdapat di dalamnya. Setiap kumpulan bidang kisi tersebut memiliki beberapa sudut orientasi tertentu sehingga difraksi sinar-X akan memenuhi :

$$n \cdot \lambda = 2 d \sin \theta \dots\dots\dots (3.1)$$

dimana,

- n = orde difraksi
- $\lambda$  = panjang sinar X
- d = jarak kisi
- $\theta$  = sudut difraksi

Karakterisasi XRD menghasilkan beberapa data baik data kualitatif maupun data kuantitatif tersebut seperti pada Tabel 3.1

**Tabel 3. 1** Informasi pengujian XRD

No	Karakter	Informasi dari Material
1	Posisi Puncak ( $2\theta$ )	<ul style="list-style-type: none"><li>• Fasa</li><li>• Identifikasi Kristal</li><li>• Struktur Kristal</li><li>• Parameter kisi</li><li>• Regangan Seragam</li></ul>



2	Tinggi Puncak (intensitas)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Identifikasi</li> <li>• Komposisi</li> <li>• Hamburan tak koheren</li> <li>• <i>Extinction</i></li> <li>• <i>Preferred – Orientation</i></li> </ul>
3	Lebar dan Bentuk Puncak	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Ukuran Kristal (bukan partikel atau grain)</li> </ul>

Analisa yang dilakukan pada hasil XRD dapat dilakukan menggunakan 2 metode analisa sebagai berikut:

1. Analisa Kualitatif

Dilakukan dengan menggunakan cara manual, yakni pencocokan puncak kurva dari data terukur hasil XRD dengan data *hanawalt card* dan piranti lunak *highscore plus analysis*.

2. Analisa Kuantitatif

Analisa kuantitatif dilakukan untuk menghitung ukuran kristal yang terbentuk dari data XRD. Analisa kuantitatif berdasarkan hasil XRD dapat dilakukan dengan rumus sebagai berikut.

$$B(2\theta) = \frac{K\lambda}{L\cos\theta} \dots\dots\dots(3.2)$$

Dimana :

B = Rata-rata ukuran kristal

K = Faktor bentuk dimensi, biasanya 0.9

$\lambda$  = Panjang gelombang *X-ray*

L = Lebar kurva pada intensitas maksimum (FWHM)

$\theta$  = sudut Bragg

Rumus di atas merupakan persamaan scherrer yang digunakan untuk menghitung nilai ukuran kristal (*crystallite size*).



#### 3.4.4.2 *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*

Spektrofotometri *Infra Red* atau Infra Merah merupakan suatu metode yang mengamati interaksi molekul dengan radiasi elektromagnetik yang berada pada daerah panjang gelombang 0,75–1.000  $\mu\text{m}$  atau pada bilangan gelombang 13.000–10  $\text{cm}^{-1}$  dengan menggunakan suatu alat yaitu Spektrofotometer Infra Merah. Metode ini banyak digunakan pada laboratorium analisis industri dan laboratorium riset karena dapat memberikan informasi yang berguna untuk analisis kualitatif dan kuantitatif, serta membantu penerapan rumus bangun suatu senyawa. Tujuan pengujian FTIR pada penelitian ini adalah untuk mengetahui gugus fungsi dari sekam padi dan hasil dari ekstraksi silika.



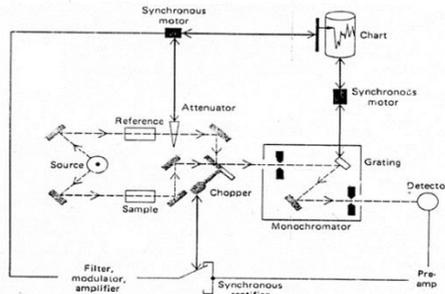
**Gambar 3. 19** Alat Uji FTIR

Sistem optik *Spektrofotometer Fourier Transform Infra Red (FTIR)*, seperti pada Gambar 3.19, alat 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 ( $\delta$ ). 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*.

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.



**Gambar 3. 20** Skema Alat Uji FTIR

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 3.20.

Sinar inframerah mempunyai panjang gelombang yang terletak pada daerah  $2,5-15,0 \times 10^{-6}$  meter. sehingga selang spektroskopi inframerah ialah  $2,5-15,0 \mu$ . Tetapi biasanya untuk menjelaskan spektrum inframerah digunakan satuan frekuensi berupa jumlah gelombang yang dilambangkan dengan  $\nu$ . Selang frekuensi inframerah sama dengan energi



sebesar 2-12 kkal/mol. Jumlah energi sebesar ini cukup untuk mengeksitasi ikatan kovalen dari satu keadaan vibrasi ke keadaan vibrasi lain. Bila suatu molekul menyerap sinar infra merah, maka di dalam molekul tersebut akan terjadi perubahan tingkat energi vibrasi dan perubahan energi rotasi.

Prinsip FTIR, bila radiasi infra merah dilewatkan melalui suatu cuplikan, maka molekul-molekulnya dapat menyerap (mengabsorpsi) energi sehingga terjadi transisi antara tingkat vibrasi dasar (*ground state*) dan tingkat vibrasi tereksitasi (*exited state*). Pengabsorpsian energi pada berbagai frekuensi dapat dideteksi oleh Spektrofotometer Infra Merah, yang memplot jumlah radiasi infra merah yang diteruskan melalui suatu cuplikan sebagai fungsi frekuensi atau panjang gelombang radiasi. Plot tersebut disebut spektrum infra merah, yang akan memberikan informasi penting tentang gugus fungsional suatu molekul. Vibrasi molekul hanya akan terjadi bila suatu molekul terdiri dari dua atom atau lebih. Untuk dapat menyerap radiasi infra merah (aktif inframerah), vibrasi molekul harus menghasilkan perubahan momen dwikutub.

#### 3.4.4.3 SEM

*Scanning Electron Microscopy* (SEM) merupakan mikroskop yang memanfaatkan pancaran elektron berenergi tinggi untuk memeriksa objek dalam skala yang sangat kecil. Pengamatan ini memberikan informasi mengenai topografi (jenis permukaan objek), morfologi (bentuk dan ukuran partikel), komposisi (unsur dan senyawa beserta jumlah relatif masing-masing) menggunakan EDS (*Energy Disspersive X-Ray analysis*). SEM digunakan untuk menguji topografi dan morfologi dari semua sample. Pengujian SEM dilakukan terhadap silika mesopori dan hasil ekstraksi silika dari sekam padi untuk mengetahui morfologi dari material tersebut. Gambar 3.21, berfungsi sebagai *tools* (peralatan) untuk melihat struktur permukaan material dengan resolusi tinggi.



Skema alat uji SEM ditunjukkan pada Gambar 3.22. 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 yang digunakan pada pengujian SEM dilekatkan dengan *carbon tape* dan lapisan Au/Pd yang digunakan antara cetakan sampel dan stub untuk mencegah *charging*.



**Gambar 3. 21** Alat uji SEM-EDX FEI tipe Inspect S-50

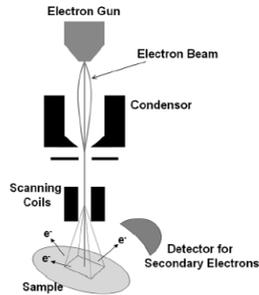
Pengujian SEM dilakukan terhadap hasil ekstraksi silika dari sekam padi untuk mengetahui morfologi dari material tersebut. Pengujian SEM dilakukan dalam 2 tahap:

a. Tahap preparasi

Sampel berupa pelet diletakkan pada *holder* yang telah disiapkan.

b. Tahap pengujian

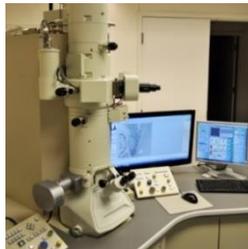
Serbuk yang telah diletakkan pada *holder* dimasukkan ke dalam mesin uji, kemudian gambar muncul pada layar komputer.



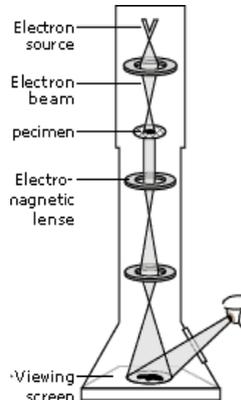
**Gambar 3. 22** Skema Alat Uji SEM

#### 3.4.4.4 *Transmission Electron Microscope (TEM)*

Mikroskop transmisi elektron (*Transmission electron microscope-TEM*) adalah sebuah mikroskop elektron yang cara kerjanya mirip dengan cara kerja proyektor slide, di mana elektron ditembuskan ke dalam obyek pengamatan dan pengamat mengamati hasil tembusannya pada layar. Transmisi cahaya yang dihasilkan dari *electron beam* yang menembus obyek pengamatan ini lalu diproyeksikan ke layar fosfor dan membentuk sebuah hasil berupa image atau gambar untuk dilihat oleh penggunanya. Tujuan pengujian TEM untuk penelitian ini adalah mendapatkan resolusi yang tinggi hasil pengamatan nanostruktur dari silika mesopori. Gambar 3.23 merupakan alat uji TEM.



**Gambar 3. 23** Alat uji TEM JEOL JEM 1400



**Gambar 3. 24** Skema Alat Uji TEM

Gambar 3.24, 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.

#### 3.4.4.5 BET Surface Analysis

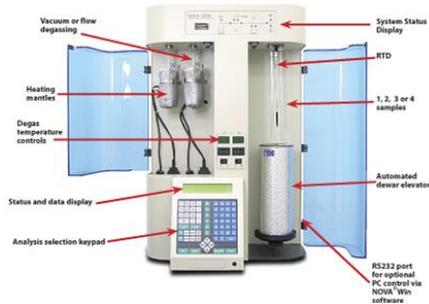
Pengujian BET (Bruner Emmet Teller) ini merupakan pengujian untuk mengetahui besar luas permukaan aktif pada sampel ( $\text{m}^2/\text{g}$ ). Prinsip kerja pengujian ini adalah dengan memanfaatkan daya serap sampel terhadap gas nitrogen. Dimana dalam penelitian ini *BET Surface Analysis* digunakan untuk untuk menentukan luas permukaan material, distribusi pori dari material, dan isoterm adsorpsi suatu gas dari silika partikel 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)

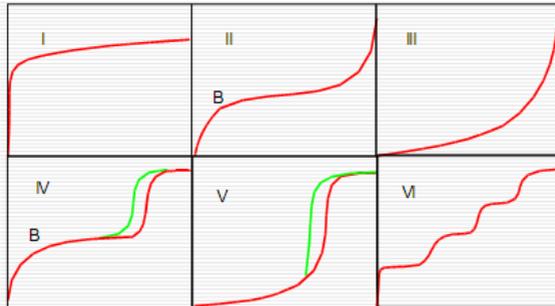
Metode BET ini menganggap bahwa molekul padatan yang paling atas berada pada kesetimbangan dinamis. Ini berarti jika permukaan hanya dilapisi oleh satu molekul saja, maka molekul-molekul gas ini berada dalam kesetimbangan dalam fase uap padatan. Jika terdapat dua atau lebih lapisan, maka lapisan teratas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

Berdasarkan pengujian yang dilakukan, akan didapatkan kurva isoterm adsorpsi. Kurva isoterm adsorpsi terdiri dari 6 tipe menurut IUPAC yang ditunjukkan pada Gambar 3.26. Keenam tipe kurva tersebut dapat dijelaskan sebagai berikut.

1. Tipe I berbentuk konkaf terhadap aksis  $P/P_0$ , merupakan tipe Langmuir, dengan ciri-ciri pembatasan adsorpsi pada monolayer. Tipe ini diamati pada adsorpsi kimia (kemisorpsi), pada tekanan jauh dibawah  $P_0$ . Sedangkan pada adsorpsi fisika (fisisorpsi) 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. Isotherm tipe IV ditunjukkan oleh adsorben mesopori. Perilaku adsorpsi pada mesopori ditentukan oleh interaksi antara adsorpsi dengan adsorben dan juga oleh interaksi antara molekul dalam keadaan padat. Dalam hal ini, adsorpsi monolayer-multilayer awal pada dinding mesopori, memiliki kurva yang sama dengan isotherm Tipe II kemudian diikuti oleh kondensasi pori. Kondensasi pori adalah fenomena dimana suatu gas mengembun ke fase cairan dalam pori pada tekanan P yang kurang dari tekanan jenuh  $P_0$  dari cairan curah. Isotherm Tipe V sangat mirip dengan Tipe III dan ini dapat dikaitkan dengan interaksi antara adsorben dan adsorbat yang relatif lemah. Pada  $P/P_0$  yang lebih tinggi, terjadi pengelompokan molekul pengisi yang diikuti oleh pengisian pori.
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*).



**Gambar 3. 26** Enam tipe kurva isotherm adsorpsi sesuai dengan IUPAC

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.

$$S = b \cdot d \sqrt{\frac{\rho V_p}{1 + V_p}} \dots \dots \dots (3.3)$$

Dimana :  $S$  = ukuran pori  
 $b$  = *constant dependent*  
 $d$  = *interplanar spacing*  
 $V_p$  = volume mesopori  
 $\rho$  = densitas dinding pori (untuk material yang mengandung silika =  $2.2 \text{ cm}^3 \text{ g}$ )

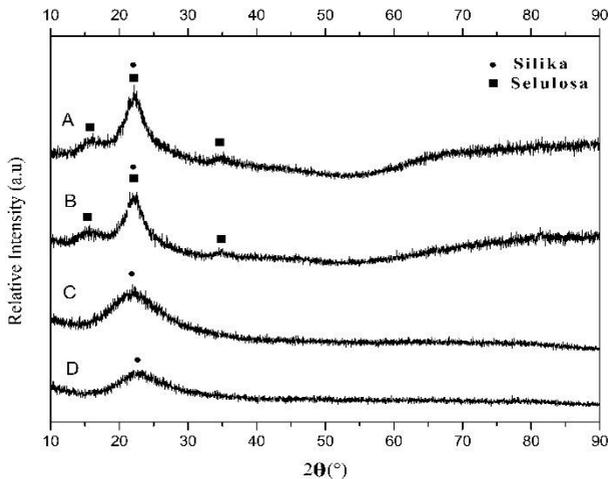
Selain itu, dapat pula dilakukan perhitungan tebal dinding mesoporus dengan rumus di bawah ini.

$$\text{Tebal dinding} = \frac{2d_{100}}{\sqrt{3}} - D_{BJH} \dots \dots \dots (3.4)$$

Dimana :  
 $D_{BJH}$  = diameter rata-rata pori Barret-Joyner-Halenda  
 $S_{BET}$  = luas permukaan Brunauer-Emmet-Teller  
 $V_{total}$  = volume total pori

## BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

### 4.1 X-Ray Diffraction (XRD)



**Gambar 4.1** Difraktogram XRD dari (A) sekam padi, (B) sekam padi setelah proses *acid-leaching*, (C) abu sekam padi (*rice husk ash*), dan (D) silika hasil ekstraksi.

Gambar 4.1 menunjukkan difraktogram pengujian XRD dari sekam padi, sekam padi setelah proses *acid-leaching*, abu sekam padi (*rice husk ash*), dan silika hasil ekstraksi. Analisis kualitatif hasil pengujian difraksi sinar-x menggunakan piranti lunak *Highscore Plus Analysis*. Difraktogram dari sekam padi (Gambar 4.1 (A)) menunjukkan grafik dengan beberapa puncak difraksi pada  $2\theta = 15,6056^\circ$ ;  $22,1727^\circ$ ; dan  $34,7079^\circ$ . Analisis fasa yang dilakukan mengindikasikan kesesuaian dengan ICDD #01-082-1554 untuk silika ( $\text{SiO}_2$ ) dan ICDD #00-056-1718 untuk selulosa. Keberadaan puncak selulosa ditunjukkan dengan adanya puncak difraksi pada  $15,6056^\circ$  dan  $34,7079^\circ$ . Pada difraktogram



sekam padi setelah proses *acid-leaching* (Gambar 4.2 (B)) menunjukkan adanya puncak-puncak sebagai berikut  $2\theta = 15,6349^\circ$ ;  $22,6103^\circ$ ; dan  $34,4711^\circ$ . Hasil analisis puncak difraksi setelah perlakuan *acid-leaching* menunjukkan profil difraksi yang sama dengan sekam padi namun terjadi penurunan intensitas pada selulosa. Hal ini menunjukkan proses *acid-leaching* mampu melepaskan ikatan antara selulosa dengan silika. Sesuai analisis fasa sekam padi setelah *acid-leaching* terdapat silika pada puncak  $2\theta = 22,6103^\circ$  dan terdapat selulosa yang ditunjukkan pada puncak  $2\theta = 15,6349^\circ$  dan  $34,4711^\circ$ . Puncak-puncak tersebut menunjukkan adanya selulosa tipe I dan silika.

Menurut Johar, et al., (2012), pola difraksi selulosa tipe I atau selulosa alami memiliki tipikal puncak pada sekitar  $2\theta = 16^\circ$ ;  $22^\circ$ ; dan  $35^\circ$ . Puncak sekitar  $2\theta = 22^\circ$  hingga  $24^\circ$  adalah puncak utama selulosa, yang mewakili daerah kristal selulosa, sedangkan puncak sekitar  $2\theta = 14^\circ$  hingga  $16^\circ$  mewakili daerah amorf selulosa (Liu, et al., 2012). Puncak yang melebar pada  $2\theta = 22^\circ$  yang merupakan difraktogram dari selulosa tersebut tumpang tindih dengan puncak karakteristik dari silika yang berpusat pada  $2\theta = 22^\circ$  juga (Li, et al., 2010). Silika yang ada pada sekam padi berikatan dengan selulosa yang merupakan salah satu jenis polisakarida dari karbohidrat. Chandrasekhar, et al., (2003) menyatakan bahwa Si akan berikatan dengan molekul organik yang ada didalam sekam padi dimana ikatan tersebut bersifat kompleks dan terikat dengan karbohidrat.

Gambar 4.1.A dan Gambar 4.1.B menunjukkan tidak adanya perubahan posisi puncak setelah dilakukan proses *acid-leaching*. Ini dikarenakan tidak adanya perubahan pada selulosa namun terjadi pembukaan penghalang lignin-hemiselulosa pada sekam padi. Karim, et al., (2016) menyatakan bahwa struktur kristal selulosa tidak akan terganggu atau rusak apabila diberikan perlakuan gabungan antara perlakuan hidrolisis asam dan ultrasonikasi. Namun terjadi proses pembukaan penghalang lignin-hemiselulosa dan juga untuk memecah kulit sekam padi (Lau, et al., 2017). Pada proses *acid-leaching* ini yang terjadi yaitu



penghilangan unsur logam yang ada. Hal ini ditunjukkan dengan Tabel 4.1 hasil pengujian komposisi unsur EDX terlihat adanya perubahan komposisi unsur pada sekam padi sebelum di *acid-leaching* dan setelah proses *acid-leaching*. Pada pengujian komposisi terlihat adanya unsur penyusun dari sekam padi yaitu C, O, Na, Mg, Al, Si, dan Fe. Setelah dilakukan proses *acid-leaching*, sekam padi hanya menyisakan unsur penyusun C, O dan Si, serta terjadi penghilangan unsur logam yang ada yaitu Na, Mg, Al, dan Fe.

**Tabel 4.1** Komposisi sekam padi, sekam padi setelah proses *acid-leaching*, dan RHA dari hasil pengujian EDX

<i>Element</i>	<i>wt%</i>		
	<b>Sekam padi</b>	<b>Leaching</b>	<b>RHA</b>
C	12.09	08.26	-
O	30.97	42.08	44.64
Na	00.59	-	
Mg	00.52	-	-
Al	21.35	-	-
Si	31.18	49.66	55.36
Fe	03.31	-	-

Menurut Bakar, et al., (2016), Logam pengotor seperti besi (Fe), mangan (Mn), kalsium (Ca), natrium (Na), kalium (K) dan magnesium (Mg) yang mempengaruhi kemurnian dan warna dari silika dapat dihilangkan dengan perlakuan awal dengan asam hidroklorat, asam sulfat atau asam nitrat sebelum pembakaran. Dimana pada proses *acid-leaching* akan terjadi reaksi hidrolisis dari polisakarida yang akan membentuk monosakarida. Hasil dari reaksi ini mengakibatkan gugus karboksil akan berikatan dengan logam pengotor membentuk senyawa logam kompleks dan akan larut ke dalam larutan (Junko, et al., 2009).

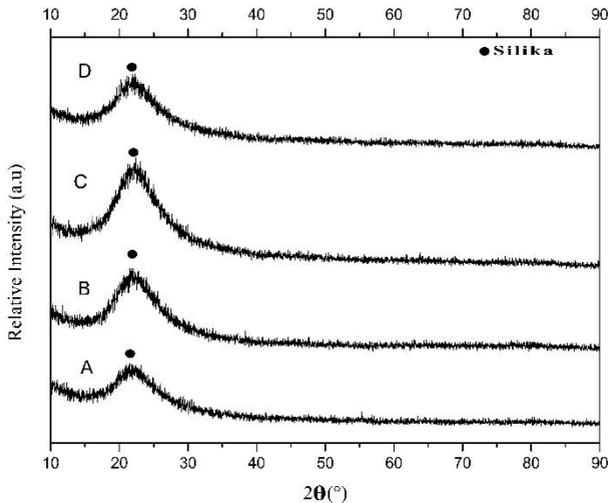
Terdapat perubahan grafik dari Gambar 4.1 (B) menuju Gambar 4.1 (C) yaitu hilangnya puncak-puncak selain puncak pada  $2\theta = 22,0155^\circ$  dan berubah menjadi bentuk grafik yang amorf.



Hal ini dikarenakan proses pembakaran sekam padi setelah proses *acid-leaching* pada temperatur  $600^{\circ}\text{C}$  dimana terjadi proses dekomposisi dari bahan organik berupa selulosa dan hemiselulosa. Serta terjadi dekomposisi dari unsur yang lain yaitu unsur karbon (C) hilang akibat proses pembakaran, hal ini sesuai dengan Tabel 4.1 pengujian komposisi dengan EDX yang menunjukkan tidak adanya unsur karbon (C) pada RHA. Menurut Chandrasekhar, et al., (2003) bahwa pada temperatur rendah hingga  $973\text{ K}$ , silika bersifat amorf dan Pembakaran sekam padi menyebabkan dekomposisi komponen organik yang ada pada sekam padi dan pemutusan ikatannya dengan unsur Si. Hasil ini juga berarti karbon yang berasal dari selulosa dan hemiselulosa juga hilang dari abu setelah pembakaran serta karbon hilang dikarenakan temperatur pembakaran secara termal cukup untuk menghilangkan karbohidrat asli dari sekam padi dan menghasilkan kandungan karbon yang sangat kecil (Junko, et al., 2009).

Grafik C dan D (Gambar 4.1) terlihat tidak adanya perubahan sama sekali dimana grafik memiliki bentuk amorf dengan adanya puncak masing – masing pada  $2\theta = 22,0155^{\circ}$  dan  $2\theta = 22,7162^{\circ}$  puncak tersebut menunjukkan struktur amorfus dari silika ( $\text{SiO}_2$ ) dan secara teoritis berdasarkan PDF card yang ada merepresentasikan posisi utama puncaknya mengarah pada *crystalite*. Hal ini dikarenakan proses pembakaran sekam padi tidak terjadi proses kristalisasi sehingga menjadikan abu sekam padi (*Rice Husk Ash*) dan silika hasil ekstraksi memiliki struktur amorf. Menurut Della, et al., (2002), temperatur dan waktu pembakaran sekam padi adalah faktor penting untuk menentukan apakah silika tetap amorf atau akan menjadi kristalin, struktur silika yang ada dalam abu hasil pembakaran pada dasarnya akan tetap amorfus namun setelah proses pembakaran lebih dari temperatur  $700^{\circ}\text{C}$  akan terjadi transisi dari amorfus menuju kristalin. Disamping itu proses *acid-leaching*, meningkatkan temperatur kristalisasi  $\text{SiO}_2$  secara drastis dikarenakan fenomena eutektik  $\text{SiO}_2$  dicegah dengan mengurangi pengotor logam dari bahan awal (Junko, et al., 2009). Struktur *crystalite* sendiri

merupakan struktur kristalin dari silika dengan struktur kristal cubic ( $\beta$ ) dan tetragonal ( $\alpha$ ) pada temperatur 1470-1723°C (Smallman & Ngan, 2007).



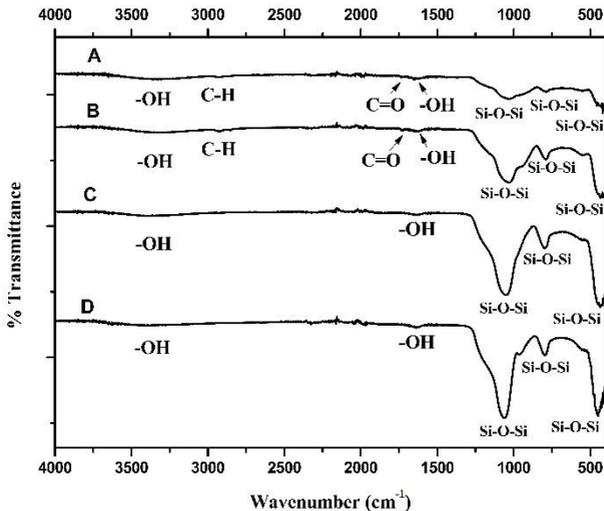
**Gambar 4. 2** Difraktogram XRD dari mesopori silika dengan variasi temperatur (A) 85°C, (B) 100°C, (C) 115°C, dan (D) 130°C

Gambar 4.2 merupakan difraktogram dari sampel silika mesopori yang telah disintesis dengan variasi temperatur (A) 85°C, (B) 100°C, (C) 115°C, dan (D) 130°C. Pada puncak-puncak difraktogram silika mesopori dengan variasi temperatur perlakuan hidrotermal 85°C, 100°C, 115°C, dan 130°C dianalisa menggunakan aplikasi *Highscore Plus*. Kurva difraktogram dari silika mesopori dengan variasi temperatur perlakuan hidrotermal 85°C, 100°C, 115°C, dan 130°C menghasilkan kurva dengan profil yang melebar dengan puncak pada masing- masing  $2\theta = 21,8404^{\circ}$ ;  $22,0155^{\circ}$ ;  $22,5410^{\circ}$ ; dan  $2\theta = 21,8404^{\circ}$  dimana puncak tersebut memiliki hkl (101). Berdasarkan PDF card #01-082-1554, silika memiliki struktur yang mengarah ke struktur *crystalite*. Menurut



Bhavornthanayod dan Rungrojchaipon (2009), silikon dioksida yang diperoleh dari RHA memiliki kurva dengan daerah  $2\theta$  antara  $15^\circ$  sampai  $30^\circ$  yang melebar dan tidak ada puncak yang menunjukkan karakteristik dari silika ( $\text{SiO}_2$ ) amorf. Profil Grafik XRD dari keempat sampel menunjukkan adanya pelebaran puncak  $2\theta = 17^\circ$  sampai  $30^\circ$  yang menandakan struktur pori-pori dari sampel. Menurut Wanyika, et al., (2011), Difraksi sinar-X sudut lebar (WAXRD) yang kuat di kisaran pada  $2\theta = 17^\circ$  hingga  $30^\circ$  menunjukkan variasi keteraturan dari kerapatan elektronik karena jarak antar pori-pori yang teratur.

#### 4.2 *Fourier-Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)*



**Gambar 4. 3** Spektra pengujian FT-IR dari (A) sekam padi, (B) sekam padi setelah proses *acid-leaching*, (C) abu sekam padi (*rice husk ash*), dan (D) silika hasil ekstraksi

Gambar 4.3 menunjukkan data hasil pengujian FTIR dari sekam padi (A), sekam padi setelah proses *acid-leaching* (B), abu



sekam padi (C), dan silika hasil ekstraksi (D) dari data pengujian tersebut gugus fungsi disajikan pada Tabel 4.2. Dari spektra sampel sekam padi (Gambar 4.3 A) terdapat pada panjang gelombang  $2930\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan gugus C-H *stretching* dari selulosa. Pada panjang gelombang  $3330,36\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan gugus hidroksil (-OH) *stretching* dan Gugus hidroksil (-OH) *bending* ditunjukkan pada panjang gelombang  $1647,91\text{ cm}^{-1}$ . Serta pada sekitar panjang gelombang  $1031,14\text{ cm}^{-1}$  juga menunjukkan gugus C-O *stretching* dari selulosa atau hemiselulosa, hal ini karena overlapping yang ada antara selulosa dan silika seperti diterangkan pada analisa XRD (Ang, et al., 2012). Pada Panjang gelombang  $1740\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus karboksil (C=O) dari hemiselulosa (Batteggazzore, et al., 2014). Serta pada panjang gelombang  $1740\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan juga menunjukkan adanya gugus karboksil dan karbonil (C=O) dari lignin (Derkacheva & Sukhov, 2008). Gugus siloksan (Si-O-Si) ditunjukkan dengan berbagai panjang gelombang sebagai berikut  $1031,14\text{ cm}^{-1}$ ;  $788,32\text{ cm}^{-1}$ ; dan  $456,2\text{ cm}^{-1}$  dengan vibrasi masing-masing yaitu *stretching*, *bending*, dan *rocking* (Lin, 1999).

Gambar 4.3 (B) menunjukkan spektra dari sekam padi setelah proses *acid-leaching*. Dari proses *leaching* ini tidak terlihat adanya perubahan panjang gelombang yang terdeteksi. Dimana spektra yang ada terdapat pada panjang gelombang  $3266,21\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan gugus hidroksil (-OH) *stretching* dan penyerap air (*water absorbed*). Panjang gelombang  $2935\text{ cm}^{-1}$  merupakan Gugus C-H *stretching*. Gugus karboksil hemiselulosa (C=O) Serta gugus karboksil dan karbonil (C=O) dari lignin masih ada pada panjang gelombang  $1730\text{ cm}^{-1}$ . Gugus hidroksil (-OH) *bending* (*water absorbed*) ditunjukkan pada panjang gelombang  $1637,1\text{ cm}^{-1}$ . Sedangkan, gugus fungsi dari silika yaitu siloksan (Si-O-Si) pada gelombang  $1033,95\text{ cm}^{-1}$ ;  $791,45\text{ cm}^{-1}$ ; dan  $432,27\text{ cm}^{-1}$  dengan vibrasi masing-masing yaitu *stretching*, *bending*, dan *rocking*. Tidak adanya perubahan dikarenakan fungsi dari leaching sendiri sebagai pelarut logam pengotor yang ada dan leaching bekerja dengan cara pemutusan ikatan dari senyawa organik yang ada



seperti polisakarida berupa selulosa dan hemiselulosa sehingga logam pengotor dapat berinteraksi dengan larutan *acid-leaching*. Menurut Chen, et al., (2017), Fungsi *pretreatment* asam dalam sekam padi mempunyai dua tujuan. Salah satunya adalah untuk mempercepat hidrolisis dan dehidrasi dari lignoselulosa menjadi monosakarida dengan menghilangkan ikatan hidrogen. Di sisi lain, setelah polisakarida dikonversi menjadi monosakarida, pengotor logam yang terikat dalam senyawa organik dengan mudah terekspos dan terjadi reaksi dengan pelarut asam.

Gambar 4.3 (C) merupakan spektra dari abu sekam padi yang telah melewati proses pemabakaran dengan temperatur  $600^{\circ}\text{C}$  memiliki panjang gelombang sebagai berikut  $3413,89\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan gugus hidroksil (-OH) *stretching* dan hidroksil *bending* (*water absorbed*) ditunjukkan pada panjang gelombang  $1630\text{ cm}^{-1}$ . Sedangkan panjang gelombang  $1033,95\text{ cm}^{-1}$ ;  $791,45\text{ cm}^{-1}$ ; dan  $432,27\text{ cm}^{-1}$  merupakan Gugus fungsi dari siloksan (Si-O-Si) dengan vibrasi masing-masing yaitu *stretching*, *bending*, dan *rocking*. Terlihat bahwa adanya perubahan spektra dari sekam padi menjadi abu sekam padi, dimana terlihat hilangnya panjang gelombang dari gugus C-H *stretching* dan Gugus C=O yang merupakan gugus karboksil hemiselulosa dan juga gugus karboksil dan karbonil dari lignin. Hal ini dikarenakan hilangnya senyawa organik oleh proses pembakaran yaitu selulosa, hemiselulosa dan lignin yang ditunjukkan tidak adanya panjang gelombang C-H *stretching* merupakan gugus fungsi dari polisakarida yang ada seperti selulosa serta gugus karboksil hemiselulosa. Selain hal tersebut juga terjadi penurunan panjang gelombang gugus hidroksil (-OH) karena menguapnya air yang terserap pada sekam padi. James dan Rao (1986) menerangkan bahwa Sekam padi akan terdekomposisi menjadi konstituen utamanya yaitu selulosa, lignin dan abu (kebanyakan silika) dimana dekomposisi termal selulosa dan lignin terjadi pada temperatur berkisar masing – masing pada  $600\text{-}650$  dan  $500\text{-}773\text{ K}$ . Serta air yang terserap akan hilang pada temperatur  $325\text{-}375\text{ K}$ . Hal tersebut juga didukung dengan adanya atom silikon dalam sekam padi melekat pada atom oksigen,



membentuk gugus silanol (Si-OH). Ketika sekam padi dibakar di udara, terjadi dehidroksilasi atau konversi gugus silanol ke jembatan siloksan (Si-O-Si) yang mengarah ke pembukaan pori-pori bahan organik, dan kemudian berubah menjadi silika amorf (Liou, 2004).

Silika hasil ekstraksi (Gambar 4.3 D) memiliki spektra panjang gelombang yang hampir sama dengan RHA yaitu  $3407,93 \text{ cm}^{-1}$  terdefinisi sebagai hidroksil (-OH) *stretching* serta Gugus hidroksil (-OH) *bending (water absorbed)* ditunjukkan pada panjang gelombang  $1636,93 \text{ cm}^{-1}$ . Panjang gelombang yang lain adalah  $1061,95 \text{ cm}^{-1}$ ;  $793,96 \text{ cm}^{-1}$ ; dan  $424,00 \text{ cm}^{-1}$  yang terdefinisi sebagai Gugus fungsi dari siloksan (Si-O-Si) dengan vibrasi masing-masing yaitu *stretching*, *bending*, dan *rocking*. Dimana dihasilkan silika ekstraksi dengan kemurnian yang tinggi. Hal tersebut dapat dilihat dari kenaikan intensitas pada gugus fungsi siloksan dikarenakan meningkatnya konstituen dari silika akibat hilangnya senyawa organik dan pengotornya karena kenaikan temperatur pada saat pembakaran. Tahap pertama dekomposisi termal dalam pembakaran yaitu hilangnya senyawa volatil, diikuti oleh dekomposisi selulosa dan lignin. Pada tahap kedua, terjadi oksidasi lebih lanjut dari karbon di dalam zat. terakhir menyisakan silika dengan kemurnian tinggi. Hal ini ditunjukkan dengan puncak penyerapan yang kuat di sekitar  $475$ ,  $805$ , dan  $1115 \text{ cm}^{-1}$  dimana intensitas puncak tersebut meningkat maka akan meningkatkan kandungan silika untuk dapat menyerupai silika komersil (Liou, 2004).

**Tabel 4. 2** Gugus fungsi proses ekstraksi silika dari sekam padi

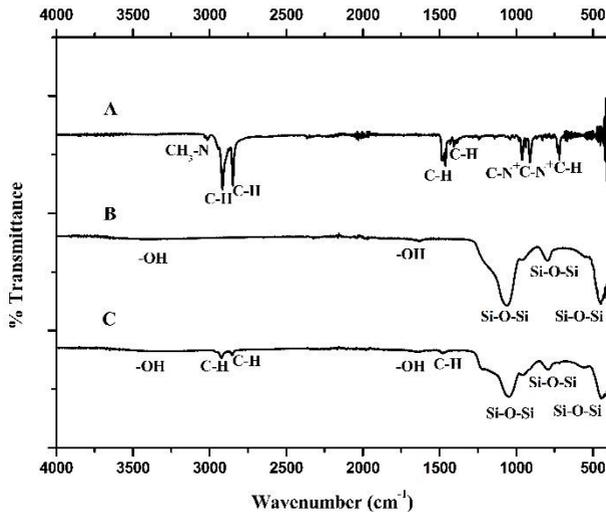
Sampel	Panjang gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )	Gugus fungsi	Keterangan
Sekam padi	456,2	Si-O-Si	Gugus siloksan Si-O-Si vibrasi <i>rocking</i>
	788.32	Si-O-Si	Gugus siloksan Si-O-Si vibrasi <i>bending</i>



	1031,14	Si-O-Si	Gugus siloksan Si-O-Si vibrasi <i>stretching</i>
	1647.91	-OH	Gugus hidroksil -OH vibrasi <i>bending</i> pada gugus silanol dipermukaan
	1740	C=O	Gugus karboksil (C=O) dari hemiselulosa
	2930	C-H	Gugus C-H <i>stretching</i>
	3330.36	-OH	Gugus hidroksil -OH vibrasi <i>stretching</i> pada gugus silanol dipermukaan (Si-OH)
<b>Sekam padi Leaching</b>	433.27	Si-O-Si	Gugus siloksan Si-O-Si vibrasi <i>rocking</i>
	791.45	Si-O-Si	Gugus siloksan Si-O-Si vibrasi <i>bending</i>
	1033.95	Si-O-Si	Gugus siloksan Si-O-Si vibrasi <i>stretching</i>
	1637.10	-OH	Gugus hidroksil -OH vibrasi <i>bending</i> pada gugus silanol dipermukaan
	1730	C=O	Gugus karboksil (C=O) dari hemiselulosa
	2935	C-H	Gugus C-H <i>stretching</i>
<b>RHA</b>	3266.21	Si-OH	Gugus hidroksil -OH vibrasi <i>stretching</i> pada gugus silanol dipermukaan (Si-OH)
	432,27	Si-O-Si	Gugus siloksan Si-O-Si vibrasi <i>rocking</i>
	791,45	Si-O-Si	Gugus siloksan Si-O-Si vibrasi <i>bending</i>
	1033,95	Si-O-Si	Gugus siloksan Si-O-Si vibrasi <i>stretching</i>
	1630	-OH	Gugus hidroksil -OH vibrasi <i>bending</i> pada gugus silanol dipermukaan
<b>Silika ekstraksi</b>	3413.86	-OH	Gugus hidroksil -OH vibrasi <i>stretching</i> pada gugus silanol dipermukaan (Si-OH)
	424,00	Si-O-Si	Gugus siloksan Si-O-Si vibrasi <i>rocking</i>
	793.96	Si-O-Si	Gugus siloksan Si-O-Si vibrasi <i>bending</i>



	1061.67	Si-O-Si	Gugus siloksan Si-O-Si vibrasi <i>stretching</i>
	1636.93	-OH	Gugus hidroksil -OH vibrasi <i>bending</i> pada gugus silanol dipermukaan
	3407.93	-OH	Gugus hidroksil -OH vibrasi <i>stretching</i> pada gugus silanol dipermukaan (Si-OH)



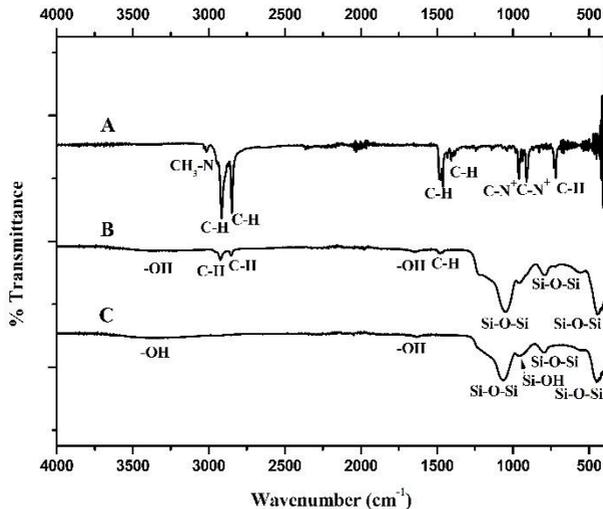
**Gambar 4. 4** Spektra pengujian FTIR dari (A) CTAB, (B) silika hasil ekstraksi, dan (C) silika setelah dilakukan penambahan surfaktan CTAB

Gambar 4.4 merupakan gambar yang menunjukkan proses penambahan surfaktan CTABr pada proses sintesis silika mesopori dimana gugus fungsi yang ada disajikan pada Tabel 4.3. Grafik 4.4 (A) merupakan spektra dari CTABr dengan rumus kimia  $C_{19}H_{42}BrN$ . Dimana panjang gelombang dari surfaktan CTAB dikelompokkan menjadi dua kategori yaitu gugus pada bagian ekor metilen dan gugus pada bagian kepala alkilammonium. Panjang gelombang dengan puncak sekitar  $3015\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi *stretching* simetris dari trimetilamonium ( $CH_3-N$ ) dari CTAB.



Gugus metil ( $\text{CH}_2$ ) ditunjukkan pada panjang gelombang 2915,75  $\text{cm}^{-1}$  dan 2848,39  $\text{cm}^{-1}$  dengan vibrasi *stretching* masing – masing berupa asimetris dan simetris yang merupakan bagian dari gugus metilen. Panjang gelombang 1461,89  $\text{cm}^{-1}$  dan 1472,87  $\text{cm}^{-1}$  merupakan gugus metilen ( $\text{CH}_3$ ) dengan vibrasi *scissoring* sedangkan 718,79  $\text{cm}^{-1}$  dan 730,16  $\text{cm}^{-1}$  dengan vibrasi *rocking* (Taffarel & Rubio, 2010). Panjang gelombang 960,31 dan 911,15 menunjukkan gugus  $\text{C-N}^+$  stretching sebagai interaksi antara gugus yang mengandung N dan Bromium (Sui, et al., 2006).

Gambar 4.4 (B) merupakan spektra dari silika hasil ekstraksi dan Gambar 4.4 (C) merupakan spektra dari silika setelah dilakukan penambahan surfaktan CTAB. Dari kedua grafik tersebut menunjukkan terdapat perbedaan puncak setelah dilakukan penambahan surfaktan CTAB, dimana pada panjang gelombang 2923,04  $\text{cm}^{-1}$  dan 2852,89  $\text{cm}^{-1}$  terdapat puncak yang menandakan gugus metilen ( $\text{CH}_2$ ) dengan vibrasi *stretching* masing – masing berupa asimetris dan simetris. Disamping itu, panjang gelombang 1478,19  $\text{cm}^{-1}$  merupakan gugus metilen ( $\text{CH}_3$ ) dengan vibrasi *scissoring*. Hal tersebut karena adanya CTAB pada permukaan silika ( $\text{SiO}_2$ ) karena adanya ikatan hidrogen dan perbedaan muatan antara silika yang bermuatan anionik sedangkan CTAB yang bermuatan kationik sehingga terjadi interaksi elektrostatik. Diketahui bahwa terjadi penurunan puncak pada panjang gelombang 3407,93  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan gugus hidroksil ( $-\text{OH}$ ) menunjukkan interaksi gugus hidroksil yang ada pada permukaan  $\text{SiO}_2$  dengan CTAB (Deka & Maji, 2013). Gugus hidroksil yang ada dipermukaan silika memiliki muatan negatif sehingga Ketika surfaktan kationik (CTAB) ditambahkan, interaksi ionik antara muatan positif dan negatif pada permukaan partikel silika akan membentuk rantai organik sehingga akan membentuk *graft* pada permukaannya (Ma, et al., 2010).



**Gambar 4. 5** Spektra pengujian FTIR dari (A) CTAB, (B) silika dengan penambahan CTAB, dan (C) mesopori silika dengan temperatur hidrotermal 80°C

Gambar 4.5 merupakan proses reflux untuk menghilangkan surfaktan CTAB yang ada pada permukaan partikel silika dimana gugus fungsi yang ada disajikan pada Tabel 4.3 Gambar 4.5 (A) merupakan spektra dari CTAB murni sebagai bahan modifikasi permukaan. Pada Gambar 4.5 (B) yang merupakan silika dengan penambahan CTAB dan Gambar 4.5 (C) adalah nanopartikel mesopori silika dengan temperatur hidrotermal 85°C. Dari kedua grafik tersebut terlihat adanya perbedaan yaitu hilangnya panjang gelombang 2923,04  $\text{cm}^{-1}$ , 2852,89  $\text{cm}^{-1}$ , dan 1478,19  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan panjang gelombang dari gugus metilen CTAB. Hal ini karena hilangnya ikatan CTAB dan permukaan silika karena pelarut organik yaitu methanol yang dilakukan pada proses *reflux*. Bahwa pelarut organik seperti metanol atau etanol akan menyebabkan gangguan pada surfaktan maka dari itu monomer surfaktan dilepaskan ke dalam pelarut



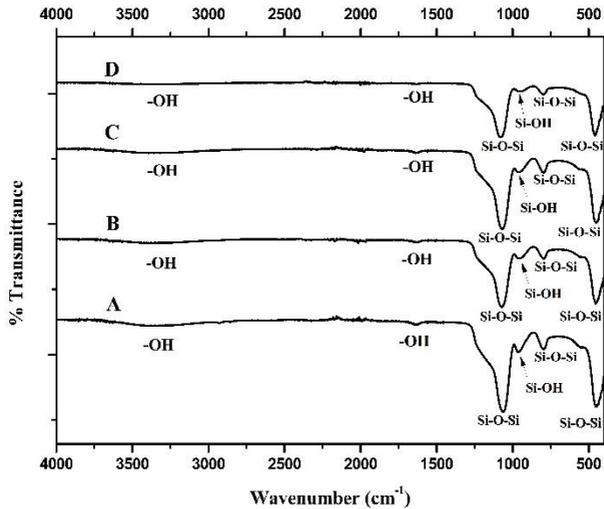
organik dan dapat dielusi. Dimana konsentrasi misel kritis (CMC/ Critical Micelle Concentration ) untuk CTAB dalam metanol jauh lebih tinggi dari pada air. Oleh karena itu, MCM-41 dalam media air dapat terganggu dengan perlakuan metanol dan akibatnya misel surfaktan dapat dilepaskan dari pori-pori mesopori MCM-41 menuju pelarut organik (Zanjanchi & Jabariyan, 2014).

**Tabel 4. 3** Gugus fungsi dari proses sintesis silika mesopori

Sampel	Bilangan gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Gugus fungsi	Keterangan
CTAB	718,79	C-H	Gugus metilen (CH <sub>3</sub> ) vibrasi <i>rocking</i>
	730,16	C-H	Gugus metilen (CH <sub>3</sub> ) vibrasi <i>rocking</i>
	911,15	C-N <sup>+</sup>	Gugus C-N <sup>+</sup> <i>stretching</i>
	960,31	C-N <sup>+</sup>	Gugus C-N <sup>+</sup> <i>stretching</i>
	1461,89	C-H	Gugus metilen (CH <sub>3</sub> ) vibrasi <i>scissoring</i>
	1472,87	C-H	Gugus metilen (CH <sub>3</sub> ) vibrasi <i>scissoring</i>
	2848,39	C-H	Gugus simetris metil (CH <sub>2</sub> ) vibrasi <i>stretching</i>
	2915,75	C-H	Gugus asimetris metil (CH <sub>2</sub> ) vibrasi <i>stretching</i>
	3015	CH <sub>3</sub> -N	Gugus simetris trimetilamonium (CH <sub>3</sub> -N) vibrasi <i>stretching</i>
SiO <sub>2</sub>	424,00	Si-O-Si	Gugus siloksan Si-O-Si vibrasi <i>rocking</i>
	793,96	Si-O-Si	Gugus siloksan Si-O-Si vibrasi <i>bending</i>
	1061,67	Si-O-Si	Gugus siloksan Si-O-Si vibrasi <i>stretching</i>
	1636,93	-OH	Gugus hidroksil -OH vibrasi <i>bending</i> pada gugus silanol dipermukaan
	3407,93	-OH	Gugus hidroksil -OH vibrasi <i>stretching</i> pada gugus silanol dipermukaan (Si-OH)



<b>SiO<sub>2</sub> ditambahkan CTAB</b>	424,00	Si-O-Si	Gugus siloksan Si-O-Si vibrasi <i>rocking</i>
	793,96	Si-O-Si	Gugus siloksan Si-O-Si vibrasi <i>bending</i>
	1061,67	Si-O-Si	Gugus siloksan Si-O-Si vibrasi <i>stretching</i>
	1478,19	C-H	Gugus metilen (CH <sub>3</sub> ) vibrasi <i>scissoring</i>
	1636,93	-OH	Gugus hidroksil -OH vibrasi <i>bending</i> pada gugus silanol diper permukaan
	2852,89	C-H	Gugus simetris metilen (CH <sub>2</sub> ) vibrasi <i>stretching</i>
	2923,04	C-H	Gugus asimetris metilen (CH <sub>2</sub> ) vibrasi <i>stretching</i>
	3407,93	-OH	Gugus hidroksil -OH vibrasi <i>stretching</i> pada gugus silanol diper permukaan (Si-OH)
<b>Silika mesopori 85°C</b>	448,07	Si-O-Si	Gugus siloksan Si-O-Si vibrasi <i>rocking</i>
	796,32	Si-O-Si	Gugus siloksan Si-O-Si vibrasi <i>bending</i>
		Si-OH	Gugus Silanol Si-OH vibrasi <i>stretching</i>
	1062,33	Si-O-Si	Gugus siloksan Si-O-Si vibrasi <i>stretching</i>
	1637,13	-OH	Gugus hidroksil -OH vibrasi <i>bending</i> pada gugus silanol diper permukaan
	3372,02	-OH	Gugus hidroksil -OH vibrasi <i>stretching</i> pada gugus silanol diper permukaan (Si-OH)



**Gambar 4.6** Spektra pengujian FTIR silika mesopori dengan variasi temperatur perlakuan hidrotermal (A) 85°C, (B) 100°C, (C) 115°C, dan (D) 130°C

Gambar 4.6 merupakan hasil pengujian FTIR dari silika mesopori dengan variasi temperatur perlakuan hidrotermal (A) 85°C, (B) 100°C, (C) 115°C, dan (D) 130°C dari mekanisme sintesis silika mesopori yang ada pada Bab III. Gugus fungsi dari silika mesopori dengan variasi temperatur perlakuan hidrotermal 85°C, 100°C, 115°C, dan 130°C disajikan pada Tabel 4.4. Pada Gambar 4.6 (A) menunjukkan spektra dari silika mesopori dengan variasi temperatur hidrotermal 85°C dimana didapatkan terdapat beberapa puncak panjang gelombang yaitu Gugus siloksan (Si-O-Si) ditunjukkan dengan berbagai panjang gelombang sebagai berikut 1062,33  $\text{cm}^{-1}$ ; 796,32  $\text{cm}^{-1}$ ; dan 448,07  $\text{cm}^{-1}$  dengan vibrasi masing-masing yaitu *stretching*, *bending*, dan *rocking* (Lin, 1999). Gugus silanol (Si-OH) dengan vibrasi *stretching* ditunjukkan pada panjang gelombang 963,33  $\text{cm}^{-1}$  (Putz, et al., 2015). Serta terdapat gugus hidroksil (-OH) Pada panjang gelombang 3372,02  $\text{cm}^{-1}$  yang



---

menunjukkan gugus hidroksil (-OH) *stretching* dan Gugus hidroksil (-OH) *bending* ditunjukkan pada panjang gelombang 1637,13  $\text{cm}^{-1}$  (Ang, et al., 2012).

Gambar 4.6 (B) merupakan spektra dari silika mesopori dengan variasi temperatur hidrotermal 100°C terdapat puncak panjang gelombang dari gugus siloksan (Si-O-Si) yang ditunjukkan pada panjang gelombang sebagai berikut 1070,46  $\text{cm}^{-1}$ ; 795,09  $\text{cm}^{-1}$ ; dan 455,15  $\text{cm}^{-1}$  dengan vibrasi masing-masing yaitu *stretching*, *bending*, dan *rocking*. Panjang gelombang 956,95  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan gugus silanol (Si-OH) dengan vibrasi *stretching*. Gugus hidroksil (-OH) juga nampak pada panjang gelombang 3388,31  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan gugus hidroksil (-OH) *stretching* dan Gugus hidroksil (-OH) *bending* ditunjukkan pada panjang gelombang 1636,71  $\text{cm}^{-1}$ .

Gambar 4.6 (C) adalah data spektra dari silika mesopori dengan variasi temperatur hidrotermal 115°C dimana terlihat puncak dengan panjang gelombang 1068,78  $\text{cm}^{-1}$ ; 798,17  $\text{cm}^{-1}$ ; dan 451,35  $\text{cm}^{-1}$  dari gugus siloksan (Si-O-Si) dengan vibrasi masing-masing yaitu *stretching*, *bending*, dan *rocking*. Gugus silanol (Si-OH) *stretching* ditunjukkan pada panjang gelombang 966,78  $\text{cm}^{-1}$ . Selain itu, terdapat gugus hidroksil (-OH) dengan panjang gelombang 3317,08  $\text{cm}^{-1}$  sebagai gugus hidroksil (-OH) *stretch* dan Gugus hidroksil (-OH) *bending* ditunjukkan pada panjang gelombang 1636,72  $\text{cm}^{-1}$ .

Gambar 4.6 (D) merupakan spektra dari silika mesopori dengan variasi temperatur hidrotermal 130°C ada beberapa puncak dari gugus siloksan (Si-O-Si) dengan vibrasi masing-masing yaitu *stretching*, *bending*, dan *rocking* dengan panjang gelombang berturut-turut 1062,58  $\text{cm}^{-1}$ ; 799,12  $\text{cm}^{-1}$ ; dan 447,99  $\text{cm}^{-1}$ . Gugus silanol (Si-OH) dengan vibrasi *stretching* ditunjukkan pada panjang gelombang 966,71  $\text{cm}^{-1}$ . Sedangkan panjang gelombang yang lain menandakan gugus hidroksil (-OH) dengan panjang gelombang 3396,13  $\text{cm}^{-1}$  sebagai gugus hidroksil (-OH) *stretch* dan Gugus hidroksil (-OH) *bending* ditunjukkan pada panjang gelombang 1637,12  $\text{cm}^{-1}$ .

---



Keempat sampel tersebut memiliki karakteristik utama silika yaitu ditunjukkan dalam semua spektrum silika yang ada. Spektrum silika tersebut ditunjukkan dengan spektrum bahan anorganik yaitu panjang gelombang lebar dan besar antara 3400 dan 3200  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan vibrasi dari -OH *stretching* dari gugus silanol dan juga untuk air yang teradsorpsi, panjang gelombang intens yang menunjukkan gugus siloksan *stretching* pada sekitar 1100  $\text{cm}^{-1}$ , dan panjang gelombang sekitar 1650  $\text{cm}^{-1}$  merupakan hidroksil (-OH) dengan vibrasi *bending* (Evangelista, et al., 2007). Panjang gelombang dari Si-O-Si *Stretching* sekitar 1240-1030  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan karakteristik MCM-41 (Hamzah, et al., 2012).

**Tabel 4. 4** Gugus fungsi dari silika mesopori dengan variasi temperatur perlakuan hidrotermal 85°C, 100°C, 115°C, dan 130°C

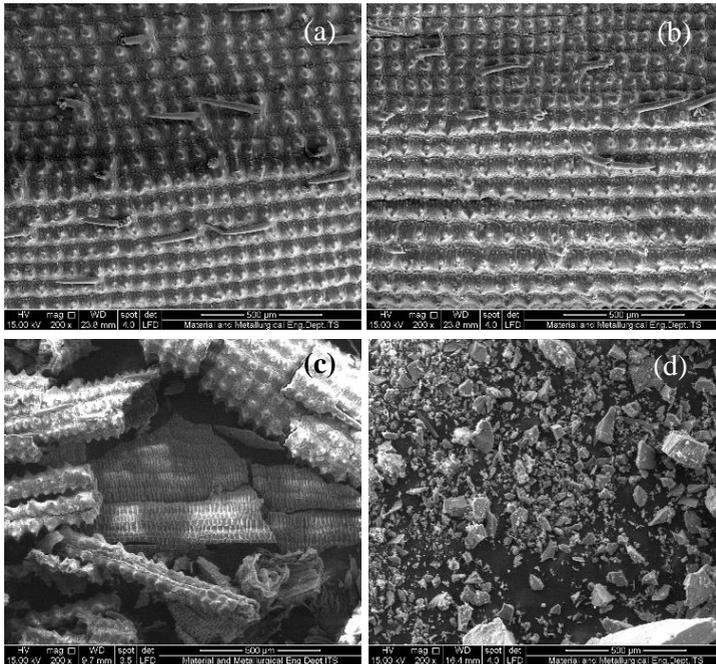
Sampel	Bilangan gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )	Gugus fungsi	Keterangan
Silika mesopori 85°C	448,07	Si-O-Si	Gugus siloksan Si-O-Si vibrasi <i>rocking</i>
	796,32	Si-O-Si	Gugus siloksan Si-O-Si vibrasi <i>bending</i>
	963,33	Si-OH	Gugus Silanol Si-OH vibrasi <i>stretching</i>
	1062,33	Si-O-Si	Gugus siloksan Si-O-Si vibrasi <i>stretching</i>
	1637,13	-OH	Gugus hidroksil -OH vibrasi <i>bending</i> pada gugus silanol dipermukaan
	3372,02	-OH	Gugus hidroksil -OH vibrasi <i>stretching</i> pada gugus silanol dipermukaan (Si-OH)
	455,15	Si-O-Si	Gugus siloksan Si-O-Si vibrasi <i>rocking</i>
	795,09	Si-O-Si	Gugus siloksan Si-O-Si vibrasi <i>bending</i>
	956,95	Si-OH	Gugus Silanol Si-OH vibrasi <i>stretching</i>



<b>Silika mesopori 100°C</b>	1070,46	Si-O-Si	Gugus siloksan Si-O-Si vibrasi <i>stretching</i>
	1636,71	-OH	Gugus hidroksil -OH vibrasi <i>bending</i> pada gugus silanol dipermukaan
	3372,02	-OH	Gugus hidroksil -OH vibrasi <i>stretching</i> pada gugus silanol dipermukaan (Si-OH)
<b>Silika mesopori 115°C</b>	451,35	Si-O-Si	Gugus siloksan Si-O-Si vibrasi <i>rocking</i>
	798,17	Si-O-Si	Gugus siloksan Si-O-Si vibrasi <i>bending</i>
	966,78	Si-OH	Gugus Silanol Si-OH vibrasi <i>stretching</i>
	1068,78	Si-O-Si	Gugus siloksan Si-O-Si vibrasi <i>stretching</i>
	1636,72	-OH	Gugus hidroksil -OH vibrasi <i>bending</i> pada gugus silanol dipermukaan
	3317,08	-OH	Gugus hidroksil -OH vibrasi <i>stretching</i> pada gugus silanol dipermukaan (Si-OH)
<b>Silika mesopori 130°C</b>	447,99	Si-O-Si	Gugus siloksan Si-O-Si vibrasi <i>rocking</i>
	799,12	Si-O-Si	Gugus siloksan Si-O-Si vibrasi <i>bending</i>
	966,71	Si-OH	Gugus Silanol Si-OH vibrasi <i>stretching</i>
	1062,58	Si-O-Si	Gugus siloksan Si-O-Si vibrasi <i>stretching</i>
	1637,12	-OH	Gugus hidroksil -OH vibrasi <i>bending</i> pada gugus silanol dipermukaan
	3396,13	-OH	Gugus hidroksil -OH vibrasi <i>stretching</i> pada gugus silanol dipermukaan (Si-OH)



### 4.3 Scanning Electron Microscope (SEM)



**Gambar 4. 7** Hasil pengujian SEM dari (A) sekam padi, (B) sekam padi setelah proses acid-leaching, (C) abu sekam padi, dan (D) silika hasil ekstraksi (200 X)

Gambar 4.7 merupakan hasil pengujian SEM dari proses ekstraksi silika dengan perbesaran 200 kali dimana Gambar 4.7 (A) adalah sekam padi dan Gambar 4.7 (B) merupakan sekam padi setelah dilakukan proses *acid-leaching*. Dari kedua gambar tersebut terdapat perbedaan pada permukaannya dimana morfologi permukaan dari sekam padi tidak rata dan memiliki kekasaran sangat tinggi sedangkan setelah proses *acid-leaching* kekasarannya menjadi menurun. *Acid-leaching* menyebabkan terdegradasinya permukaan karena hilangnya komponen organik dan logam pengotornya. Menurut Bakar, et al., (2016), Hal tersebut



dikarenakan adanya proses hidrolisis beberapa komponen organik yang ada dipermukaan dari sekam padi oleh adanya larutan asam dan logam pengotor seperti besi (Fe), mangan (Mn), kalsium (Ca), natrium (Na), kalium (K) dan magnesium (Mg) dihilangkan dengan pra-perlakuan dengan asam hidroklorat, asam sulfat atau asam nitrat.

Gambar 4.7 (C) merupakan hasil SEM dari abu sekam padi (*rice husk ash*) yang masih memiliki bentuk struktural yang sama seperti sekam padi yaitu struktur jagung dimana pada permukaannya memiliki tonjolan. Menurut Hadipramana, et al., (2016), epidermis luar RHA yang memiliki kutikula yang tersusun bergelombang atau menonjol pada permukaan dan berbentuk tajam, seperti struktur jagung. Dapat diamati juga bahwa terjadi sebagian kecil kerusakan pada RHA namun masih dapat dilihat bahwa setelah kalsinasi pada temperatur 600°C, RHA masih mempertahankan bentuk strukturalnya (Xu, et al., 2012). Pembakaran sekam padi memiliki efek pada komposisi kimia dimana terjadi sublimasi beberapa komponen selama proses. Hal tersebut menunjukkan bahwa adanya komponen non silika yang hilang dari abu bersama dengan aliran gas hidrokarbon yang dihasilkan dalam proses pembakaran sehingga silikon yang tertinggal pada abu masih mempertahankan bentuknya (Singh, et al., 2008). Bahwa dari hasil SEM memiliki korelasi dengan hasil pengujian XRD dan FTIR.

Selanjutnya, Gambar 4.7 (D) merupakan hasil SEM dari silika hasil ekstraksi menunjukkan berbagai bentuk partikel seperti persegi panjang dan bulat serta bentuk yang tidak beraturan berupa padatan yang getas dengan permukaan halus yang sebabkan karena proses pengeringan dan pelarut pada saat pencucian. Deshmukh, et al., (2012) menyatakan bahwa silika amorf memiliki bentuk yang heterogen dengan bentuk dan ukuran yang tidak beraturan. Berbagai bentuk partikel silika; bentuk bulat dan persegi panjang, ditemukan dalam silika ekstraksi. Meskipun penggilingan dilakukan sebelum pengukuran SEM, silika yang masih memiliki bentuk dari sekam padi berupa struktur persegi panjang yang



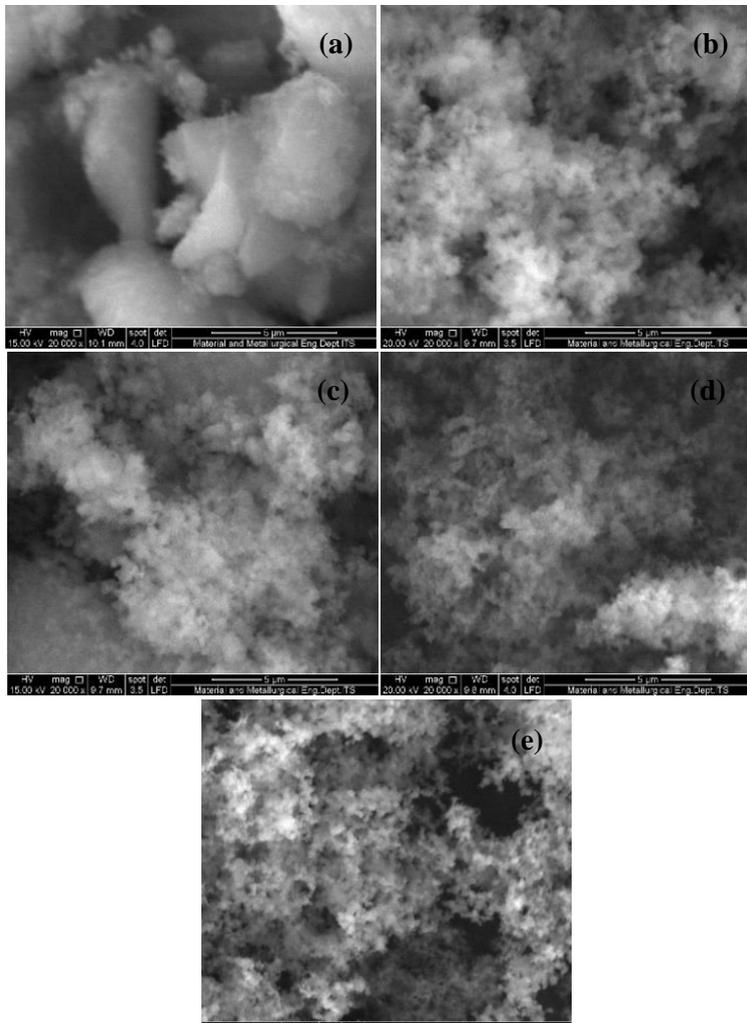
tersisa. Sedangkan partikel silika yang halus ditunjukkan dalam bentuk bulat (Chiarakorn & Yutappong, 2005). Silika padatan diperoleh karena selama proses pengeringan, molekul air terus dihilangkan. Penghilangan molekul air menyebabkan konsentrasi sol meningkat dan juga menurunkan cairan, yang menyebabkan partikel-partikel saling mendekat. Pada titik kritis, partikel-partikel ini saling bersentuhan dan membentuk agregat untuk mencapai stabilitas yang lebih besar (Rahman, et al., 2008). Permukaan yang halus dihasilkan karena pelarut yang digunakan adalah air dimana ikatan molekul air sangat kuat berikatan pada gugus permukaan silanol sehingga menahan laju penyusutan pada partikel silika (Pecoraro, et al., 1995).

Dapat dilihat pada Gambar 4.8 (A) merupakan hasil pengujian SEM untuk silika hasil ekstraksi yang menunjukkan partikel besar yang solid, hal ini karena tidak dilakukan proses hidrotermal dan pemberian surfaktan CTAB. Menurut Le, et al., (2013), ketika ditambahkan CTAB, akan terjadi penyebaran sampel dikarenakan surfaktan CTAB melapisi permukaan material sehingga menjadikan dispersi dalam suspensi.

Gambar 4.8 (B) menunjukkan hasil uji SEM pada Silika dengan perlakuan hidrotermal dengan variasi temperatur 85°C. Pada gambar terlihat partikel silika terbentuk dari partikel-partikel kecil yang mengumpul atau teraglomerasi seperti terumbu karang dengan ukuran rata-rata partikelnya 423,022 nm.

Gambar 4.8 (C) menunjukkan hasil uji SEM pada Silika dengan perlakuan hidrotermal dengan variasi temperatur 100°C. Pada gambar terlihat partikel silika terbentuk dari partikel-partikel kecil yang mengumpul atau teraglomerasi seperti terumbu karang dengan ukuran rata-rata partikelnya 486,491 nm.

Gambar 4.8 (D) menunjukkan hasil uji SEM pada Silika dengan perlakuan hidrotermal dengan variasi temperatur 115°C. Pada gambar terlihat partikel silika terbentuk dari partikel-partikel kecil yang mengumpul atau teraglomerasi seperti terumbu karang dengan ukuran rata-rata partikelnya 617,426 nm.



**Gambar 4. 8** Hasil pengujian SEM dari (A) Silika hasil ekstraksi, nanopartikel silika mesopori dengan variasi perlakuan temperatur hidrotermal (B) 85°C, (C) 100°C, (D) 115°C, dan (E) 130°C



---

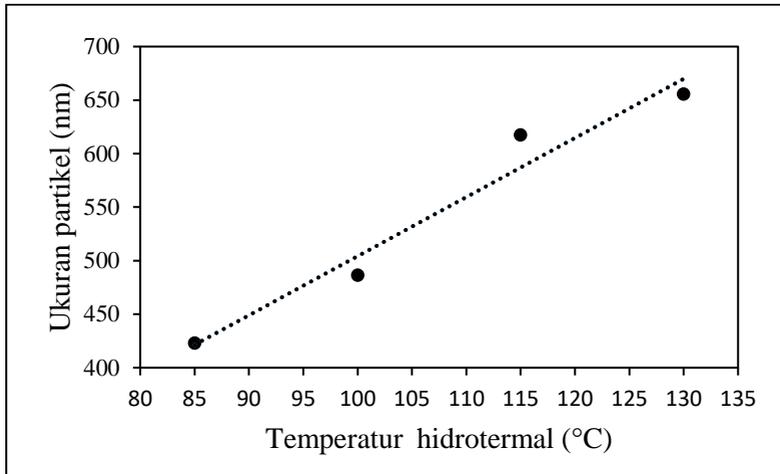
Gambar 4.8 (E) menunjukkan hasil uji SEM pada Silika dengan perlakuan hidrotermal dengan variasi temperatur 130°C. Pada gambar terlihat partikel silika terbentuk dari partikel-partikel kecil yang mengumpul atau teraglomerasi seperti terumbu karang dengan ukuran rata-rata partikelnya 655,476 nm.

Pada Gambar 4.8 (B) sampai dengan Gambar 4.8 (E) merupakan hasil SEM silika mesopori dengan variasi perlakuan temperatur hidrotermal dari 85°C sampai 130°C terlihat semua sampel menunjukkan partikel yang teraglomerasi. Hal ini dikarenakan energi yang tinggi pada proses hidrotermal dan gugus -OH bebas pada permukaan silika yang menghasilkan ikatan hidrogen dengan molekul air saat silika masih terdispersi oleh pelarutnya. Dimana ketika ditambahkan CTAB, ikatan hidrogen dipermukaan akan hilang tergantikan oleh molekul CTAB namun hal ini tidak dapat menutupi secara penuh permukaan silika sehingga akan terjadi ikatan penghubung Si-O-Si dan menghasilkan partikel berukuran lebih besar yang teraglomerasi (Le, et al., 2013).

Gambar 4.8 (B) menampilkan bentuk serbuk tersebut sangat teraglomerasi sedangkan seiring bertambahnya temperatur perlakuan hidrotermal, tingkat aglomerasi menjadi berkurang yang ditunjukkan pada Gambar 4.8 (E). Dimana berkurangnya aglomerasi dikarenakan adanya meningkatnya ukuran partikel. Seperti pada penelitian Jacob & Das (2016) tentang pengaruh temperatur sintesis hidrotermal, dimana pada temperatur yang rendah partikel sangat teraglomerasi seiring dengan peningkatan temperatur akan menunjukkan pengaturan kembali partikel secara alami pada temperatur yang lebih tinggi. Menurut Berber (2012), peningkatan temperatur hidrotermal akan meningkatkan ukuran partikel. Pada proses hidrotermal silika, silika akan terjadi perpindahan dari satu partikel menuju partikel yang lain dan proses ini akan dipercepat dengan adanya tekanan yang tinggi serta temperatur yang tinggi. Partikel yang kecil dengan energi permukaan yang tinggi akan bergerak menuju partikel yang besar dengan energi permukaan yang rendah sehingga dihasilkan partikel

---

yang lebih besar (Leboda, et al., 1995). Hal ini juga sesuai dengan Gambar 4.9, dimana data ukuran partikel melalui pengujian SEM menunjukkan semakin tinggi temperatur perlakuan hidrotermal maka ukuran partikel silika mesopori semakin besar.



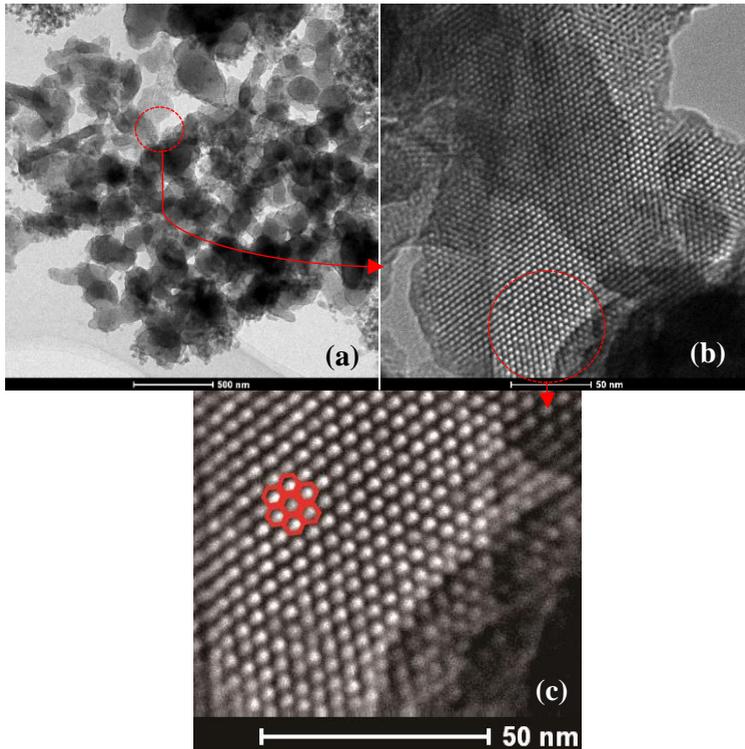
**Gambar 4. 9** Grafik pengaruh temperatur hidrotermal terhadap ukuran partikel silika mesopori

#### 4.4 *Transmission Electron Microscope (TEM)*

Gambar 4.10 menunjukkan morfologi dari silika mesopori dengan variasi perlakuan temperatur hidrotermal 100°C. Dapat dilihat pada Gambar 4.10 (A) silika mesopori tersebut memiliki bentuk partikel yang tidak beraturan dengan ukuran rata-rata yaitu 195,377 nm. Gambar 4.10 (B) menunjukkan partikel memiliki bentuk pori yang dihasilkan berupa heksagonal seperti sarang lebah yang sangat teratur dalam susunannya dengan ukuran 2,535 nm. Bentuk heksagonal seperti *honey-comb* terlihat pada Gambar 4.10 (C). Dengan ukuran pori yang ada maka material termasuk ke dalam material mesopori dimana material mesopori merupakan material dengan ukuran pori 2 sampai 50 nm. Bentuk pori heksagonal merupakan material mesopori silika untuk tipe MCM-



41. Hal tersebut dikarenakan surfaktan yang digunakan dalam sintesis mempengaruhi bentuk pori yang dihasilkan, dimana surfaktan CTAB menghasilkan bentuk heksagonal.



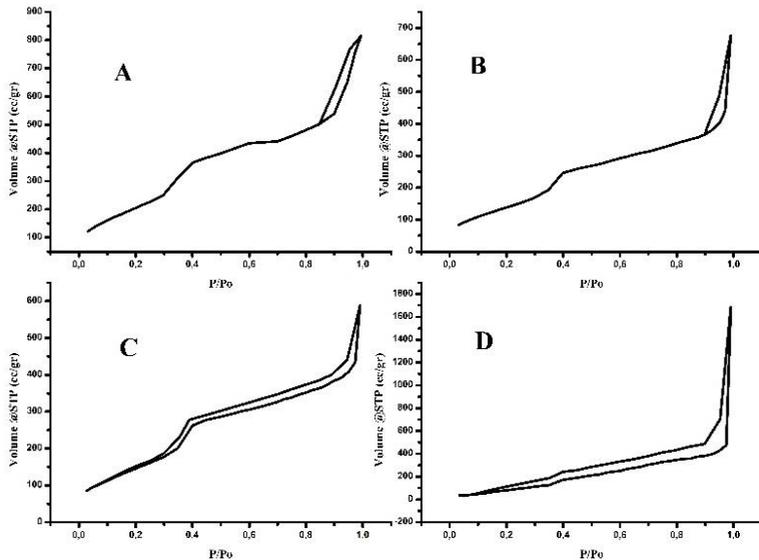
**Gambar 4.10** Hasil pengujian TEM silika mesopori dengan variasi perlakuan temperatur hidrotermal  $100^{\circ}\text{C}$  (A) skala 1:500 nm, (B) skala 1:50 nm, dan (C) bentuk heksagonal pori.

Menurut klasifikasi IUPAC, material mesopori adalah material yang memiliki ukuran pori-pori kisaran 2-50 nm dengan bentuk pori yang berbeda-beda serta dapat memiliki susunan yang terstruktur maupun tidak (Johansson, 2010).



Mesofasa silika MCM-41 memiliki bentuk heksagonal 2D yang simetris. CTAB (*cetyltrimethylammonium bromide*) pada kondisi basa akan menghasilkan mesostruktur heksagonal seperti sarang lebah (*honey comb*). Dimana CTAB memiliki gugus kepala ionik dengan muatan kation dan gugus ekor bermuatan anionik. Terjadi pergerakan dari surfaktan menuju silika yang bermuatan anionik dengan memanfaatkan interaksi elektrostatik yang akan mengarah ke pasangan ion anorganik-organik. Organik-anorganik tersebut akan berorganisasi secara *self-assembly* membentuk mesostruktur heksagonal yang kemudian setelah ditambahkan larutan asam akan terjadi polikondensasi dan polimerisasi silika yaitu *cross-linking* antar agregat silika (Meynen, et al., 2009).

#### 4.5 Nitrogen Adsorption-Desorption Isotherms



**Gambar 4. 11** Hasil pengujian *nitrogen adsorption-desorption isotherms* silika mesopori dengan variasi perlakuan temperatur hidrotermal (A) 85°C, (B) 100°C, (C) 115°C, dan (D) 130°C



Gambar 4.11 menunjukkan hasil pengujian *nitrogen adsorption desorption isotherms* silika mesopori dengan variasi perlakuan temperatur hidrotermal. Semua sampel dengan berbagai variasi temperatur hidrotermal memiliki kurva isoterm adsorpsi-desorpsi tipe IV menurut IUPAC. Dimana kurva isoterm adsorpsi-desorpsi tipe IV menunjukkan jenis material berupa material mesopori dan sesuai dengan hasil pengujian TEM bahwa material menunjukkan material mesopori.

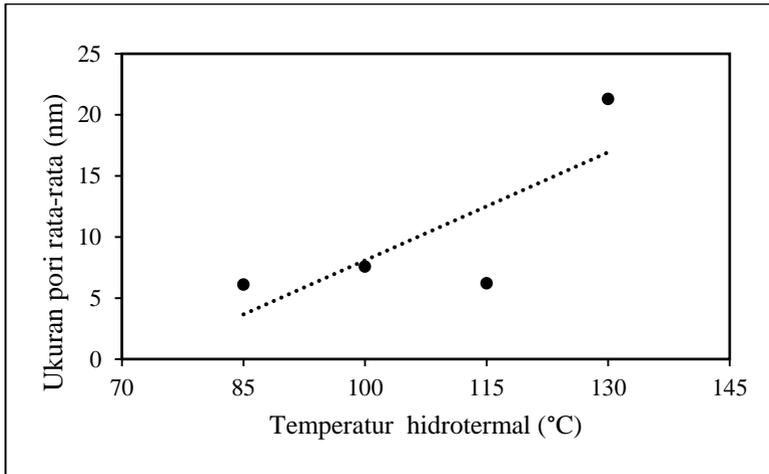
Menurut Al-Othman (2012), kurva adsorpsi desorpsi klasifikasi tipe IV dan V merupakan material mesopori yang menunjukkan adanya korelasi antara bentuk loop histeresis dan keberadaan dari suatu material padatan (misalnya distribusi ukuran pori, geometri pori, dan konektivitas). Hal ini diperkuat oleh data empiris yang dilakukan oleh de Boer untuk mengklasifikasikan kurva adsorpsi desorpsi yang menjadi dasar IUPAC.

**Tabel 4. 5** Luas permukaan, Ukuran pori rata-rata, dan total volume pori dari pengujian *nitrogen adsorption desorption isotherms*

Sampel	Luas permukaan spesifik (m <sup>2</sup> /gr)	Ukuran pori rata-rata (nm)	Total volume pori (cc/gr)
85°C	825,365	6,10426	1,2600
100°C	552,429	7,58248	1,0470
115°C	587,103	6,20203	0,9103
130°C	489,984	21,30580	2,6100

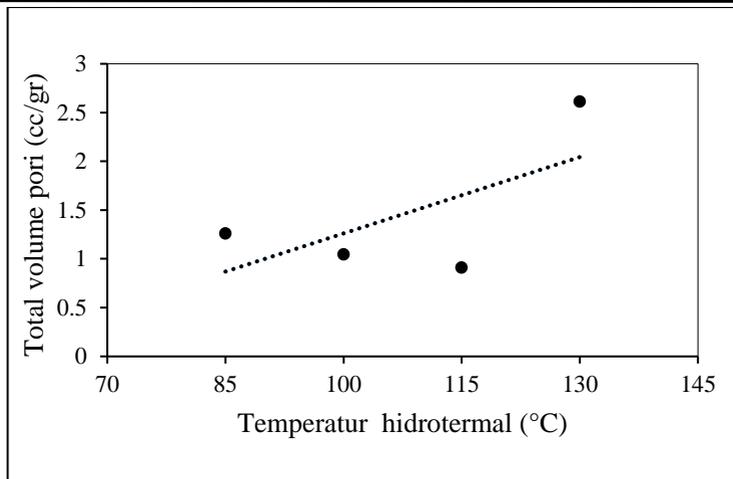
Tabel 4.5 menunjukkan hasil pengujian *nitrogen adsorption desorption isotherms* berupa luas permukaan, ukuran pori rata-rata, dan total volume pori dari silika mesopori dengan variasi temperatur perlakuan hidrotermal. Pada Gambar 4.12 ditunjukkan pengaruh temperatur perlakuan hidrotermal terhadap ukuran pori rata-rata yang dihasilkan pada silika mesopori. Dapat dilihat bahwa grafik menunjukkan kecenderungan bahwa semakin naik temperatur maka ukuran pori rata-rata juga akan meningkat,

hal ini disebabkan karena ketika temperatur hidrotermal naik akan terjadi pembengkakan atau pembesaran dari *template* surfaktan.



**Gambar 4.12** Pengaruh temperatur hidrotermal terhadap ukuran pori rata-rata silika mesopori

Menurut Kruk, et al., (1999), beberapa molekul surfaktan CTA<sup>+</sup> akan mengalami transformasi dengan proses dekomposisi pada salah satu gugus kepalanya dari ion amonium. Gugus tersebut memiliki sifat hidrofilik, dimana meningkatnya temperatur hidrotermal akan mengubah gugus hidrofilik menjadi lebih hidrofobik sehingga terjadi pergerakan rantai kepala yang terdekomposisi menuju inti hidrofobik dari misel yang akan mengakibatkan terjadi pembengkakan misel yang kemudian akan memperbesar ukuran pori selama restrukturisasi hidrotermal dalam air (Johansson, 2010).



**Gambar 4.13** Pengaruh temperatur perlakuan hidrotermal terhadap total volume pori silika mesopori

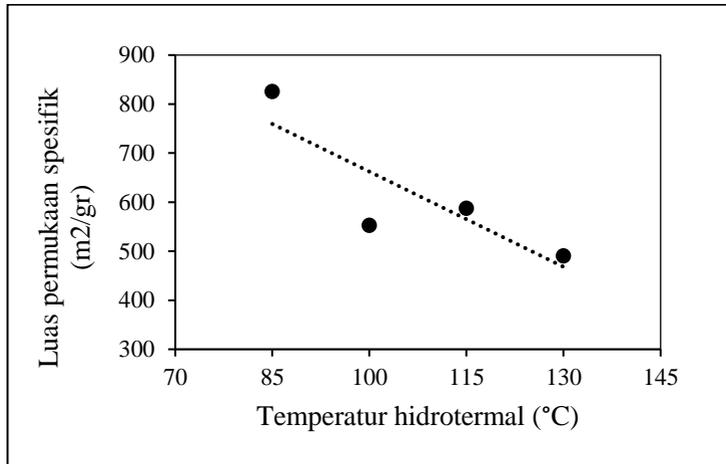
Gambar 4.13 menunjukkan pengaruh temperatur hidrotermal terhadap total volume pori. Terlihat bahwa semakin meningkatnya temperatur maka total volume pori akan meningkat. Kecenderungan tersebut dikarenakan adanya peningkatan ukuran pori rata-rata pada gambar 4.12, dimana semakin besar ukuran pori maka volume yang diadsorpsi juga akan semakin besar.

Menurut Lawrence, et al., (2015), Semakin tinggi temperatur sintesis akan meningkatkan ukuran pori dan total volume pori karena membesarnya template. Secara logika, semakin meningkatnya ukuran pori maka volume pori juga akan meningkat.

Gambar 4.14 menunjukkan hubungan pengaruh temperatur hidrotermal terhadap luas permukaan spesifik dari silika mesopori. Dimana grafik menunjukkan adanya kecenderungan apabila temperatur hidrotermal naik maka luas permukaan spesifik cenderung menurun. Hal ini disebabkan adanya pengaruh ukuran pori rata-rata, dimana semakin besar ukuran pori maka material memiliki jumlah pori yang sedikit

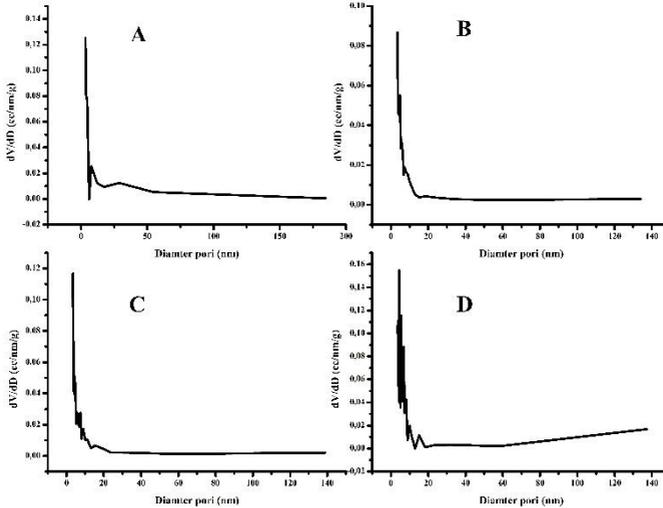


sehingga luas permukaan akan turun ketika ukuran pori rata-rata naik sesuai Gambar 4.12. Semakin tinggi temperatur maka semakin turun luas permukaan yang didapatkan. Hal ini karena pengaruh ukuran pori dimana ketika ukuran pori meningkat maka luas permukaan turun (Johansson, 2010).



**Gambar 4.14** Pengaruh temperatur perlakuan hidrotermal terhadap luas permukaan spesifik silika mesopori

Gambar 4.15 menunjukkan kurva distribusi ukuran pori menggunakan metode BJH, dimana semua kurva menunjukkan distribusi yang sempit. Distribusi sempit berarti ukuran diameter memiliki deviasi yang kecil dikarenakan ukuran pori yang seragam pada silika mesopori. Menurut Al-Othman (2012), bahwa material jenis M41S dimana MCM-41 termasuk didalamnya memiliki ukuran pori yang seragam dan teratur. Ukuran pori yang seragam tersebut dikarenakan adanya surfaktan sebagai agen untuk pembentukan sistem pori dengan struktur dapat disesuaikan selama sintesis, serta memiliki ukuran yang sama. Hal ini juga berkorelasi dengan hasil pengujian TEM pada gambar 4.10 dimana menunjukkan bahwa pori tersebar dengan teratur dengan ukuran yang sama.



**Gambar 4.15** Distribusi ukuran pori dengan metode BJH dari silika mesopori dengan variasi temperatur perlakuan hidrotermal (A) 85°C, (B) 100°C, (C) 115°C, dan (D) 130°C

Dengan demikian, setelah dilakukan berbagai karakterisasi material mesopori silika dengan variasi temperatur perlakuan hidrotermal maka penelitian ini menghasilkan material mesopori yang baik terdapat pada saat sintesa pada temperatur hidrotermal 85°C dengan didapatkan luas area spesifik sebesar 825,365 m<sup>2</sup>/gr dan ukuran pori rata-rata sebesar 6,10426 nm.

Dari penelitian Bhagiyalakshmi, et al., (2010) yaitu sintesa mesopori MCM-41 dari sekam padi menghasilkan luas permukaan spesifik sebesar 1102 m<sup>2</sup>/gr dan ukuran pori rata-rata sebesar 3,54 nm. Hasil tersebut lebih tinggi karena dalam penelitian tersebut menggunakan konsentrasi CTAB yang lebih tinggi. Sedangkan berdasarkan penelitian S.Chiarakorn & S.Yuttapong, (2005) yang juga mensitesa MCM-41 dari sekam padi menghasilkan luas permukaan spesifik sebesar 730 m<sup>2</sup>/gr dan ukuran pori rata-rata sebesar 2,2 nm. Apabila dibandingkan hasil tersebut lebih rendah



---

dikarenakan proses penghilangan *template* menggunakan proses kalsinasi. Dilihat dari perbandingan tersebut metode sintesa MCM-41 menggunakan metode sol-gel diikuti dengan perlakuan hidrotermal penelitian ini cukup baik sehingga dapat diimplementasikan pada aplikasi selanjutnya.



*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan hasil pengujian dan analisis data yang telah dilakukan, maka dapat ditarik kesimpulan:

1. Pengaruh dari variasi temperatur perlakuan hidrotermal menunjukkan semakin rendah temperatur mengakibatkan menurunnya ukuran partikel, meningkatnya luas permukaan spesifik dan menurunnya ukuran pori rata-rata. Dimana nilai luas permukaan terbesar adalah 825,365 m<sup>2</sup>/gr dan ukuran pori rata-rata adalah 6,10426 nm dengan ukuran partikel adalah 423,022 nm yang diperoleh dari proses hidrotermal pada 85°C.
2. Sintesa material silika mesopori MCM-41 dari sekam padi sebagai *precursor* berhasil dilakukan dengan menggunakan metode sol-gel dengan penambahan surfaktan CTAB disertai dengan perlakuan hidrotermal. Karakteristik silika mesopori MCM-41 tersebut memiliki struktur kristal amorfus dengan kandungan silika murni. Silika mesopori memiliki gugus fungsi Si-O-Si, Si-OH, dan -OH. Ukuran partikelnya antara 423,022 hingga 655,476 nm dengan bentuk seperti terumbu karang. Material tersebut memiliki ciri khas MCM-41 dengan bentuk pori hexagonal seperti sarang lebah dengan ukuran 2,535 nm serta termasuk material mesopori dengan tipe N<sub>2</sub> adsorpsi-desorpsi tipe IV.

#### **5.2 Saran**

Dari pembahasan dan kesimpulan yang didapatkan, maka penulis merekomendasikan beberapa hal sebagai berikut:

1. Diperlukan penelitian lebih lanjut terhadap variasi yang lain, seperti pH, waktu *aging*, surfaktan dan waktu hidrotermal.



- 
2. Dalam proses sintesa silika harus sangat memperhatikan setiap detail proses seperti lamanya proses aging, kecepatan stiring dan volume pengisian *autoclave*.

## DAFTAR PUSTAKA

- Alfaruqi, M. H., 2008. **Pengaruh Konsentrasi Hidrogen Klorida (HCl) dan Temperatur Perlakuan Hidrotermal terhadap Kristalinitas Material Mesopori Silika SBA-15**, Jakarta: Universitas Indonesia.
- Al-Othman, Z. A., 2012. A Review: Fundamental Aspects of Silicate Mesoporous Materials. **Materials**, Volume 5, pp. 2874-2902.
- Ang, T. N., Ngoh, G. C., Chua, A. S. M. & Lee, M. G., 2012. Elucidation of the effect of ionic liquid pretreatment on rice husk via structural analyses. **Biotechnology for Biofuels**, 5(67).
- Bakar, R. A., Gan, R. Y. & Neon, S., 2016. Production of High Purity Amorphous Silica from Rice Husk. **Procedia Chemistry**, Volume 19, p. 189 – 195.
- Battegazzore, D., Bocchini, S., Alongi, J. & Frache, A., 2014. Rice husk as bio-source of silica: preparation and characterization of PLA-silica bio-composites. **RSC Advances**.
- Berber, M. R., 2012. Control Of Nanoparticle Size, Crystal Structure And Growth Of Layered Double Hydroxide By Hydrothermal Treatment. **Int. J. Mod. Phys. Conf. Ser.** , Volume 6, pp. 133-137.
- Bhagiyalakshmi, M., Yun, L. J., Anuradha, R. & Jang, H. T., 2010. Utilization of rice husk ash as silica source for the synthesis of mesoporous silicas and their application to CO<sub>2</sub> adsorption through TREN/TEPA grafting.

**Journal of Hazardous Materials**, Volume 175, p. 928–938.

Bhavornthanayod, C. & Rungrojchaipon, P., 2009. Synthesis of Zeolite A Membrane from Rice Husk Ash. **Journal of Metals, Materials and Minerals**, 19(2), pp. 79-83.

Chandrasekhar, S., Satyanarayana, K. G., Pramada, P. N. & Raghavan, P., 2003. Review Processing, properties and applications of reactive silica from rice husk—an overview. **Journal of Material Science**, Volume 38, p. 3159 – 3168.

Chen, P. et al., 2017. Removal of Metal Impurities in Rice Husk and Characterization of Rice Husk Ash Under Simplified Acid Pretreatment Process. **Environmental Progress & Sustainable Energy**.

Chiarakorn, S. & Yutappong, S., 2005. **Structure of Mesoporous MCM-41 Prepared from Rice Husk Ash**. Chaingmai, The 8th The Asian Symposium On Visualization.

Coniwanti, P., Srikanthy, R. & Apriliyanni, 2008. **Pengaruh Proses Pengeringan, Normalitas HCL, dan Temperatur Pembakaran Pada Pembuatan Silika Dari Sekam Padi**, Inderalaya: Universitas Sriwijaya.

Deka, B. K. & Maji, T. K., 2013. Effect of SiO<sub>2</sub> and nanoclay on the properties of wood polymer nanocomposite. **Polym. Bull.**, Volume 70, p. 403–417.

Della, V., Ku`hn, I. & Hotza, D., 2002. Rice husk ash as an alternate source for active silica production. **Materials Letters**, Volume 57, p. 818–821.

- Derkacheva, O. & Sukhov, D., 2008. Investigation of Lignins by FTIR Spectroscopy. **Macromol. Symp.** , Volume 265, p. 61–68.
- Deshmukh, P., Bhatt, J., Peshwe, D. & Pathak, S., 2012. Determination of Silica Activity Index and XRD, SEM and EDS Studies of Amorphous SiO<sub>2</sub> Extracted from Rice Husk Ash. **Trans Indian Inst Met**, 65(1), p. 63–70.
- Evangelista, S. M. et al., 2007. Hexagonal mesoporous silica modified with 2-mercaptothiazoline for removing mercury from water solution. **Surface Science** , Volume 601, p. 2194–2202.
- Ghorbani, F. et al., 2012. Preparation and characterization of highly pure silica from sedge as agricultural waste and its utilization in the synthesis of mesoporous silica MCM-41. **Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers**, Volume 44, p. 821–828.
- Hadipramana, J. et al., 2016. Pozzolanitic Characterization Of Waste Rice Husk Ash (RHA) From Muar, Malaysia. **Materials Science and Engineering** , Volume 160 , p. 012066.
- Hamzah, Z., Narawi, N., Rasid, H. M. & Yusoff, A. N. M., 2012. Synthesis And Characterization Of Mesoporous Material Functionalized With Different Silylating Agent And Their Capability To Remove Cu<sup>2+</sup>. **The Malaysian Journal of Analytical Sciences**, 16(3), pp. 290 - 296.
- Hindrayawati, N. & Alimuddin, 2010. Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Abu Sekam Padi Dengan menggunakan

Natrium Hidroksida (NaOH). **Jurnal Kimia Mulawarman**, 7(2), pp. 75-77.

Jacob, S. A. & Das, S. J., 2016. Effect of hydrothermal synthesis on the particulate characteristics of Nanocrystalline titanium dioxide. **Materials Today: Proceedings** , Volume 3, p. 1599–1603.

James, J. & Rao, M. S., 1986. Silica From Rice Husk Through Thermal Decomposition. **Thermochemica Acta**, Volume 97, pp. 329-336.

Johansson, E. M., 2010. **Controlling the Pore Size and Morphology of Mesoporous Silica**, Linköping: Linköping University.

Johar, N., Ahmada, I. & Dufresne, A., 2012. Extraction, preparation and characterization of cellulose fibres and nanocrystals from rice husk. **Industrial Crops and Products**, Volume 37, p. 93–99.

Junko, U., Hisashi, I. & Katsuyoshi, K., 2009. Polysaccharide Hydrolysis and Metallic Impurities Removal Behavior of Rice Husks in Citric Acid Leaching Treatment. **Transactions of JWRI**, 38(2).

Kalapathy, U., Proctor, A. & Shultz, J., 2000. A simple method for production of pure silica from rice hull ash. **Bioresource Technology**, Volume 73, pp. 257-262.

Karim, M. Z., Hamid, S. B. A., Chowdhury, Z. Z. & Ali, M. E., 2016. Catalytic Isolation and Physicochemical Properties of Nanocrystalline Cellulose (NCC) using HCL-FeCl<sub>3</sub> System Combine with Ultrasonication. **BioResources**, 11(2), pp. 3840-3855.

- Kleitz, F., 2002. **Ordered Mesoporous Materials: Template Removal, Frameworks and Morphology**, Bochum: Ruhr-University Bochum.
- Kruk, M., Jaroniec, M. & Sayari, A., 1999. A Unified Interpretation of High-Temperature Pore Size Expansion Processes in MCM-41 Mesoporous Silicas. **J. Phys. Chem. B**, Volume 103, pp. 4590-4598.
- Kumar, S., Malik, M. & Purohit, R., 2017. **Synthesis Methods of Mesoporous Silica Materials**. Bhopal, MANIT, p. 350–357.
- Lanning, F., 1963. Silicon in rice. **J. Agric. Food Chem**, Volume 11, p. 435–437.
- Lau, B. B. Y., Yeung, T., Patterson, R. J. & Aldous, L., 2017. A Cation Study on Rice Husk Biomass Pretreatment with Aqueous Hydroxides: Cellulose Solubility Does Not Correlate with Improved Enzymatic Hydrolysis. **ACS Sustainable Chem. Eng.**, Volume 5, p. 5320–5329.
- Laudise, R. A., 1987. **hydrothermal Synthesis of Crystals**, Washington, D.C.: C&EN.
- Lawrence, G. et al., 2015. Quick high-temperature hydrothermal synthesis of mesoporous materials with 3D cubic structure for the adsorption of lysozyme. **Sci. Technol. Adv. Mater.**, Volume 16.
- Leboda, R., Mendyk, E. & Tertykh, V., 1995. Effect of the hydrothermal treatment method in an autoclave on the silica gel porous structure. **Materials Chemistry and Physics**, Volume 42, pp. 7-11.

- Le, V. H., Thuc, C. N. H. & Thuc, H. H., 2013. Synthesis of silica nanoparticles from Vietnamese rice husk by sol–gel method. *Nanoscale Research Letters* , 8(58).
- Levy, D. & Zayat, M., 2015. **The Sol-Gel Handbook**. Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- Liberman, A., Mendez, N., Troglor, W. C. & Kummel, A. C., 2014. Synthesis and surface functionalization of silica nanoparticles for nanomedicine. **surface science reports**, Volume 69, p. 132–158.
- Lin, S.-Y., 1999. Variation of Si±H and Si±D bond-bending modes in different local bonding environments in amorphous silicon dioxide. **Materials Chemistry and Physics** , Volume 58, pp. 156-161.
- Liou, T.-H., 2004. Preparation and characterization of nano-structured silica from rice husk. **Materials Science and Engineering A364**, p. 313–323.
- Liu, J. et al., 2012. Utilisation of microwave-NaOH pretreatment technology to improve performance and L-lactic acid yield from vinasse. **biosystem engineering**, Volume 112, pp. 6-13.
- Li, Z., Shi, T. & Guo, L., 2010. Preparation and morphology of porous SiO<sub>2</sub> ceramics derived from fir flour templates. **J. Serb. Chem. Soc.**, 3(75), p. 385–394.
- Maurice, A. R. & Faouzi, H., 2014. Synthesis and Characterization of Amorphous Silica Nanoparticles from Aqueous Silicates Using Cationic Surfactants. **Journal of Metals, Materials and Minerals**, 24(1), pp. 37-42.

- Ma, X.-k. et al., 2010. Surface modification and characterization of highly dispersed silica nanoparticles by a cationic surfactant. **Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects** , Volume 358, p. 172–176.
- Meléndez-Ortiz, H. I. et al., 2013. Hydrothermal Synthesis of Mesoporous Silica MCM-41 Using Commercial Sodium Silicate. **J. Mex. Chem. Soc.**, 57(2), pp. 73-79.
- Meynen, V., Cool, P. & Vansant, E., 2009. Verified syntheses of mesoporous materials. **Microporous and Mesoporous Materials**, Volume 125, p. 170–223.
- Pecoraro, E., Davolos, M. R. & Jr, M. J., 1995. Silica Morphology Characterized by SEM. The Effect of the Solvent Treatment and the Drying Process. **J. Braz. Chem. Soc.**, 6(4), pp. 337-341.
- Prawingwong, P., 2011. **Mesoporous Silica Synthesized from Rice Husk Ash and Its Grafting With pH – Responsive Poly(Acrylic Acid)**, Thammasat: Thammasat University.
- Purwana, S. A. B., Purwaningsih, H. & Pratiwi, V. M., 2017. **Analisa Pengaruh Temperatur Hidrotermal Terhadap Pembentukan Nanopartikel Silika Mesopori Berbahan Dasar Sekam Padi**, Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Putz, A.-M. et al., 2015. Pore Ordering In Mesoporous Matrices Induced By Different Directing Agents. **Journal of Porous Materials**, Volume 22, pp. 321-331.
- Rahman, I. et al., 2008. Effect of the drying techniques on the morphology of silica nanoparticles synthesized via sol–

gel process. **Ceramics International** , Volume 34, p. 2059–2066.

Rosen, M. J., 2004. **Surfactants and Interfacial Phenomena**. New Jersey: John Wiley & Sons, Inc..

Sayari, A., 1996. Periodic mesoporous materials: synthesis, characterization and potential applications. **Surface Science and Catalysis**, Volume 102.

Sayari, A., 2003. **The Chemistry of Nanostructured Materials**. Singapore: World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd.

Sayari, A. & Liu, P., 1997. Review Non-silica periodic mesostructured materials: recent progress. **Microporous Materials**, Volume 12, pp. 149-177.

Sayari, A. & Liu, P., 1997. Review Non-silica periodic mesostructured materials: recent progress. **Microporous Materials**, Volume 12, pp. 149-177.

Sayari, A., Liu, P., Kruk, M. & Jaroniec, M., 1997. Characterization of Large-Pore MCM-41 Molecular Sieves Obtained via Hydrothermal Restructuring. **Chem. Mater.**, pp. 2499-2506.

Sharma, R. & Arjariya, P., 2017. Applications Of Silica-Based Microporous And Mesoporous Materials For Drug Delivery. **IJRRPAS**, 7(1), pp. 1413-1417.

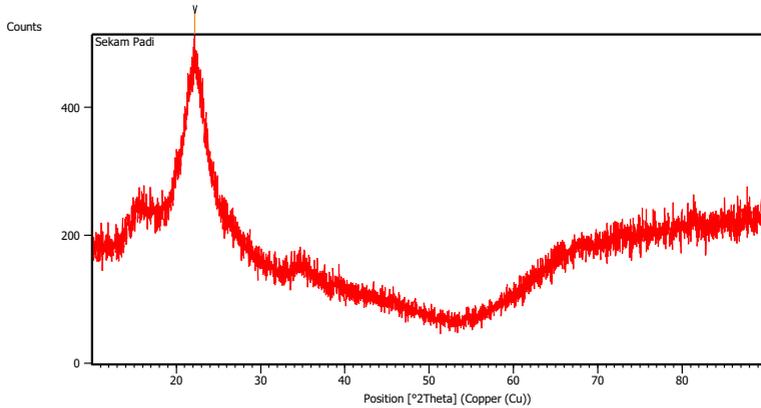
Siburian, M. B., 2015. **Sintesis dan Karakterisasi Mesopori Silika dari Sekam Padi Dengan Metode Kalsinasi**, Medan: Universitas Sumatera Utara.

Siddique, R., 2008. **Waste Materials and By-Products in Concrete**. Berlin: Springer-Verlag.

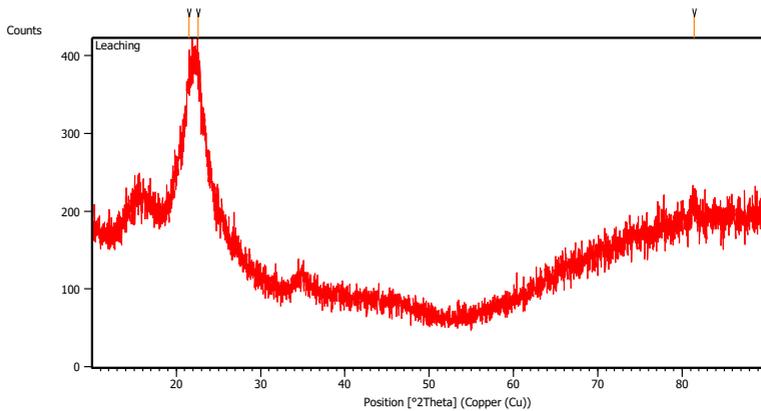
- Singh, D., Kumar, R., Kumar, A. & Rai, K. N., 2008. Synthesis and characterization of rice husk silica, silica-carbon composite and H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> activated silica. **Cerâmica**, Volume 54, pp. 203-212.
- Singh, L. et al., 2014. Sol-Gel processing of silica nanoparticles and their applications. **Advances in Colloid and Interface Science**.
- Smallman, R. E. & Ngan, A. H., 2007. **Physical Metallurgy and Advanced Materials Seventh edition**. 7th penyunt. Oxford: Elsevier Ltd..
- Sriyanti, Taslimah, Nuryono & Narsito, 2005. Sintesis Bahan Hibrida Amino-Silika dari Abu Sekam Padi Melalui Proses Sol-Gel. **JKSA**, 8(1).
- Sui, Z. et al., 2006. Capping effect of CTAB on positively charged Ag nanoparticles. **Physica E**, Volume 33, p. 308–314.
- Taffarel, S. R. & Rubio, J., 2010. Adsorption of sodium dodecyl benzene sulfonate from aqueous solution using a modified natural zeolite with CTAB. **Minerals Engineering**, Volume 23, p. 771–779.
- Trivana, L., Sugiarti, S. & Rohaeti, E., 2015. Sintesis Dan Karakterisasi Natrium Silikat (Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) Dari Sekam Padi. **Jurnal Sains dan Teknologi Lingkungan**, 7(2), pp. 66-75.
- Ummah, S., Prasetyo, A. & Barroroh, H., 2010. Kajian Penambahan Abu Sekam Padi Dari Berbagai Suhu Peengabuan Terhadap Plastisitas Kaolin. **ALCHEMY**, 1(2), pp. 53-103.

- Wanyika, H. et al., 2011. Synthesis and characterization of ordered mesoporous silica nanoparticles with tunable physical properties by varying molar composition of reagents. **African Journal of Pharmacy and Pharmacology**, 5(21), pp. 2402-2410.
- Warsito, S., Sriatun & Taslimah, 2008. *Pengaruh Penambahan Surfaktan Cetyltrimethylammonium Bromide (N-Ctmabr) Pada Sintesis Zeolit-Y*, Semarang: Universitas Diponegoro.
- Xu, W., Lo, T. Y. & Memon, S. A., 2012. Microstructure and reactivity of rich husk ash. **Construction and Building Materials**, Volume 29, p. 541–547.
- Yu, Q. et al., 2012. Hydrothermal synthesis of mesoporous silica spheres: effect of the cooling process. **Nanoscale**, p. 7114–7120.
- Zanjanchi, M. A. & Jabariyan, S., 2014. Application of ultrasound and methanol for the rapid removal of surfactant from MCM-41 molecular sieve. **J. Serb. Chem. Soc.**, 79(1), p. 25–38.

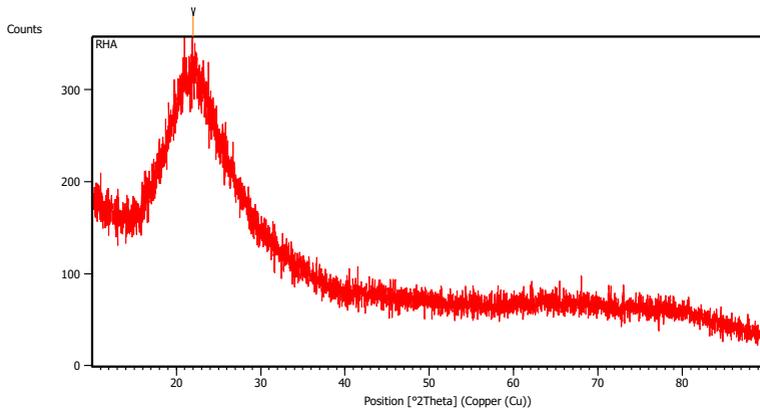
## LAMPIRAN



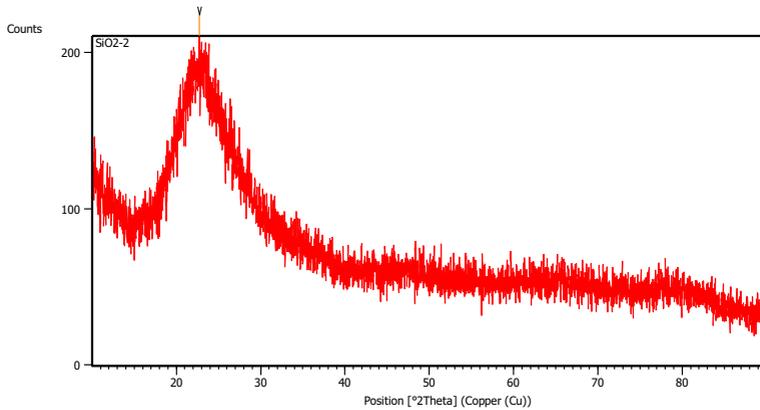
Gambar 30. Difraktogram XRD dari sekam padi



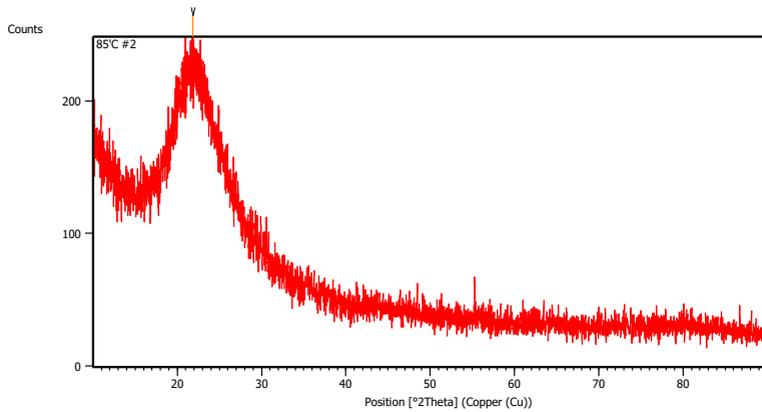
Gambar 31. Difraktogram XRD dari sekam padi setelah proses *acid-leaching*



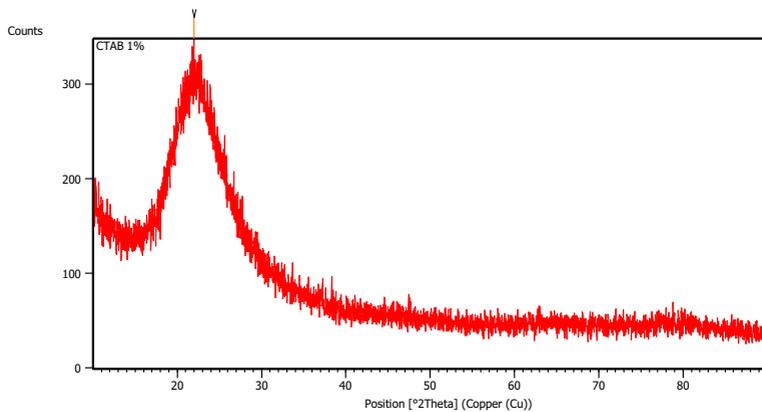
Gambar 32. Difraktogram XRD dari abu sekam padi (*rice husk ash*)



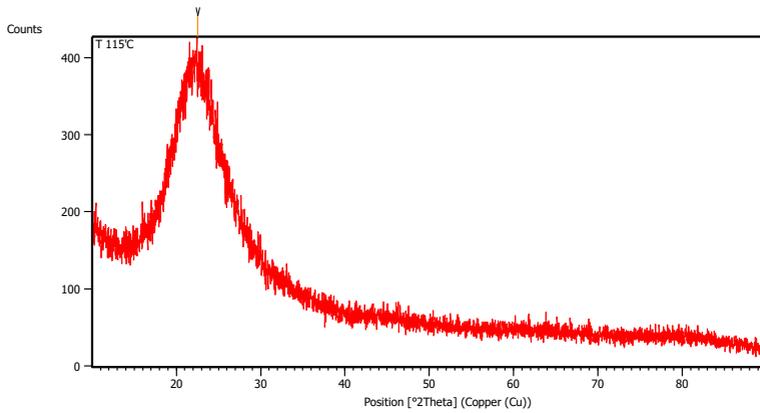
Gambar 33. Difraktogram XRD dari silika hasil ekstraksi



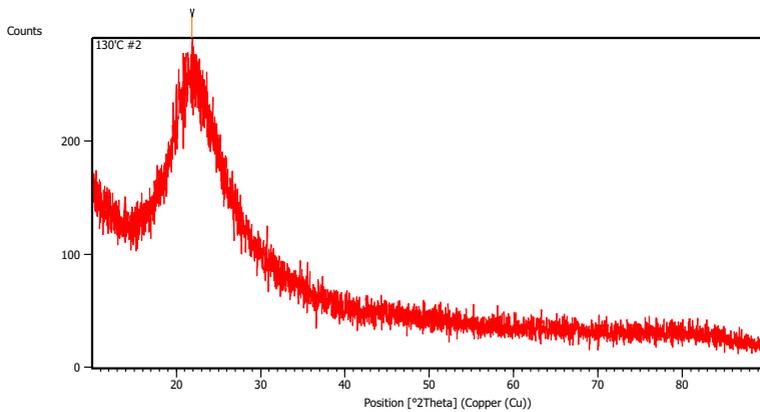
Gambar 34. Difraktogram XRD dari nanopartikel silika mesopori dengan variasi temperatur 85°C



Gambar 35. Difraktogram XRD dari nanopartikel silika mesopori dengan variasi temperatur 100°C



Gambar 36. Difraktogram XRD dari nanopartikel silika mesopori dengan variasi temperatur 115°C



Gambar 37. Difraktogram XRD dari nanopartikel silika mesopori dengan variasi temperatur 130°C

Tabel 6. Puncak difaktogram dari proses ekstraksi silika dari sekam padi

<b>Sampel</b>	<b>Posisi (°2Theta)</b>	<b>FWHM (°2Theta)</b>	<b>ICDD</b>
<b>Sekam padi</b>	15,6056	0,09	#00-056-1718
	22,1727	0,6528	
	34,7079	0,09	
<b>Sekam padi Leaching</b>	15,6349	0,09	#00-056-1718
	22,6103	0,5353	
	34,4711	0,09	
<b>RHA</b>	22,0155	0,09	#01-082-1554
<b>Silika ekstraksi</b>	22,7162	0,09	#01-082-1554

Tabel 7. Puncak difaktogram nanopartikel silika mesopori dengan variasi temperatur 85°C, 100°C, 115°C, dan 130°C

<b>Sampel</b>	<b>Posisi (°2Theta)</b>	<b>FWHM (°2Theta)</b>
<b>85°C</b>	21,8404	7.162888
<b>100°C</b>	22,0155	6.95076
<b>115°C</b>	22,5410	6.684838
<b>130°C</b>	21,8404	6.667033

ICDD #01-082-1554 untuk silika

### **Name and formula**

Reference code:	01-082-1554
Compound name:	Silicon Oxide
Common name:	Silicon dioxide
ICSD name:	Silicon Oxide
Empirical formula:	O <sub>2</sub> Si
Chemical formula:	SiO <sub>2</sub>

### **Crystallographic parameters**

Crystal system:	Tetragonal
Space group:	I-42d
Space group number:	122
a (Å):	4,7481
b (Å):	4,7481
c (Å):	7,4880
Alpha (°):	90,0000
Beta (°):	90,0000
Gamma (°):	90,0000
Calculated density (g/cm <sup>3</sup> ):	2,36
Volume of cell (10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ):	168,81
Z:	4,00
RIR:	5,22

## Subfiles and quality

Subfiles: Alloy, metal or intermetallic  
ICSD Pattern  
Inorganic  
Pharmaceutical

Quality: Hypothetical (H)

## Comments

ICSD collection code: 075648  
Creation Date: 01/01/1970  
Modification Date: 01/01/1970  
ICSD Collection Code: 075648. Structure calculated theoretically

Test from ICSD: No R value given  
Test from ICSD: At least one TF missing. This pattern is based on a hypothetical structure. Framework silica structures generated using simulated annealing with a potential energy function based on an H6 Si2 O7 molecule. d a (I4-2D). AX2.

## References

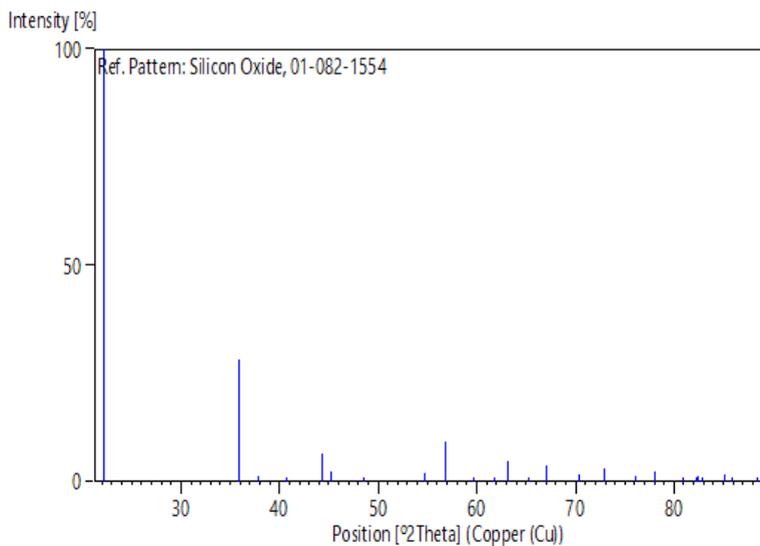
Primary reference: *Calculated from ICSD using POWD-12++*, (1997)

Structure: Boisen, Jr., M.B., Gibbs, G.V., Bukowinski, .S.T., *Phys. Chem. Miner.*, **21**, 269, (1994)

## Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	0	1	4,00991	22,151	100,0
2	1	1	2	2,49959	35,898	28,2
3	2	0	0	2,37405	37,867	1,4
4	1	0	3	2,20933	40,810	1,1
5	2	1	1	2,04286	44,305	6,6
6	2	0	2	2,00495	45,188	2,4
7	0	0	4	1,87200	48,596	0,1
8	2	2	0	1,67871	54,628	1,9
9	2	1	3	1,61733	56,885	9,2
10	3	0	1	1,54849	59,663	0,4
11	3	1	0	1,50148	61,731	1,1
12	2	0	4	1,46998	63,205	4,9
13	1	0	5	1,42824	65,277	0,3
14	3	1	2	1,39359	67,111	3,8
15	3	0	3	1,33664	70,381	1,6
16	3	2	1	1,29698	72,871	3,2
17	2	2	4	1,24979	76,099	1,2
18	2	1	5	1,22384	78,014	2,5
19	4	0	0	1,18703	80,922	0,5
20	3	1	4	1,17127	82,244	0,7
21	1	1	6	1,16980	82,369	1,3
22	3	2	3	1,16472	82,807	0,6
23	4	1	1	1,13820	85,184	1,5
24	4	0	2	1,13152	85,807	0,5
25	2	0	6	1,10467	88,424	0,1

## **Stick Pattern**



ICDD #00-056-1718 untuk selulosa tipe I

## **Name and formula**

Reference code: 00-056-1718

Compound name: Cellulose I $\beta$

Empirical formula:  $C_6H_{10}O_5$

Chemical formula:  $(C_6H_{10}O_5)_n$

## **Crystallographic parameters**

Crystal system: monoclinic

Space group: P21

Space group number:	4
a (Å):	7,7840
b (Å):	8,2010
c (Å):	10,3800
Alpha (°):	90,0000
Beta (°):	90,0000
Gamma (°):	96,5000
Calculated density (g/cm <sup>3</sup> ):	1,64
Volume of cell (10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ):	658,36
Z:	4,00
RIR:	-

### **Subfiles and quality**

Subfiles:	Carbohydrates Organic Pharmaceutical Polymer
Quality:	Star (S)

### **Comments**

Creation Date:	7/1/2005
Modification Date:	1/12/2011
Additional Patterns:	To replace 00-050-224. See See PDF 00-060-1502
Sample Preparation:	The sample was a sheet of whatman No.42 filter paper
Structures:	Crystal structure optimized by a density functional plane wave pseudopotential quantum

mechanical calculation, with fixed experimental lattice parameters.

## References

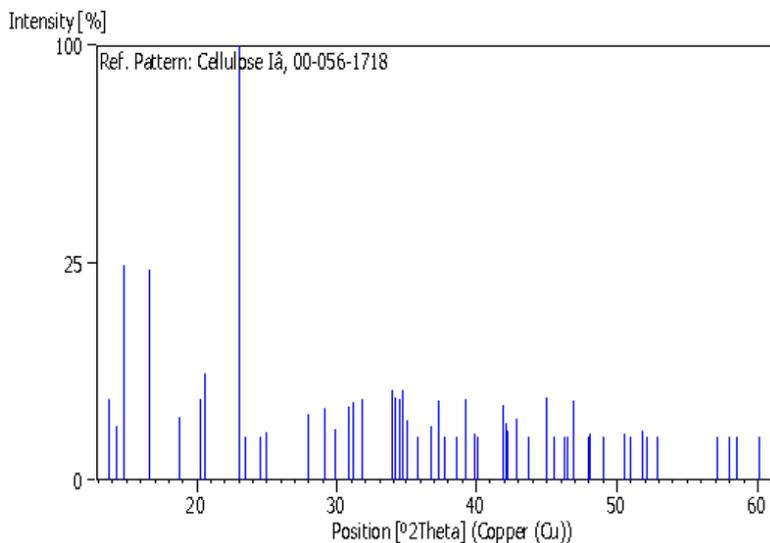
- Primary reference: Kaduk, J., BP Chemical Naperville, IL, USA., *Private Communication*, (2005)
- Unit cell: Nishiyama, Y., Langan, P., Chanzy, H., *J. Am. Chem. Soc.*, **124**, 9074, (2002)

## Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	0	1	1	6,40900	13,806	3,4
2	1	0	1	6,20140	14,271	1,5
3	-1	1	0	5,95860	14,855	24,5
4	1	1	0	5,31440	16,668	23,7
5	1	1	1	4,73040	18,744	2,1
6	0	1	2	4,37730	20,271	3,5
7	1	0	2	4,30940	20,594	5,9
8	2	0	0	3,86660	22,983	100,0
9	0	2	1	3,79220	23,440	0,7
10	2	0	1	3,62340	24,548	1,0
11	-1	2	1	3,55740	25,011	1,2
12	0	1	3	3,18540	27,988	2,3
13	2	1	1	3,18540	27,988	2,3
14	-1	2	2	3,05900	29,170	2,7
15	-2	1	2	2,99150	29,843	1,4
16	-1	1	3	2,99150	29,843	1,4
17	1	1	3	2,89960	30,812	2,8
18	1	2	2	2,86890	31,150	3,2
19	-2	2	1	2,86890	31,150	3,2

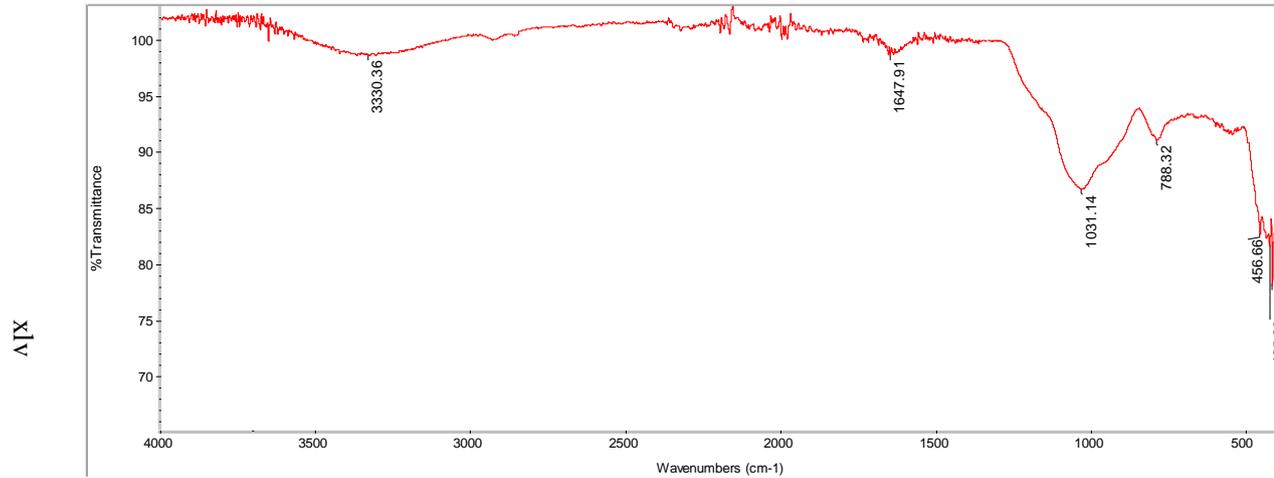
20	2	1	2	2,81360	31,778	3,5
21	0	2	3	2,63720	33,966	4,3
22	0	3	1	2,62740	34,097	3,6
23	0	0	4	2,59500	34,536	3,5
24	-1	3	1	2,57580	34,801	4,2
25	-1	2	3	2,55430	35,104	1,9
26	3	0	1	2,50170	35,867	0,8
27	1	2	3	2,44160	36,781	1,5
28	1	3	1	2,40720	37,326	3,3
29	3	1	0	2,38080	37,755	0,9
30	1	1	4	2,33180	38,580	0,7

### Stick Pattern



Title: Sekam Padi

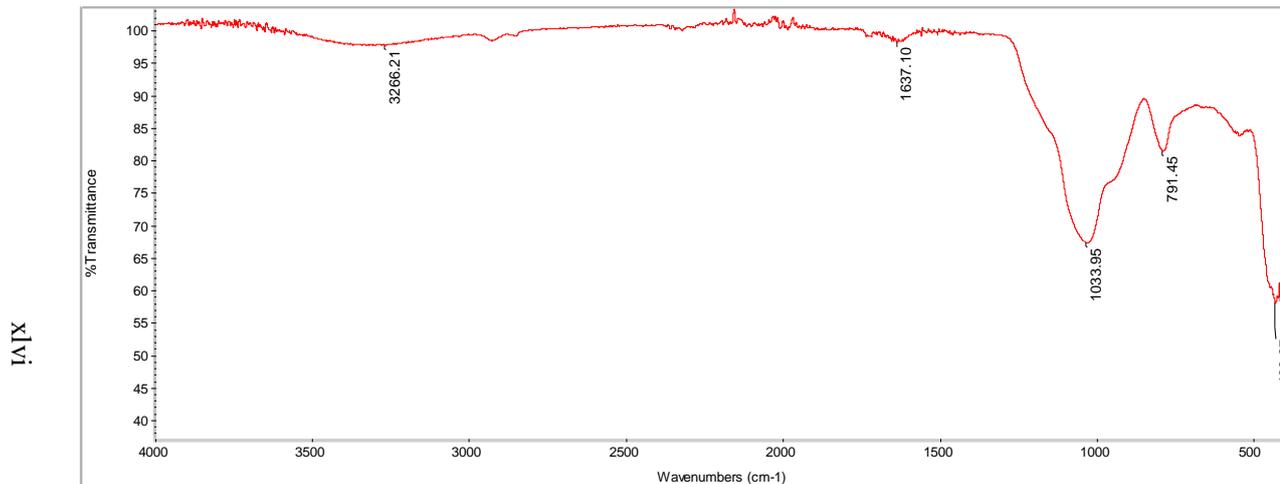
Tue Feb 13 07:31:20 2018 (GMT+07:00)



Gambar 38. Spektra FT-IR dari sekam padi

Title: Leaching

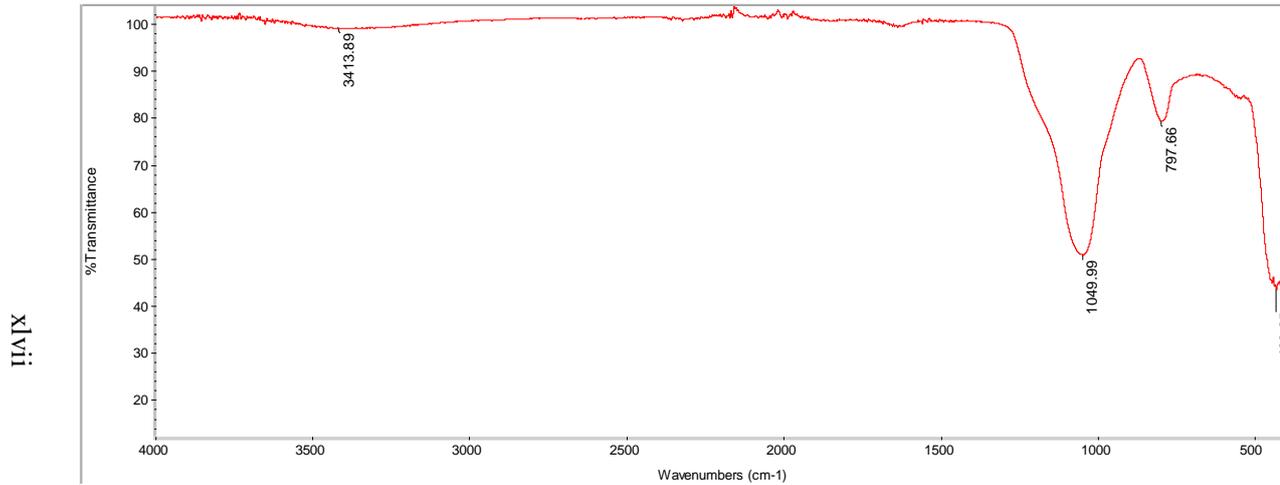
Tue Feb 13 07:28:37 2018 (GMT+07:00)



Gambar 39. Spektra FT-IR dari sekam padi setelah proses *acid-leaching*

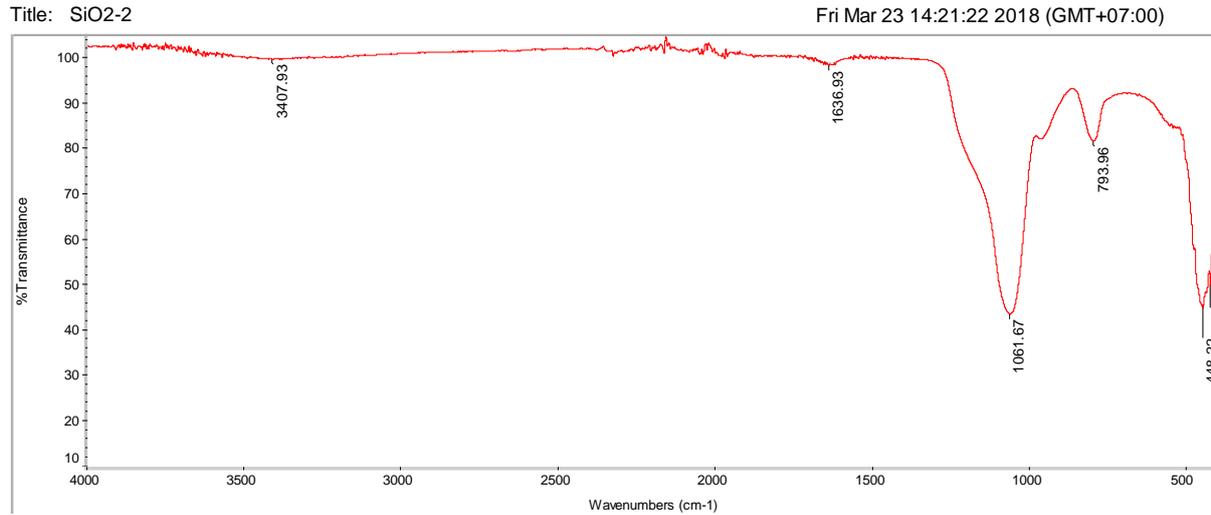
Title: RHA

Tue Feb 13 07:38:59 2018 (GMT+07:00)



iiix

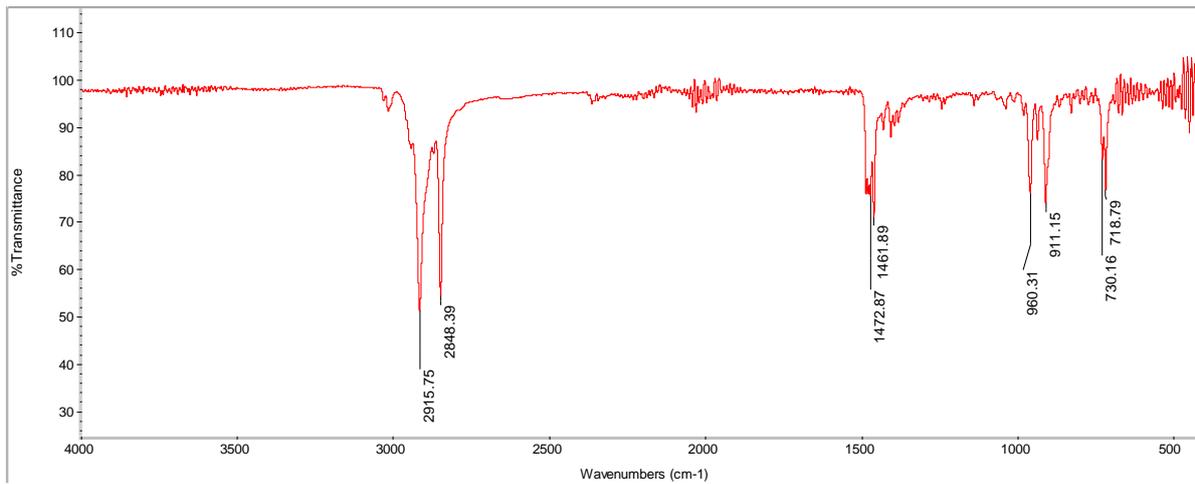
Gambar 40. Spektra FT-IR dari abu sekam padi (*rice husk ash*)



Gambar 41. Spektra FT-IR dari silika hasil ekstraksi

Title: CTAB Asli

Thu Apr 26 08:44:07 2018 (GMT+07:00)

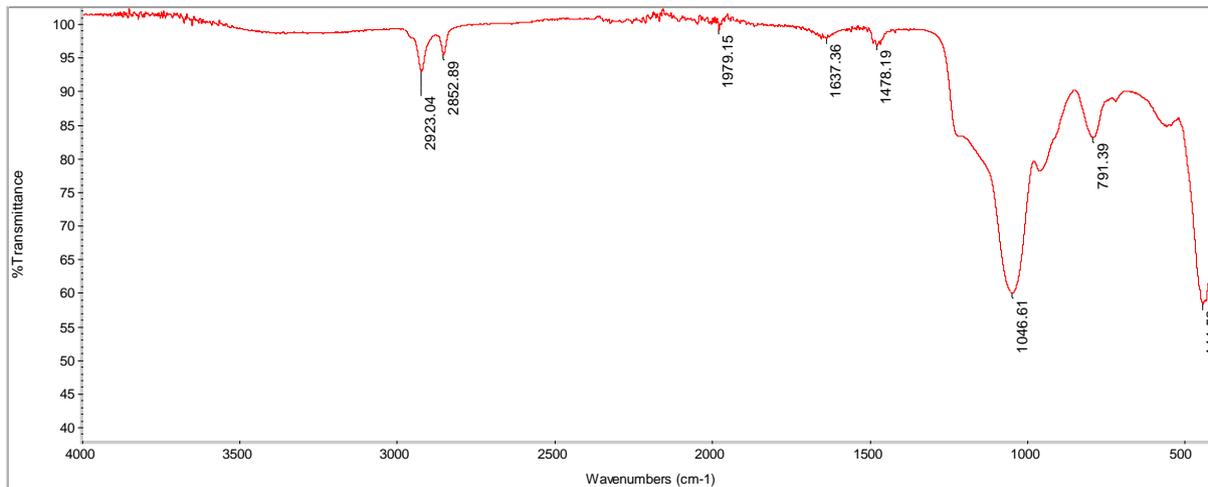


xix

Gambar 42. Spektra FT-IR dari CTAB

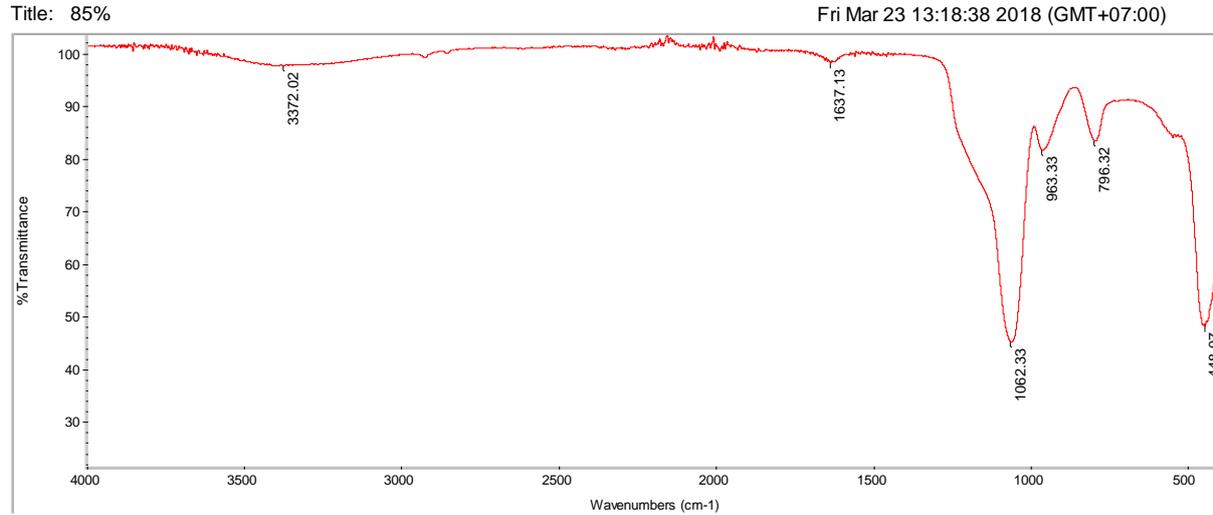
Title: SiO<sub>2</sub>-CTAB

Tue Feb 06 07:32:09 2018 (GMT+07:00)

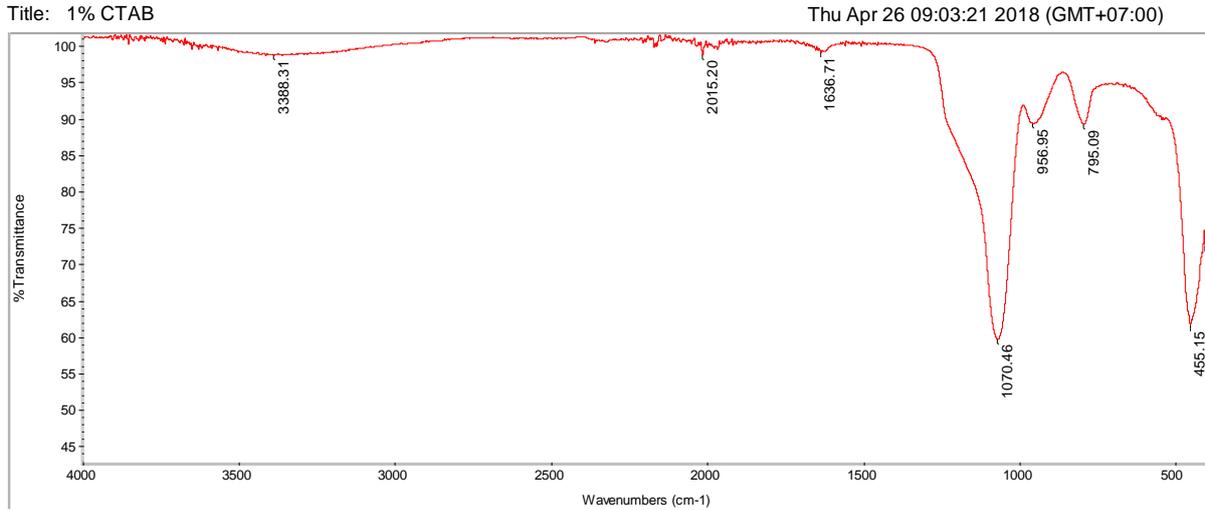


Gambar 43. Spektra FT-IR dari SiO<sub>2</sub> dengan penambahan CTAB

11



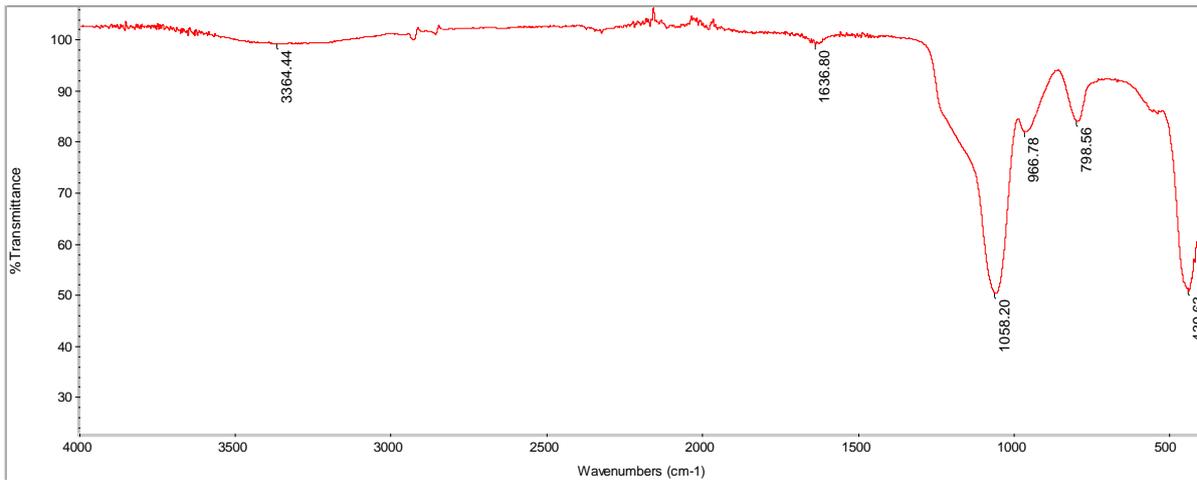
Gambar 44. Spektra FT-IR dari nanopartikel silika mesopori dengan variasi temperatur 85°C



Gambar 45. Spektra FT-IR dari nanopartikel silika mesopori dengan variasi temperatur 100°

Title: 115°C H2

Thu Apr 26 08:52:03 2018 (GMT+07:00)

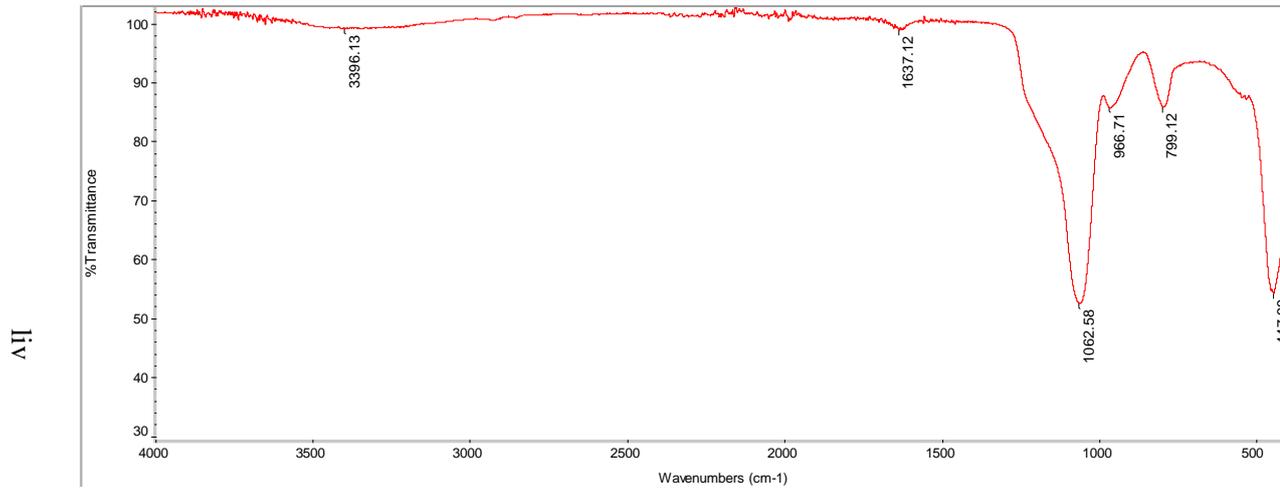


III

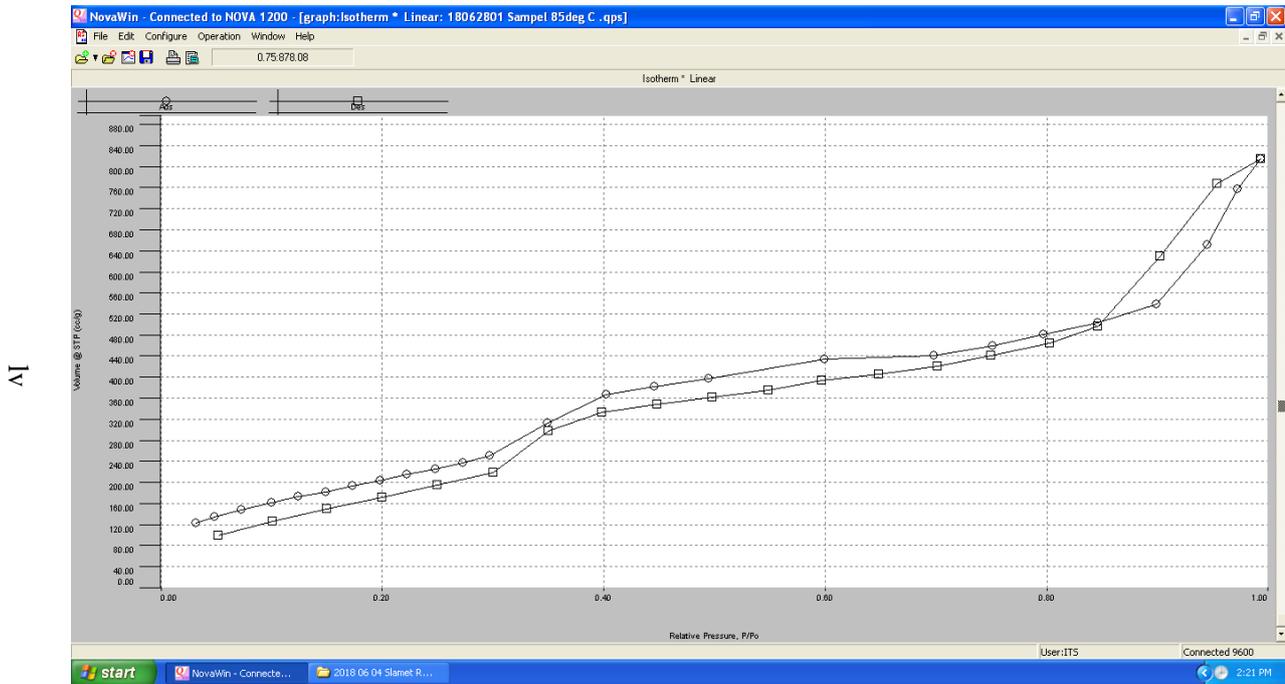
Gambar 46. Spektra FT-IR dari nanopartikel silika mesopori dengan variasi temperatur 115°C

Title: 130°C #2

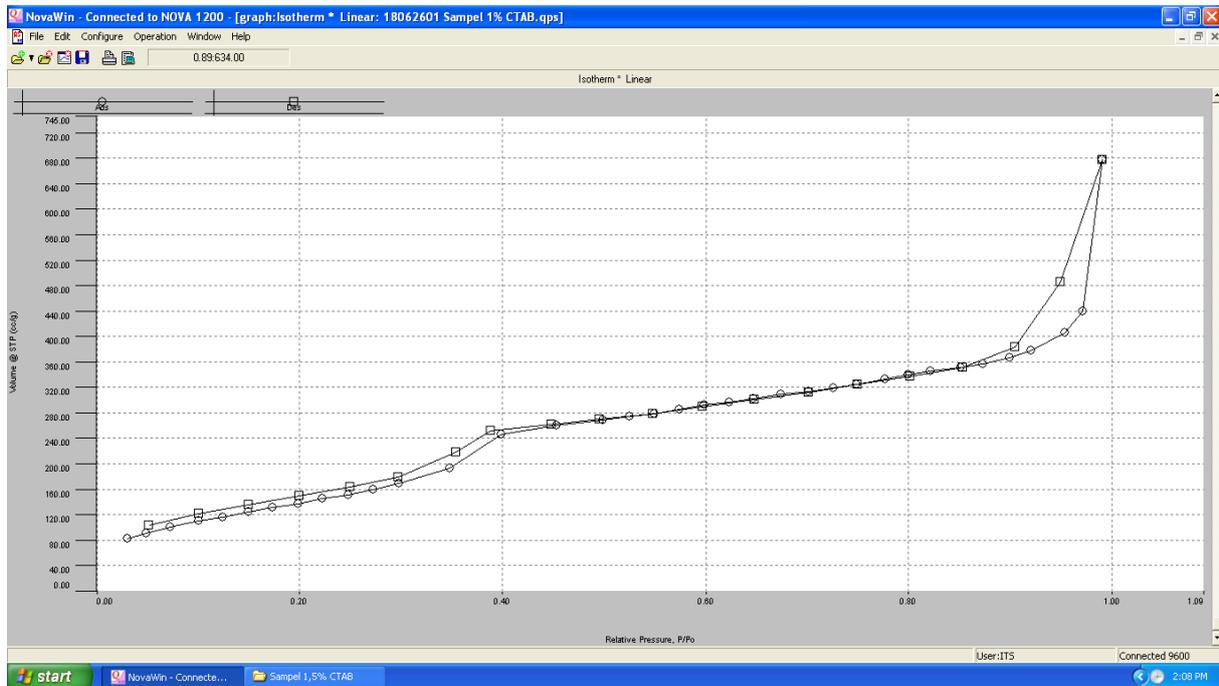
Thu Apr 26 09:00:19 2018 (GMT+07:00)



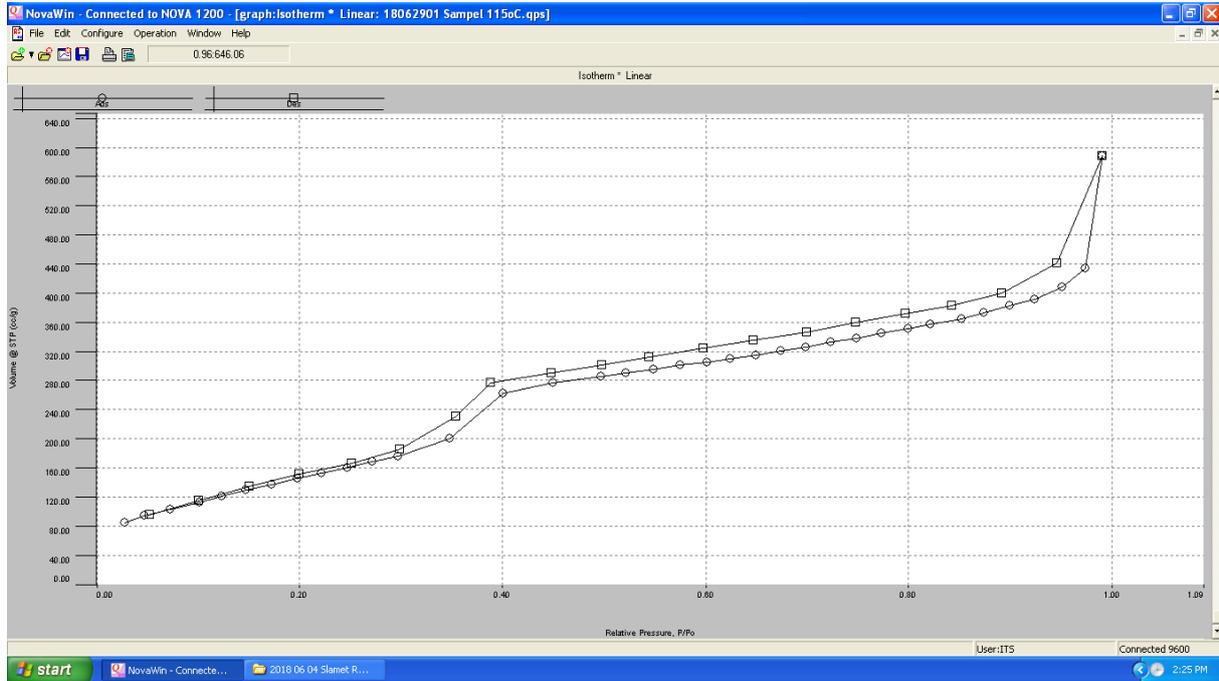
Gambar 47. Spektra FT-IR dari nanopartikel silika mesopori dengan variasi temperatur 130°C



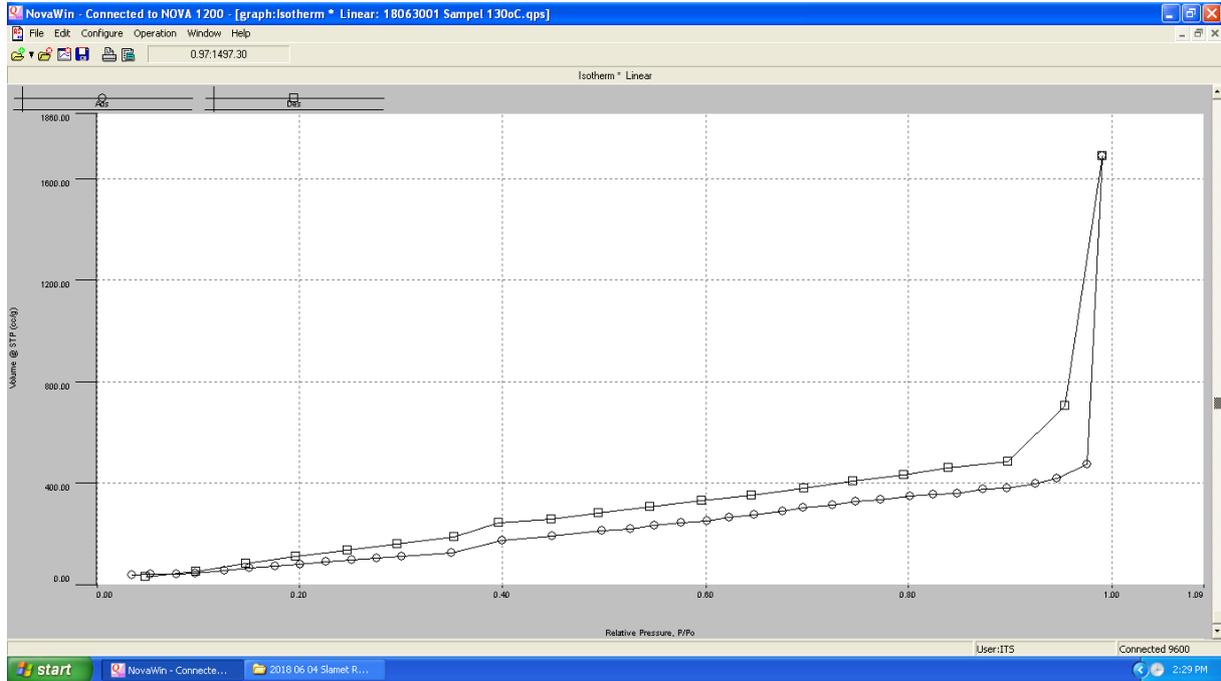
Gambar 19. Kurva pengujian BET adsorpsi desorpsi isotherm partikel silika mesopori 85°C



Gambar 20. Kurva pengujian BET adsorpsi desorpsi isotherm partikel silika mesopori 100°C



Gambar 21. Kurva pengujian BET adsorpsi desorpsi isotherm partikel silika mesopori 115°C



Gambar 22. Kurva pengujian BET adsorpsi desorpsi isotherm partikel silika mesopori 130°C

## BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap Slamet Raharjo. Lahir pada tanggal 10 November 1995 di Klaten dari pasangan Suyono Hadiwiyono dan (alm.) Suharjanti. Penulis merupakan anak ketiga dari tiga bersaudara, memiliki kakak perempuan bernama Purwanti dan memiliki kakak laki-laki bernama Dwi Cahyono. Penulis menempuh pendidikan formal di SDN 2 Mendak, SMP Negeri 1 Delanggu dan SMA Negeri 1 Klaten.

Setelah lulus dari SMA penulis melanjutkan studinya melalui jalur SNMPTN di Jurusan Teknik Material Institut Teknologi Sepuluh Nopember pada tahun 2014 terdaftar dengan NRP 02511440000005.

Sejak kuliah penulis aktif mengikuti organisasi di Himpunan Mahasiswa Teknik Material dan Metalurgi (HMMT) dan pernah menjabat sebagai Bendahara Umum Badan Semi Otonom Minat Bakat. Penulis juga aktif dalam mengikuti berbagai kegiatan pelatihan seperti LKMM Pra TD dan pelatihan Teknologi Komputasi (Inventor, Ansys, dan Solid Work tahun 2017). Tak hanya di bidang keorganisasian, penulis juga pernah mengasah kemampuan di bidang akademik dengan menjadi Asisten Laboratorium (Grader) Metalurgi (2016-2018). Selain itu, penulis juga pernah menjadi *Grader Perlakuan Panas* (2018).

Penulis memiliki pengalaman kerja praktek di PT. Vale Indonesia Tbk pada bulan Juli – Agustus 2017. Selama kerja praktek, penulis mendalami topik terkait “ Studi Pengaruh %C pada *Calcine* terhadap *Volume Offgas* yang dihasilkan dan *Volume In-Leakage Air* yang dibutuhkan untuk Menghasilkan *Offgas* dengan Komposisi 15.5% O<sub>2</sub>”. Hingga pada akhirnya, kegiatan perkuliahan jenjang Strata-1 diakhiri dengan melakukan Tugas Akhir dalam bidang Material Inovatif, Material Keramik dan

Gelas, dengan judul “**Analisa Pengaruh Temperatur Perlakuan Hidrotermal Terhadap Pembentukan Partikel Silika Mesopori MCM-41 Dari Sekam Padi**”.

E-mail: [slametjoe@gmail.com](mailto:slametjoe@gmail.com)